

باسمه تعالي



دانشگاه سجاد
دانشکده علوم
گروه شیمی

دستور کار آزمایشگاه شیمی تجزیه دستگاهی

معصومه پری نژاد محمد رضا یافتیان

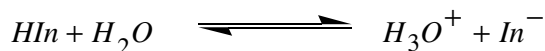
زمستان 1380

آزمایش شماره 1

کاربرد دستگاه طیف سنجی ماوراء بنفش-مرئی :
اندازه گیری pK_a یک معرف اسید-باز و pH یک محلول
بافر

1-1 مقدمه

معرفه‌های شیمیایی مورد استفاده در تیتراسیونهای اسید-باز نظیر فنل فتالئین، متیل رد، بروموکروزول سبز،... خود اسیدها و بازهای ضعیفی هستند که برای محلول آنها می‌توان تعادل زیر را در نظر گرفت :



تفاوت رنگ دو گونه HIn و In^- کم‌کم می‌کند تا نقطه پایانی در تیتراسیونهای اسید-باز قابل تشخیص باشد. در محیط اسیدی گونه HIn و در محیط بازی، باز مزدوج آن (In^-) گونه غالب در محیط خواهند بود. ثابت تعادل برای تعادل اشاره شده بالا که ثابت اسیدی HIn است با رابطه زیر تعریف می‌شود :

$$K_a = \frac{[H_3O^+][In^-]}{[HIn]}$$

با اطلاع از غلظت دو گونه HIn و In^- در محیطی که غلظت یون H_3O^+ در آن مشخص است می‌توان ثابت اسیدی معرف را تعیین کرد. به همین ترتیب با دانستن ثابت اسیدی و مشخص بودن غلظت دو گونه HIn و In^- این امکان وجود دارد که pH محیط تعیین گردد.

2-1 روش آزمایش

1-2-1 محلولهای مورد نیاز

100 میلی لیتر محلول 0/4 مولار از اسید کلریدریک و همان حجم با همان غلظت از محلول سدیم هیدروکسید تهیه کنید. محلولی از بروموکروزول سبز با انحلال 0/020 گرم از آن در حداقل حجم از محلول سدیم هیدروکسید تهیه و آن را به حجم 250 میلی لیتر برسانید. 100 میلی لیتر محلول بافر با pH برابر 5 به روش زیر تهیه نمایید. در یک بشر 100 میلی لیتری مقدار 75 میلی لیتر محلول 0/2 مولار استیک اسید ریخته و الکتروود شیشه یک pH-متر کالیبره شده را در آن فرو برید. با افزایش محلول سدیم هیدروکسید pH محلول را به 5 رسانده و در نهایت تا حجم 100 میلی لیتر رقیق نمایید.

1-2-2 تعیین ثابت اسیدی بروموکروزول سبز

در یک بالن ژوژه 100 میلی لیتری 25 میلی لیتر سدیم هیدروکسید و در بالن 100 میلی لیتری دوم همان حجم

اسید کلریدریک 0/4 مولار وارد کنید. به هر دو بالن مقدار 25 میلی لیتر محلول بروموکروزول سبز بیافزایید. پس از به حجم رساندن بالن ژوژه ها با آب مقطر، جذب محلولها را توسط دستگاه اسپکتروفتومتر در ناحیه 340 تا 600 نانومتر در مقابل محلول شاهد (آب) ثبت نمایید. در یک بالن ژوژه 100 میلی لیتری 25 میلی لیتر از محلول بافر با pH برابر 5 و 25 میلی لیتر محلول بروموکروزول سبز وارد کرده و با آب مقطر به حجم برسانید. جذب محلول را در طول موجهای ماکزیم جذب HIn و In^- در مقابل شاهد آب ثبت کنید.

1-2-2 تعیین pH یک محلول بافر

در بالن ژوژه ای به حجم 100 میلی لیتر، 25 میلی لیتر محلول بروموکروزول وارد کنید. به این بالن 25 میلی لیتر از محلول بافر مجهول بیافزایید. جذب محلول را در مقابل شاهد آب در طول موج ماکزیم جذب دو گونه HIn و In^- ثبت کنید.

