

آزمایشگاه شیمی تجزیه دستگاہی (2 واحد)

تهیه کننده: ابراهیم قربانی کلهر

دانشگاه پیام نور اردبیل

راهنمای طلایی
تست طلایی
پیک طلایی

انتشارات طلایی
پویندگان دانشگاه



www.bookgolden.com

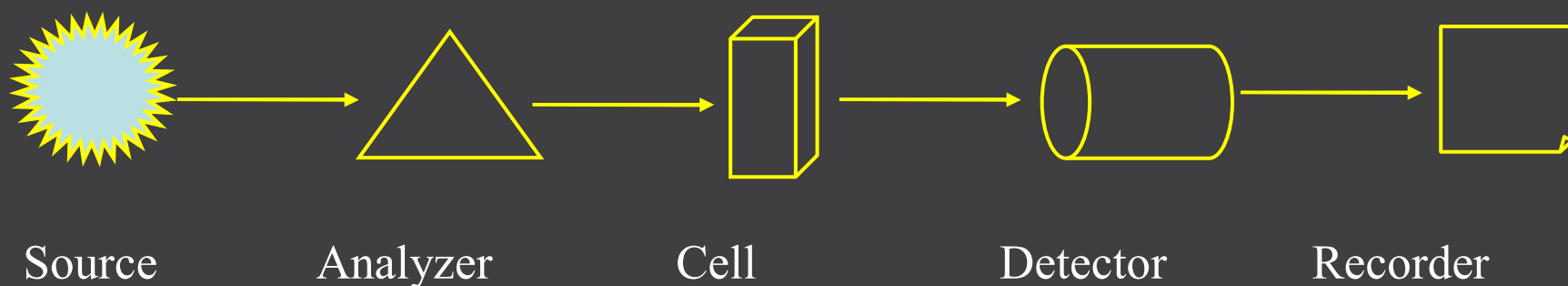
آزمایش شماره 1 اندازه‌گیری آهن به روش اسپکتروفتومتری

تعریف اسپکتروفتومتری:

اسپکتروفتومتری یک روش تجزیه دستگاهی است که در آن تابش الکترومغناطیسی در ناحیه مرئی و ماورا بنفش جذب ماده می‌شود، و از روی شدت جذب مقدار ماده تعیین می‌شود.



شمای دستگاه اسپکتروفتومتر



- 1- منبع تابش: نور سفید I_0
- 2- محل نمونه: نمونه گازی، جامد، مایع
- 3- تجزیه‌گر: منشور، یا شبکه
- 4- آشکارساز: PMT
- 5- ثبات: Chart



قسمتهای مختلف دستگاه اسپکتروفتومتر

1- منابع تابش معمولی در اسپکتروفتومتری

- لامپ تنگستن برای ناحیه مرئی (Visible) 340-1000nm

- لامپ دتریوم برای ناحیه ماورا بنفش (Uv) 190-370nm

2- منوگروماتور

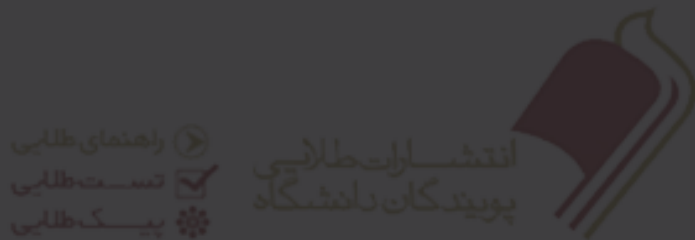
- منشور prism

- شبکه grating

3- سل یا محل نمونه

- شیشه و پلاستیک برای ناحیه مرئی

- کوارتز برای ناحیه ماورا بنفش



4- آشکار ساز

- فتوتیوب

- فتومالتي پلاير (PMT)

5- ثبات

- نشانگرهاي عقربه دار

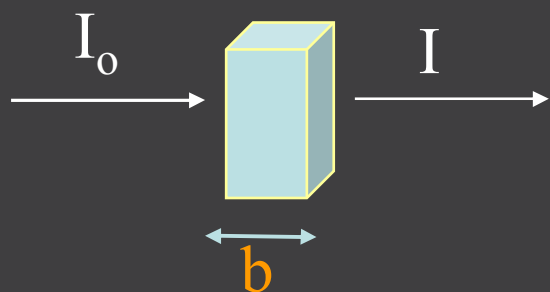
- نشانگرهاي دیجيتالي

- مانيتور



قانون بیر لامبرت: Bouguer-Beer or Beer-Lambert

شدت نور (اشعه الکترومغناطیسی) جذب شده متناسب با غلظت ماده و طول سل (مسیری که نور می پیماید) دارد.



$$A = -\log \frac{I}{I_0} = -\log T = -\epsilon bc$$

جذب تابش

T (%T): عبور (درصد عبور)

ϵ : ضریب جذبی مولی $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$

b : ضخامت سل (طول مسیر عبور اشعه الکترومغناطیس) cm

C : غلظت $mol \cdot L^{-1}$

هر چقدر ضریب جذب مولی ماده بیشتر باشد روش حساس‌تر است
(یعنی به ازاء b, c ثابت دارای A بیشتری است)

- ماده‌ای که هیچ گونه جذب ندارد (یا محلولی که در آن هیچ ماده جذب
کننده تابش وجود ندارد و هیچ کاهشی در شدت تابش ایجاد نمی‌کند)
محلول بلانک یا سفید نامیده می‌شود.

در این مورد مقدار جذب صفر و یا عبور (T) و درصد عبور $(\%T)$
صددرد است.



$$A = 0 \Rightarrow A = -\log \frac{I}{I_0} = -\log T = 0 \Rightarrow T = 1 = \%100$$

$$T \times 100 = \%T \Rightarrow T = \frac{\%T}{100}$$

$$A = -\log T = -\log \frac{\%T}{100} = 2 - \log \%T$$

طرز تعیین غلظت يك ماده توسط اسپكتروفتومتری

1- تهیه محلول بلانك (یا محلولی که دارای تمامی گونه‌ها بغیر از گونه مورد نظر است) $A=0$

2- تهیه نمونه‌های استاندارد از گونه مورد نظر با غلظتهای مشخص

$$C_1, C_2, C_3, C_4, \dots$$

3- قرائت جذب محلولهای استاندارد

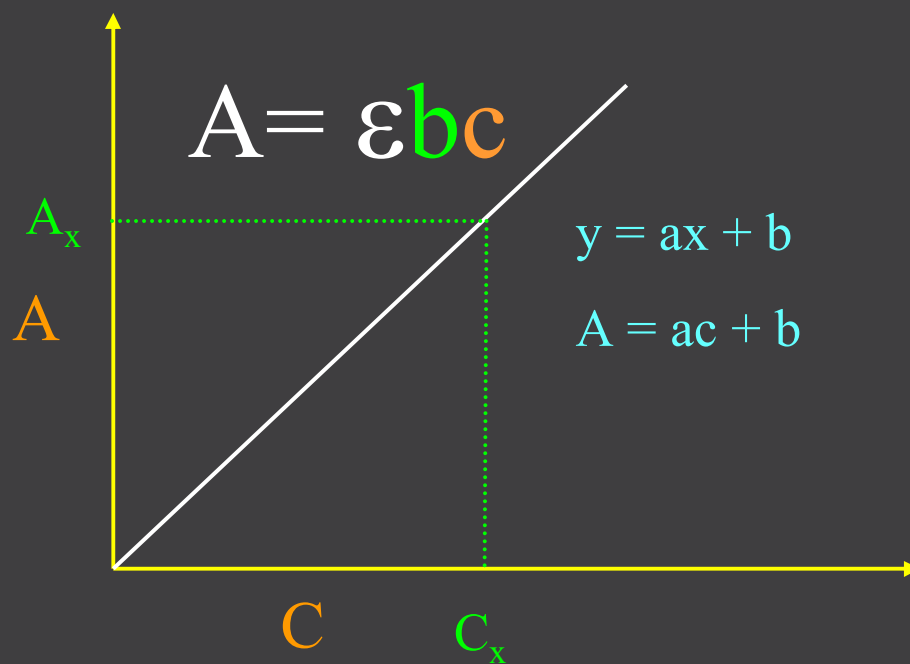
$$A_{s1}, A_{s2}, A_{s3}, A_{s4}, \dots$$

4- رسم جذب بر حسب غلظتهای استاندارد و بدست آوردن نمودار

کالیبراسیون

5- اندازه‌گیری جذب محلول مجهول و بدست آوردن غلظت مجهول از روی نمودار کالیبراسیون

$$C_x \Rightarrow A_x$$



- در عمل ابتدا محلول بلانک در سل قرار داده شده شکاف منبع تابش بسته شده 100% جذب یا صفر درصد عبور تنظیم می‌شود
- سپس شکاف منبع تابش باز شده 100% عبور یا صفر درصد جذب تنظیم می‌شود
- بعد از تنظیم صفر و 100 جذب محلول‌های استاندارد و مجهول اندازه‌گیری می‌شود.

این عمل در دستگاه‌ها توسط Auto zero یا Baseline می‌گردد.

عوامل انحراف از قانون Beer-Lambert ($A = \epsilon bC$)

1- انحرافهای شیمیایی

تفکیک، پلیمری شدن، تجمع، تشکیل کمپلکسهای مختلف، حلال پوشی ترکیبات مورد اندازه گیری، تغییر pH محیط و...

2- انحرافهای فیزیکی

تغییر رنگ برخی از مواد متناسب با تغییر غلظت، تفاوت ضریب شکست (n) در محلولهای رقیق و غلیظ



3- انحرافهاي دستگاهي

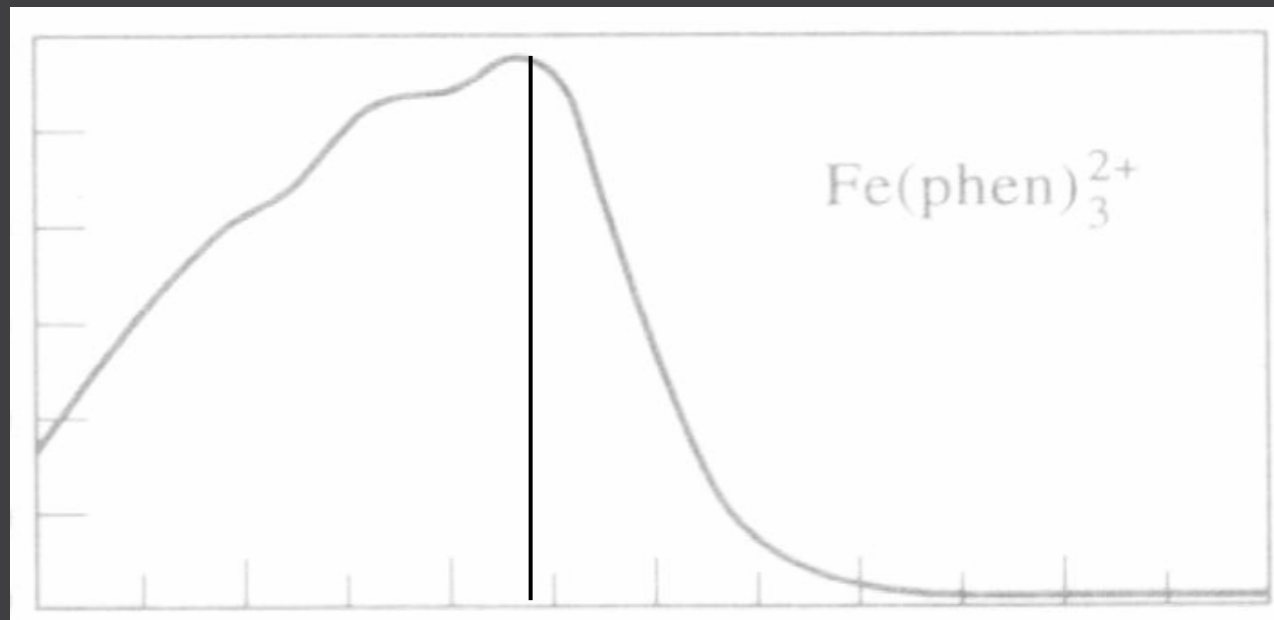
تکفام نبودن تابش، آلودگي سلها، خطي نبودن جريان حاصل در دتکتور (فتوسل) با شدت نورتابشي، تغيير در مقدار الكتريسيته و درجه حرارت.



تعیین λ_{\max} $A = \epsilon bc$

در A حداکثر است. λ_{\max}

A

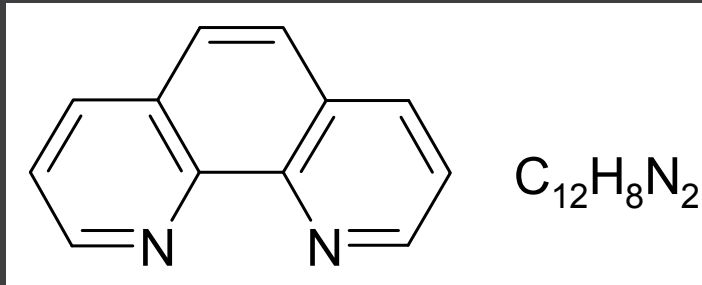


λ_{\max}

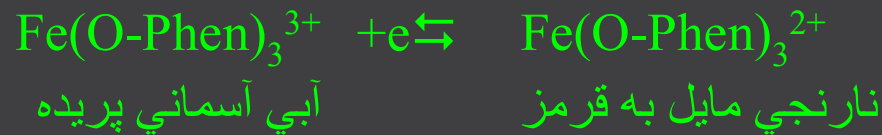
λ

طريقه عملي

هدف: انداز هگيري Fe با اورتوفنانترولين به روش اسپكتروفوتومتري



اورتوفنانترولين



چون $\epsilon_{\text{Fe(O-Phen)}_3^{3+}} > \epsilon_{\text{Fe(O-Phen)}_3^{2+}}$ است \leftarrow احیا Fe^{3+} به Fe^{2+}



هیدروکسیل آمین

- رنگ کمپلکس در pH حوالی 2 الي 3/5 ایجاد می شود لذا تنظیم و تثبیت pH ضروري است.

که این عمل با افزودن یون استات صورت می گیرد.



\Rightarrow pH (adjustment)



روش عمل:

- 1- تنظیم λ_{\max} در روی اسپکتروفتومتر
- 2- تهیه محلولهای استاندارد از $\text{Fe (O-phen)}_3^{2+}$
- 3- تعیین جذب محلولهای استاندارد و رسم نمودار کالیبراسیون
- 4- تعیین جذب نمونه‌های مجهول تعیین غلظت نمونه مجهول از روی نمودار کالیبراسیون



محلولهاي لازم

- 1- هیدروکسیل آمین هیدروکلراید % 10 w/v
- 2- محلول 1،10 فنانترولین % 0.25 w/v
- 3- محلول بافر سدیم استات $\text{pH}=3.5$, $C=0.2 \text{ M}$
- 4- محلول استاندارد Fe^{2+} 40 ppm \Rightarrow 1000 ppm



طرز تهیه محلولها

- 1- 7 بالن ژوژه 25 میلی لیتری انتخاب کنید (آخرین بالن برای مجهول انتخاب شود)
- 2- به هر کدام از بالن ها به ترتیب 0 (بلانک)، 1، 2، 3، 4 و 5 میلی لیتر از محلول استاندارد آهن اضافه کنید.
- 3- در بالن 7، محلول مجهول را بریزید.
- 4- به هر يك از بالن ها، 1 میلی لیتر هیدروکسیل آمین هیدروکلرید 10% اضافه کرده 10 دقیقه صبر کنید.
- 5- به هر يك از بالن ها 2/5 میلی لیتر بافر 0/2 مولار اضافه کنید.

6- 2 میلی لیتر محلول محلول 1،10 فنانترولین 0.25 w/v% اضافه کنید و با آب مقطر به حجم برسانید و بهم بزنید.

7- 0/5 ساعت صبر کنید تا کمپلکس تشکیل گردد (رنگ نارنجی)

8- اسپکتروفتومتر را توسط محلول بلانک در محدوده طیفی (350 – 700nm) Autozero نمائید.

9- با غلظت‌ترین محلول، طیف محلول را رسم کنید و λ_{\max} را پیدا نمائید.



10- اسپکتروفتومتر را در λ_{max} توسط محلول بلانک در 100% عبور ($\%T = 100$) تنظیم کنید

11- جذب تمام محلولها را در λ_{max} ثابت نمایید.

12- نمودار کالیبراسیون را توسط 5 تای اولی رسم نموده (معادله نمودار کالیبراسیون را بدست آورید) و غلظت مجهول را از روی نمودار بدست آورید.

13- محدوده خطی روش 0/8 تا 8 میلی گرم در لیتر است (Linear range 0.8-8 ppm)



آزمایش شماره 2 اندازه‌گیری فسفات به روش اسپکتروفتومتری

فسفات در محیط اسیدی در حضور مولیبدات و وانادات تشکیل کمپلکس زرد رنگ فسفو وانادو مولیبدات را می‌دهد



کمپلکس دارای سرعت تشکیل و همچنین پایداری بالاست.

(برای تشکیل کامل آن نیم ساعت زمان لازم است)

در طول موج آزمایشی اندازه‌گیری برای کمپلکس، واکنشگرها نیز دارای جذب هستند لذا بایستی غلظت واکنشگر در حد معینی نگهداشته شود.

اگر غلظت واکنشگر خیلی زیاد شود جذب محلول blank زیاد می‌شود حساسیت کم اگر غلظت واکنشگر خیلی کم شود میزان تشکیل کمپلکس کم می‌شود حساسیت کم

بعد از تشکیل کمپلکس \Leftarrow طیف جذبی کمپلکس ثبت می‌گردد.

این کمپلکس دارای دو تا λ_{\max} در طول موجهای 315nm و 400nm هست

- چون واکنشگرها نیز در این دو تا طول موج جذب دارند طول موج 460nm بعوض 400nm یا 315nm انتخاب می‌گردد تا اثرات مزاحمت حاصل از واکنشگرها به حداقل برسد

\Leftarrow افزایش انتخابگری به بهای کاهش حساسیت



محلولهاي مورد نياز

1- محلول موليبدات آمونيوم $5\% \text{ w/v } [(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$

2- محلول وانادات آمونيوم $0.28\% \text{ w/v } (\text{H}_4\text{NO}_3\text{V})$

3- محلول اسيد نيتريك 6M

4- محلول مادر فسفات به غلظت 50 ppm



طرز تهیه محلولها

1- 7 بالن ژوژه 25 میلی لیتری انتخاب کنید (آخرین بالن برای مجهول انتخاب شود) و محلولها را به ترتیب جدول به بالن ها اضافه نمایید.

