

# Alev Fotometrisi

Dr. Ayhan Ulubelen

Istanbul Üniversitesi Tıp Fakültesi Eczacı Okulu  
Analitik Kimya ve Toksikoloji Enstitüsü Asistanı

Bir alev tarafından ekzite edilen elementlerden intişar eden ışık enerjisinin şiddetini ölçerek bu elementleri kantitatif olarak tayin etme usulüne alev fotometrisi ve bu işte kullanılan alete alev fotometresi denilir (1). Bu şekilde ekzite edilen elementlerden çok sayıda hat intişar etmediği için istenilen hattın, yani muayyen dalga boyundaki elektromanyetik titreşiminin tecridi kolay olur. Başta alkali ve toprak alkali metalleri olmak üzere 40 kadar element bu usule göre tayin edilebilir.

## Cihazın esası ve kullanılması:

Mutad spektrofotometrelerde bazı tadiller yapılmak suretiyle alev spektrofotometresi haline getirilir. Bu maksatla spektrofotometredeki lâmba çıkarılır ve yerine bir bek konulur, bu bek oksijen - hava gazı veya oksijen asetilen ile çalışır, beke bağlı bir atomizer (püskürtme tertibatı) vardır, bu numune çözeltisini aleve püskürtmeğe yarar. Hassas kısımları alevin sıcaklığından korunmak için bekin etrafı ince alüminyum tabakalarla kaplanmıştır. Bekten çıkan ışınların geçmesi için spektrofotometrelerdeki yarık (diafram) tertibatı burada da mevcuttur, ışınları paralel hale getirmek için adese ve saptırmak için prisma, nihayet ışık enerjisinin elektriki enerjiye dönmesini temin için fotosellül ve bu elektrik akımının şiddetini ölçen bir galvanometre mevcuttur. Cihazı çalıştırmak için transmitans düğmesi ile galvanometre ayar edilir, sonra bek yakılarak istenilen dalga uzunluğundaki transmitans okunur, alev fonu denilen ve esas transmitans okunur, alev fonu denilen ve esas transmitansın % 10 unu geçmemesi icap eden bu değer numune için okunulandan çıkarılır. Bunu takiben atomizere konulan numune çözeltisi aleve püskürtülür, bu esnada yarık genişliği 0.05-0,2 mm. arasında olmalıdır.

Ölçmeler direkt usul ve dahili standart usulu olmak üzere iki metodla yapılır. Direkt usulde aleve püskürtülün husule gelen renkli alevin ışık şiddeti ölçülür ve bu kıymete tekabül eden madde konsantrasyonu, evvelce aynı maddenin belli konsantrasyonları ile hazırlanan bir ölçü diagramı yardımı ile bulunur. Bu usulde alev sabit bir ışık kaynağı olarak telâkki olunur, muhtelif sebeplerden dolayı  $\% \pm 3$  kadar bir hata olur,

fazla doğruluğa ihtiyaç olmayan, fakat sürat isteyen durumlarda bu usul kullanılır. Dahili standart usulünde ise tayin edilecek elementin nesrettiği ışık uygun bir element (umumiyetle lityum) tarafından nesredilen ışık ile mukayese edilir. Bu usulde ölçü diagramını hazırlamak için bilinen konsantrasyonda maddelerin içine lityum standardından belli bir miktar ilâve edilir ve aynı miktarda lityum da tayin edilecek madde içine konulup alev püskürtülür. Dahili standarda göre çalışan cihazlarla iki tane fotosellül vardır, bunlar yardımı ile numune ve dahili standardın şiddetleri mukayese edilir, galvanometrede ikisinin farkı olan legger okunur, sonra ölçü diagramı yardımı ile konsantrasyona geçilir. Burada hata %  $\pm$  1 kadar olur. Tayin edilecek maddenin konsantrasyonu milyonda 20 kısımdan az ve 1000 kısımdan fazla olmamalıdır, dahili standardın konsantrasyonu ise milyonda 20-200 kısım arasında olmalıdır.

