

I
N
S
T
R
U
M
E
N
T
A
L

A
N
A
L
Y
S
I
S



وامد قوچان

دستور کار

آزوايشگاه شیمی تجزیه دستگاہی

تهیه و تنظیم:

محمد رضا عابدی

**تقسیم بندی جلسات:**

شماره جلسه	عنوان	صفحه
جلسه اول	مقدمه و مقررات کلی	۱
جلسه دوم		۷
جلسه سوم و چهارم		۲۱
جلسه پنجم و ششم		۴۱
جلسه هفتم		۵۶
جلسه هشتم		۶۰
جلسه نهم		۶۷
جلسه دهم		۷۵
جلسه یازدهم		۸۷



آنچه باید قبل از ورود به آزمایشگاه بدانید

- ۱- سر ساعت مقرر باید به آزمایشگاه وارد شوید و چون برای هر جلسه آزمایش وقت لازم (۴ ساعت) در نظر گرفته شده است، سعی کنید در پایان وقت هر جلسه آزمایشها تمام شوند.
- ۲- پوشیدن روپوش سفید و رعایت نکات ایمنی با توجه به آزمایش مورد نظر الزامی است.
- ۳- در ابتدای شروع هر آزمایش یک امتحان کتبی به مدت کوتاهی از آزمایشهای آن جلسه و تئوری و روش کار به عمل می‌آید. لذا عدم شرکت در این امتحان و به عبارت دیگر غیبت در جلسه آزمایشگاه به منزله نمره صفر می‌باشد.
- ۴- در تمام مدت آزمایش از حرف زدن یا شوخی جداً خودداری شود. در ضمن به دوستان خود بسپارید که وقتی مشغول آزمایش هستید به سراغ شما نیایند، زیرا علاوه بر اتلاف وقت شما نظم آزمایشگاه نیز مختل می‌گردد.
- ۵- رعایت نظافت در آزمایشگاه در حین کار الزامی است. بنابر این از ریختن کاغذ پاره و سایر اشیا بر روی میز و زمین خودداری شود و در موقع ترک آزمایشگاه باید میز خود را کاملاً تمیز کرده و وسایل و شیشه‌های محتوی مواد سر جای خود قرار داده شوند. نظم در آزمایشگاه هم باعث راحتی خود شما می‌شود و هم باعث راحتی مربی شما می‌شود که در هر صورت به نفع شما خواهد بود.
- ۶- تمام مسائل و اشکالات مربوط به کار خود را با مربی آزمایشگاه در میان گذاشته و هرگز بدون اجازه ایشان از آزمایشگاه خارج نشوید و یا کار اضافی دیگری انجام ندهید.
- ۷- از مواد شیمیایی به اندازه مورد احتیاج بردارید و هیچگاه باقیمانده مواد شیمیایی استفاده شده را به ظرف اصلی باز نگردانید.
- ۸- دانشجویان بصورت گروه سه نفری کار می‌کنند و قبل از خروج از آزمایشگاه لازم است گزارش کار خود را شامل نوع آزمایش، شماره مجهول و مقدار گونه شیمیایی مورد تجزیه را به مربی تحویل دهند.



۹- نمره آزمایشگاه مجموعه‌ای با درصدهای مختلف از نمره کتبی هر جلسه، نمره امتحان کتبی آخر ترم، گزارش نتایج نمونه مجهول، طرز کار کردن، چگونگی رفتار در آزمایشگاه و بالاخره نظم و رعایت نکات ایمنی است.



گزارش کار آزمایشگاه تجزیه دستگاهی

به آزمایشگاه تجزیه دستگاهی خوش آمدید. در این آزمایشگاه شما با استفاده از دستگاه های موجود در آزمایشگاه آشنا خواهید شد. همانگونه که از نام این درس پیداست، شما با استفاده از روش های دستگاهی نمونه های متفاوت را آنالیز خواهید کرد. تأکید این درس بر روی درک صحیح نقاط قوت و ضعف، مشابهت ها، تفاوت ها و کاربرد صحیح روش های دستگاهی می باشد.

از شما انتظار می رود که آزمایش ها را طی بازه زمانی مقرر شده، به پایان برسانید. با یک آمادگی مناسب شما می توانید این کار را به راحتی و به طور کامل انجام دهید. لذا شما باید قبل از ورود به آزمایشگاه دستور کار را مطالعه نموده و به طور کامل با اصول روش و جزئیات آن آشنا باشید.

گزارش کار هر آزمایش باید در آغاز جلسه بعد به آزمایشگاه تحویل داده شود. مواردی که در ارزیابی گزارش کار مد نظر قرار می گیرد عبارت است از:

۱- نتایج تجزیه ای (از لحاظ دقت و صحت)

۲- کیفیت گزارش کار

گزارش کار باید در کاغذ A4 و به صورت فردی ارائه شود و از کپی کردن آن از روی گزارش کار همکاران اکیداً خودداری نمایید.

نحوه تنظیم گزارش کار:

عنوان: این قسمت شامل نام، نام خانوادگی، نام همکاران، تاریخ انجام آزمایش و تاریخ تحویل گزارش کار می باشد.

چکیده: این قسمت شامل چکیده مختصری از آزمایش های انجام شده و اهمیت انجام آن، تکنیک

دستگاهی به کار برده شده و نتیجه آنالیز مجهول می باشد. این بخش باید شامل نکات برجسته آزمایش مثل



غلظت، ماهیت مجهول، طول موج ماکزیمم پیک، اثر پارامترهای آزمایشی مختلف بر روی سیگنال و ویژگی های روش استفاده شده، باشد. چکیده بسیار با اهمیت است و باید حتما پس از ارزیابی نتایج نوشته شود.