Flask(No.)	blank						
	1	2	3	4	5	5	6
محلول فسفر (ml) 50 ppm	-	1	2.5	5	6	8	x
محلول وانادات (ml) 0.28%	2	2	2	2	2	2	2
محلول مولیبدات (ml) 5%	2	2	2	2	2	2	2
اسید نیتریک (ml) 6M	2	2	2	2	2	2	2

2- نیم ساعت محلول را به حال خود قرار دهید بعد از نیم ساعت با آب مقطر به حجم برسانید و بهم بزنید

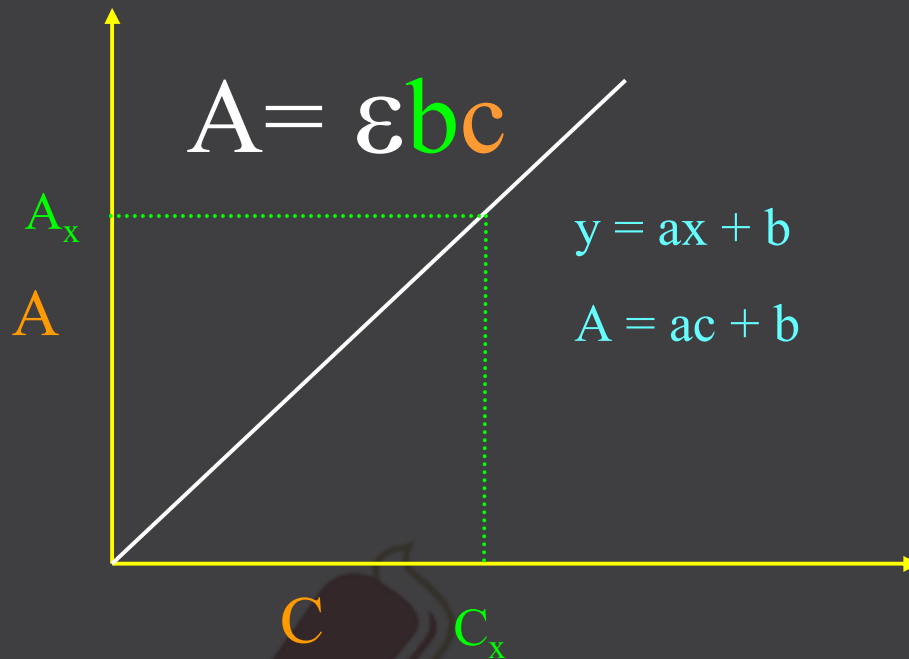
3- دستگاه اسپکتروفتومتر را در طول موج 460nm تنظیم نمائید

4- اسپکتروفتومتر را در 460nm توسط محلول بلانک در 100% عبور ($\%T = 100$) تنظیم کنید

11- جذب تمام محلولها را در 460nm ثبت نمائید.



12- نمودار کالیبراسیون را توسط 5 تایی اولی رسم نموده (معادله نمودار کالیبراسیون را بدست آورید) و غلظت مجهول را از روی نمودار بدست آورید.



آزمایش شماره 3 تعیین k_a شناساگرهای اسید و باز

شناساگرهای اسید و باز خودشان یک اسید و باز ضعیفی هستند که شکل اسید و باز وابسته آنها با هم دیگر متفاوتند و بسته به فاصله تغییر رنگ شناساگر، در نقطه اکی والان از یک فرم به فرم دیگر تبدیل شده و تغییر رنگ میدهند

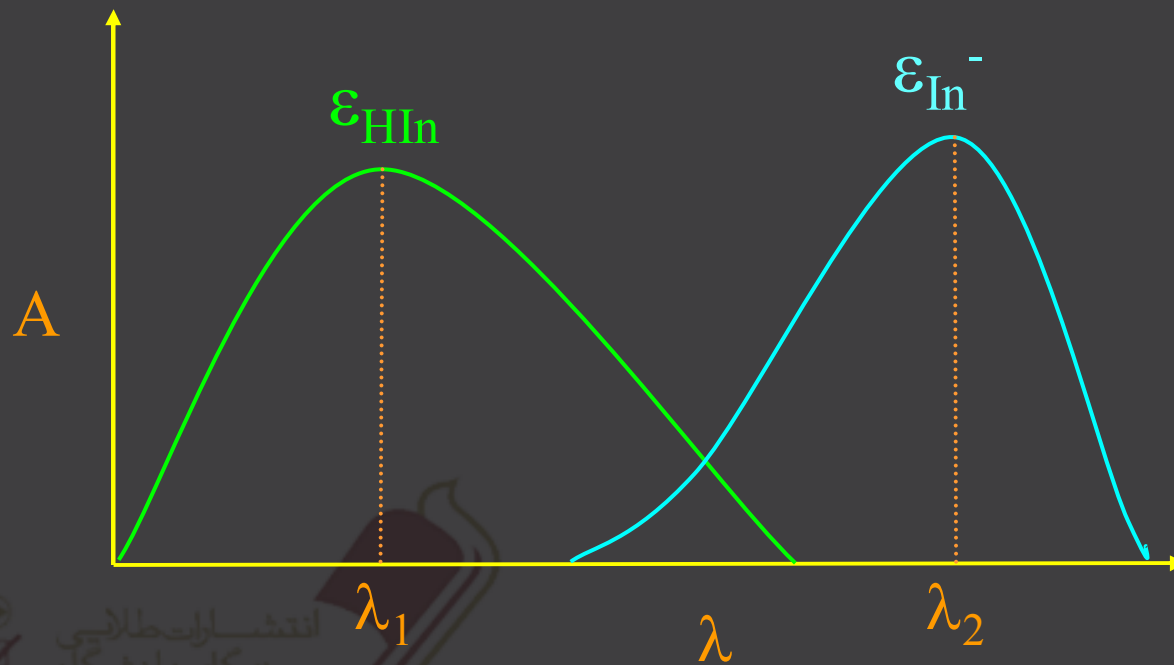


$$k_a = \frac{[\text{H}^+][\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} \Rightarrow \text{pk}_a = \text{pH} - \log \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]}$$

$$\text{if } [\text{In}^-] = [\text{HIn}] \Rightarrow \text{pk}_a = \text{pH}$$

تعیین pK_a شناساگر

1- اندازه گیری جذب (A) محلولهای شناساگر (با غلظت ثابت) در pH های مختلف، و رسم جذب بر حسب $pH \Leftarrow [A=f(pH)]$ تعیین pK_a شناساگر



اندازه‌گیری جذب در دو طول موج λ_1, λ_2



$$\text{In } \lambda_1 \quad \varepsilon_{\text{HIn}} \neq 0 \text{ and } \varepsilon_{\text{In}^-} = 0$$

$$\text{In } \lambda_2 \quad \varepsilon_{\text{HIn}} = 0 \text{ and } \varepsilon_{\text{In}^-} \neq 0$$

$$\text{pH در هر} \Rightarrow C_T = C_{\text{HIn}} + C_{\text{In}^-}$$



اندازه گيري جذب در هر طول موج (λ)

$$A = \varepsilon_{\text{HIIn}} b C_{\text{HIIn}} + \varepsilon_{\text{In}^-} b C_{\text{In}^-}$$

بازي pH در $\Rightarrow C_{\text{T}} \cong C_{\text{HIIn}} \Rightarrow A = \varepsilon_{\text{HIIn}} b C_{\text{HIIn}} = A_{\text{HIIn}}$

pH در $\Rightarrow C_{\text{T}} \cong C_{\text{In}^-} \Rightarrow A = \varepsilon_{\text{In}^-} b C_{\text{In}^-} = A_{\text{In}^-}$

در pH نقطه هم ارزي $\Rightarrow C_{\text{HIIn}} = C_{\text{In}^-} = C_{\text{T}}/2$



$$\text{در pH نقطه هم ارزی} \Rightarrow C_{\text{HIn}} = C_{\text{In}^-} = C_{\text{T}}/2$$

$$\Rightarrow A = \varepsilon_{\text{HIn}} b C_{\text{HIn}} + \varepsilon_{\text{In}^-} b C_{\text{In}^-}$$

$$\Rightarrow A = \varepsilon_{\text{HIn}} b C_{\text{T}}/2 + \varepsilon_{\text{In}^-} b C_{\text{T}}/2$$

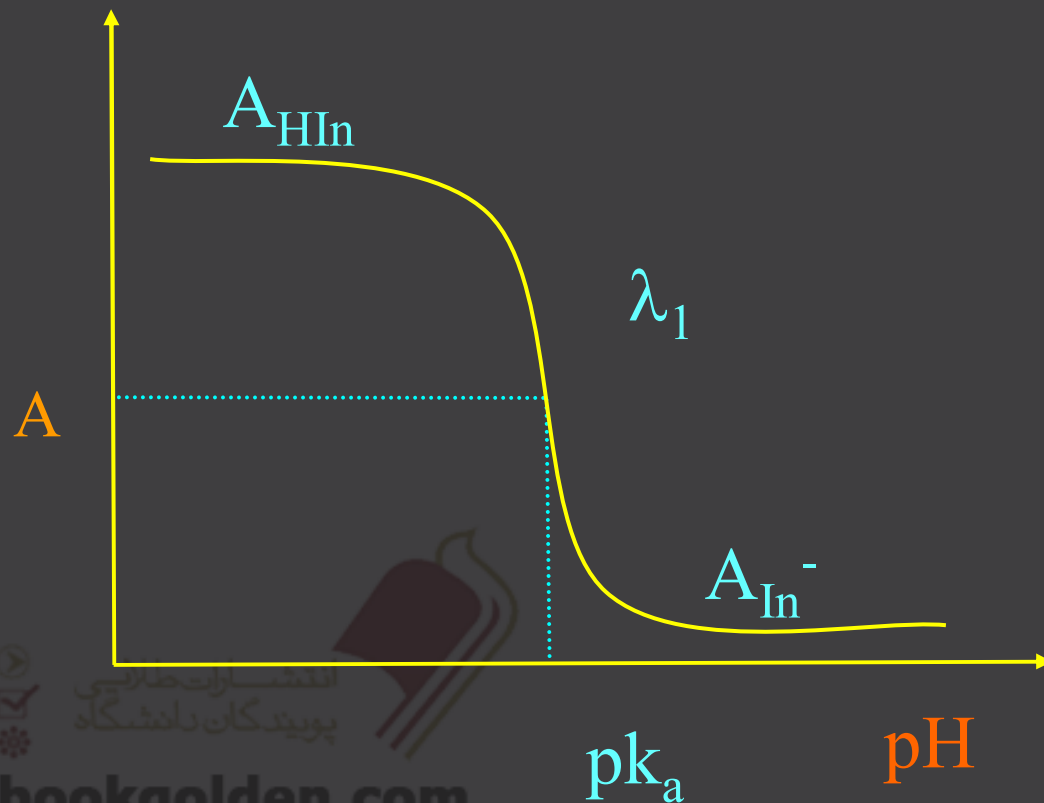
$$\Rightarrow A = 1/2(\varepsilon_{\text{HIn}} b C_{\text{T}} + \varepsilon_{\text{In}^-} b C_{\text{T}})$$

$$\Rightarrow A = 1/2(A_{\text{HIn}} + A_{\text{In}^-})$$

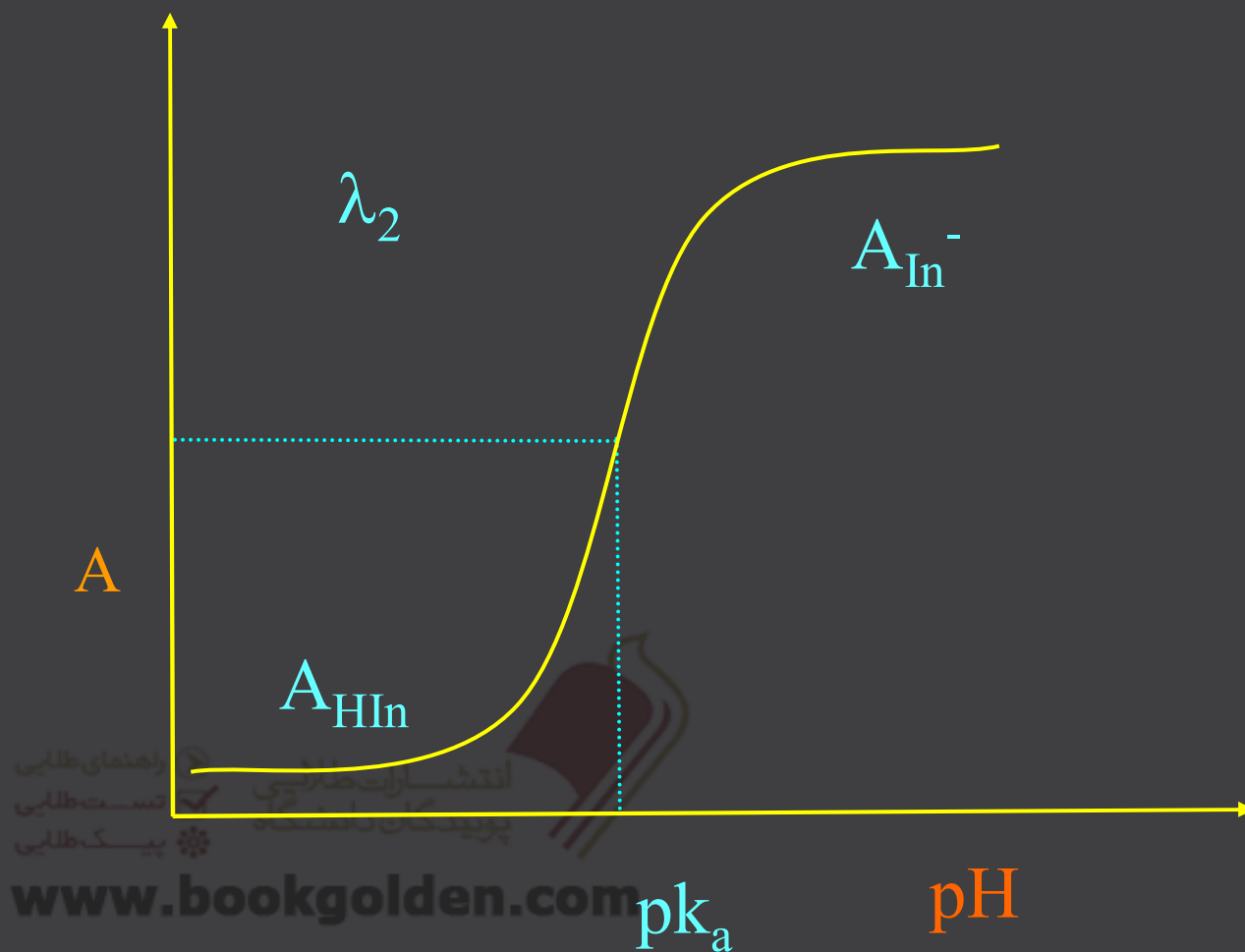
پس pH مربوط به نقطه هم ارزی همان pK_a شناساگر است

مثال:

الف- اندازه‌گیری جذب در طول موج λ_1 و رسم جذب بر حسب pH (در حالت ایده‌آل جذب در طول موج λ_1 فقط مربوط به فرم اسیدی شناساگر (HIn) است)



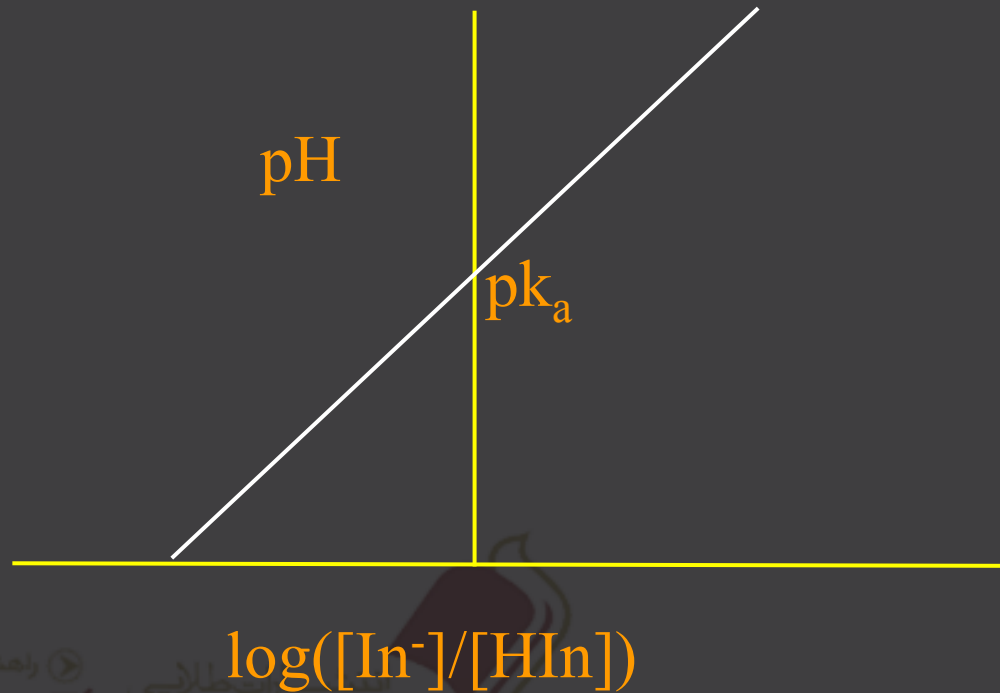
ب- اندازه‌گیری جذب در طول موج λ_2 و رسم جذب بر حسب pH
(در حالت ایده‌آل جذب در طول موج λ_2 فقط مربوط به فرم بازی
شناساگر (In^-) است).



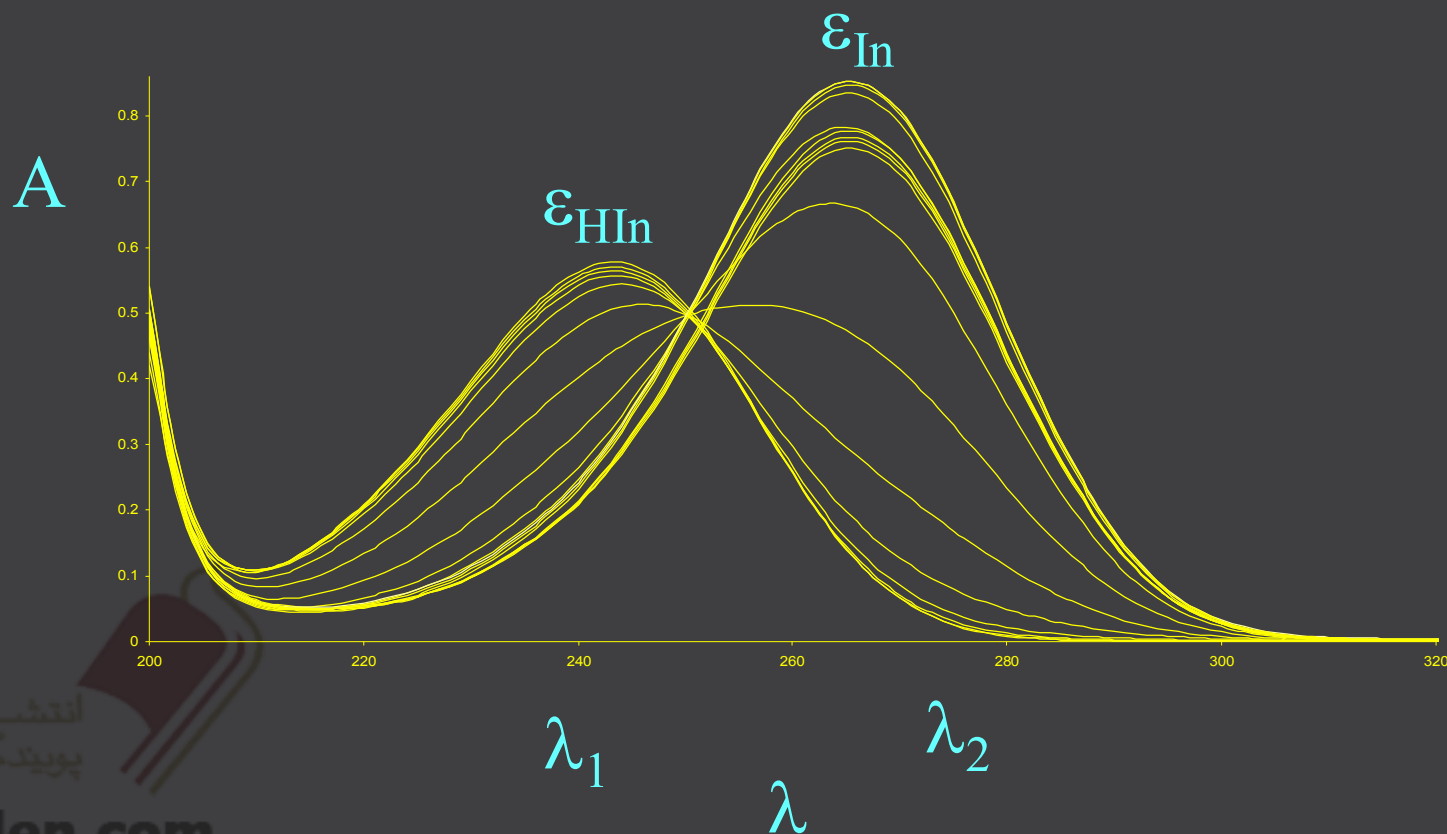
2- رسم pH بر حسب $\log [In^-]/[HIn]$

$$pH = pK_a + \log \frac{[In^-]}{[HIn]}$$

If $[In^-] = [HIn] \Rightarrow pH = pK_a$



در دو تا طول موج $\lambda_1(\epsilon_{\text{HIn}})$ و $\lambda_2(\epsilon_{\text{In}^-})$ اندازه گیری انجام می گیرد.