1-3 سؤالات و اطلاعات مورد نیاز

1. فرمول شیمیایی معرف بروموکروزول سبز چیست؟
2. با توجه به جرم مولکولی بروموکروزول سبز غلظت محلول تهیه شده آن را گزارش کنید.
3. ضریب جذب مولي گونه های HIn و In^- را تعیین کنید.
4. با توجه به نتایج آزمایش، K_a و pK_a بروموکروزول سبز را گزارش نمایید.
5. با استفاده از اطلاعات حاصل pH محلول بافر را گزارش کنید.
6. چرا در عنوان این آزمایش بر تعیین pH یک محلول بافر تاکید شده است و نه یک محلول؟
7. با توجه به pK_a بدست آمده، ناحیه pH تغییر رنگ معرف را تعیین کنید.

1-4 مرجع

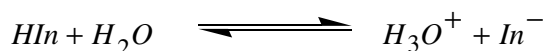
D. A. Skoog, D. M. West and F. J. Holler : *Fundamentals of Analytical Chemistry*, 5th ed., New York, Saunders College Publishing, 1988.

آزمایش شماره 2

کاربرد دستگاه طیف سنجی ماوراء بنفش-مرئی :
تعیین pK_a یک معرف اسید-باز به روش کینگ-هیرت

1-2 مقدمه

کینگ و هیرت روشی ساده و گرافیکی جهت تعیین ثابت تفکیک اسیدی معرفهای اسید-باز ارائه داده اند که در آزمایش حاضر به معرفی این روش پرداخته می شود. با توجه به اینکه یک معرف در تیتراسیونهای اسید-باز یک اسید ضعیف استرابطه تعادلی در آب برای آن می توان بصورت زیر در نظر گرفت :



برای این تعادل ثابت تفکیک (K_a) برابر خواهد بود با :

$$K_a = \frac{[H_3O^+][In^-]}{[HIn]} \quad (1)$$

با لگاریتم گرفتن از این رابطه و مرتب نمودن آن خواهیم داشت :

$$pH = pK_a - \log \frac{[HIn]}{[In^-]} \quad (2)$$

اگر غلظت کلی معرف را C در نظر بگیریم :

$$C = [HIn] + [In^-] \quad (3)$$

از ادغام دو رابطه (2) و (3) خواهیم داشت :

$$pH = pK_a - \log\left(\frac{C}{[In^-]} - 1\right) \quad (4)$$

اگر A جذب گونه In^- باشد :

$$A = \epsilon b [In^-] \quad (5)$$

و با قرار دادن مقدار $[In^-]$ در رابطه (4) :

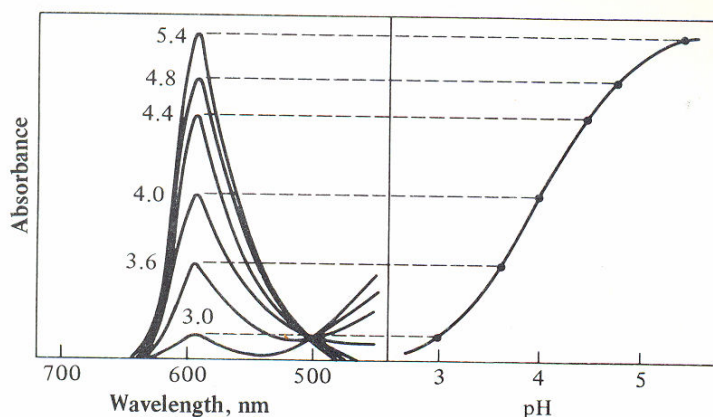
$$pH = pK_a - \log\left(\frac{C\epsilon b}{A} - 1\right) \quad (6)$$

ϵbC را می توان جذب محلول در شرایطی دانست که محیط کاملاً بازی است و کلیه گونه های معرف به صورت In^- در محیط حضور دارند. بنابراین در نصف مقدار این جذب $[HIn]=[In^-]$ و $A=\frac{\epsilon bC}{2}$ خواهد بود. لذا :

$$pH = pK_a \quad (7)$$

2-2 روش آزمایش

در شش بالن 25 میلی لیتری، 5 میلی لیتر از محلول بروموکروزول سبز تهیه شده جهت آزمایش شماره یک وارد کنید. به هر بالن ژوژه 10 میلی لیتر از بافرهای فرمیک اسید/فرمات سدیم یا بافر اسید استیک/استات سدیم و یا بافر آمونیم / آمونیم کلرید که pH آنها در فاصله 3 تا 8 بوده و قبلاً تهیه شده اند اضافه نموده بالن ها را با آب مقطر به حجم برسانید. جذب این محلولها را در ناحیه 300 تا 700 نانومتر بر روی هم ثبت نمایید. تغییرات جذب را بر حسب pH در طول موج جذب ماکزیم گونه بازی ثبت نمایید (به شکل 1-2 توجه شود).