مقدمه یا تئوری: اساس آزمایش را توضیح می دهد و به طور کلی تئوری مربوط به آزمایش های انجام شده می باشد. در این بخش حتما از جملات خودتان استفاده کنید و در موارد لازم مرجع ذکر گردد.

دستگاه ها و آزمایش های انجام شده: این بخش با دستور کار آزمایشگاهی خیلی متفاوت نیست، اما باید شامل جزئیات ویژه ای در باره چگونگی آماده سازی محلول ها از محلول های موجود در آزمایشگاه باشد که به صورت جدول ارائه می گردد. جزئیات دستگاه مورد استفاده به صورت یک دیاگرام نمایش داده شود، منابع و اجزای دستگاه و شرح مختصری از نحوه کار با دستگاه قید شود.

نتایج: این قسمت شامل جدول داده ها، نمودارها و داده های حاصل آنالیز داده می باشد. تفسیر داده های موجود در جدول، شکل ها و محاسبات باید به وضوح شرح داده شود.

الف) جدول ها باید به صورت متوالی شماره گذاری گردد، به فرم ستونی و ردیفی باشد. عنوان در بالای جدول قید گردد.

ب) شکل ها نیز باید به طور متوالی شماره گذاری و عنوان در زیر شکل قید گردد. محورهای X و Y باید کاملا مشخص گردد و واحدهای آن ذکر گردد. همه خطوط با ذکر داده های مربوط به آنالیز رگرسیون همراه باشد (معادله خط و T^2). نقاط باید حتما روی نمودار مشخص باشد و بهترین خط راست با استفاده از معادله رگرسیون یا با استفاده از نرم افزارهای مربوطه مانند excel رسم گردد.

ج) داده های تجزیه ای باید شامل تعیین غلظت مجهول ها با استفاده از معادلات خطی رگرسیون مربوط به منحنی های کالیبراسیون مربوطه باشد.



د) هر طیف بدست آمده از دستگاه باید در انتهای گزارش کار آورده شود و در گزارش کار به آن ارجاع شود. در طیف ها همه اطلاعات مهم مثل ماهیت نمونه، غلظت، طول موج ماکزیمم، ذکر گردد.

بحث و بررسی: باید شامل موارد زیر باشد:

الف) آنچه در طی آزمایش مشاهده نموده اید.

ب) بحث در مورد ارتباط نتایج با بخش تئوری.

ج) خلاصه ای از منابع خطا در هر آزمایش.

د) پاسخ به سئوالات قید شده در دستور کار.

مراجع: مراجع مورد استفاده باید از کتب معتبر شیمی و گزارش آن باید به شکل علمی باشد.

شماره هر مرجع منطبق با شماره ارجاع در متن باشد.

بارم بندی

۲	چکیده
۳	مقدمه و تئوری
۲	دستگاه ها و آزمایش های انجام شده
۴	آنالیز داده ها
۴	جدول ها و نمودار ها
۳	بحث و بررسی
۲	مراجع
۲۰	مجموع

**تئوری آزمایش uv/vis**

- ۱) اساس روش
- ۲) اجزاء دستگاهی بصورت کامل
انواع منابع، انواع سلها، انواع انتخابگر طول موج، انواع آشکارسازها
- ۳) طرح های دستگاهها (تک پرتوی و دوپرتوی)
- ۴) کلریمتر، فتومتر، اسپکتروفتومتر
- ۵) گونه های جاذب
- ۶) کاربردها (تجزیه کیفی، تجزیه کمی)
- ۷) قانون بیر، محدودیتهای قانون بیر، خاصیت جمع پذیری
- ۸) تیتراسیونهای فوتومتری (انواع و تفسیر نمودارها)

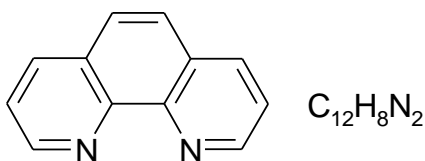


آزمایش شماره ۱ - اندازه گیری غلظت آهن (II) توسط ۱، ۱۰- فنانترولین
به طریق طیف نورسنجی uv/vis

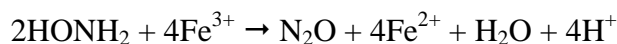
مقدمه

آهن (II) با ۱،۱۰- فنانترولین (phen) کمپلکس نارنجی خیلی پایدار ایجاد می کند. آهن (III) با این واکنشگر کمپلکس پایدار ایجاد نمی کند.

اورتوفنانترولین



کمپلکس آهن (II) با فنانترولین $[Fe(phen)_3]^{2+}$ ، دارای حداکثر جذب در طول موج ۵۰۸ نانومتر با ضریب جذب مولی در حدود ۱۱۰۰۰ است. رنگ این کمپلکس در pH حوالی ۲ الی ۳/۵ ایجاد می شود لذا تنظیم و تثبیت pH ضروری است. در این روش، آهن (III) توسط واکنشگر هیدروکسیل آمین هیدروکلرید به آهن (II) احیا میشود؛



pH محلول با افزودن محلول سدیم استات یا سدیم سیترات بین ۲ تا ۳/۵ تنظیم میشود و مقدار اضافی از واکنشگر ۱،۱۰- فنانترولین افزوده میشود. توسط این روش محلولهای آهن با غلظت $3/5 \times 10^{-5} M$ قابل اندازه گیری است.