فرض مهم:

$$\text{In } \lambda_1 \quad \varepsilon_{\text{HIn}} \neq 0 \quad \text{and} \quad \varepsilon_{\text{In}^-} = 0$$

$$\text{In } \lambda_2 \quad \varepsilon_{\text{HIn}} = 0 \quad \text{and} \quad \varepsilon_{\text{In}^-} \neq 0$$

$$C_T = [\text{HIn}] + [\text{In}^-]$$

الف- در pH شدیداً اسیدی

$$\lambda_2 \Rightarrow A(\lambda_2) = \varepsilon_{\text{In}^-} bC_{\text{In}^-}$$

$$\lambda_1 \Rightarrow A(\lambda_1) = \varepsilon_{\text{HIn}} \cdot bC_{\text{HIn}} = \varepsilon_{\text{HIn}} bC_T \Rightarrow \varepsilon_{\text{HIn}} = \frac{A(\lambda_1)(\text{acidic})}{bC_T}$$

ب- در pH شدیداً بازی

$$\lambda_1 \Rightarrow A(\lambda_1) = \varepsilon_{\text{HIn}} bC_{\text{HIn}}$$

$$\lambda_2 \Rightarrow A(\lambda_2) = \varepsilon_{\text{In}^-} \cdot bC_{\text{In}^-} = \varepsilon_{\text{In}^-} bC_{\text{T}} \Rightarrow \varepsilon_{\text{In}^-} = \frac{A(\lambda_2)(\text{basic})}{bC_{\text{T}}}$$

ج- در هر pH

$$A(\lambda_1) = \varepsilon_{\text{HIn}} bC_{\text{HIn}}$$

$$A(\lambda_2) = \varepsilon_{\text{In}^-} bC_{\text{In}^-}$$

$$\Rightarrow \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} = \frac{\frac{A(\lambda_2)}{b\varepsilon_{\text{In}^-}}}{\frac{A(\lambda_1)}{b\varepsilon_{\text{HIn}}}}$$

$$\varepsilon_{\text{HIn}} = \frac{A(\lambda_1)(\text{acidic})}{bC_T} \quad \varepsilon_{\text{In}^-} = \frac{A(\lambda_2)(\text{basic})}{bC_T}$$

$$\Rightarrow \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} = \frac{\frac{A(\lambda_2)}{b \frac{A(\lambda_2)(\text{basic})}{bC_T}}}{\frac{A(\lambda_1)}{b \frac{A(\lambda_1)(\text{acidic})}{bC_T}}} \Rightarrow \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} = \frac{A(\lambda_2) \times \frac{C_T}{A(\lambda_2)(\text{basic})}}{A(\lambda_1) \times \frac{C_T}{A(\lambda_1)(\text{acidic})}}$$

$$\frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]} = \frac{A(\lambda_2) \times A(\lambda_1)(\text{acidic})}{A(\lambda_1) \times A(\lambda_2)(\text{basic})}$$

طرز تهیه محلولها

1- 7 بالن ژوژه 25 ميلي ليترى انتخاب كنيد و محلولها را به ترتيب جدول بر حسب ميلي ليتر به بالن ها اضافه نماييد.

شماره بالن ها	1	2	3	4	5	6	7
pH محلولها	بلانك	اسيدي (1)	3.6	4.1	4.6	5.1	بازي (9)
محلول الكلي آبي برموفنل 0.05 g/L	-	5	5	5	5	5	5
محلول KCl (2M)	5	5	5	5	5	5	5
محلول HCl (0.1M)	-	5	-	-	-	-	-
بافر استات	-	-	5	5	5	5	-
بافر آمونياكي (pH=9)	-	-	-	-	-	-	5

2- در بالن هاي شماره 3 الي 6 pH را توسط افزايش
HCl و NH_3 نرمال تنظيم نماييد.

3- بالن ها را با آب مقطر به حجم برسانيد. و با pH متر
pH دقيق هر کدام از آنها را روي بالن ها بنويسيد.



4- ابتدا دستگاه را با بلانک base line نمائید سپس در محدوده 200 - 800nm طیف محلول اسیدی با pH=1 و طیف محلول بازی با pH=9 را ثبت کنید و λ_{max} هر کدام را بدست آورده، A_{max} را تعیین کنید.

← تعیین λ_1 ، λ_2 ، $A(\lambda_1)(acidic)$ و $A(\lambda_2)(basic)$

← تعیین ϵ_{HIn} و ϵ_{In^-}

(در هر دو تا طول موج دستگاه را با بلانک set نمائید)



5- جذب تمامی محلولها را در دو تا طول موج λ_1 و λ_2 ثابت کنید (یا اینکه طیف تمامی محلولها را در این محدوده ثبت کنید)

$A(\lambda_1)$ ، $A(\lambda_2)$ ، تعیین

$$\Rightarrow [\text{In}^-]/[\text{HIn}] \Rightarrow \log([\text{In}^-]/[\text{HIn}])$$

6- از رسم منحنی $A = f(\text{pH})$ ، pk_a شناساگر را بدست آورید (در λ_1 و λ_2)

7- از رسم منحنی pH بر حسب $\log([\text{In}^-]/[\text{HIn}])$ ، pk_a شناساگر را بدست آورید.

آزمایش شماره 4 تعیین نسبت ترکیب و ثابت تشکیل کمپلکس‌ها به روش نسبت مولی

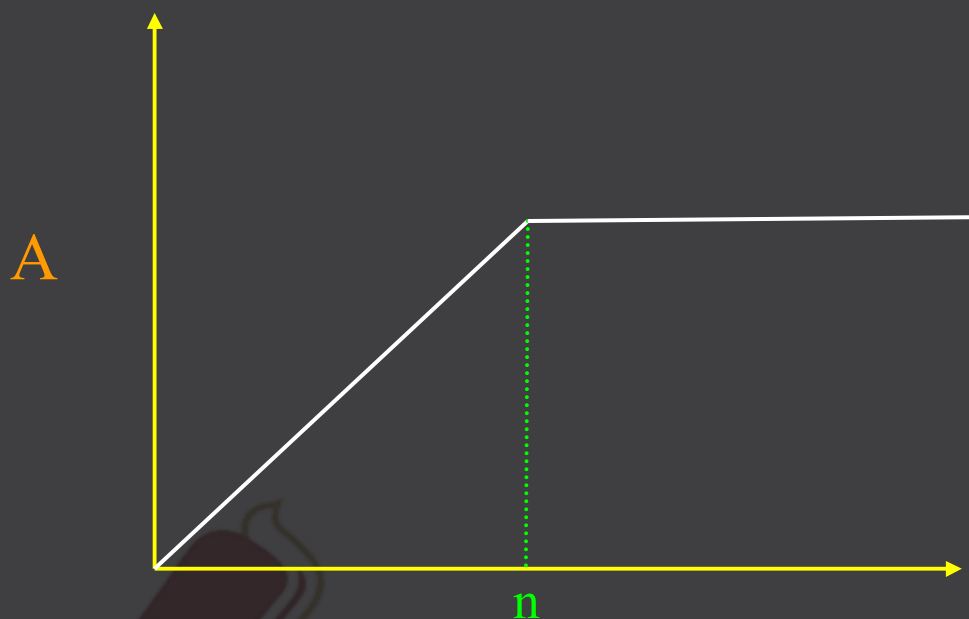
(تعیین و اندازه‌گیری بتوسط روش اسپکتروفتومتری)

اندازه‌گیری جذب در λ_1



$$\varepsilon_M^{n+}=0, \varepsilon_L^{-}=0 \text{ but } \varepsilon_{ML_n} \neq 0$$

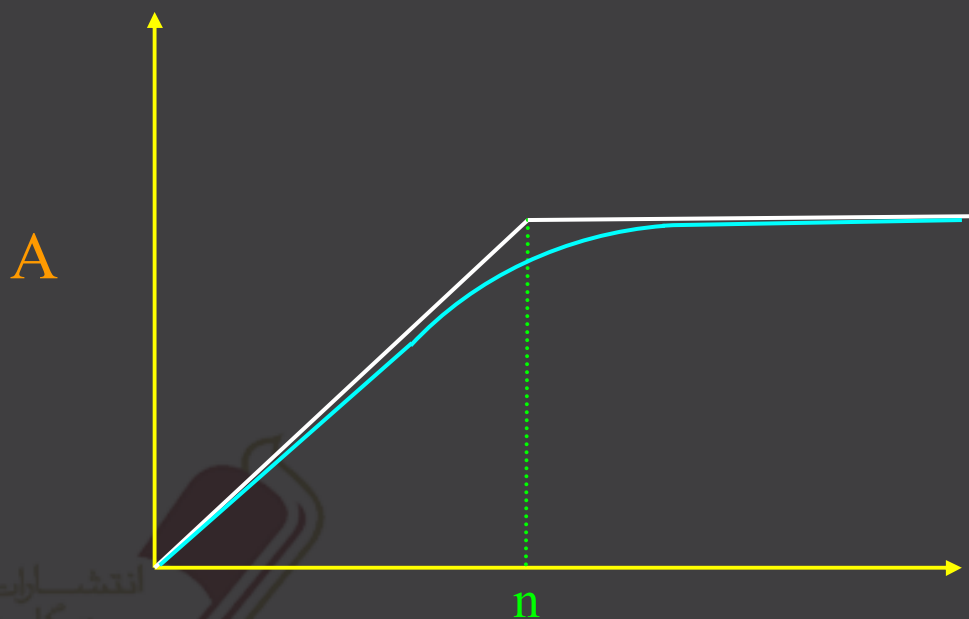
با افزایش غلظت لیگاند، کمپلکس بیشتر تشکیل شده و جذب بیشتر می‌شود تا جاییکه تمام کاتیون به کمپلکس تبدیل می‌شود (جذب ماکزیمم) بعد از آن افزایش لیگاند، جذب را تغییر نمی‌دهد چون دیگر کمپلکسی تشکیل نمی‌شود.



در عمل واکنش صد در صد نیست و با يك ثابت تشکیل همراه است يعني در نقطه اكي والان، يك مقدار از کاتیون و لیگاند بصورت تعادلي و واکنش نکرده باقي مي ماند.



$$k_f = \frac{[ML_n]}{[M^{n+}][L^-]^n}$$



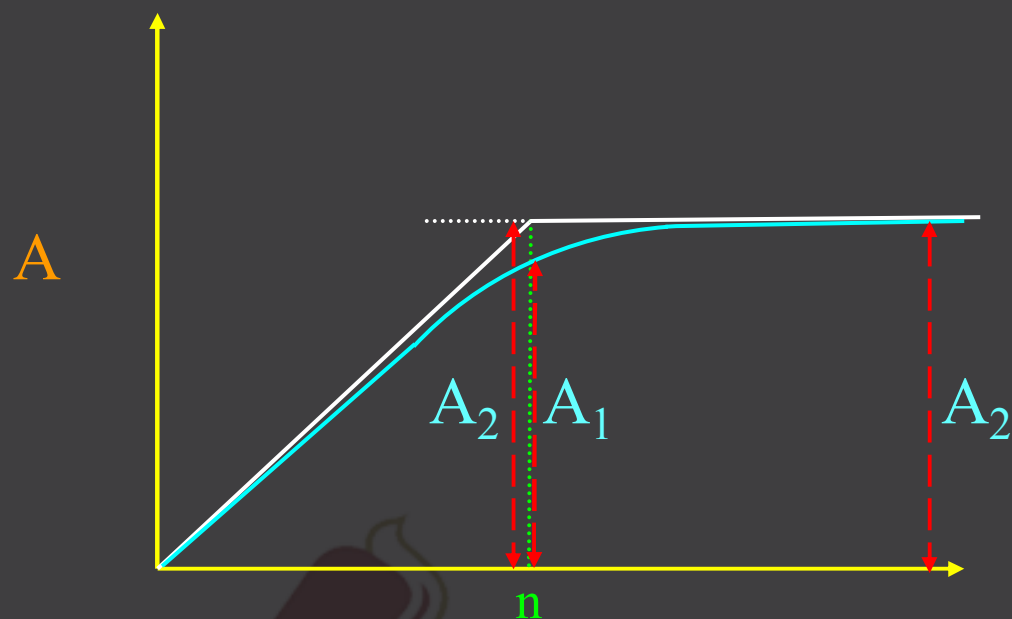
با دانستن n ، اگر غلظت تعادلی $[M^{n+}]$ ، $[L^-]$ و $[ML_n]$ را بدانیم می‌توانیم ثابت تشکیل کمپلکس را محاسبه کنیم.

اساس روش مولی

در این روش یکسری محلول به حجم‌های برابر تهیه می‌شود که در آنها غلظت یکی از واکنش‌دهنده‌ها (معمولاً کاتیون)، ثابت است در حالیکه غلظت واکنش‌دهنده دیگر (معمولاً لیگاند)، تغییر می‌کند سپس یک منحنی از جذب برحسب نسبت مولی واکنش‌دهنده‌ها تهیه می‌شود.



اگر ثابت تشکیل در حد معقولي باشد دو خط مستقيم با شیبهاي مختلف به دست مي آيد. محل تقاطع اين دو خط، در نقطه اي از نسبت مولي بوقوع مي پيوند که مطابق با نسبت ترکیب کمپلکس است.



$$C_M^{n+} = [M^{n+}] + [ML_n]$$

$$C_L^- = [L^-] + n[ML_n]$$

$$1- A_1 = \varepsilon_{ML_n} b [ML_n]$$

$$2- A_2 = \varepsilon_{ML_n} b [ML_n] \quad (M^{n+} \rightarrow ML_n, [M^{n+}] \ll [ML_n])$$

$$\Rightarrow ([M^{n+}] = 0, [ML_n] = C_M^{n+})$$

$$\Rightarrow A_2 = \varepsilon_{ML_n} b C_M^{n+}$$

$$\text{I) } 1,2 \Rightarrow \frac{A_2}{A_1} = \frac{\varepsilon_{ML_n} b C_{M^{n+}}}{\varepsilon_{ML_n} \cdot b [ML_n]} \Rightarrow [ML_n] = \frac{A_1}{A_2} C_{M^{n+}}$$

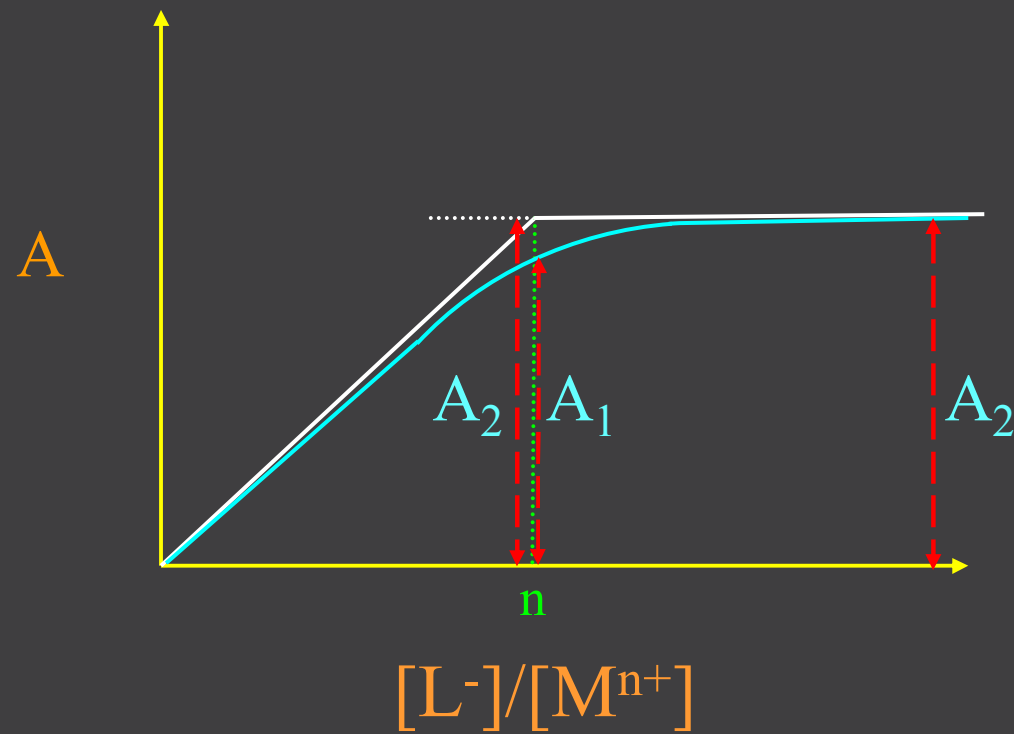
$$\text{II) } C_{M^{n+}} = [M^{n+}] + [ML_n] \Rightarrow [M^{n+}] = C_{M^{n+}} - [ML_n]$$

$$\Rightarrow [M^{n+}] = C_{M^{n+}} - \frac{A_1}{A_2} C_{M^{n+}} \Rightarrow [M^{n+}] = \frac{(A_2 - A_1)}{A_2} C_{M^{n+}}$$

$$\text{III) } C_{L^-} = [L^-] + n \times [ML_n] \Rightarrow [L^-] = C_{L^-} - n \times [ML_n] \Rightarrow [L^-] = C_{L^-} - n \times \frac{A_1}{A_2} C_{M^{n+}}$$

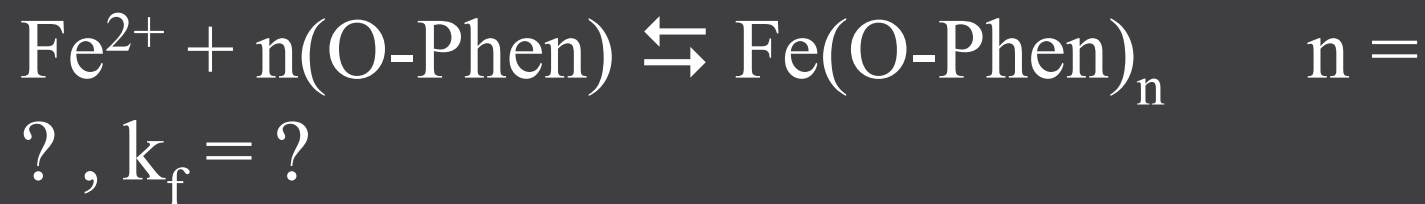
C_{L^-} : غلظت لیگاند مربوط به نقطه‌ای که n بدست می‌آید.

$$k_f = \frac{[ML_n]}{[M^{n+}][L^-]^n}$$



کار عملی:

هدف تعیین n و ثابت تشکیل کمپلکس Fe^{2+} با اورتوفنانترولین



طرز تهیه محلولها

1- 8 بالن ژوژه 25 میلی لیتری انتخاب کنید و محلولها را به ترتیب جدول بر حسب میلی لیتر به بالن ها اضافه نمایید.