شکل 1-2 طیف جذبی بروموفنل آبی در pH های مختلف.

2-3 سؤالات و اطلاعات مورد نیاز

1. pK_a بروموکروزول سبز را تعیین کنید و آن را با مقدار تعیین شده از روش آزمایش شماره 1 مقایسه کنید.
2. آیا امکان تعیین pK_a از روی نقطه جذب ماکزیمم گونه HIn وجود دارد؟ اگر پاسخ مثبت است این ثابت را به این روش تعیین کنید.

4-2 مرجع

G. D. Christian and J. E. O'Reilly : Instrumental Analysis 2nd ed., Massachusetts, Allyn and Bacon, 1986.

آزمایش شماره 3

کاربرد دستگاه طیف سنجی ماوراء بنفش-مرئی :
تعیین مقدار یون تیوسیانات موجود در بزاق دهان

1-3 مقدمه

واکنش بین یون آهن III و یون تیوسیانات در محیط اسیدی منجر به تشکیل کمپلکسهای با نسبت مختلف لیگاند به فلز می شود. هنگامیکه غلظت یون آهن بیشتر و یا برابر غلظت یون تیوسیانات باشد، تعادل تشکیل کمپلکس زیر در نظر گرفته می شود :



و از تشکیل کمپلکسهای $Fe(SCN)_2^+$ و $Fe(SCN)_3$ می توان صرفنظر نمود. کمپلکس $Fe(SCN)^{2+}$ در طول موج 447 نانومتر جذبی با ضریب جذب موی بالا از خود نشان می دهد و لذا می توان با رسم منحنی کالیبراسیون جذب بر حسب غلظت آنیون تیوسیانات در شرایطی که غلظت یون آهن خیلی بزرگتر از غلظت یون تیوسیانات است، غلظت یون تیوسیانات را تعیین کرد.

مقدار این یون در بزاق دهان انسان به عوامل مختلفی وابسته است. مقدار یون تیوسیانات در افراد سیگاری بیش از سایرین می باشد و آزمایش حاضر می تواند در تعیین افراد سیگاری نیز بکار آید.

2-3 روش آزمایش

1-2-3 محلولهای مورد نیاز

100 میلی لیتر محلولی از $Fe(NO_3)_3$ به غلظت 0/2 مولار که نسبت به اسید نیتريك 1 مولار است و همچنین 100 میلی لیتر محلول 2×10^{-4} مولار نسبت به تیوسیانات در آب تهیه کنید.

2-2-3 تهیه منحنی کالیبراسیون

شش محلول از آهن و تیوسیانات مطابق جدول 1-2 تهیه کنید.

جذب محلولهای شماره 1 تا 5 را در مقابل محلول شاهد (محلول لوله شماره صفر) ثبت نمایید. با فرض اینکه تنها کمپلکس تشکیل شده گونه $Fe(SCN)^{2+}$ باشد، منحنی جذب بر حسب غلظت یون تیوسیانات را رسم نمایید.

3-2-3 تعیین غلظت یون تیوسیانات در بزاق دهان

بین 4 تا 5 میلی لیتر بزاق دهان را در بشر 10 میلی لیتری جمع کرده و سپس آن را به لوله سانتیفوژ منتقل

کنید. این لوله را با سرعت 6000 دور بر دقیقه برای مدت 5 دقیقه سانتیفریژ کرده و 0/5 میلی لیتر از محلول شفاف را به یک بالن ژوژه 25 میلی لیتری منتقل کنید. بالن ژوژه را با محلول نیترات آهن تهیه شده به حجم برسانید و جذب آن را در طول موج 447 نانومتر و در مقابل محلول شاهد (محلول نیترات آهن) ثبت کنید.