روش انجام آزمایش:

- ۱) ۱۰۰ میلی لیتر محلول استاندارد آهن (II)، ۰/۰۰۱ مولار را از نمک $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ تهیه کنید. پس از برداشتن وزن نمک محاسبه شده آنرا در حدود ۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل نموده و به آن ۳ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ افزوده و تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۲) ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۱۰،۱ فنانترولین ۰/۰۱ مولار تهیه کنید.
- ۳) ۲۵ میلی لیتر محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید ۱۰٪ (وزنی-حجمی) تهیه کنید.
- ۴) ۲۵۰ میلی لیتر محلول سدیم استات ۲ مولار تهیه کنید.
- ۵) شش بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری انتخاب کرده و به ترتیب با B (بلانک)، ۱، ۲، ۳، ۴ و S (نمونه)، برچسب بزنید.
- ۶) با استفاده از پیت به هر کدام از بالن های ۱، ۲، ۳ و ۴ به ترتیب ۱، ۲، ۳ و ۴ میلی لیتر محلول استاندارد آهن و به بالن S، ده میلی لیتر مجهول اضافه کنید.
- ۷) به هر یک از بالن ها، ۱ میلی لیتر هیدروکسیل آمین هیدروکلرید، ۵ میلی لیتر سدیم استات و ۲ میلی لیتر محلول ۱۰،۱ فنانترولین اضافه کرده و با آب مقطر به حجم برسانید و بهم بزنید.
- ۸) ده دقیقه صبر کنید تا کمپلکس تشکیل گردد (رنگ نارنجی)
- ۹) اسپکتروفتومتر را روشن کرده و طول موج آنرا روی ۵۰۸ نانومتر قرار دهید.
- ۱۰) محلول بلانک را داخل سل ریخته و جذب را روی صفر تنظیم کنید.
- ۱۱) جذب تمام محلولهای استاندارد و همچنین مجهول را در این طول موج ثبت نمائید.

محاسبات:

- ۱) با توجه به حجمهای ریخته شده و غلظت محلول استاندارد اولیه، غلظت تمام محلولهای استاندارد را تعیین کنید
- ۲) توسط محلولهای استاندارد منحنی کالیبراسیون را رسم نموده و معادله بهترین خط راست و R^2 را بدست آورید.
- ۳) با توجه به جذب مجهول و از روی معادله منحنی کالیبراسیون غلظت مجهول را بدست آورید.

محلول	شماره ۱	شماره ۲	شماره ۳	شماره ۴	مجهول
جذب خوانده شده	-----	-----	-----	-----	-----
غلظت محلولها	؟	؟	؟	؟	؟

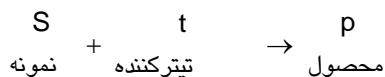


تیتراسیون‌های اسپکتروفتومتری

یک منحنی تیتراسیون اسپکتروفتومتری از رسم جذب اندازه گیری شده بر حسب حجم تیترا کننده افزوده شده حاصل می‌شود. منحنی‌ها مرکب از دو پاره خط مستقیم با شیبهای مختلف خواهند بود که یکی از پاره‌خطها در ابتدای تیتراسیون و پاره‌خط دیگر پس از نقطه اکی‌والان شکل می‌گیرد.

انواع نمودارهای تیتراسیون اسپکتروفتومتری

(بر حسب اینکه تیترا کننده، تیترا شونده و یا محصول دارای ضریب جذب مولی بزرگتر از صفر است)



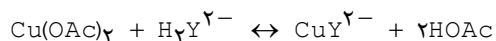
<p style="text-align: center;">$\epsilon_t > 0, \epsilon_s = 0, \epsilon_p = 0$</p>	<p style="text-align: center;">$\epsilon_s > 0, \epsilon_p = 0, \epsilon_t = 0$</p>	<p style="text-align: center;">$\epsilon_p > 0, \epsilon_s = 0, \epsilon_t = 0$</p>
<p style="text-align: center;">$\epsilon_p > \epsilon_s, \epsilon_t < \epsilon_p$</p>	<p style="text-align: center;">$\epsilon_p > \epsilon_s, \epsilon_t > \epsilon_p$</p>	<p style="text-align: center;">$\epsilon_s > \epsilon_p, \epsilon_t > 0$</p>



آزمایش شماره ۲

تیتراسیون فوتومتری مس با EDTA

مقدار مس در یک نمونه مجهول را میتوان از طریق تیتراسیون فوتومتری توسط یک محلول استاندارد EDTA در محیط بافر اسید استیک- استات سدیم دارای $\text{pH}=5$ تعیین نمود. در محیط بافر، مس عمدتاً بصورت کمپلکس استات وجود دارد، هنگامیکه به این محلول، EDTA اضافه میگردد، استات از یون مس جابجا میشود چونکه کمپلکس یون مس با EDTA بسیار پایدارتر میباشد. لذا:



با توجه به اینکه ضریب جذب مولی کمپلکس حاصل خیلی بزرگتر است، جذب مرتباً افزایش می یابد و لذا از رسم منحنی جذب تصحیح شده بر حسب حجم تیرانت مقدار مس در نمونه تعیین می گردد.



روش انجام آزمایش:

- ۱) ۱۰۰ میلی لیتر محلول EDTA، ۰/۰۵ مولار تهیه کنید و بورت را با آن پر کنید.
- ۲) ۵۰ میلی لیتر محلول بافر اسید استیک- استات سدیم تهیه کنید (۳/۴ گرم استات سدیم را در آب حل کرده و به آن ۱ میلی لیتر اسید استیک غلیظ اضافه کرده و به حجم برسانید).
- ۳) ۵ میلی لیتر نمونه مجهول را داخل بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری ریخته و توسط بافر استات به حجم برسانید.
- ۴) محلول مرحله ۳ را داخل بشر بریزید. مقداری از آنرا داخل سل ریخته و در طول موج ۷۲۰ نانومتر جذب محلول را اندازه گیری نمائید. محلول را مجدداً داخل بشر خالی کنید.
- ۵) ۰/۵ میلی لیتر محلول EDTA به بشر اضافه کرده، محلول را هم زده و جذب را مجدداً اندازه گیری کنید. محلول را مجدداً داخل بشر خالی کنید.
- ۶) مرحله ۵ را تا حدود ۴ نقطه پس از نقطه اکی والان ادامه دهید.