شماره بالن ها	1	2	3	4	5	6	7	8
FeCl_2 (0.001 M)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
O-Phen (0.003 M)	0	0.5	1	1.5	2.5	4	5	6
CH_3COONa (0.5 M)	5	5	5	5	5	5	5	5
$\text{NH}_2\text{OH}, \text{HCl}$ (%10)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

2- بعد از نیم ساعت بالن ها را با آب مقطر به حجم برسانید.

3- طیف جذبی محلول 8 را در فاصله طول موج 400-700nm رسم کنید و λ_{\max} کمپلکس را پیدا کنید.

4- دستگاه اسپکتروفتومتر را در λ_{\max} ، set کنید و جذب تمامی محلولها را در $\lambda_{\max} = 510 \text{ nm}$ ثبت نمایید



سئوالات

- 1- دلایل افزایش محلولهای استات سدیم و هیدروکسید آمین را شرح دهید.
- 2- چرا قبل از اندازه گیری نیم ساعت به محلول زمان می دهند؟
- 3- نمودار نسبت مولی را برای کمپلکس رسم نموده n و k_f را پیدا کنید.
- 4- ϵ_{MLn} را در λ_{max} محاسبه کنید.



آزمایش شماره 5

اندازه‌گیری همزمان کروم و منگنز یا KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ به روش اسپکتروفتومتری

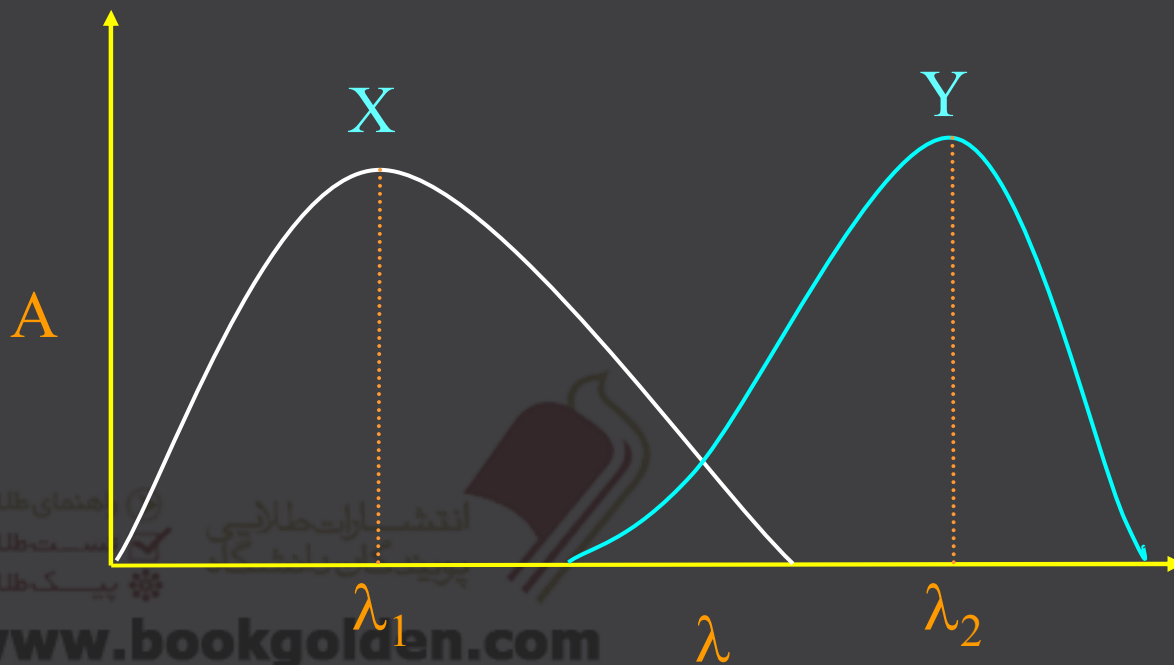
KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ترکیبات رنگی هستند که می‌توانند در ناحیه طیفی Uv-Visible طیف داشته باشند



انواع روشهای اندازه گیری دو گونه در حضور هم به روش
اسپکتروفتومتری (بسته به همپوشانی طیفهای دو ترکیب)

نمایش شماتیک طیف دو گونه x و y در حضور هم

1- طیفهای x و y با همدیگر کلاً همپوشانی نکرده اند طول موج هایی را
می توان برای هر دو ترکیب انتخاب نمود که در آنها فقط یک گونه
خاص جذب داشته باشند.



اندازه گیری جذب در طول موج λ_1

$$A = \varepsilon_x(\lambda_1)bcC_x \Rightarrow C_x$$

اندازه گیری جذب در طول موج λ_2

$$A = \varepsilon_y(\lambda_2)bcC_y \Rightarrow C_y$$



= پیدا کردن ε_x و ε_y در λ_1 و λ_2

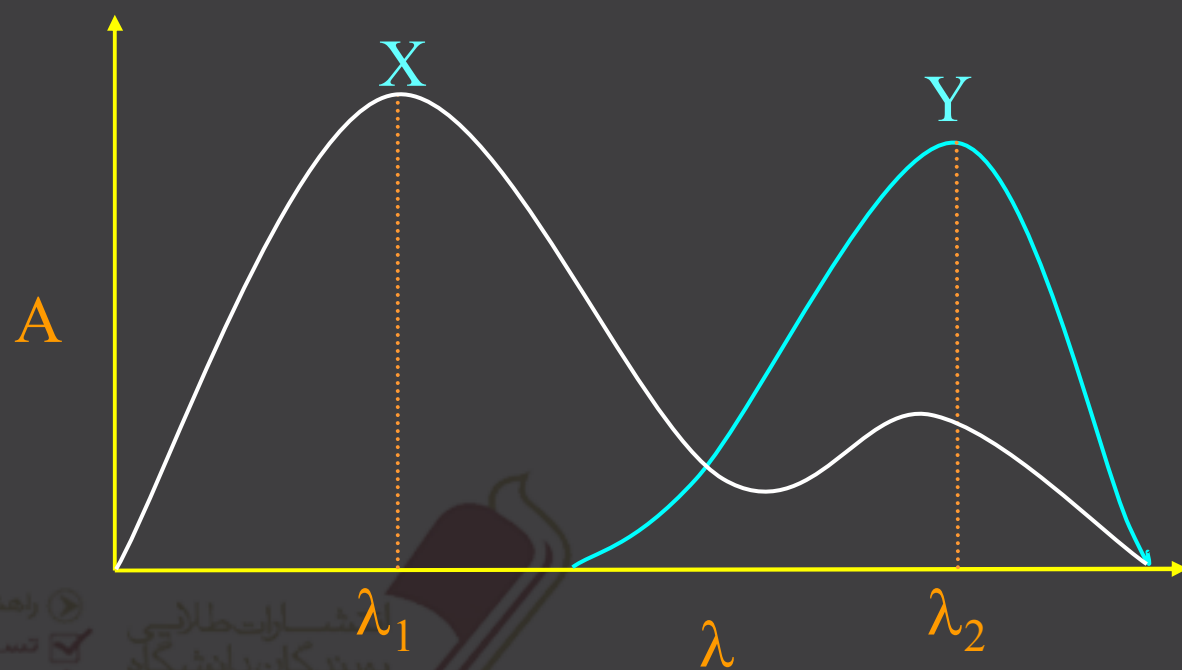
الف) اندازه گیری جذب در طول موج λ_1 برای محلول خالص x با غلظت معلوم $C_{x(s)}$

$$A = \varepsilon_x(\lambda_1) b C_{x(s)} \Rightarrow \varepsilon_x(\lambda_1) = A / b C_{x(s)}$$

ب) اندازه گیری جذب در طول موج λ_2 برای محلول خالص y با غلظت معلوم $C_{y(s)}$

$$A = \varepsilon_y(\lambda_2) b C_{y(s)} \Rightarrow \varepsilon_y(\lambda_2) = A / b C_{y(s)}$$

2- طیف y کلاً با طیف x همپوشانی کرده، ولی در طیف x نواحی ای وجود دارد که در آنها فقط گونه x جذب دارد پس طول موج هایی را می توان برای ترکیب x انتخاب نمود که در آنها فقط گونه x جذب دارد.



برای ترکیب y پیدا کردن λ_{\max} ها باید به نحوی باشد یک ترکیب حداکثر جذب و ترکیب دیگر حداقل جذب (ایده‌آل جذب صفر) را داشته باشد

اندازه گیری جذب در طول موج λ_1

$$A = \varepsilon_x(\lambda_1) b C_x \Rightarrow C_x$$

اندازه گیری جذب در طول موج λ_2

$$A = \varepsilon_y(\lambda_2) b C_y + \varepsilon_x(\lambda_2) b C_x$$

بدست آوردن C_y مستلزم، تعیین مقادیر $\varepsilon_x(\lambda_2)$ و $\varepsilon_y(\lambda_2)$ هست. و

بدست آوردن C_x مستلزم، تعیین مقدار $\varepsilon_x(\lambda_1)$ هست

الف) اندازه گیری جذب در طول موج λ_1 برای محلول خالص x با غلظت معلوم $C_{x(s)}$

$$A = \varepsilon_x(\lambda_1) b C_{x(s)} \Rightarrow \varepsilon_x(\lambda_1) = A / b C_{x(s)}$$

ب) اندازه گیری جذب در طول موج λ_2 برای محلول خالص x با غلظت معلوم $C_{x(s)}$

$$A = \varepsilon_x(\lambda_2) b C_{x(s)} \Rightarrow \varepsilon_x(\lambda_2) = A / b C_{x(s)}$$

ج) اندازه گیری جذب در طول موج λ_2 برای محلول خالص y با غلظت معلوم $C_{y(s)}$

$$A = \varepsilon_y(\lambda_2) b C_{y(s)} \Rightarrow \varepsilon_y(\lambda_2) = A / b C_{y(s)}$$

= تجزیه مخلوط

اندازه گیری جذب در طول موجهای λ_1 و λ_2 برای محلول مخلوط حاوی غلظتهای نامعلوم C_x و C_y

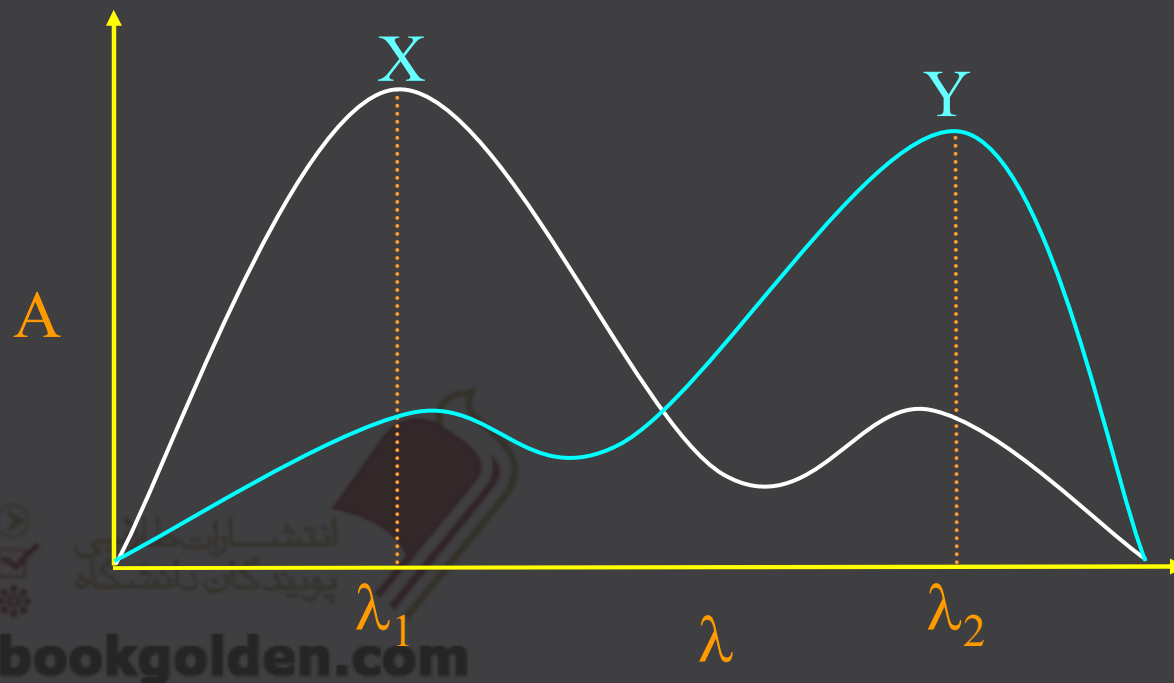
الف- اندازه گیری جذب در طول موج λ_1

$$A = \varepsilon_x(\lambda_1) b C_x \Rightarrow C_x$$

ب- اندازه گیری جذب در طول موج λ_2

$$A = \varepsilon_y(\lambda_2) b C_y + \varepsilon_x(\lambda_2) b C_x \Rightarrow C_y$$

3- طیفهای x و y کلاً با همدیگر همپوشانی کرده اند و طول موجی وجود ندارد که در آن فقط یک گونه خاص جذب داشته باشد در این مورد برای هر دو ترکیب پیدا کردن λ_{\max} ها باید به نحوی باشد که یک ترکیب حداکثر جذب و ترکیب دیگر حداقل جذب (ایده آل جذب صفر) را داشته باشد.



اندازه گيري جذب در طول موج λ_1

$$A = \varepsilon_x(\lambda_1) b C_x + \varepsilon_y(\lambda_1) b C_y$$

اندازه گيري جذب در طول موج λ_2

$$A = \varepsilon_x(\lambda_2) b C_x + \varepsilon_y(\lambda_2) b C_y$$

بدست آوردن C_x و C_y مستلزم، تعیین مقادیر $\varepsilon_x(\lambda_1)$ ، $\varepsilon_y(\lambda_1)$ ،
 $\varepsilon_x(\lambda_2)$ و $\varepsilon_y(\lambda_2)$ هست

الف) اندازه گیری جذب در طول موجهای λ_1 و λ_2 برای محلول خالص x
با غلظت معلوم $C_{x(s)}$

$$\text{In } \lambda_1 \Rightarrow A = \varepsilon_x(\lambda_1) b C_{x(s)} \Rightarrow \varepsilon_x(\lambda_1) = A / b C_{x(s)}$$

$$\text{In } \lambda_2 \Rightarrow A = \varepsilon_x(\lambda_2) b C_{x(s)} \Rightarrow \varepsilon_x(\lambda_2) = A / b C_{x(s)}$$

ب) اندازه گیری جذب در طول موجهای λ_1 و λ_2 برای محلول خالص y
با غلظت معلوم $C_{y(s)}$

$$\text{In } \lambda_1 \Rightarrow A = \varepsilon_y(\lambda_1) b C_{y(s)} \Rightarrow \varepsilon_y(\lambda_1) = A / b C_{y(s)}$$

$$\text{In } \lambda_2 \Rightarrow A = \varepsilon_y(\lambda_2) b C_{y(s)} \Rightarrow \varepsilon_y(\lambda_2) = A / b C_{y(s)}$$

تجزیه مخلوط

اندازه گیری جذب در طول موجهای λ_1 و λ_2 برای محلول مخلوط حاوی غلظتهای نامعلوم C_x و C_y

الف- اندازه گیری جذب در طول موج λ_1

$$A = \varepsilon_x(\lambda_1) b C_x + \varepsilon_y(\lambda_1) b C_y$$

ب- اندازه گیری جذب در طول موج λ_2

$$A = \varepsilon_x(\lambda_2) b C_x + \varepsilon_y(\lambda_2) b C_y$$

با معلوم بودن مقادیر $\varepsilon_x(\lambda_1)$ ، $\varepsilon_y(\lambda_1)$ ، $\varepsilon_x(\lambda_2)$ و $\varepsilon_y(\lambda_2)$ از حل دو معادله دو مجهولی غلظتهای نامعلوم C_x و C_y بدست می آید

روش عملی اندازه‌گیری KMnO_4 و $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ در حضور هم
← تعیین درصد کروم، منگنز

1- در دو بالن 50 میلی لیتری دو محلول خالص KMnO_4 و $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ را
توسط H_2SO_4 یک مولار حجم برسانید

الف- 2 میلی لیتر از محلول مادر KMnO_4 ($1 \times 10^{-2} \text{ M}$) را در بالن 50 میلی
لیتری ریخته با اسید به حجم برسانید تا غلظت آن برابر با $4 \times 10^{-4} \text{ M}$
گردد.

ب- 2/5 میلی لیتر از محلول مادر $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ($5 \times 10^{-2} \text{ M}$) را در بالن 50
میلی لیتری ریخته با اسید به حجم برسانید تا غلظت آن برابر با $2.5 \times 10^{-3} \text{ M}$
گردد.

2- طیف هر دو محلول را رسم نموده، λ_1 و λ_2 را تعیین کنید (بلانک محلول H_2SO_4 یک مولار هست).

3- جذب های هر دو محلول را در λ_1 , λ_2 ثبت کنید.

4- مقادیر $\epsilon_{KMnO_4}(\lambda_1)$ ، $\epsilon_{K_2Cr_2O_7}(\lambda_1)$ ، $\epsilon_{KMnO_4}(\lambda_2)$ و $\epsilon_{K_2Cr_2O_7}(\lambda_2)$ را تعیین کنید

5- در بالن 50 میلی لیتری مخلوط داده شده را به حجم برسانید سپس جذب مخلوط را در λ_1 و λ_2 ثبت نمائید.

سئوالات

1- غلظت مولی و نرمالیتة KMnO_4 و $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ را در مخلوط تعیین نمائید.

2- درصد KMnO_4 و $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ را در مخلوط محاسبه کنید.

3- درصد Mn و Cr را در مخلوط محاسبه کنید.

آزمایش شماره 6 تیتراسیون های اسپکتروفتومتری

یک منحنی تیتراسیون اسپکتروفتومتری از رسم جذب بر حسب حجم تیتراکننده حاصل می شود. منحنی ها مرکب از دو پاره خط مستقیم با شیبهای مختلف خواهند بود که یکی از پاره خطها در ابتدای تیتراسیون و پاره خط دیگر پس از نقطه اکی والان شکل می گیرد.