جدول 1-3 محلولهای مورد نیاز جهت اندازه گیری تیوسیانات موجود در بزاق دهان.

شماره لوله	حجم محلول آهن (mL)	حجم محلول تیوسیانات (mL)	حجم آب مقطر (mL)
0	5	0	5
1	5	1	4
2	5	2	3
3	5	3	2
4	5	4	1
5	5	5	0

3-3 سؤالات و اطلاعات مورد نیاز

1. ضریب جذب مولی کمپلکس $Fe(SCN)^{2+}$ را از روی نمودار جذب بر حسب غلظت تیوسیانات با استفاده از معادله خط حاصل از حداقل مربعات تعیین کنید.
2. غلظت یون تیوسیانات موجود در نمونه ها را گزارش کنید.
3. مختصری راجع به اثرات بیولوژیک یون تیوسیانات بنویسید.

4-3 مراجع

- [1] M. Lahti, J. Vilpo and J. Hovinen : *J. Chem. Educ.* **76**, 1281 (1999).
 [2] J. Tenovuo : *Human Saliva, Clinical Chemistry and Microbiology*, Vol. II; J. Tenovuo Ed.; CRC, Boca Raton, FL, 1989; pp 55-91.

آزمایش شماره 4

کاربرد دستگاه طیف سنجی ماوراء بنفش-مرئی :
تعیین همزمان غلظت کبالت و کروم آشنایی با روش
افزایش استاندارد نقطه H

1-4 مقدمه

با در نظر گرفتن جمع پذیر بودن جذب اجزاء جاذب در یک محلول و با شرط عدم وجود برهم کنش و یا واکنش بین این اجزاء می توان جذب یک محلول حامل دو گونه در یک طول موج خاص به شکل زیر نمایش داد :

$$A_{total} = A_i + A_j = \varepsilon_i b C_i + \varepsilon_j b C_j$$

که در این رابطه ε ضریب جذب و C غلظت گونه ها در محلول و b طول مسیر نوری هستند. به منظور یافتن دو غلظت C_i و C_j معمولاً با شناخت طول موج ماکزیم جذب گونه ها و سپس یافتن ضرایب جذب گونه های i و j در طول موجهای مورد نظر می توان جذب محلول حاوی دو گونه را در دو طول موج تعیین و از حل دو معادله دو مجهولی به تعیین مقادیر غلظت گونه های i و j پرداخت.

در آزمایش حاضر سعی بر آن است تا با روشی دیگر که روشی گرافیکی است و با بکار گیری دستگاه طیف سنجی ماوراء بنفش/مرئی به اندازه گیری همزمان دو گونه کبالت (II) و کروم (III) پرداخت. این روش به روش افزایش استاندارد نقطه H (H-Point Standard Addition Method) موسوم است.

از امتیازات این روش می توان به نکات زیر اشاره داشت :

1. حذف اثر زمینه
2. کاهش خطای ثابت و سیستماتیک
3. کاهش تعداد اندازه گیریهای جذب مورد نیاز

2-4 روش آزمایش

1-2-4 محلولهای مورد نیاز

100 میلی لیتر محلول $Co(NO_3)_2$ به غلظت 0/188 مولار و همان حجم محلول $Cr(NO_3)_3$ به غلظت 0/05 مولار در آب مقطر تهیه کنید محلول هایی به حجم 50 میلی لیتر با توجه به جدول 1-4 آماده کنید.