محاسبات:

- ۱) از طریق فرمول زیر ضریب تصحیح را برای هر کدام از حجمهای اضافه شده مشخص کنید:

$$\text{ضریب تصحیح} = \frac{v + V}{V}$$

V: حجم محلول اولیه

v: حجم تیتر کننده اضافه شده

- ۲) با ضرب کردن هر کدام از جذبهای خوانده شده در ضریب تصحیح، جذب تصحیح شده برای هر حجم را بدست آورید.

۳) نمودار جذب تصحیح شده را بر حسب حجم EDTA اضافه شده رسم کنید.

۴) از روی نمودار حجم نقطه اکی والان را مشخص کنید.

۵) با توجه به حجم نقطه اکی والان، غلظت مجهول را گزارش کنید.



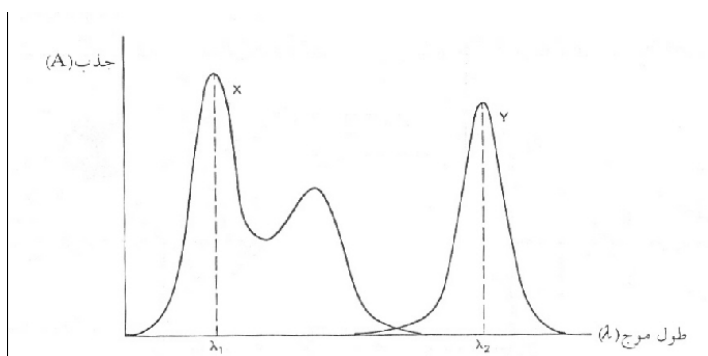
جذب تصحیح شده	ضریب تصحیح	جذب خوانده شده	حجم EDTA اضافه شده
؟	؟	----	۰/۰
؟	؟	----	۰/۵
؟	؟	----	۱/۰
؟	؟	----	۱/۵
؟	؟	----	۲/۰
؟	؟	----	۲/۵
؟	؟	----	۳/۰
؟	؟	----	۳/۵
؟	؟	----	۴/۰
؟	؟	----	۴/۵
؟	؟	----	۵/۰
؟	؟	----	۵/۵
؟	؟	----	۶/۰
؟	؟	----	۶/۵
؟	؟	----	۷/۰
؟	؟	----	۷/۵
؟	؟	----	۸/۰
؟	؟	----	۸/۵
؟	؟	----	۹/۰
؟	؟	----	۹/۵
؟	؟	----	۱۰/۰
		؟	غلظت مجهول



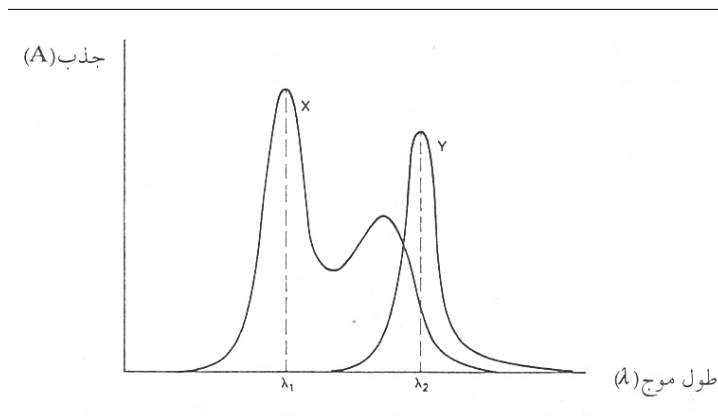
تجزیه کمی مخلوطها:

از طیف نورسنج ماوراء بنفش - مرئی برای تجزیه نمونه های حقیقی مانند آلیاژها، سنگهای معدنی، منابع آب و ... استفاده میشود، که ممکن است دو یا چند جزء جذب کننده تابش داشته باشند. در چنین مواقعی چندین حالت امکان پذیر است.

(۱) بدون مزاحمت: چنانچه نمونه دارای دو جزء جذب کننده X و Y است، و طیف جذبی آنها هیچگونه همپوشانی با یکدیگر نداشته باشند، در اینصورت λ_1 را برای جسم X طوری انتخاب می کنیم که در آن جسم Y هیچگونه جذبی نداشته باشد و λ_2 را برای جسم Y طوری انتخاب می کنیم که در آن جسم X هیچگونه جذبی نداشته باشد. بنابراین، X و Y بدون مزاحمت برای هم تعیین مقدار می شوند.



(۲) مزاحمت انفرادی: جسم Y قسمتی از تابش جذب شده توسط X را جذب می کند و لذا طیف آن با طیف جسم X همپوشانی دارد، که در این صورت گونه Y مزاحمتی برای اندازه گیری گونه X در طول موج λ_1 ایجاد نمی کند، اما ترکیب X برای اندازه گیری گونه Y در طول موج λ_2 مزاحمت ایجاد می کند. بنابراین، ترکیب X مستقیماً در طول موج λ_1 تعیین مقدار میشود، سپس با توجه به غلظت معلوم ترکیب X و اندازه گیری ضریب جذب مولی آن از قبل در طول موج λ_2 ، میزان جذب آن در طول موج λ_1 محاسبه میشود. این مقدار، از جذب مخلوط در طول موج λ_2 کم میشود تا مقدار جذب ترکیب Y در این طول موج بدست آید. سپس غلظت ترکیب Y به روش مرسوم تعیین میشود.