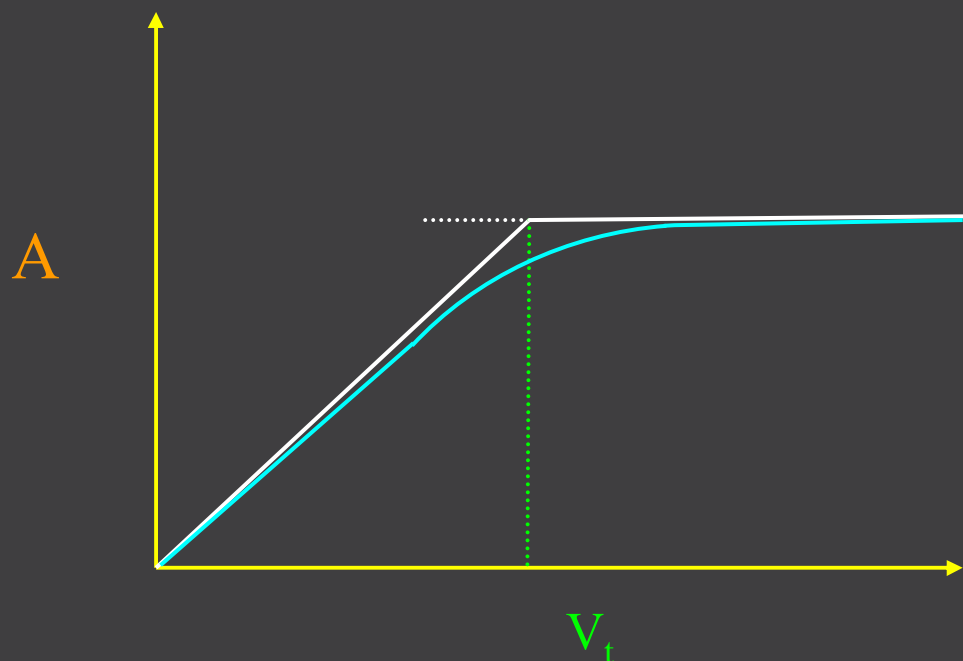


انواع نمودارهاي تیتراسیون اسپکتروفتومتری
 (بر حسب اینکه تیتراکننده، تیترا شونده و یا محصول دارای ضریب
 جذب مولی بزرگتر از صفر است)

مثال تیترا A توسط گونه B



$0, \epsilon_B = 0, \epsilon_{AB} \neq 0$

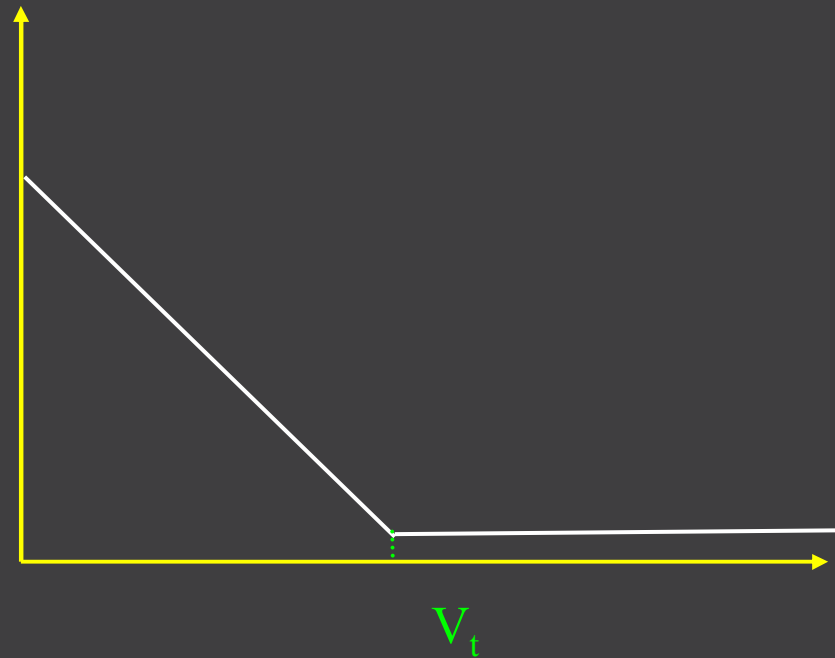


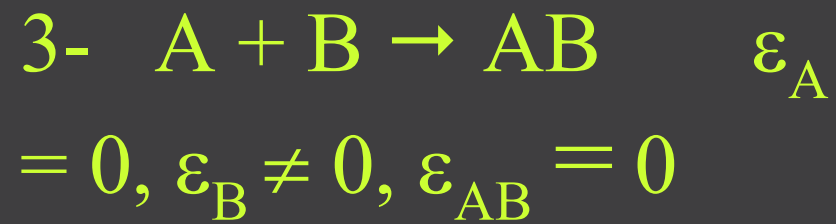


ε_A

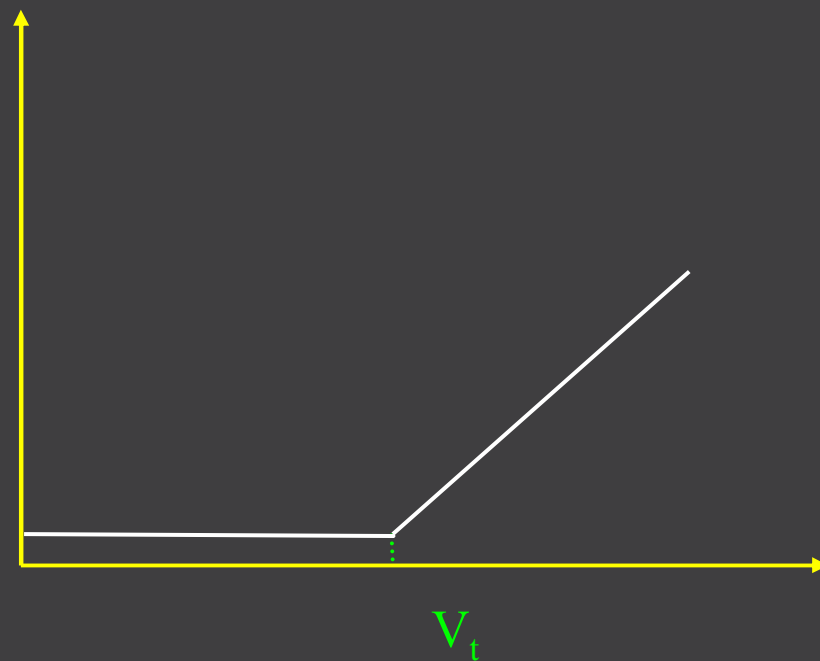
$\neq 0, \varepsilon_B = 0, \varepsilon_{AB} = 0$

A



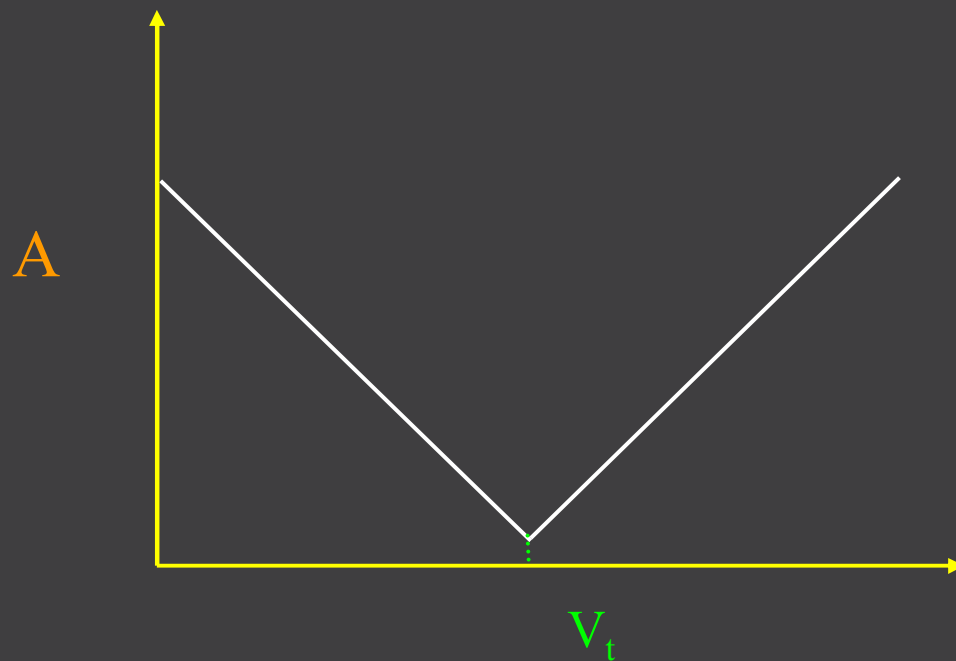


A





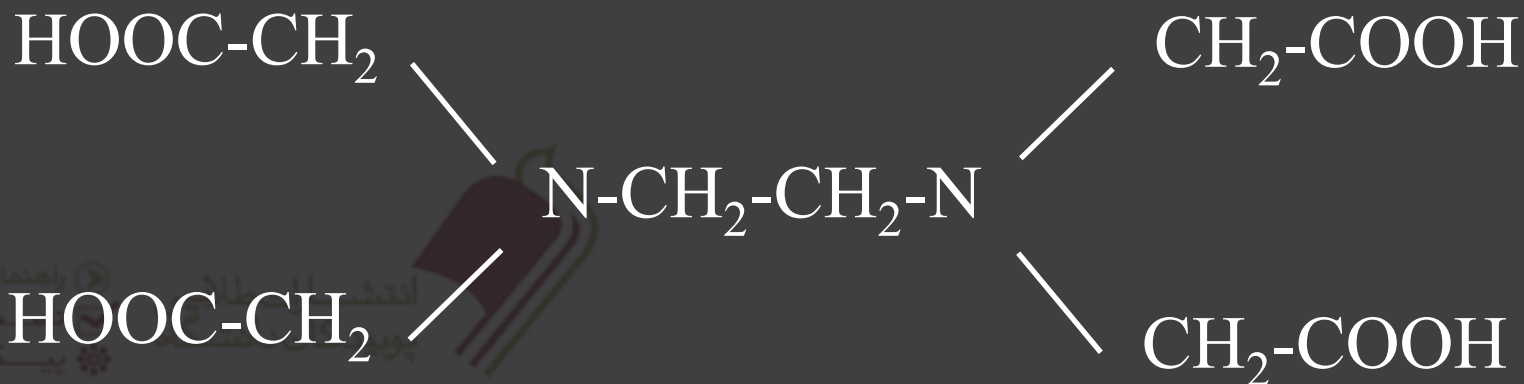
$\varepsilon_A \neq 0, \varepsilon_B \neq 0, \varepsilon_{AB} = 0$ and $\varepsilon_B > \varepsilon_A$



هدف اندازه‌گیری غلظت Ca^{2+} و Mg^{2+} به روش تیتراسیون
اسپکتروفتوی با معرف EDTA

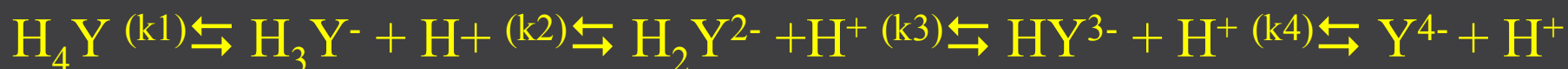
بهترین لیگاند چند دندانه‌ای برای تیتراسیونهای
کمپلکسومتری اتیلن‌دی‌آمین‌تترا‌استیک اسید
(EDTA) می‌باشد

ساختار اتیلن‌دی‌آمین‌تترا‌استیک اسید EDTA



فرم های مختلف EDTA بر حسب pH محیط

EDTA یک اسید چهار پروتونی است که بسته به pH محیط به فرم های مختلف تبدیل می شود



واکنش تیتراسیون در محیط خنثی تا بازی ملایم صورت می گیرد



تعیین نقطه پایان در تیتراسیونهای کمپلکسومتری

از شناساگرهایی استفاده می کنند که با کاتیون تشکیل کمپلکسهایی را می دهد که رنگ آن متفاوت از رنگ شناساگر به فرم آزاد است

شناساگر کمپلکسومتری خودش یک لیگاند است که با کاتیون مورد نظر تشکیل کمپلکس می دهد و دارای حداقل دو فرم آزاد و کمپلکس شده با فلز است



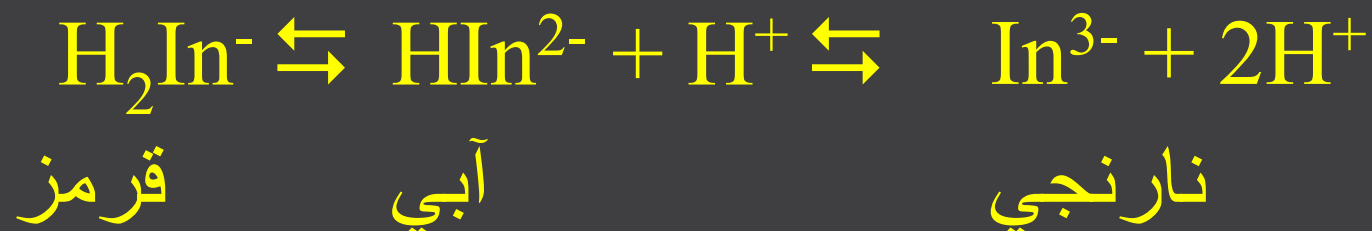
فرم آزاد

فرم کمپلکس شده

شناساگر اریوکروم بلاکتی

از مهمترین و پرکاربردترین شناساگرهای کمپلکسومتری با لیگاند EDTA است

بسته به pH محیط یکی از فرم های شناساگر غالب است



ملاک استفاده از شناساگرهای کمپلکسومتری

برای تشخیص دقیق نقطه پایان باید

$$1- \quad k_{f(\text{MIn})} < 1/10 \times k_{f(\text{MY})}$$

2- در غیر اینصورت اگر $k_{f(\text{Min})} < 1/10 \times k_{f(\text{MY})}$
نقطه پایانی زودرس داریم
(یک مقدار فلز توسط شناساگر مصرف می‌گردد).

مانند مورد تیتر Ca^{2+} با EDTA

راه حل: استفاده از یک شناساگر دیگر نظیر موراکساید

3- از طرف دیگر اگر $k_{f(MIn)} \ll 1/10 \times k_{f(MY)}$

← نقطه پایانی دیررس داریم



تیتراسیون اسپکتروفوتومتری غیر مستقیم

جذب شناساگر بعنوان تابعی از تیتراکننده اضافه شده تعقیب می‌شود.



$$\varepsilon=0$$

قرمز



$$\varepsilon=0$$

$$\varepsilon=0$$

$$\varepsilon=0$$



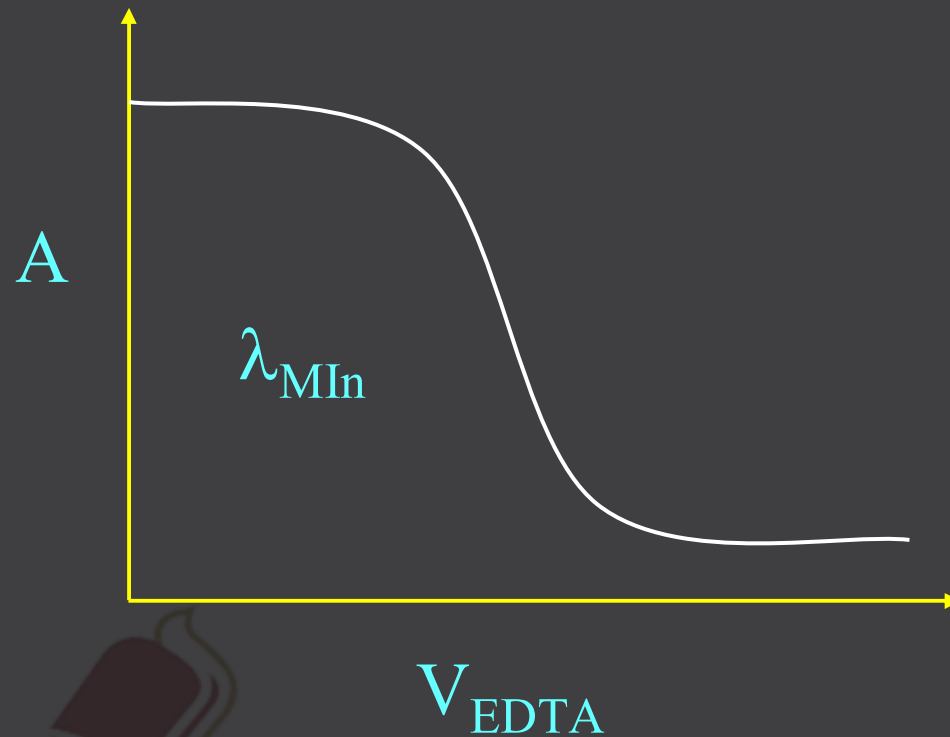
$$\varepsilon_{\text{MIn}} > 0$$

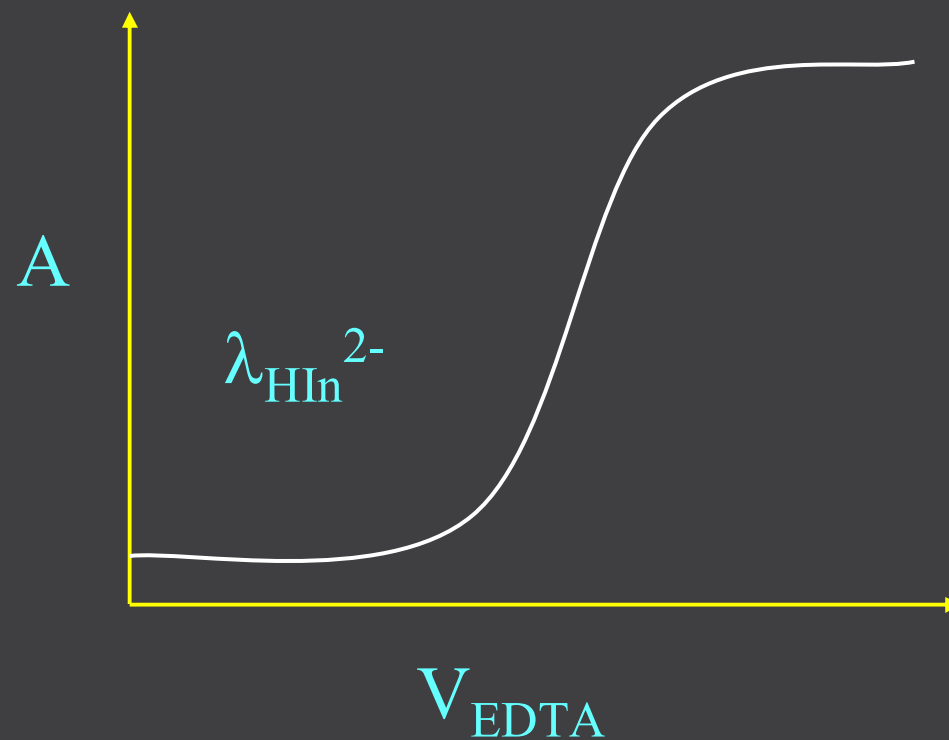
$$\varepsilon_{\text{HIn}} > 0$$

$$\lambda_{\text{MIn}}$$

$$\lambda_{\text{HIn}}$$

فرض: در λ_{MIn} , HIn^{2-} هیچ جذبی ندارد.





در مورد Ca^{2+} نیز همین طور هست فقط شناساگر آن با شناساگر Mg^{2+} فرق دارد.

روش انجام آزمایش

باید در محدوده 400 الی 700 نانومتر (400-1000nm) طیف شناساگر -
تنها و طیف شناساگر در حضور کاتیون فلزی را رسم نمائید

1- اندازه گیری کاتیون Mg^{2+}

در محدوده 400 الی 700 نانومتر (400-1000nm)

الف- طیف مربوط به شناساگر اریوکروم بلاک‌تی (HIn^{2-}) را رسم نموده،
 λ_{max} مربوط به شناساگر را پیدا کنید.

ب- طیف مربوط به شناساگر اریوکروم بلاک‌تی را در حضور
کاتیون Mg^{2+} ($MgIn^{-}$) رسم نموده، λ_{max} مربوط به کمپلکس کاتیون-
شناساگر ($MgIn^{-}$) را پیدا کنید.

2- اندازه گیری کاتیون Ca^{2+}

در محدوده 400 الی 700 نانومتر (400-1000nm)

الف- طیف مربوط به شناساگر موراکساید (H_2In^{3-}) را رسم نموده، λ_{max} مربوط به شناساگر را پیدا کنید.