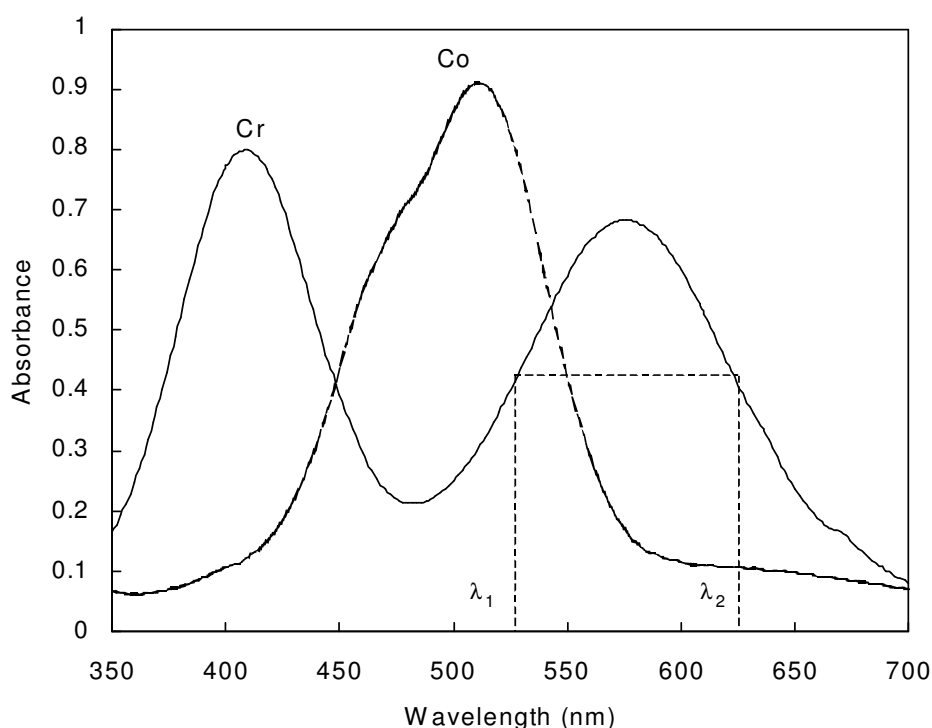
2-2-4 اندازه گیری جذب محلولها و تعیین غلظت کروم و کبالت

طیف جذبی محلول های مادر از کبالت و کروم را در فاصله 350 تا 700 نانومتر ثبت کنید (شکل 1-4). بر روی یکی از پیکهای جذبی کروم دو طول موج که از جذب یکسانی برخوردارند را تعیین کنید.

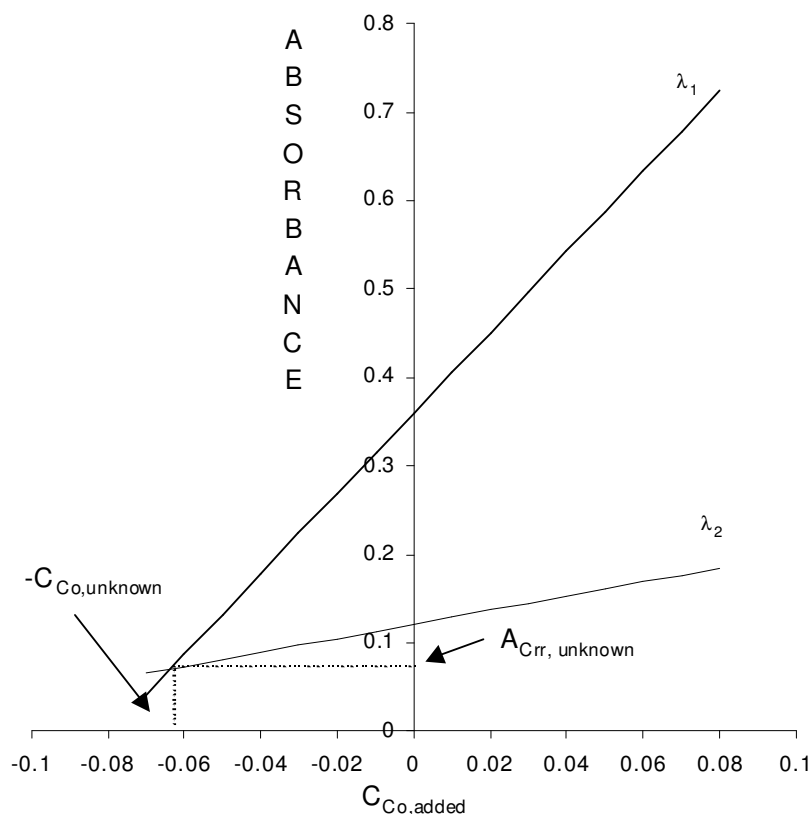
سپس جذب محلولهای 1 تا 5 از جدول بالا را در دو طول موج مورد نظر تعیین کنید. جذب محلولها در هر طول موج را بر حسب غلظت کبالت هر محلول رسم نمایید. مختصه X محل تقاطع برابر غلظت کبالت در محلول مجهول و مختصه Y آن برابر جذب مربوط به کروم است (شکل 2-4).