۳) مزاحمت کامل: در این مورد طیف جذبی دو گونه X و Y همپوشانی کامل دارند. و هیچکدام از دو ترکیب را نمی توان بدون مزاحمت دیگری اندازه گیری کرد. بنابراین، لازم است یک دستگاه معادله دو مجهولی تشکیل داد و آنها را با یکدیگر حل کرد. این دستگاه دو معادله دو مجهولی به شکل زیر است و برای C_X و C_Y حل میشود.

$$A_1 = \epsilon_{X1}bC_X + \epsilon_{Y1}bC_Y$$

$$A_2 = \epsilon_{X2}bC_X + \epsilon_{Y2}bC_Y$$

A_1 = جذب اندازه گیری شده مخلوط در طول موج λ_1

A_2 = جذب اندازه گیری شده مخلوط در طول موج λ_2

ϵ_{X1} = ضریب جذب مولی ترکیب X در طول موج λ_1

ϵ_{X2} = ضریب جذب مولی ترکیب X در طول موج λ_2

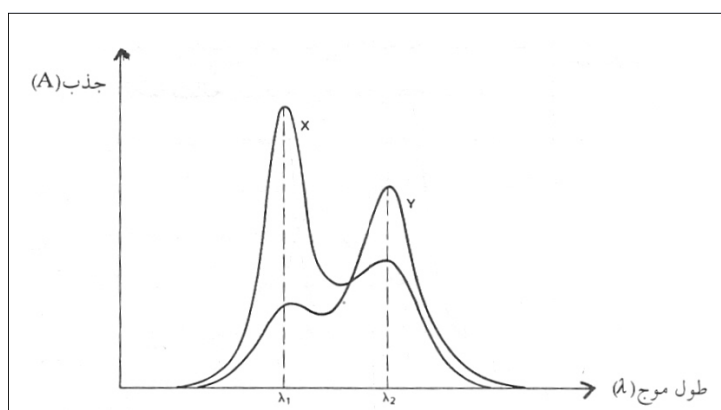
ϵ_{Y1} = ضریب جذب مولی ترکیب Y در طول موج λ_1

ϵ_{Y2} = ضریب جذب مولی ترکیب Y در طول موج λ_2

C_X = غلظت مولی ترکیب X در مجهول

C_Y = غلظت مولی ترکیب Y در مجهول

b = طول سل که در همه موارد مساوی است.





آزمایش شماره ۳

اندازه گیری همزمان Fe^{2+} و Fe^{3+} در یک نمونه به روش اسپکتروفوتومتری

در این آزمایش مقدار Fe^{2+} و Fe^{3+} در یک نمونه تعیین میگردد. به محلول ۱ و ۱۰ - ارتوفنانترولین اضافه کرده و جذب محلول حاصل را توسط یک اسپکتروفوتومتر اندازه گیری نمائید. با توجه به اینکه هر دو کمپلکس آهن(II) و آهن(III) با فنانترولین دارای جذب یکسانی در ۳۹۶nm بوده و فقط کمپلکس آهن(II) با فنانترولین در ۵۱۵nm جذب می نماید، مقدار Fe^{2+} و Fe^{3+} در مخلوط تعیین میگردد.

در اینجا مزاحمت انفرادی می باشد. Fe^{3+} برای اندازه گیری Fe^{2+} در طول موج ۵۱۵nm مزاحمتی را ایجاد نمی کند، اما برای اندازه گیری Fe^{3+} در طول موج ۳۹۶nm مزاحمت ایجاد میکند. بنابراین، Fe^{2+} مستقیماً در طول موج ۵۱۵nm تعیین مقدار میشود. سپس با توجه به غلظت معلوم Fe^{2+} و اندازه گیری ضریب جذب مولی آن در طول موج ۳۹۶nm میزان جذب آن در طول موج ۳۹۶nm محاسبه میشود. این مقدار، از جذب مخلوط در طول موج ۳۹۶nm کم میشود تا مقدار جذب Fe^{3+} در این طول موج بدست آید. سپس با داشتن ضریب جذب مولی Fe^{3+} در این طول موج، غلظت Fe^{3+} تعیین میشود. اندازه گیری ضریب جذب مولی Fe^{2+} و Fe^{3+} در هر طول موج توسط محلولهای استاندارد با غلظت مشخص صورت می گیرد.

**روش انجام آزمایش:**

- ۱) ۱۰۰ میلی لیتر محلول استاندارد آهن (II)، 5×10^{-3} مولار را از نمک $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ تهیه کنید. پس از برداشتن وزن نمک محاسبه شده آنرا در حدود ۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل نموده و به آن ۳ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ افزوده و تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.
- ۲) ۱۰۰ میلی لیتر محلول استاندارد آهن (III)، 5×10^{-3} مولار را از نمک $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ تهیه کنید. پس از برداشتن وزن نمک محاسبه شده آنرا در حدود ۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل نموده و به آن ۳ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ اضافه کنید. در صورت لزوم محلول را گرم کنید تا تمامی نمک آهن حل شود سپس محلول را به بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتر منتقل کرده و توسط آب مقطر به حجم برسانید.
- ۳) ۵۰ میلی لیتر محلول ۱۰،۱ فنانترولین ۰/۰۱ مولار تهیه کنید.
- ۴) ۱۰۰ میلی لیتر محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید ۱۰٪ تهیه کنید.
- ۵) ۱۰۰ میلی لیتر محلول سدیم استات ۲ مولار تهیه کنید.
- ۶) ۱۰ میلی لیتر از محلولهای استاندارد Fe^{2+} ، استاندارد Fe^{3+} و مجهول را بطور جداگانه در بالن ژوژه های ۱۰۰ میلی لیتری بریزید. به هر یک از محلولها حدود ۳ میلی لیتر سدیم استات و ۵ میلی لیتر محلول ۱،۱۰ فنانترولین اضافه کنید.
- ۷) فقط به محلول شامل Fe^{2+} مقدار ۵ میلی لیتر هیدروکسیل آمین هیدروکلرید اضافه کنید.
- ۸) پس از ده دقیقه هر سه محلول را به حجم برسانید.
- ۹) جذب هر یک از محلولها را در طول موجهای ۳۹۶nm و ۵۱۵nm اندازه گیری کنید.

