

BÖLÜM 7. ENSTRÜMENTAL ANALİZ YÖNTEMLERİ

I. SPEKTROSKOPİ

Bir örnekteki atom, molekül veya iyonların bir enerji düzeyinden diğesine geçişleri sırasında absorplanan veya yayılan elektromanyetik ışımının, ölçülmesi ve yorumlanmasına **spektroskopi** denir. Diğeri bir deyişle, madde ile ışın arasındaki etkileşmeye inceleyen bilim dalıdır.

Bir madde, üzerine düşürülen çeşitli dalga boylarından (mor ötesi ışınlarından- radyo dalgalarına kadar) ancak bazılarını soğurur. Maddenin bu özelliğinden yapısı, konsantrasyonu vs. tayin edilebilir.

Bunun için madde üzerine dalga boyu 110 nm- 3000 nm'ye kadar deęişen ışınlar düşürülür.

Bütün bu dalga boylarını verecek ve hangi dalga boylarlarının soęurulduęunu tespit edecek tek bir cihaz yapmak mümkün olmadığından, belirli dalga boyları arasında çalışan cihazlar geliştirilmiştir.

110-1000 nm → mor ötesi-görünür alan

2500-25000 nm → kırmızı-altı

Yüzlerce metreye kadar(radyo dalgaları) →
NMR (nükleer magnetik rezonans)

Spektroskopik yöntemler, Atomik Spektroskopi ve Moleküler Spektroskopi olmak üzere temelde iki gruba ayrılır.

Atomik spektrum sadece elektronların bir enerji düzeyinden diğerine geçişleri içerir. Bu geçişler sırasında absorplanan veya yayılan ışımının enerjisi, atomun potansiyel enerjisindeki değişim ile orantılıdır ve $\Delta E = hv$ eşitliği ile verilir.

Bir atomun elektronlarının yüksek enerjili düzeylere uyarılmasında absorplanan veya uyarılmış bir atomun temel düzeye dönüşü sırasında yayılan ışımın enerjileri, elektromanyetik spektrumun ultraviyole veya görünür bölge sınırları içindedir.

Moleküler spektrum, elektronik düzeyler arasındaki geçişlere ek olarak dönme ve titreşim enerji düzeyleri arasındaki geçişleride içerir.

Bu geçişler sırasında bir molekülün toplam enerjisi,
 $E_{\text{toplam}} = E_{\text{elektronik}} + E_{\text{titreşim}} + E_{\text{dönme}}$ eşitliği ile verilir. Bu nedenle moleküllerin spektrumları atom spektrumlarına oranla daha karmaşıktır.

1. Mor Ötesi (UV) ve Görünür Bölge Soğurma Spektroskopisi

Bir ışın geçirgen bir sıvı, katı yada gaz katmanından geçirilirse bazı frekanslarda şiddeti çok azalır. Nu durumda soğurma (absorbsiyon) yapmaktadır.

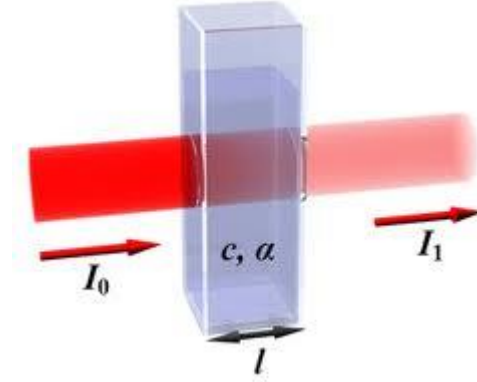
Bu olay temel haldeki molekül veya atomların daha yüksek enerjili konuma geçmesiyle oluşur. Buna yüksek enerjili konuma uyarılmış hal denir. Uyarılmış atom veya moleküller bir süre sonunda eski hallerine dönerler. Enerjilerini yitirirler.

Moleküllerdeki elektronik uyarılma mor ötesi ve görünür bölge ışınlarıyla oluşur.

Bu uyarılma yanında titreşim ve dönme uyarılmaları da oluşur.

Yalnız titreşim uyarılmaları IR (Infra red) bölgesinde, yalnız dönme uyarıları ise 10-100 μ luk ışının bölgesinde oluşur.

Organik bileşiklerin pek çoğunun spektrofotometrik ölçümleri 180 nm den daha büyük dalga boyu bölgesine aittir. UV ve görünür bölge (GB) spektrometresi ile **kromofor grup** içeren bileşik veya karışımların kalitatif veya kantitatif analizleri yapılabilir.



Lambert-Beer Yasası: maddenin ışığı soğurma (absorplama) derecesini ölçmek ve bundan yararlanarak derişimi saptamak için soğurma ile derişim arasındaki ilişki bilinmelidir.

Absorbsiyonun ölçülmesinde kullanılan spektrometrelerin kısımları



Örnek kapları: manomarkörlerin optik elemanları arasında örneği bulunduran seller (celles) veya küvet istenilen dalga boyu bölgesinde ışığı geçiren materyalden yapılmış olmalıdır.

Işın dedektörleri: ışın enerjisini elektrik enerjisine çeviren düzeneklerdir.

Absorbsiyon ölçen cihazlar

- 1. Kolorimetreler**
- 2. Fotometreler**
- 3. Spektrofotometreler**