جدول 1-4 محلولهای مورد نیاز جهت اندازه گیری کروم و کبالت بطور همزمان با روش افزایش نقطه H.

شماره بالن	حجم محلول مجهول (mL)	حجم محلول کبالت اضافه شده (mL) (غلظت معادل)	حجم آب مقطر اضافه شده (mL)
1	15	0	35
2	15	5 (0/0188 مولار)	30
3	15	10 (0/0376 مولار)	25
4	15	15 (0/0564 مولار)	20
5	15	20 (0/0752 مولار)	15



شکل 1-4 طیف ماوراء بنفش-مرئی کروم و کبالت.



شکل 2-4 رسم جذب بر حسب غلظت کبالت اضافه شده در روش افزایش استاندارد نقطه H.

3-4 سؤالات و اطلاعات مورد نیاز

1. ضریب جذب مولی کروم چقدر است؟
2. برابر بودن مختصه X نقطه تلاقی خطوط با غلظت کبالت و مختصه Y با جذب کروم در محلول مجهول را ثابت کنید.
3. غلظت کروم و کبالت در محلول مجهول چقدر است؟

4-4 مرجع

S. Pandey, J. R. Powell, M. E. R. McHAle and W. E. Acree : *J. Chem. Educ.* **74**, 848 (1997).

آزمایش شماره 5

کاربرد دستگاه طیف سنجی مادون قرمز : شناسایی ترکیبات آلی

5-1 مقدمه

طیف سنجی مادون قرمز با بهره‌مکنش های ماده با تابش الکترومغناطیس در ناحیه مادون قرمز سروکار دارد. این ناحیه طیفی طول موجهای 0/8 تا 200 میکرومتر را در بر می‌گیرد. ناحیه تابشهای الکترومغناطیس مادون قرمز را با توجه به محل قرار گیری آنها نسبت به تابشهای ناحیه مرئی به سه بخش مادون قرمز نزدیک (0/8-2/5 میکرومتر)، مادون قرمز میانی (2/5-15 میکرومتر) و مادون قرمز دور (15-200 میکرومتر) تقسیم بندی شده است. ناحیه مادون قرمز میانی با طول موجهای 2/5-15 میکرومتر (معادل با عدد موج 4000-665 سانتیمتر معکوس) پر کاربردترین تابشهای مادون قرمز هستند که با انتقالات ارتعاشی مولکولها سر و کار دارند و اطلاعات مفیدی در مورد ساختار مولکولی در اختیار قرار می‌دهند.

در آزمایش حاضر تلاش خواهد شد ضمن آشنایی با چگونگی استفاده از دستگاه FT-IR، با کاربرد دستگاه در شناسایی ترکیبات آلی، استفاده از سلهای نگهدارنده نمونه های مایع و چگونگی تهیه نمونه های جامد (تهیه قرص KBr) آشنا شویم.

5-2 روش آزمایش

5-2-1 بررسی نمونه های مایع

نمونه های معلوم ارائه شده از سوی مسئولین آزمایشگاه را در سلهای با پنجره NaCl جداشدنی (Demontable) و سل تزریقی وارد کرده و در جایگاه نمونه قرار دهید. با توجه به شرح استفاده از دستگاه به ثبت طیفهای مربوطه پردازید. طیف IR نمونه مجهول که در اختیار شما قرار داده شده است را ثبت کنید.

5-2-2 بررسی نمونه های جامد

یک میلی گرم از نمونه معلوم جامد را با 100 میلی گرم از KBr مخصوص IR مخلوط کرده و در هاون عقیق بطور کامل یکنواخت نمایید. مخلوط را در سل تهیه قرص ریخته و پس از مسدود شدن محفظه توسط میله مخصوص آن را زیردستگاه پرس قرار دهید. فشار پرس را به 10 بار برسانید. نمونه را

برای مدت 30 ثانیه در همین شرایط نگهدارید سپس قرص تهیه شده را خارج نموده در جایگاه نمونه قرار دهید و طیف مربوطه را ثبت کنید. یک میلی گرم از نمونه جامد مجهول را همانند روش بالا به شکل قرص تهیه نموده و طیف IR آن را ثبت نمایید.