محاسبات:

- ۱) غلظت محلولهای Fe^{3+} و Fe^{2+} تهیه شده را محاسبه کنید.
- ۲) با توجه به غلظت محلولهای Fe^{3+} و Fe^{2+} ضریب جذب مولی را برای Fe^{3+} و Fe^{2+} در هر کدام از طول موجهای ۳۹۶ و ۵۱۵ نانومتر محاسبه کنید.
- ۳) غلظت Fe^{3+} و Fe^{2+} را در مجهول گزارش کنید.

مجهول	Fe^{3+}	Fe^{2+}	محلول
-----	-----	-----	مقدار جذب در ۳۹۶nm
-----	-----	-----	مقدار جذب در ۵۱۵nm
	؟	؟	غلظت در محلولهای استاندارد
	؟	؟	مقدار ϵ در ۳۹۶nm
	؟	؟	مقدار ϵ در ۵۱۵nm
	؟	؟	غلظت در مجهول



آزمایش شماره ۴

اندازه گیری همزمان غلظت Cr(III) و Co(II) در یک نمونه به روش اسپکتروفوتومتری

روش انجام آزمایش:

۱) ۵۰ میلی لیتر محلول $\text{Cr(NO}_3)_3$ ، ۰/۰۵ مولار تهیه کرده و سپس از آن ۲۵ میلی لیتر محلول ۰/۰۲ مولار تهیه کنید.

۲) ۵۰ میلی لیتر محلول $\text{Co(NO}_3)_2$ ، ۰/۱۸۸ مولار تهیه کرده و سپس از آن ۲۵ میلی لیتر محلول ۰/۰۷۵ مولار تهیه کنید.

۳) طیف جذبی محلولهای ۱، ۲ و مجهول را در فاصله ۳۷۵ تا ۶۲۵ نانومتر بدست آورید.

۴) از مقایسه طیفهای جذبی ۱ و ۲ دو طول موج مناسب برای تعیین همزمان Cr(III) و Co(II) در نمونه مجهول پیشنهاد کنید.

۵) پس از تعیین دو طول موج مناسب، جذبهای مربوط به استانداردهای کروم، کبالت و نمونه مجهول را در دو طول موج پیشنهاد شده بدست آورید.

محاسبات:

۱) با توجه به جذبهای خوانده شده و غلظت محلولهای استاندارد، ضریب جذب مولی کروم و کبالت را در هر دو طول موج محاسبه کنید.

۲) یک دستگاه دو معادله دو مجهولی نوشته و از روی آن غلظت Cr(III) و Co(II) را در نمونه مجهول بدست آورید.

محلول	Cr(III)	Co(II)	مجهول
مقدار جذب در طول موج اول	-----	-----	-----
مقدار جذب در طول موج دوم	-----	-----	-----
مقدار ϵ در طول موج اول	؟	؟	
مقدار ϵ در طول موج دوم	؟	؟	
غلظت در مجهول	؟	؟	



آزمایش شماره ۵- اندازه گیری سدیم در آب شهر به روش نشر اتمی
مرحله اول- منحنی کالیبراسیون

- ۱) ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۱۰۰ ppm نسبت به Na^+ را از NaCl جامد تهیه کنید.
- ۲) با استفاده از محلول شماره ۱، ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۲، ۴، ۶، ۸ و ۱۰ ppm نسبت به Na^+ تهیه کنید.
- ۳) دستگاه را روشن کرده و با آب مقطر صفر دستگاه را تنظیم کنید.
- ۴) با استفاده از غلیظترین محلول صد دستگاه را تنظیم کنید.
- ۵) محلولهای تهیه شده در مرحله ۲ را به ترتیب از رقیق به غلیظ به دستگاه داده و نشر هر یک را یادداشت کنید.
- ۶) ۱ میلی لیتر آب شهر را داخل بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ریخته و به حجم برسانید.
- ۷) محلول مرحله ۶ را به دستگاه داده و نشر آن را یادداشت کنید.

حسابات:

- ۱) توسط محلولهای استاندارد منحنی کالیبراسیون را رسم نموده و معادله بهترین خط راست و R^2 را بدست آورید.
- ۲) با توجه به نشر مجهول و از روی معادله منحنی کالیبراسیون غلظت مجهول را بدست آورید.
- ۳) غلظت سدیم در آب شهر را بدست آورید.

مجهول	۱۰ ppm	۸ ppm	۶ ppm	۴ ppm	۲ ppm	محلول
-----	-----	-----	-----	-----	-----	نشر خوانده شده
					؟	غلظت سدیم در مجهول
					؟	غلظت سدیم در آب شهر



آزمایش شماره ۵- اندازه گیری سدیم در آب شهر به روش نشر اتمی
مرحله دوم- روش افزایش استاندارد

- ۱) ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۱۰۰ ppm نسبت به Na^+ را از NaCl جامد تهیه کنید.
- ۲) شش بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری انتخاب کرده و به ترتیب با S (نمونه)، ۱، ۲، ۳، ۴ و ۵ برچسب بزنید.
- ۳) توسط پیپت حبابدار به هر یک از بالنها ۱ میلی لیتر نمونه آب شهر اضافه کنید.
- ۴) با استفاده از پیپت به هر کدام از بالن های ۱ تا ۵ به ترتیب ۲، ۴، ۶، ۸ و ۱۰ میلی لیتر محلول استاندارد سدیم اضافه کرده و به حجم برسانید.
- ۵) دستگاه را روشن کرده و با آب مقطر صفر دستگاه را تنظیم کنید.
- ۶) با استفاده از غلیظترین محلول صد دستگاه را تنظیم کنید.
- ۷) محلولهای تهیه شده در مرحله ۶ را به ترتیب از رقیق به غلیظ به دستگاه داده و نشر هر یک را یادداشت کنید.