#### Usulün doğruluk derecesine tesir eden âmilleri:

Maddenin buharlaşma hızını arttırmak ve alevi küçük partiküllerle meslemek için çözeltiye 1/5 nispetinde propil veya isopropil alkol ilave edilir, bu hem alevi sabit bir hale getirir ve hem de müteakip iki tayin arasında aletin temizlenmesine ihtiyaç hissettirmez. Konsantrasyonun milyonda 1000 kısımdan fazla olması, alevi numune ile doymuş hale getireceğinden bir hadden sonra konsantrasyon ile ışık şiddeti doğru oranlı olarak değişmez, aynı zamanda bekin ızgarasında biriken fazla madde korozyon (corrosion) a sebebiyet verir. Çok seyreltik numunelerle bilhassa Na ve K tayininde numuneye bir parmağın girmesi veya pek küçük bir sigara külünün düşmesi hataya sebep olur. Ayrıca püskürtme aızının hava baskısına bağlı olarak değişmesi, temperatürde meydana gelen bir değişiklik, bilhassa direk metotta hatalara sebep olur. Alev fotometrisi usulü bütün diğer spektrofotometrik usullerden daha çabuk netice verir ve daha katidir (2). Bazı maddelerin alev fotometresi ile tayininde numunede mevcut bazı iyonların zararlı tesirleri vardır. Mesele: Ca tayinine fosfat ve sülfatın zararlı tesiri vardır, bunlar dekstroza lâvesi ile azaltılır (3). kan serumunda Na, K, Ca tayininde organik çözücüler hassasiyeti artırır. (4). Kömürde Ca tayinine fosfat, sülfat, klörür ve nitrat tesirleri yanında ayrıca Fe, Al, Ti, Mn'in tesirleride tetkik edilmiştir (5). Portland çimentosunda Ca tayininde Sr, Al ve ayrıca Fe ve Cr'in zararlı tesirleri olduğu tespit edilmiştir (6). Fosfatın tesirinin Ca misyonunu evvelâ arttırdığı fakat sonra tedricen azaltıp sabit bir derecede bıraktığı görülmüştür (7).

### Alev fotometrisi ile yapılan tayinler:

Alev fotometrisi usulüne göre tayin edilen elementlerden bazıları tayin edildikleri dalga uzunlukları ile beraber aşağıdaki cetvelde gösterilmiştir:

Element	Dalga boyu mu	Element	Dalga boyu mu
Li	670,8	Cd	326,1
Na	330,2	Hg	253,6
K	404,6	B	521
Cs	455,5	Y	464,4
Cu	324,8	Ga	403,3
Ag	328,1	İn	303,9
Au	267,6	Sn	326,2
Ca	422,7	Pb	283,3
Sr	460,7	Cr	357,9
Ba	520	Fe	372
Zn	307	Co	238,9

Bunlardan birçoklarını ayırmaya lüzum kalmaksızın aynı çözeltide anyana tayin etmek mümkündür. bu takdirde her element için alet uygun bir dalga boyuna ayar edilir, bu suretle meselâ Na ve K'yı yanına ve ayrıca alkali metalleri yanında toprak alkalisini metallerini tayin etmek mümkün olur.

### Biolojik ve farmasötik tayinler:

Alev fotometrisi usulü biolojik ve farmasötik analizlerde mühim rol oynar, bu tayinlerden bazıları aşağıda gösterilmiştir:

İdrarda Na, Ca ve K tayini (8), idrarda ve kan serumunda Na ve tayini (9), 0,005 ml kadar az miktarlardaki serumda Na, Ca ve Ca tayini (10), biolojik maddelerde 620 mu da Ca tayini (3), deproteinize edilmiş kanda pH 5' de Ca tayini (11), süspande edilmiş neodimum elementi ziva eden didymium filtresi kullanılarak serumda Na'nın zararı olmayan Ca tayini (12), nesiclerdeki elektrolitlerde Ca, Mg, Na ve K tayini, rada tayine zarar veren fosfat iyonları amberlit IR-105 isimli iyon değişici reçine yardımı ile bertaraf edilmektedir (13). Nebat ekstralarında ve K tayini (14) NF ve USP' deki maddelerden sodyum klorür - dek-oz, sodyum iyodür, potasyum iyodür, potasyum sitrat, kalsiyum klör-; kalsiyum levülinat, ve magnezyum sülfatın tayini (15), ilaç madde-nde bulunan az miktardaki Na ve K tayini (16).

### Sınav analizler:

Şarapta Ca, Mg, Na ve K (17), rayon, nylon, pamuk, dactron ipliklerinde tutturucu olarak kullanılan kauçuklu maddelerde bulunan metalik kısımların tetkiki (18), portland çimentosunda Na, K ve Ca tayini (19), fosforik asit elde edilmesi sırasında kalsiyum sülfatın uzaklaştırılmasına rağmen kalan az miktardaki Ca tayini (20), kok ve mangal kömüründe Ca tayini (5), brusit ve magnesit içinde Ca tayini (21), spolumendeki (Li-Al silikat) Li tayini (22), bor minerallerinde bor tayini (23), çinko ve kadmiyum sülfürle Na ve K tayini (24), alaşım ve minerallerde Cr tayini (25), dökme demirde alkali ve toprak alkalisi metalleri tayini (26), tabii sulara Na tayini (27), selülozda Ca tayini (28) gibi bir çok tayinler yapılmıştır.

