

BÖLÜM 7. ENSTRÜMENTAL ANALİZ YÖNTEMLERİ-II

2. Atomik Absorbsiyon Spektrofotometresi

Metalik elementlerin analizinde kullanılmaktadır. Tayin edilecek element; elementel duruma indirgenmiş olmalıdır. Bu işlem örnek ince bir borudan çekilerek, sis halindeki alev içerisine püskürtülmek suretiyle gerçekleştirilir.

Atomik absorpsiyon spektrometresi;

- analiz edilecek elementin absorpayacağı ışığı yayan ışık kaynağı
- örnek çözeltisinin atomik buhar haline getirildiği atomlaştırıcı
- Çalışılan dalgaboyunu diğer dalgaboylarından ayırılmasını sağlayan monokromatör
- Işık şiddetinin ölçüldüğü dedektörden oluşmaktadır.

3. Atomik Emisyon Spektrofotometresi

Emisyon spektrometresi, uyarılmış enerji düzeyine çıkan atomların daha düşük enerjili düzeylerine geçişlerinde yaydıkları UV-GB ışımalarının ölçülmesine dayanır.

Atomik emisyon spektrometresi uyarmayı sağlayan enerji kaynağına göre isimlendirilir.

Atomlaştırmak ve uyarmak için alev kullanıldığında; **alev emisyon spektrometresi**

Elektriksel boşalım ve plazma gibi yüksek enerji kaynağı kullanan; **atomik emisyon (optik) spektrometresi**

4. Plazma Kaynaklı Emisyon Spektrofotometresi

Katyon ve elektronlardan meydana gelen ve elektrik akımını ileten ortama plazma denir. Gaz halindeki iyon akımı olarak da tanımlanabilir. Plazmanın dışarıya yükü sıfırdır.

Numuneden buharlaşan atomların katyonları miktar olarak argon katyonları ve elektronlardan azdır. Bir plazmada argon iyonları oluştuktan sonra bu iyonlar, daha fazla iyonlaşma ile plazma halini sürdürülmesini sağlayacak bir düzeyde sıcaklık oluşturmak için bir dış kaynaktan yeterli güç absorplama yeteneğine sahiptir. Yani argon katyonları enerji absorplayarak ortamın sıcaklığı yaklaşık 10000 K de sabit olarak tutulur.

Üç tip yüksek sıcaklık plazması vardır. Bunlar

- İndüktif eşleşmiş plazma (ICP)
- Doğru akım plazması (DCP)
- Mikrodalga plazma (MIP)

5. Infrared Spektroskopisi

Elektromanyetik spektrum dalgaboyu $0.75 \mu\text{m}$ - $1000 \mu\text{m}$ arasında kalan bölgeye **infrared bölgesi** adı verilir.

İnfrared spektrometresine titreşim spektrometresi de denir. İnfrared ışınları molekülün titreşim hareketleri tarafından absorplanmaktadır. Çünkü infrared ışınması yüksek enerjili değildir.

İnfrared spektrometresinde spektrometresinde ışık kaynağı, infrared ışınması yapan ve elektrikle $1600\text{-}200 \text{ K}$ kadar ısınabilen sert maddelerdir.

KROMATOGRAFI

Başlıca bir analiz yöntemi ve bilim dalı olan kromatografi “ayırma bilimi” olarak tanımlanır.

Kromatografide ayrılacak maddeler bir kolona veya bir tabakaya verilir ve hareketli faz sabit fazın üzerinden madde bileşenlerini taşır.

Kromatografik yöntemler hareketli ve sabit fazın özelliğine ve yöntemine göre sınıflandırılmıştır.

1. Kağıt Kromatografisi
2. İnce Tabaka Kromatografisi
3. Gaz Kromatografisi
4. Yüksek basınçlı sıvı kromatografisi

GAZ KROMATOĞRAFİSİ

Gaz kromatografisi, karışım halindeki bileşenleri birbirinden ayırmak için kullanılan bir kimyasal analiz enstrümanıdır.

Sabit bir fazdan mobil faz olarak Helyum veya Azot gibi bir gaz geçirilerek uçucu bileşiklerin adsorbsiyon ve dağılım farkına göre birbirlerinden ayrılmasını sağlayan yöntemdir.

Gaz kromatografisi,

- Gıda sanayii
- İlaç sanayii,
- Kalite kontrol Hammadde analizi
- Petrol endüstrisinde kullanılmaktadır.