محاسبات:

- ۱) با توجه به حجمهای ریخته شده و غلظت محلول استاندارد اولیه، غلظت سدیم در تمام محلولها را تعیین کنید.
- ۲) منحنی نشر خوانده شده بر حسب غلظت سدیم را رسم نموده و معادله بهترین خط راست و R^2 را بدست آورید.
- ۳) با توجه به نشر مجهول و از روی معادله منحنی کالیبراسیون غلظت مجهول را بدست آورید.
- ۴) غلظت سدیم در آب شهر را بدست آورید.

محل	شماره ۱	شماره ۲	شماره ۳	شماره ۴	شماره ۵	مجهول
نشر خوانده شده	-----	-----	-----	-----	-----	-----
غلظت سدیم در محلولها	؟	؟	؟	؟	؟	
غلظت سدیم در مجهول	؟					
غلظت سدیم در آب شهر	؟					



عناوین جذب اتمی

- ۱) اساس طیف سنجی جذب اتمی
- ۲) اجزاء دستگاهی در طیف سنجی جذب اتمی
انواع لامپها، مشعلها، انتخابگرهای طول موج، آشکارسازها
- ۳) انواع دستگاههای طیف سنجی جذب اتمی
- ۴) کاربردهای کمی (منحنی کالیبراسیون، افزایش استاندارد)
- ۵) مزاحمتها و روشهای رفع مزاحمت (تصحیح زمینه، عامل رها ساز، عامل کمپلکس کننده ،)



آزمایش شماره ۶- اندازه گیری آهن در نمونه به روش جذب اتمی
مرحله اول- منحنی کالیبراسیون

- ۱) ۵۰۰ میلی لیتر محلول HCl، ۸ مولار تهیه کنید.
- ۲) محلول ذخیره آهن به غلظت ۱۰۰۰ ppm آماده است.
- ۳) از محلول ذخیره آهن ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۱۰۰ ppm تهیه کنید. به بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر HCl اضافه کنید.
- ۴) با استفاده از محلول شماره ۳، ۲۰ میلی لیتر محلول ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ppm تهیه کنید. به بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتر HCl اضافه کنید.
- ۵) دستگاه را روشن کرده و تنظیم کنید.
- ۶) محلولهای تهیه شده در مرحله ۴ را به ترتیب از رقیق به غلیظ به دستگاه داده و جذب هر یک را یادداشت کنید.
- ۷) مجهول داده شده را به دستگاه داده و جذب آن را یادداشت کنید.

محاسبات:

- ۱) توسط محلولهای استاندارد منحنی کالیبراسیون را رسم نموده و معادله بهترین خط راست و R^2 را بدست آورید.
- ۲) با توجه به جذب مجهول و از روی معادله منحنی کالیبراسیون غلظت مجهول را بدست آورید.

مجهول	۲۰ ppm	۱۵ ppm	۱۰ ppm	۵ ppm	محلول
-----	-----	-----	-----	-----	جذب خوانده شده
				؟	غلظت آهن در مجهول



آزمایش شماره ۶- اندازه گیری آهن در نمونه به روش جذب اتمی
مرحله دوم- روش افزایش استاندارد

- ۱) ۵۰۰ میلی لیتر محلول HCl، ۸ مولار تهیه کنید.
- ۲) محلول ذخیره آهن به غلظت ۱۰۰۰ ppm آماده است.
- ۳) از محلول ذخیره ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۱۰۰ ppm تهیه کنید. به بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر HCl اضافه کنید.
- ۴) چهار بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری انتخاب کرده و توسط پیپت حبابدار به هر یک از بالنها ۲ میلی لیتر نمونه مجهول اضافه کنید.
- ۵) به هر کدام از بالن ها آنقدر محلول آهن ۱۰۰ ppm اضافه کنید تا نسبت به آهن به ترتیب صفر، ۵، ۱۰ و ۱۵ ppm شود. به هر بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر HCl اضافه کنید و سپس با آب مقطر به حجم برسانید.
- ۶) دستگاه را روشن کرده و تنظیم کنید.
- ۷) محلولهای تهیه شده در مرحله ۵ را به ترتیب از رقیق به غلیظ به دستگاه داده و جذب هر یک را یادداشت کنید.

محاسبات:

- ۱) با توجه به حجمهای ریخته شده و غلظت محلول استاندارد اولیه، غلظت آهن در تمام محلولها را تعیین کنید.
- ۲) منحنی جذب خوانده شده بر حسب غلظت آهن را رسم نموده و معادله بهترین خط راست و R^2 را بدست آورید.
- ۳) با توجه به جذب مجهول و از روی معادله منحنی کالیبراسیون غلظت مجهول را بدست آورید.
- ۴) غلظت آهن را در مجهول بدست آورید.