In this paper the theoretical aspects of flamephotometry is explained, the apparatus used in this method is briefly described and some examples of its application in biological, pharmaceutical and industrial fields are given.

### L I T E R A T Ü R

- 1) H. H. Willard, L. L. Merritt ve J. A. Dean: Instrumental methods of analysis, D. Van Nostrand Comp. Inc. New York, 49, 1952.
- 2) R. D. Cotton ve R. W. Bremner: Anal. Chem., 26, 805 (1954).
- 3) P. S. Chen Yun ve T. Y. Toribara: Anal. Chem., 25, 1642 (1953).
- 4) G. R. Kimley ve R. R. Schaffert: J. Biol. Chem., 206, 807 (1954).
- 5) L. J. Edgcombe ve D. R. Hewett: Analyst, 79, 755 (1954).
- 6) M. Servigne ve P. Guerin de Mont gareuil: Chim. Anal., 36, 115 (1954). Anal. Abstr. 1, 8, 1756 (1954).
- 7) L. Leyton: Analyst, 79, 497 (1954).
- 8) A. Hilgen; Hoppe - Seyl. Z., 304, 193 (1956). Anal. Abstr., 5, 9337 (1958).
- 9) E. R. Holiday ve J. R. Preedy: J. of Pharm. Pharmacology, 3, 209 (1954).
- 10) R. Herrmann: Z. Ges. exp. Med., 122, 84 (1953). Anal. Abstr., 3, 533 (1954).
- 11) G. O. Schlütz: Schweiz. Med. Wochchen., 83, 454 (1953). Anal. Abstr., 8, 1912 (1954).
- 12) G. Laurodo: J. Clin. Pathol., 7, 110 (1954). Anal. Abstr., 1, 2741 (1954).
- 13) R. Demon: J. Biol. Chem., 209, 233 (1954).
- 14) H. M. Bauserman ve R. R. Cerney Jr.: Anal. Chem., 25, 1821 (1953).

- 15) S. W. Goldstein ve D. P. Sandres: Drug standards, 22, 137 (1954).  
Anal. Abstr., 2, 1323 (1955).
- 16) L. Domange ve S. Longuevalle: Ann: pharm. franç., 9,647 (1951).
- 17) M. J. Pro ve A. P. Mathers: J. Ass. Off. Agri. chem., 37, 945 (1954),  
Anal. Abstr., 2, 1044 (1955).
- 18) H. E. Todd ve H. M. Tramutt: Anal. Chem., 26, 1137 (1954).
- 19) J. J. Diamond ve L. Bean: Anal. Chem., 25, 1825 (1953).
- 20) J. A. Brabson ve W. D. Wildride: Anal. Chem., 26, 1069 (1954).
- 21) R. E. Mosher, E. J. Bird ve A. J. Boyle: Anal. Chem., 22, 715 (1950).
- 22) R. S. Brumbaugh ve W. E. Fanus: Anal. Chem., 26, 463 (1954).
- 23) J. A. Dean ve C. Thomson: Anal. Chem., 27, 42 (1955).
- 24) S. B. Deal: Anal. Chem., 26, 598 (1954).
- 25) H. A. Bryon ve J. A. Dean: Anal. Chem., 29, 1289 (1957).
- 26) D. F. Kuemmel ve H. L. Karl: Anal. Chem., 26, 386 (1954).
- 27) P. Valori ve F. Savoini: Ric. Sci., 27, 791 (1957). Anal. Abstr., 5,  
713, (1958).
- 28) L. Phifer: Anal. Chem., 29, 1528 (1957).

### MESLEK HABERLERİNİZİ BEKLIYORUZ

Meslekle ve meslekdaşlarımızla ilgili havadislerinizi mecmuamıza göndermenizi rica ederiz.

Vefat eden meslekdaşlarımızın kısa tercümeihallerile bir adet fotoğraflarının da, mecmuamızda neşredilmek üzere, lütfedilmesi sayanı temennidir.

Gönderilen bu gibi haberlerin makine ile yazılmış, kısa ve özli olmalarını rica ederiz.

Mecmuamız, bittabi, haber metnindeki malûmatın sıhhat ve ifadesinden mes'uliyet kabul etmez.