ب- طیف مربوط به شناساگر موراکساید را در حضور کاتیون Ca^{2+} رسم نموده، λ_{max} مربوط به کمپلکس کاتیون- شناساگر ($\text{CaH}_2\text{In}^{3-}$) را پیدا کنید.

- بهترین λ را در (1) تعیین می‌کنید.

- بهترین λ را در (2) تعیین می‌کنید.

بهترین λ ، طول موجی است که در آن شناساگر حداکثر جذب را داشته باشد و کمپلکس فلز- شناساگر حداقل جذب را داشته باشد و برعکس



روش عملي (طرز تهیه محلولها)

الف- اندازه گیری کاتیون Mg^{2+}

3 بالن ژوژه 10 میلی لیتری انتخاب کنید و محلولها را به ترتیب جدول بر حسب میلی لیتر به بالن ها اضافه نمائید

شماره بالن	اریوکروم بلاکتي	بافر آمونیاكي	Mg^{2+} (0.1M)	آبمقتر
1	0.1	5	-	به حجم برسد
2	0.1	5	1	به حجم برسد
blank	-	5	1	به حجم برسد



1- ابتدا دستگاه را با بلانک λ نمایش دهید

2- طیف محلول را در محدوده 400 الی 700 نانومتر (400-700nm) رسم کنید و بهترین λ را بدست آورید. (جائیکه فقط یک گونه جذب داشته باشد). یا اختلاف جذب حداکثر باشد،

3- دستگاه اسپکتروفتومتر را در بهترین λ ، set کنید.

4- دستگاه را با بلانک در λ Autozero نمایش دهید.



5- جذب محلول شماره 2 را در λ ثبت کنید. سپس هر دفعه 1 میلی لیتر EDTA به آن افزوده و جذب را بخوانید

6- در هر مرحله جذب را توسط فرمول تصحیح کنید

$$A(\text{corrected}) = A \times \frac{v + V}{V}$$

v : حجم اولیه محلول

v : حجم EDTA اضافه شده

7- جذب تصحیح شده را بر حسب حجم EDTA رسم نمائید و غلظت Mg^{2+} را پیدا کنید.

ب- اندازه گیری کاتیون Ca^{2+}

3 بالن ژوژه 10 میلی لیتری انتخاب کنید و محلولها را به ترتیب جدول بر حسب میلی لیتر به بالن ها اضافه نمائید

شماره بالن	موراکساید	NaOH(0.1M)	Ca^{2+} (0.1M)	آبمقطر
1	1	1	-	به حجم برسد
2	1	1	1	به حجم برسد
blank	-	1	1	به حجم برسد



1- ابتدا دستگاه را با بلانک λ نمایش دهید

2- طیف محلول را در محدوده 400 الی 700 نانومتر (400-700nm) رسم کنید و بهترین λ را بدست آورید. (جائیکه فقط يك گونه جذب داشته باشد). یا اختلاف جذب حداکثر باشد،

3- دستگاه اسپکتروفتومتر را در بهترین λ ، set کنید.

4- دستگاه را با بلانک در λ Autozero نمایش دهید.



5- جذب محلول شماره 2 را در λ ثبت کنید. سپس هر دفعه 1 میلی لیتر EDTA به آن افزوده و جذب را بخوانید

6- در هر مرحله جذب را توسط فرمول تصحیح کنید

$$A(\text{corrected}) = A \times \frac{v + V}{V}$$

v : حجم اولیه محلول

v : حجم EDTA اضافه شده

7- جذب تصحیح شده را بر حسب حجم EDTA رسم نمائید و غلظت Ca^{2+} را پیدا کنید.

سئوالات

1- نمودار جذب تصحيح شده را بر حسب حجم EDTA $A =$ براي هر دوي Ca^{2+} و Mg^{2+} رسم نموده، نقاط اكي والان را تعيين نموده و شكل نمودارها را توجيه نماييد.

2- غلظت Ca^{2+} و Mg^{2+} را بر حسب مولاريتيه و نرماليتيه بدست آوريد.



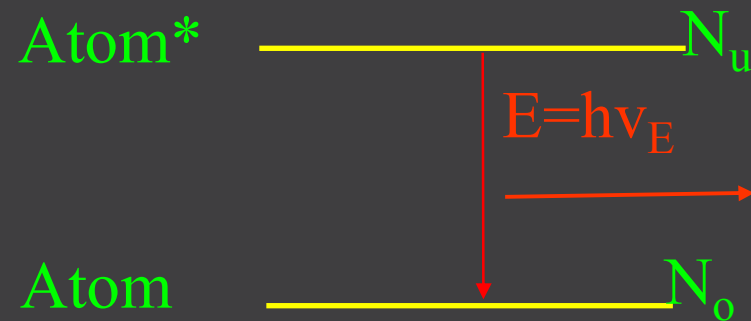
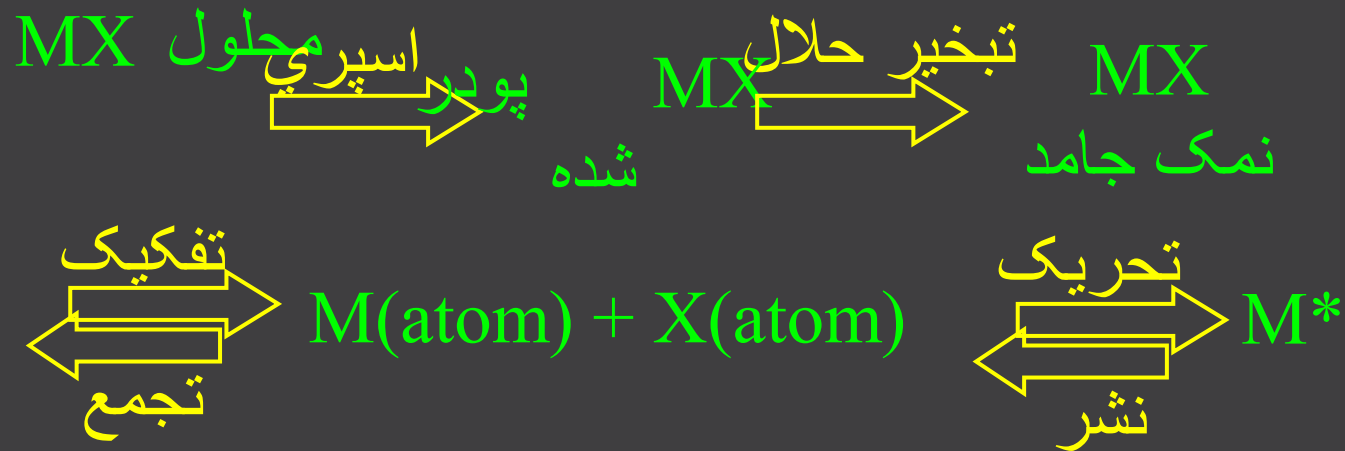
آزمایش شماره 7 اسپکتروسکوپی نشر شعله (Flame photometry)

روش اسپکتروسکوپی که در آن تحریک نمونه با افشاندن محلولی از نمونه به داخل یک شعله داغ انجام می‌گیرد.

مهمترین کاربرد: تجزیه و اندازه‌گیری عناصر سدیم و پتاسیم در نمونه‌های حقیقی

دلایل کاربرد: سادگی، دارای سرعت جوابدهی زیاد، عدم مزاحمت عناصر دیگر و...

موفقیت طیف بینی نشر شعله بستگی به تعداد گونه‌های تحریک شده دارد.

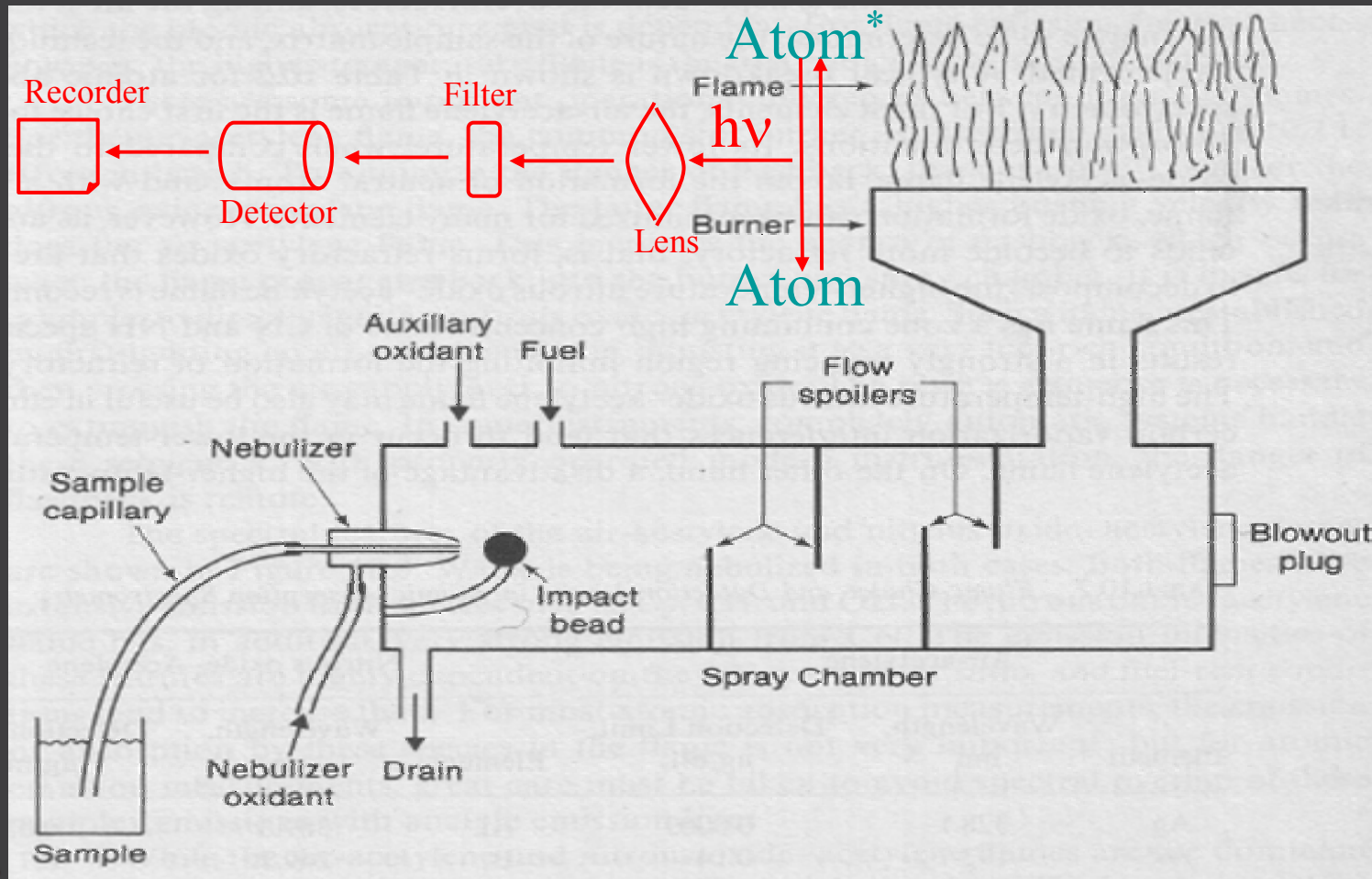


مشخصات شعله (کارکرد شعله)

- 1- تبدیل اجزاء تشکیل دهنده مایع به حالت بخار
- 2- تجزیه این اجزاء تشکیل دهنده به اتمها یا مولکولهای ساده
- 3- تحریک الکترونی کسری از گونه‌های اتمی یا مولکولی حاصل

دمای شعله حاصل از سوختن گاز طبیعی بحدی پایین است که فقط فلزات قلیایی و قلیایی خاکی را تحریک می‌کند (که دارای انرژی تحریک پایینی هستند) لذا Flame photometry برای اندازه‌گیری این عناصر محدود است. می‌توان از این روش برای اندازه‌گیری Na و K در یک مخلوط یا در آب شهر استفاده کرد.

نمایش شماتیک دستگاه Flame photometry



بخش عملي

1- تهیه محلولهاي استاندارد از Na

2- تهیه محلولهاي استاندارد از K

3- قبل از اندازه‌گيري شدت نشر، صفر و 100 دستگاه را تنظيم مي‌کنند.

الف- صفر دستگاه توسط تزریق blank در دستگاه تنظيم مي‌گردد

ب- 100 دستگاه در اندازه‌گيري Na، توسط تزریق غليظترين گونه از Na صورت مي‌گیرد

ج- 100 دستگاه در اندازه‌گيري K، توسط تزریق غليظترين گونه از K صورت مي‌گیرد

4- اندازه‌گیری شدت نشر برای محلولهای استاندارد Na (توسط فیلتر Na)

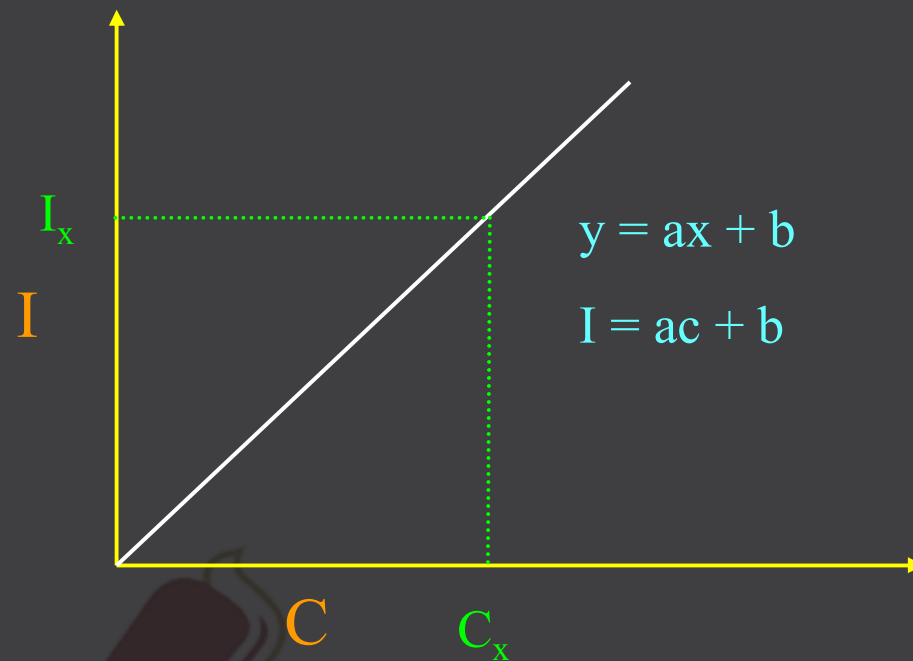
5- اندازه‌گیری شدت نشر برای محلولهای استاندارد K (توسط فیلتر K)

6- رسم شدت نشر بر حسب غلظت Na

7- رسم شدت نشر بر حسب غلظت K

8- بدست آوردن نمودار کالیبراسیون و معادله خط برای هر دو عنصر از نشر محلولهای استاندارد

9- بدست آوردن شدت نشر نمونه مجهول برای هر دو عنصر ←
پیدا کردن غلظت از روی نمودار یا معادله نمودار کالیبراسیون از روی
نمودار مربوط به خود هر عنصر



طرز تهیه محلولها و اندازه گیری

الف- اندازه گیری عنصر Na

1- 7 بالن ژوژه 25 میلی لیتری انتخاب شده (آخرین بالن برای مجهول انتخاب شود) و محلولها به ترتیب جدول به بالن ها اضافه گردد.

شماره بالن	1(blank)	2	3	4	5	6	7
Na(ppm)	0	0.5	1	2.5	3.5	5	x
HCl(0.05M)	همه محلولها به حجم 25 میلی لیتر برسد						



- 2- فیلتر دستگاه روی Na تنظیم گردد.
- 3- صفر دستگاه با blank تنظیم گردد.
- 4- 100 دستگاه با غلیظترین محلول (محلول 6) تنظیم گردد.
- 5- نشر نمونه‌ها بر حسب غلظت ثبت شود
- 6- نمودار کالیبراسیون با استاندارد‌ها (محلول 6-2) رسم شود.
- 7- C_x گونه مجهول از روی نمودار بدست آورده شود



ب- اندازه گیری عنصر K

1- 7 بالن ژوژه 25 میلی لیتری انتخاب شده (آخرین بالن برای مجهول انتخاب شود) و محلولها به ترتیب جدول به بالن ها اضافه گردد.

شماره بالن	1(blank)	2	3	4	5	6	7
K(ppm)	0	0.5	1	2.5	3.5	5	x
HCl(0.05M)	همه محلولها به حجم 25 میلی لیتر برسد						



- 2- فیلتر دستگاه روی K تنظیم گردد.
- 3- صفر دستگاه با blank تنظیم گردد.
- 4- 100 دستگاه با غلیظترین محلول (محلول 6) تنظیم گردد.
- 5- نشر نمونه‌ها بر حسب غلظت ثبت شود
- 6- نمودار کالیبراسیون با استاندارد‌ها (محلول 6-2) رسم شود.
- 7- C_x گونه مجهول از روی نمودار بدست آورده شود



سئوالات

1- نمودار کالیبراسیون را برای هر دو عنصر Na و K رسم نموده معادله نمودار کالیبراسیون را بدست آورید

2- غلظت گونه مجهول را برای هر دو عنصر Na و K بر حسب ppm و mol/L بدست آورید

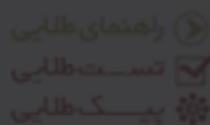
آزمایش شماره 8 اندازه‌گیری مس به روش اسپکتروسکوپی جذب اتمی

اندازه‌گیری مس به روش نمودار کالیبراسیون

اسپکتروسکوپی جذب اتمی

اساس: اندازه‌گیری میزان جذب نور توسط الکترونهاي لایه ظرفیت اتمهاي آزاد (بحالت گازی شکل)

$$A = k \times C$$



انتشارات طلایی
پویندگان دانشگاه



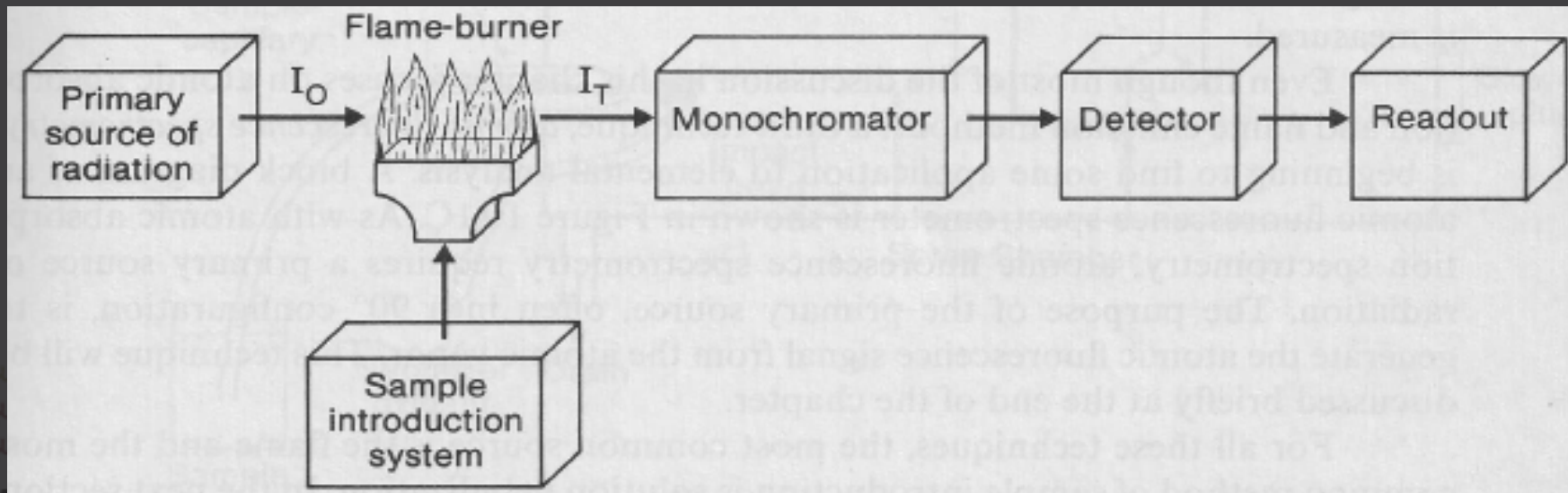
www.bookgolden.com

C: غلظت اتمهاي آزاد

طیف اتمی یک خط یا تک طول موج است (دارای پهنای کم
(0.01~0.001nm

برخلاف مولکولها که دارای باند پهنی است و در آنها جذب مجموع
جذب الکترونی، ارتعاشی، چرخشی، انتقالی هست)

شمای اسپکتروسکوپی اتمی



قسمتهای مختلف اسپکتروسکوپی اتمی

1- source :(line source) Such as

- a) Hollow Cathode Lamp (HCL)
- b) Electrodeless Discharge Lamp (EDL)
- c) Lasers and so on...