محل	۰ ppm	۵ ppm	۱۰ ppm	۱۵ ppm
جذب خوانده شده	-----	-----	-----	-----
غلظت آهن در مجهول داده شده به دستگاه	؟			
غلظت آهن در مجهول اصلی	؟			



پیوست شماره ۱

جدول نشانه های شیمیایی و جرمهای اتمی تقریبی عناصرها به ترتیب عدد اتمی

عدد اتمی	نام عنصر	نشانه عنصر	جرم اتمی
۲۷	کبالت	Co	۵۹
۲۸	نیکل	Ni	۵۸/۵
۲۹	مس	Cu	۶۳/۵
۳۰	روی	Zn	۶۵
۳۱	گالیم	Ga	۶۹/۵
۳۲	ژرمانیوم	Ge	۷۲/۵
۳۳	آرسنیک	As	۷۵
۳۴	سلنیم	Se	۷۹
۳۵	برم	Br	۸۰
۳۶	کریپتون	Kr	۸۳/۵
۳۷	روبییدیم	Rb	۸۵/۵
۳۸	استرانسیم	Sr	۸۷/۵
۳۹	ایتیم	Y	۸۹
۴۰	زیرکنیم	Zr	۹۱
۴۱	نیوبیم	Nb	۹۳
۴۲	مولیبدن	Mo	۹۶
۴۳	تکنسیم	Tc	۹۹
۴۴	روتینیم	Ru	۱۰۱
۴۵	رودیم	Rh	۱۰۳
۴۶	پالادیم	Pd	۱۰۶/۵
۴۷	نقره	Ag	۱۰۸
۴۸	کادمیم	Cd	۱۱۲/۵
۴۹	ایندیم	In	۱۱۴/۵
۵۰	قلع	Sn	۱۱۸/۵
۵۱	انتیموان	Sb	۱۲۱/۵
۵۲	تلور	Te	۱۲۷/۵

عدد اتمی	نام عنصر	نشانه عنصر	جرم اتمی
۱	هیدروژن	H	۱
۲	هلیوم	He	۴
۳	لیتیم	Li	۷
۴	برلیوم	Be	۹
۵	بور	B	۱۱
۶	کربن	C	۱۲
۷	نیتروژن	N	۱۴
۸	اکسیژن	O	۱۶
۹	فلوئور	F	۱۹
۱۰	نئون	Ne	۲۰
۱۱	سدیم	Na	۲۳
۱۲	منیزیم	Mg	۲۴
۱۳	آلومینیوم	Al	۲۷
۱۴	سیلیسیم	Si	۲۸
۱۵	فسفر	P	۳۱
۱۶	گوگرد	S	۳۲
۱۷	کلر	Cl	۳۵/۵
۱۸	آرگون	Ar	۴۰
۱۹	پتاسیم	K	۳۹
۲۰	کلسیم	Ca	۴۰
۲۱	اسکاندیم	Sc	۴۵
۲۲	تیتانیم	Ti	۴۷
۲۳	وانادیم	V	۵۱
۲۴	کروم	Cr	۵۲
۲۵	منگنز	Mn	۵۵
۲۶	آهن	Fe	۵۶



ادامه پیوست شماره ۱

عدد اتمی	نام عنصر	نشانه عنصر	جرم اتمی
۸۱	تالیم	Tl	۲۰۴
۸۲	سرب	Pb	۲۰۷
۸۳	بیسموت	Bi	۲۰۹
۸۴	پولونیم	Po	۲۱۰
۸۵	استاتین	At	۲۱۰
۸۶	رادون	Rn	۲۲۲
۸۷	فرانسیم	Fr	۲۲۳
۸۸	رادیم	Ra	۲۲۶
۸۹	آکتینیم	Ac	۲۲۷
۹۰	توریم	Th	۲۳۲
۹۱	پروتاکتینیم	Pa	۲۳۱
۹۲	اورانیم	U	۲۳۸
۹۳	نپتونیم	Np	۲۳۷
۹۴	پلوتونیم	Pu	۲۴۲
۹۵	امریسیم	Am	۲۴۳
۹۶	کوریم	Cm	۲۴۷
۹۷	برکلیم	Bk	۲۴۹
۹۸	کالیفورنیم	Cf	۲۵۱
۹۹	اینشتینیم	Es	۲۵۴
۱۰۰	فرمیم	Fm	۲۵۳
۱۰۱	مندلویم	Md	۲۵۶
۱۰۲	نوبلیوم	No	۲۵۴
۱۰۳	لورنسیم	Lw (Lr)	۲۵۷
۱۰۴	کورچاتوویم	Ku	۲۶۴
۱۰۵	هانیم (رادرفوردیم)	Ha (Ra)	
۱۰۶	نیلزبوهریم	(Ns)	
۱۰۷			

عدد اتمی	نام عنصر	نشانه عنصر	جرم اتمی
۵۳	ید	I	۱۲۷
۵۴	گزنون (زنون)	Xe	۱۳۱
۵۵	سزیم	Cs	۱۳۳
۵۶	باریم	Ba	۱۳۷
۵۷	لانتان	La	۱۳۹
۵۸	سریوم	Ce	۱۴۰
۵۹	پراسئودیمیم	Pr	۱۴۱
۶۰	نئودیمیم	Nd	۱۴۴
۶۱	پرومتیم	Pm	۱۴۷
۶۲	ساماریم	Sm	۱۵۰/۵
۶۳	اروپیم	Eu	۱۵۲
۶۴	گادولینیم	Gd	۱۵۷
۶۵	تریم	Tb	۱۵۹
۶۶	دیسپرونیم	Dy	۱۶۲/۵
۶۷	هولمیم	Ho	۱۶۵
۶۸	اربیم	Er	۱۶۷
۶۹	تولیم	Tm	۱۶۹
۷۰	ایتربیم	Yb	۱۷۳
۷۱	لوتسیم	Lu	۱۷۵
۷۲	هافنیم	Hf	۱۷۸/۵
۷۳	تانтал	Ta	۱۸۱
۷۴	تنگستن	W	۱۸۴
۷۵	رنیم	Re	۱۸۶
۷۶	اسمیم	Os	۱۹۰
۷۷	ایریدیم	Ir	۱۹۲
۷۸	پلاتین	Pt	۱۹۵
۷۹	طلا	Au	۱۹۷
۸۰	جیوه	Hg	۲۰۰/۵