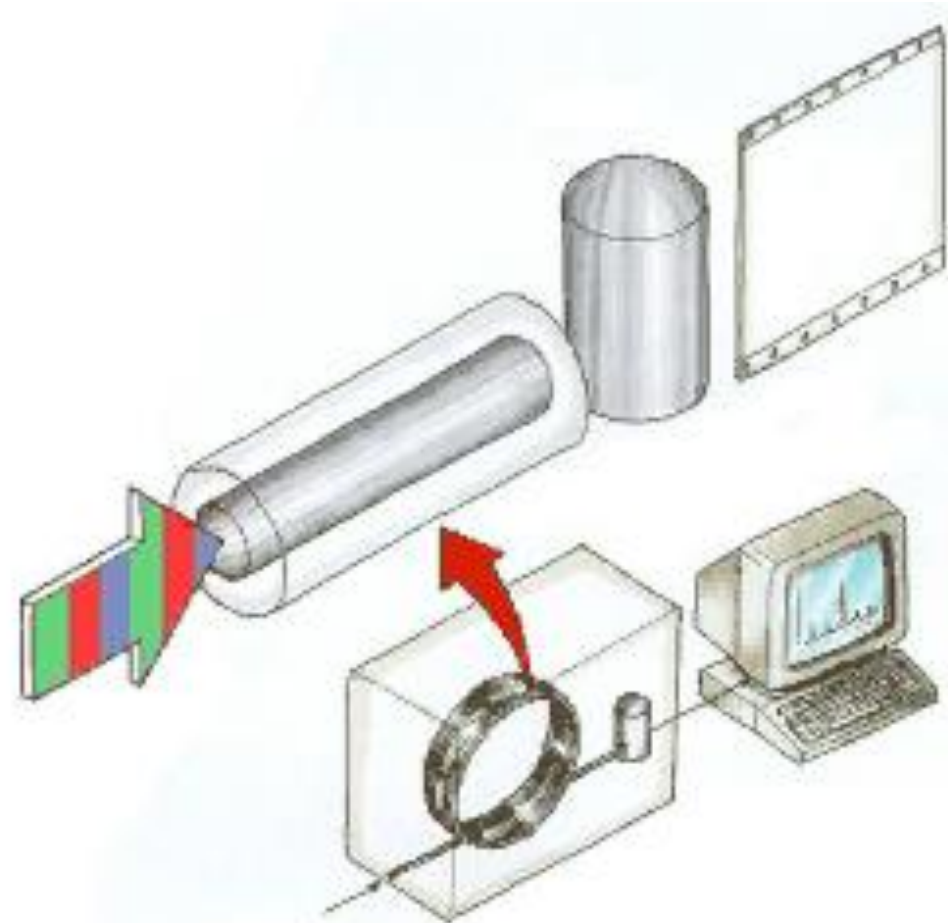
Gıda analizlerinde

- yağ asidi kompozisyonu belirlenmesi,
- Ucucu yağların belirlenmesi
- Aroma maddelerinin belirlenmesi
- Gıda orjinlerinin saptanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır.

- Uçucu olan ya da uçucu hale getirilebilen bileşenlerin analizleri yapılabilir.

GC sistemi;

- Taşıyıcı gaz
- Enjeksiyon ünitesi
- Kolon
- Dedektör
- Bilgisayar kısımlarından oluşur.



Enjeksiyon blođu

- Örneklerin sıvı veya gaz formunda silikon bir septumdan enjekte edikleri belirli sıcaklıkta bulunan örnek odasıdır.
- Örnek içerisindeki ayırımı yapılacak bileşenlerin tamamının gaz haline dönüşmesini sağlayacak sıcaklıkta tutulur.
- Numune kolona mümkün olan en küçük hacimde ve en kısa sürede verilmelidir.
- Split ve splitless enjeksiyon yapmak mümkündür. Splitless; numune seyreltilmeden enjektöre çekilen kısmın tamamı sisteme verilir. Split; numune belli oranda seyreltilip verilir.

Taşıyıcı gaz

- Kimyasal olarak inert olmalıdır.
- Sabit bir basınç ve akış hızı ile kolondan geçirilir.
- Azot, Helyum, Argon, Hidrojen taşıyıcı faz olarak kullanılabilir.

Kolon ve Fırın

- Ayırma işleminin gerçekleştiği kısımdır.
- paslanmaz çelik, bakır, alüminyum veya camdan yapılabilir.
- Düz, kıvrılmış veya spiral şeklinde olabilir.
- Kapiller kolonlar genellikle kullanılmaktadır.
- Fırın, kolonun içine yerleştirildiği kolonu belirli sıcaklıkta veya karmaşık bileşenleri içeren örneklerin ayrımı için bir sıcaklık programında tutulmasını sağlayan ısıtıcı bölümdür.

Dedektör

- Ayrımı yapılan bileşenlere sinyal ve pik şeklinde cevap veren bölümdür.
- Taşıyıcı gaza cevap vermemelidir.
- Sinyal ve pik örnek bileşeninin konsantrasyonu ile orantılıdır.
- Kullanım amacına göre dedektörler değişkenlik gösterir
- Termal İletkenlik dedektörü (TCD)
- Alev İyonlaşma dedektörü (FID)
- Elektron yakalayıcı dedektör (ECD)
- Alev fotometrik dedektör