2- Cell

a) Flame (Air-Acetylene or N_2O -Acetylene)

b) Furnace

3- λ -selector

برای انتخاب دقیقتر طول موج، تکفام ساز به کار می‌رود.

a) prism

b) Grating

4- Detector

a) Photo barrier cell

b) Photo tube

c) Photo multiplier

انواع مزاحمتها در اسپکتروسکوپی جذب اتمی

1- مزاحمتهاي شیمیایی:

منشاء: واکنشهاي اتفاق افتاده درون شعله (مثال: تولید اکسیدهاي دیرگذار)

راه حل:

- استفاده از شعله هاي با دماي زياد

- استفاده از عوامل رها ساز

- استفاده از عوامل محافظت کننده



2- مزاحمتهاي يونيزاسيون:

منشاء: يونيزاسيون آناليت مورد نظر

راه حل:

- استفاده از بافرهاي يونيزاسيون

- کاهش دماي شعله

3- طيفي: جذب و نشر همزمان در يك طول موج



4- مزاحمت زمینه:

جذب زمینه: جذب توسط گونه‌های چند اتمی یا پراکندگی تابش توسط گونه‌های دیگر (در طول موج‌های کوتاه مشهود است)

منشاء: همپوشانی خطوط جذبی ترکیب مزاحم با خطوط جذبی آنالیت

راه حل:

- استفاده از خطوط دیگر جذبی

- جداسازی جزء مزاحم قبل از اندازه‌گیری

استفاده از لامپ دتریوم (تصحیح زمینه توسط لامپ دتریوم) سیستم دو

پرتوی



روش عملي: اندازه‌گيري مس به روش نمودار کالبراسيون

1- آماده‌سازي نمونه (نمونه بایستي بصورت محلول تبدیل شود)

2- آماده نمودن محلولهاي استاندارد

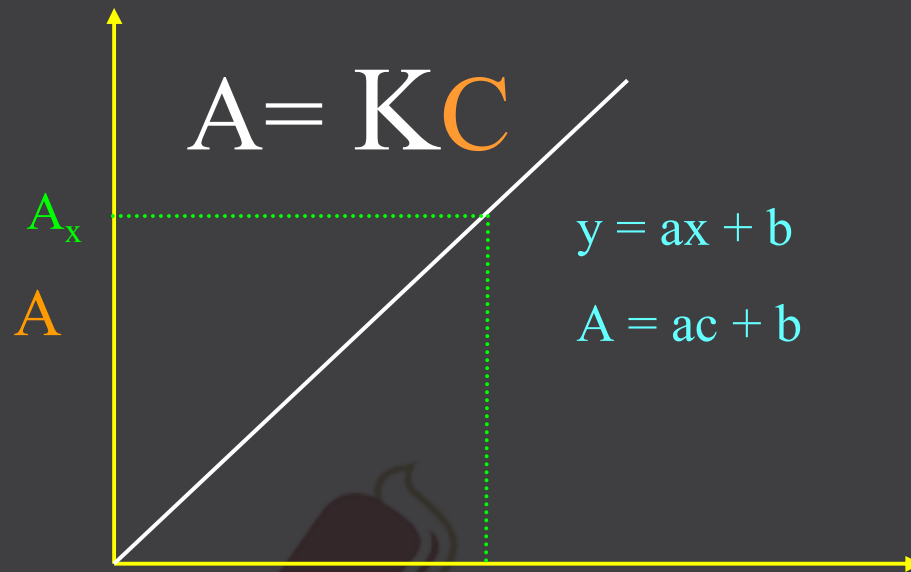
3- آماده نمودن محلول مجهول

4- تزریق blank در شعله و تنظیم صفر دستگاه

5- تزریق محلولهاي استاندارد در دستگاه و ثبت جذب

6- رسم نمودار کالیبراسیون با استفاده از محلولهای استاندارد

7- اندازه‌گیری جذب مجهول و بدست آوردن غلظت نمونه مجهول از نمودار کالیبراسیون



طرز تهیه محلولها

1- 8 بالن ژوژه 25 میلی لیتری انتخاب کرده و محلولها را برحسب غلظت داده شده در جدول برحسب ppm تهیه نمائید (آخرین بالن برای مجهول انتخاب شود).

محلول مادر Cu^{2+} (1000 ppm)

$50 \text{ ppm} \Leftarrow 100 \text{ ppm} \Leftarrow 1000 \text{ ppm}$

شماره بالن	1 (blank)	2	3	4	5	6	7	8
Cu^{2+} (ppm)	0	0.5	1	2	3	4	5	x



2- محلولها را با آبقطر و یا اسید به حجم میلی لیتر

برسانید.

سئوالات

1- نمودار کالیبراسیون را برای هر عنصر مس رسم نموده معادله نمودار کالیبراسیون را بدست آورید.

2- غلظت گونه مجهول را برای عنصر مس بر حسب ppm و mol/L بدست آورید.



آزمایش شماره 9
اندازه‌گیری مس به روش
اسپکتروسکوپی جذب اتمی

اندازه‌گیری مس به روش افزایش استاندارد

اندازه‌گیری آنالیت در حضور ماتریکس (پیکره) نامعلوم

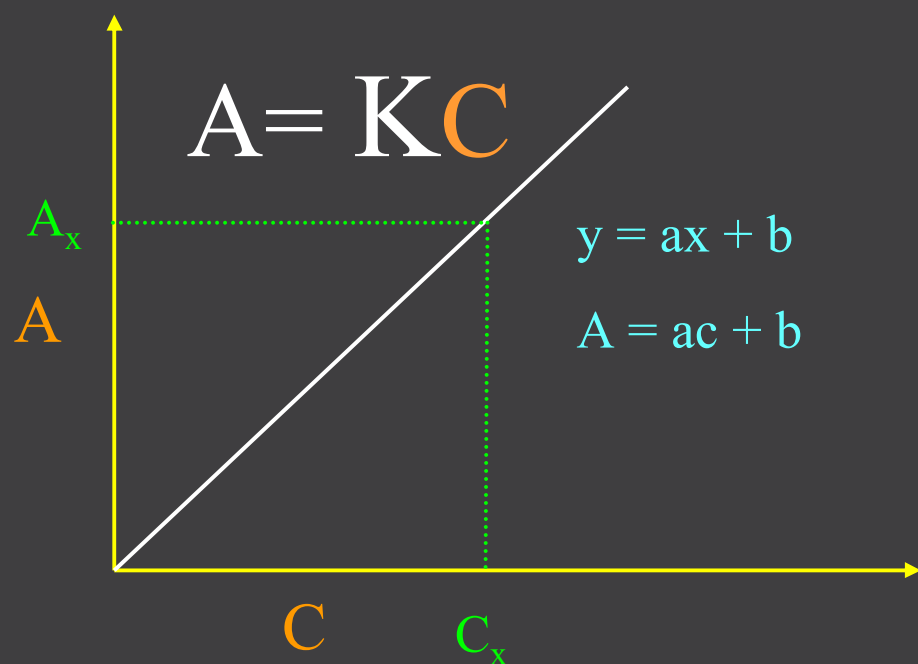


روش عملی اندازه‌گیری آنالیت در حضور ماتریکس (پیکره) نامعلوم بتوسط روشهای اسپکتروسکوپی

- 1- تهیه محلول blank و محلولهای استاندارد
- 2- تهیه و آماده‌سازی نمونه مجهول
- 3- قرائت جذب یا signal نمونه‌های استاندارد و مجهول
- 4- رسم نمودار کالیبراسیون با نمونه‌های استاندارد



5- تعیین غلظت نمونه مجهول با توجه به جذب (signal) آن از روی نمودار کالیبراسیون



نکته: این نوع اندازه گیری بر این فرض استوار است که ماتریکس نمونه تأثیری بر روی signal (یا جذب توسط) آنالیت ندارد.

فرض: جذب غلظت 2ppm از محلول Cu 1 واحد است

1- جذب غلظت 2ppm از محلول Cu در نمونه استاندارد 1 واحد هست

2- جذب غلظت 2ppm از محلول Cu در حضور ماتریکس 1 واحد هست

در این عمل اکثر اثر ماتریکس بر روی signal آنالیت تأثیر می‌گذارد

Matrix effect (اثر ماتریکس)

تأثیر اجزای نمونه بر روی signal آنالیت بدون داشتن signal نمونه غیر آنالیت

تشخیص matrix effect (در حالت تئوری)

فرض: جذب غلظت 2ppm از محلول Cu 1 واحد است

اگر

1- جذب غلظت 2ppm از محلول Cu در نمونه استاندارد 1 واحد باشد

2- جذب غلظت 2ppm از محلول Cu در حضور ماتریکس همان 1 واحد باشد

در این حالت اثر ماتریکس وجود ندارد (حالت ایده‌آل)



تشخیص matrix effect (در حالت عملي)

فرض

-

جذب غلظت 2ppm از محلول Cu در نمونه استاندارد 1 واحد هست

- جذب ماتریکس نمونه 0/1 واحد هست

این دو گونه بر روی هم ریخته می شود (یعنی به نمونه 2ppm محلول Cu اضافه شده است)

- اگر جذب حاصل جمع پذیر باشد اثر ماتریکس وجود ندارد (جذب کل 1/1)

- اگر جذب حاصل جمع پذیر نباشد اثر ماتریکس وجود دارد (جذب کل از 1/1 کم یا زیاد شود)

رفع اثر ماتریکس: Standard addition

افزایش استاندارد: کالیبراسیون محلول استاندارد در حضور بافت واقعی

طرز تهیه محلولها نمونه‌های

استاندارد: مجهول در حضور استاندارد

1- 8 بالن ژوژه 25 میلی لیتری انتخاب کرده و محلولها را برحسب غلظت داده شده در جدول برحسب ppm تهیه نمائید (آخرین بالن برای مجهول انتخاب شود).

محلول مادر Cu^{2+} (1000 ppm)

1000 ppm \Leftarrow 100 ppm \Leftarrow 50 ppm

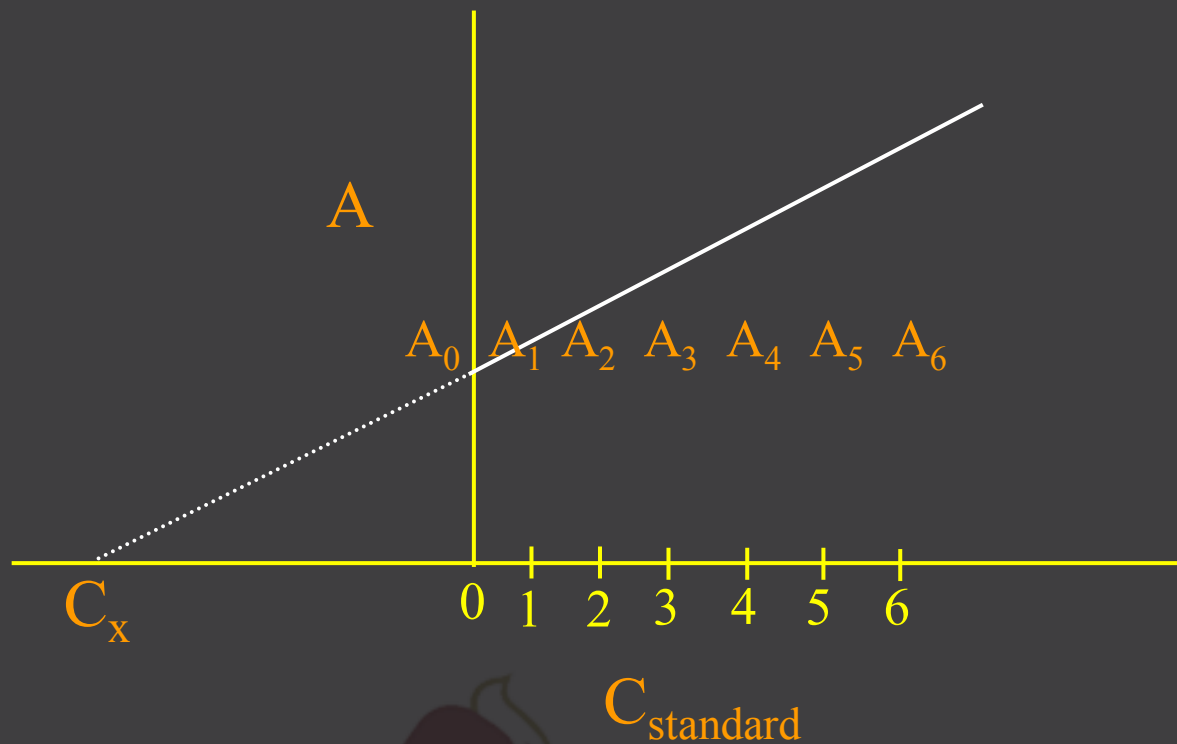


شماره بالن	1(blank)	2	3	4	5	6	7
Cu^{2+} (ppm)	0	0.1	0.4	0.5	1	2	3

2- به هر کدام از بالن ها 10 میلی لیتر محلول مجهول اضافه کرده با آبقطر و یا اسید به حجم برسانید. طوریکه مجموع غلظت مجهول و استاندارد از ناحیه خطی تجاوز نکند.



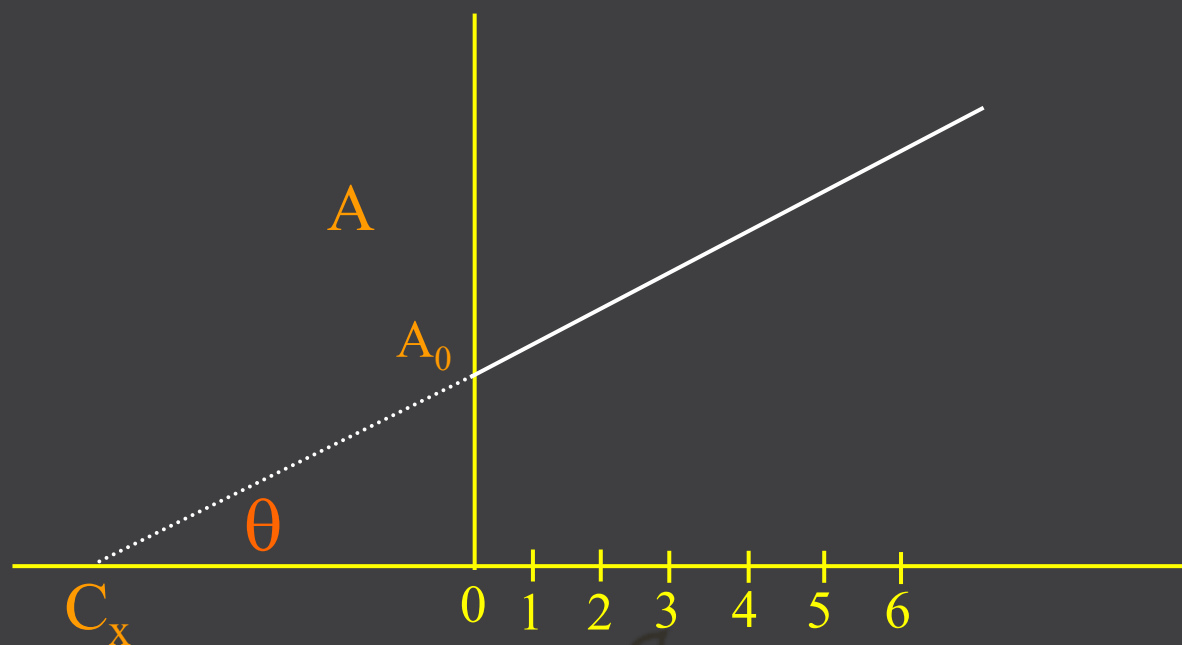
3- سپس جذب محلولها را بر حسب غلظت استاندارد اضافه شده رسم کنید



$$A = A_0 + bC_x \Rightarrow A_0 = -bC_x \Rightarrow \frac{-A_0}{b} = C_x$$

$$\text{tg}\theta = b \quad \text{tg}\theta = \frac{A_0}{C_x} \Rightarrow C_x = \frac{A_0}{\text{tg}\theta = b}$$

$$C_x = \frac{-A_0}{b}$$



C_{standard}

با پیدا کردن C_x در نمونه مجهول در 25 میلی لیتر غلظت واقعی آن را در 10 میلی لیتر پیدا کنید.

آزمایش شماره 10 جداسازی کاتیونهای Fe^{3+} و Co^{2+} توسط کروماتوگرافی مبادله یون

روشهای جداسازی: عمدتاً برای جداسازی گونه مزاحم از آنالیت
بمنظور اندازه‌گیری آنالیت انجام می‌گیرد.

اساس روشهای جداسازی:

توزیع اجزای سازنده بین دو فاز (با نسبت توزیع معین)

اگر این توزیع بسیار تفاوت باشد جداسازی عملی است

نسبت توزیع :



$$D_x = \frac{C_x(\text{organic})}{C_x(\text{aqueous})}$$

اگر D ها خیلی متفاوت باشند جداسازی عملی و امکان پذیر است (جداسازی تک مرحله‌ای) ولی اگر D ها نزدیک به هم باشند جداسازی تک مرحله‌ای امکان پذیر نیست و تکنیک جزء به جزء چند مرحله‌ای نیاز است.



انواع روشهای جداسازی

1- جداسازی بوسیله رسوبگیری

اساس: بر پایه تفاوت انحلال پذیری بین آنالیت و گونه‌های دیگر

الف- جداسازی بر پایه کنترل قدرت اسیدی

بر پایه تفاوت از انحلال پذیری در محیط‌های مخلف اسیدی و بازی

ب- جداسازی بصورت سولفید

بر پایه تفاوت انحلال پذیری سولفید کاتیون‌ها (کنترل غلظت سولفید با تنظیم
(pH

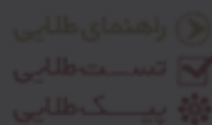


ج- سایر رسوب دهنده‌های معدنی

فسفات، کربنات، اکسالات، کلرید، سولفات ← برای رسوب دادن کاتیونها.

د- رسوب دهنده‌های آلی

دی‌متیل گلی اکسیم، هیدروکسی کینولین



شرکت طلایی
پویانگان دانشگاه

ه- رسوب دادن الکترولیتی با تنظیم پتانسیل الکترود کار

www.bookgolden.com

2- روشهای استخراج

توزیع یک جسم حل شده بین دو فاز مایع غیر قابل اختلاط دو فاز آبی و آلی در مجاورت هم قرار دارند و ماده بین دو فاز توزیع می‌گردد.



$$K = \frac{[A_{org}]}{[A_{aq}]}$$

K: ضریب تقسیم یا توزیع

اساس:

جداسازی تبادل یونی

تعویض متقابل یونهای هم علامت، در بین یک محلول و یک جامد اساساً نامحلول

تبادلگرهای یونی هم بصورت سنتزی (تبادلگرهای آنیونی و کاتیونی) و هم بصورت طبیعی (زئولیتها، خاکهای رس) وجود دارند.

رزین‌های تبادل یونی سنتزی: از جنس مواد پلیمری با وزن مولکولی بسیار بالا هستند و تعداد بسیار زیاد گروه عاملی در هر مولکل دارند.

رزین‌های تبادل کاتیونی:

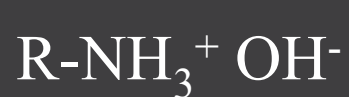
حاوی گروه‌های سولفونیک اسید $R-SO_3^- H^+$

حاوی گروه‌های کربوکسیلیک اسید $R-COO^- H^+$

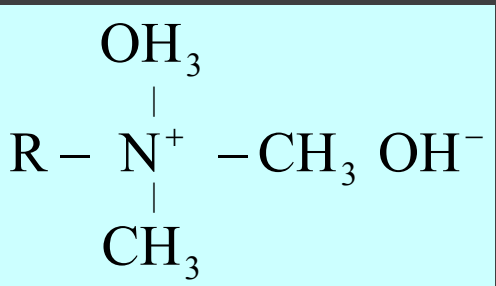


رزین‌های تبادل آنیونی:

حاوی



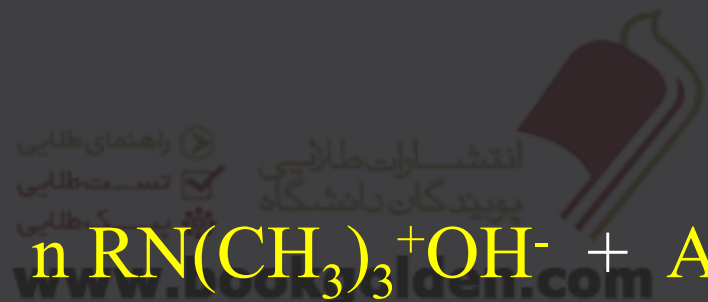
گروه‌های عاملی بازی متصل به پلیمر



فرآیند تبادل (در رزین‌های کاتیونی)



فرآیند تبادل (در رزین‌های آنیونی)



تعادل تبادل یونی توسط قانون اثر جرم بررسی می‌گردد .



$$K = \frac{[\text{Ca}^{2+}(\text{R})][\text{H}^{+}(\text{aq})]^2}{[\text{Ca}^{2+}(\text{aq})][\text{H}^{+}(\text{R})]^2}$$

مهمترین کاربرد رزین‌های تبادل یونی

1- کاربرد در کروماتوگرافی

2- جداسازی یونهای مزاحمی که بار مخالف دارند. مثال:

اندازه‌گیری SO_4^{2-} در حضور یونهای Fe^{3+} ، Al^{3+} ، (توسط Ba^{2+})

اندازه‌گیری Ba^{2+} و Ca^{2+} در حضور یون PO_4^{3-}

3- تغلیظ مقادیر ناچیز يك الكترولیت

گردآوری عناصر فلزي ناچیز، از حجمهاي بسیار بزرگ آبهاي طبيعي
← جداسازی توسط اثر دادن اسید

4- تبدیل نمکها به اسیدها و بازها

عبور

نمک از رزین کاتیونی ← تثبیت کاتیون بر روی رزین ← آزاد شدن
پروتون هم ارز با کاتیون ← تیتر پروتون و اندازه‌گیری کل کاتیون در
محلول.

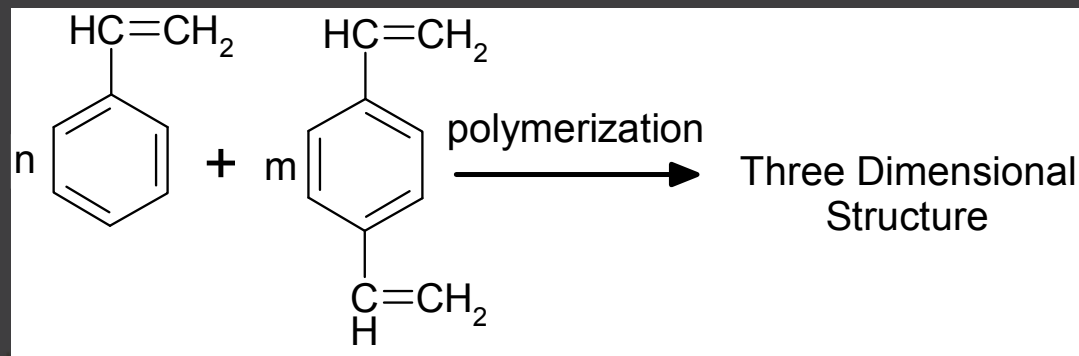
در این آزمایش هدف جداسازی یون‌های $Fe(III)$, $Co(II)$ به روش
کروماتوگرافی مبادله یون هست.

کروماتوگرافي مبادلہ یون

فاز ساکن: يك رزين مبادلہکننده یون

فاز متحرك: مایع هست

رزین مبادلہکننده یوني: حاوي پلی استایرن دي وینیل بنزن (R)
فعال شده با گروههاي عاملی تري متیل آمونیوم کلراید



فاز ساکن $R-N(CH_3)_3^+Cl^-$

فاز متحرک: محلول HCl با غلظتهای مختلف

اساس: تمایل متفاوت کمپلکس‌های کلرید $Co(II)$, $Fe(III)$ برای جذب روی رزین در غلظتهای مختلف کلرید

رزین مورد استفاده، رزین آنیونی هست

اگر کمپلکس بصورت آنیونی باشد جذب رزین می‌گردد ولی

اگر کمپلکس بصورت کاتیونی باشد از رزین خارج می‌گردد (با

تغییر غلظت Cl^- می‌توان کمپلکس را از آنیونی به کاتیونی تبدیل کرد)

الف- در محلول 10M HCl



ب- در محلول 4M HCl



کبالت از ستون با شستن با 4M HCl (یا با فاز متحرک 4M HCl) خارج می‌گردد.

ج- در محلول 0.1M HCl یا حتی آبمقطر (فاز متحرك 0.1M HCl
یا آبمقطر)



آهن از ستون خارج می‌گردد.

جداسازی توسط رزین و فاز متحرك HCl انجام گرفته است

در مرحله بعدی هدف اندازه‌گیری جز جدا شده است



چون Co^{2+} و Fe^{3+} در ناحیه مرئی دارای جذب نیستند (دارای جذب با حساسیت بالا نیستند) به آن یک عامل رنگساز (عامل کمپلکس کننده جاذب) نظیر SCN^- اضافه می‌کنند و سپس جذب آن را اندازه می‌گیرند.

λ_{max} تیوسیانات کبالت در 620nm واقع است

λ_{max} تیوسیانات آهن در 500nm واقع است



مراحل روش عملي

1- در داخل بورت (ستون کروماتوگرافي) رزين مبادله‌کننده آنیوني به فرم $\text{RN}(\text{CH}_3)_3^+\text{Cl}^-$ (آمونيووم چهارتايي به فرم Cl^-) بریزید دوبار با 15 ميلي لیتر آبمقطر رزين را شستشو دهید. (هیچ وقت نباید سطح رزين از محلول خالي بماند). رزين Dowex 1-x50

2- دوبار 10 ميلي لیتر محلول اسید کلریدریک 4 مولار بر روی رزين بریزید و با سرعت $2\text{ml}/\text{min}$ از رزين عبور دهید ← رزين به فرم Cl^- درآمده و فضاي بين دانه‌هاي رزين با HCl اشغال مي شود

3- 0/5 میلی لیتر نمونه آزمایشی (حاوی Fe^{3+} , Co^{2+}) را به آرامی بالایی ستون وارد کنید و شیر پایینی ستون را باز کنید تا مخلوط در رزین نفوذ کند.

4- 15 میلی لیتر محلول اسید کلریدریک 4 مولار را در بالایی ستون وارد کرده و اجازه دهید داخل ستون پیش برود.

5- محلول خارج شده را بصورت 1 میلی لیتری با سرعت 2ml/min در داخل لوله‌های آزمایشی حاوی 1/5 میلی لیتر مخلوط 1:1 تیوسیانات آمونیوم 50% و استن (حدود 15 لوله) جمع کنید



6- جذب این محلولها را (پس از بهم زدن) در طول موج 620 nm
ثبت کنید (حدود 15 جذب)

Blank: مخلوط 1:1 تیوسیانات آمونیوم 50% و استن

تا اینجا Co^{2+} خارج شد.

مرحله بعدی خارج شدن Fe^{3+} از داخل ستون است



7- 15 میلی لیتر آب مقطر وارد ستون نموده محلول خارج شده را بصورت 1 میلی لیتری با سرعت 2ml/min در داخل لوله‌های آزمایشی حاوی 1/5 میلی لیتر مخلوط 1:1 تیوسیانات آمونیوم 50% و استن (حدود 15 لوله) جمع کنید

8- بعد از بهم زدن محلولها جذب این محلولها را در طول موج 500 nm ثبت کنید (حدود 15 جذب)

Blank: مخلوط 1:1 تیوسیانات آمونیوم 50% و استن



سئوالات:

موارد خواسته شده در گزارش کار:

برای هر دو کاتیونهای Fe^{3+} , Co^{2+} کروماتوگرامها را رسم نموده و تحقیق کنید که آیا این دو کاتیون از همدیگر جدا شده اند یا نه؟



آزمایش شماره 11

تعیین ظرفیت و ثابت مبادله یون در رزین دی وینیل بنزن

پلی استایرن بفرم کاتیونی $\text{RSO}_3\text{-H}^+$

رزین مبادله کننده کاتیونی $\text{RSO}_3\text{-H}^+$



ثابت مبادله یون

$$K_{\text{H}^+}^{\text{Na}^+} = \frac{[\text{Na}^+]_{\text{R}} [\text{H}^+]_{\text{S}}}{[\text{Na}^+]_{\text{S}} [\text{H}^+]_{\text{R}}}$$

K نشان دهنده میزان تمایل رزین به کاتیون Na^+ هست.

ظرفیت رزین = تعداد مواضع فعال در روی رزین = $[Na^+]_R$ حداکثر

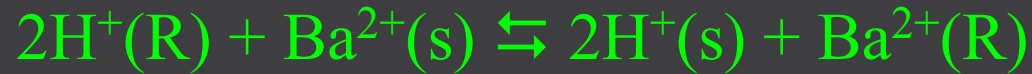
ظرفیت رزین:

تعداد meq های یون های قابل مبادله در یک
گرم رزین خشک meq/gr (dry resin)

$$C = \frac{\text{meq}}{\text{gr (dry resin)}}$$

تعیین ظرفیت رزین کاتیونی بفرم H^+ :

رزین RSO_3-H^+ را در مجاورت محلول Ba^{2+} قرار داده و H^+ آزاد شده را با سود استاندارد تیتر می‌کنند.



تعداد meq های یون قابل مبادله بر روی رزین = meq H^+

$$meq H^+ \Rightarrow C = \frac{meq H^+}{W_R(dry)}$$

به شرطی که تمامی یونهای H^+ با یونهای Ba^{2+} جایگزین باشد

یعنی $K_{H^+}^{Ba^{2+}}$ خیلی بزرگ باشد

با معلوم بودن ظرفیت رزین می‌توان ثابت مبادله بین محلول‌های مختلف و رزین واجد کاتیون‌های رایج (Na^+ , Li^+) را محاسبه نمود

$$K_{\text{Li}^+}^{\text{Na}^+} = \frac{K_{\text{H}^+}^{\text{Na}^+}}{K_{\text{H}^+}^{\text{Li}^+}}$$

و یا

$$K_{\text{H}^+}^{\text{Na}^+} = \frac{[\text{Na}^+]_{\text{R}} [\text{H}^+]_{\text{S}}}{[\text{Na}^+]_{\text{S}} [\text{H}^+]_{\text{R}}}$$

ثابت مبادله یون: برای کاتیون n ظرفیتی موجود در محلول و رزین کاتیونی به فرم H^+



$$K_{n\text{H}^+}^{\text{M}^{n+}} = \frac{[\text{M}^{n+}]_{\text{R}} [\text{H}^+]_{\text{S}}^n}{[\text{M}^{n+}]_{\text{S}} [\text{H}^+]_{\text{R}}^n}$$

مثال: تعیین ثابت مبادله بین Na^+ بر روی رزین کاتیونی به فرم H^+

1- تعیین ظرفیت رزین

مجاورسازی رزین $\text{RSO}_3\text{-H}^+$ با Ba^{2+} و تیتر H^+
آزاد شده سود استاندارد

$$\text{meq OH}^- = \text{meq H}^+ \Rightarrow C = \frac{\text{meq H}^+}{W_R(\text{dry})}$$



2- تعیین ثابت مبادله

محلول با غلظت معلوم از Na^+ را در حجم V_1 معین با x گرم رزین (خشک) مجاور می‌کنند، درصدی از Na^+ با رزین مبادله شده و جای H^+ می‌نشیند و درصدی در محلول می‌ماند بعد از برقراری تعادل رابطه زیر صحیح است.

$$K_{\text{H}^+}^{\text{Na}^+} = \frac{[\text{Na}^+]_{\text{R}} [\text{H}^+]_{\text{S}}}{[\text{Na}^+]_{\text{S}} [\text{H}^+]_{\text{R}}}$$



الف- تعیین $[H^+]_s$

همه محلول و یا مقداری از محلول را برداشته و بدون حضور رزین با OH^- تیتر کرده غلظت H^+ را در داخل محلول بدست می آورند.

$$[H^+]_s = a$$

$$[Na^+]_R \text{ or } [H^+]_R \text{ (meq/gr dry resin)}$$



ب- تعیین $[H^+]_R$

$[Na^+]_R$ or $[H^+]_R$ (meq/gr dry resin)

$$[H^+]_R = [H^+]_t - [H^+]_s \Rightarrow$$

$$[H^+]_R = \frac{C\left(\frac{\text{meq}}{\text{gr}}\right) \times X \text{ gr(dry resin)} - a(\text{meq/ml}) \times V_1(\text{ml})}{\text{dry resin}} \Rightarrow$$

$$[H^+]_R = b\left(\frac{\text{mmol or meq}}{\text{gr(dry resin)}}\right)$$

ج- تعیین $[Na^+]_S$

$$[Na^+]_S = [Na^+]_{initial} - [Na^+]_R = [Na^+]_{initial} - [H^+]_S$$

$$\Rightarrow [Na^+]_S = \frac{C_1 \times V_1 - a \times V_1}{V_1} = d \quad (\text{mmol / ml})$$

ولي اگر کاتیون دو ظرفیتی یا n ظرفیتی باشد داریم:

$$n[M^{n+}]_R = [H^+]_S \Rightarrow [M^{n+}]_R = \frac{1}{n}[H^+]_S$$

د- تعیین $[Na^+]_R$

$$[Na^+]_R = [H^+]_S = [a \times V_1 / \text{gr dry resin}]$$

(meq/gr dry resin)

$[Na^+]_R$ و $[H^+]_R$ هر دو باید يك واحد داشته باشند



مراحل روش عملي

1- آماس رزین یا آماده سازي رزین

5 گرم رزین خشک و یا 10 گرم رزین مرطوب مبادله‌کننده کاتیونی در داخل بشر بریزید و به آن آبمقطر اضافه کنید تا رزین آماس نماید.

2-تهیه ستون کروماتوگرافي

رزین آماده سازي شده را در داخل بورت (ستون کروماتوگرافي) بریزید دوبار با 10 ميلي لیتر آبمقطر رزین را شستشو دهید.



3- احیای رزین به فرم پروتونه

- ابتدا 10 میلی لیتر محلول اسید کلریدریک 4 مولار بر روی رزین بریزید و با سرعت $2\text{ml} / \text{min}$ از رزین عبور دهید

- سپس 5 میلی لیتر دیگر محلول اسید کلریدریک 4 مولار بر روی آن بریزید و با سرعت $2\text{ml} / \text{min}$ از رزین عبور دهید

← رزین به فرم H^+ درآمده و فضایی بین دانه‌های رزین با HCl اشغال می‌شود



4- شستشوی رزین

حدود

30 الی 40 میلی لیتر آبمقطر بر روی رزین بریزید و با سرعت 2ml / min از رزین عبور دهید و با کاغذ pH تست نمائید که محلول خروجی از ستون اسیدی نباشد چرا؟

5- تعیین ظرفیت و ثابت تبادل

رزین را از داخل بورت خارج نموده (آب را از بورت بیرون بریزید) بر روی کاغذ صافی بریزید و آب اضافی آنرا بگیرید.

سپس با ترازو به 4 نمونه 1 گرمی تقسیم کنید (سرعت توزین باید بالا باشد)



الف- 1 گرم از آن را در داخل oven در دمای 110 درجه سانتیگراد بمدت 1 ساعت قرار داده بعد خشک نموده و وزن کنید وزن رزین خشک را بدست آورید.

ب - 1 گرم دیگر آن را در داخل ارلن بریزید به آن 3 گرم $BaCl_2$ جامد و 50 میلی لیتر آبمقطر افزوده حدود 30 دقیقه بهم بزنید سپس 2-3 قطره فنل فتالئین افزوده (در حضور رزین) با سود 0/1 مولار تیترا کنید تا رنگ محلول ارغوانی شود حجم محلول سود را یادداشت کنید



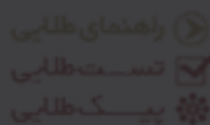
از مرحله (الف) و (ب) وزن رزین خشک و ظرفیت آن را بدست
آورید.



دارای K خیلی بزرگی است و کلاً جایگزین H^+ می‌گردد

ج- 1 گرم دیگر آن را در داخل ارلن بریزید به آن 50 میلی لیتر سود
0/1 مولار افزوده حدود 30 دقیقه بهم بزنید 10 میلی لیتر از این محلول
نمونه‌برداری کرده سپس 2-3 قطره فنل فتالئین افزوده و با سود 0/1
مولار تیترا کنید تا رنگ محلول ارغوانی شود حجم محلول سود را
یادداشت کنید

از مرحله (ج) ثابت مبادله Na^+ با H^+ را بدست آورید



انتشارات طلایی
پویندگان دانشگاه

د- 1 گرم دیگر آن را در داخل ارلن بریزید به آن 50 میلی لیتر $MgCl_2$ 0/1 مولار افزوده حدود 30 دقیقه بهم بزنید 10 میلی لیتر نمونه برداری کرده سپس 2-3 قطره فنل فتالئین افزوده و با سود 0/1 مولار تیترا کنید تا رنگ محلول ارغوانی شود حجم محلول سود را یادداشت کنید

از مرحله (د) ثابت مبادله Mg^{2+} با H^+ را بدست آورید



سئوالات

- 1- وزن رزین خشک و ظرفیت آن را بدست آورید.
- 2- ثابت مبادله Na^+ با H^+ را بدست آورید.
- 3- ثابت مبادله Mg^{2+} با H^+ را بدست آورید.
- 4- ثابت مبادله Mg^{2+} با Na^+ را بدست آورید.