3-5 سؤالات و اطلاعات مورد نیاز

1. با توجه به طیف نمونه های معلوم مایع و جامد پیکهای اساسی مربوط به ترکیبات را مشخص نموده و ارتباط آنها با ساختار مولکولی را بیابید.
2. با توجه به فرمول بسته ترکیبات مجهول که توسط مسئولین آزمایشگاه در اختیار شما قرار می گیرد ساختار آنها را پیشگویی کنید.
3. علت استفاده از نمک KBr چیست؟
4. KBr مخصوص IR جهت تهیه قرص نمونه چه خصوصیتی دارد؟

4-5 مرجع

D. A. Skoog : *Principles of Instrumental Analysis*, 3rd Edition, Saunders Collge Publishing, New York (1985).

آزمایش شماره 6

کاربرد دستگاه طیف سنجی مادون قرمز : اندازه گیری طول مسیر نوری سل نمونه های

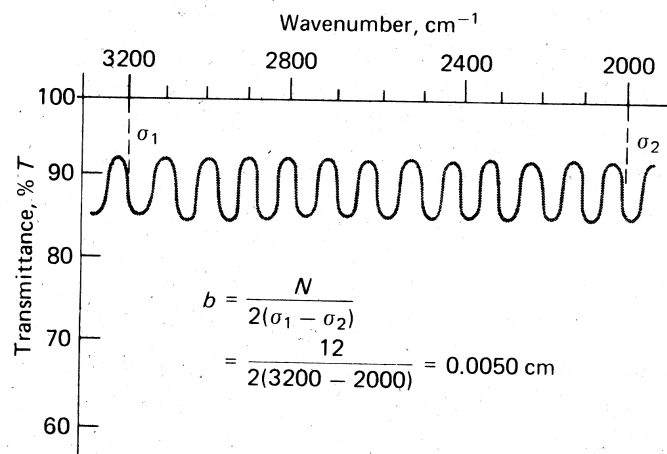
1-6 مقدمه

بدلیل تمایل حلالهای آلی به جذب تابشهای ناحیه مادون قرمز، سلهای مورد استفاده در طیف سنجی مادون قرمز معمولاً خیلی باریکتر از سلهای بکارگرفته شده در نواحی ماوراء بنفش/مرئی و در حدود 0/01 تا 1 میلیمتر هستند. ضخامت سل نگهدارنده نمونه های مایع در طیف سنجی مادون قرمز می تواند با اندازه گیری عبور تابش از یک سل خالی تعیین شود. به هنگام عبور تابش از درون سل، تابش منعکس شده از سطح دیواره سل با تابش مادون قرمز عبوری تداخل ایجاد کرده و شکل طیف ثبت شده سل خالی الگویی تداخلی نظیر شکل زیر را ایجاد می نماید (شکل 1-5).

با اطلاعات حاصل از طیف و با توجه به رابطه زیر امکان محاسبه طول مسیر نوری (b) امکان پذیر خواهد بود :

$$b = \frac{N}{2(\sigma_1 - \sigma_2)}$$

که در آن N تعداد پیکهای موجود بین دو عدد موجی σ_1 و σ_2 است.



شکل 1-6 طیف سل خالی IR

2-6 روش آزمایش

سل مخصوص نمونه های مایع با پنجره سدیم کلرید را در جایگاه نمونه قرار داده و طیف مادون قرمز آن را ثبت

نمایید. با توجه به رابطه فوق طول مسیر نوری سل را محاسبه کنید.

3-6 سؤالات و اطلاعات مورد نیاز

1. چرا الگوی تداخلی دیده شده در سل خالی به هنگام پر بودن سل دیده نمی‌شود؟
2. رابطه اشاره شده در متن برای تعیین b را ثابت کنید.

4-6 مرجع

D. A. Skoog : *Principles of Instrumental Analysis*, 3rd Edition, Saunders Collge Publishing, New York (1985).

کاربرد دستگاه طیف سنجی مادون قرمز : اندازه گیری های کمی

1-7 مقدمه

در اندازه گیری های جذب در ناحیه ماوراء بنفش/مرئی از دو سل مشابه که در آنها حلال (شاهد) و محلول نمونه را قرار می دهند استفاده می گردد. با توجه به اندازه گیری توان تابش خارج شده از این دو سل مقدار جذب می تواند تعیین گردد :

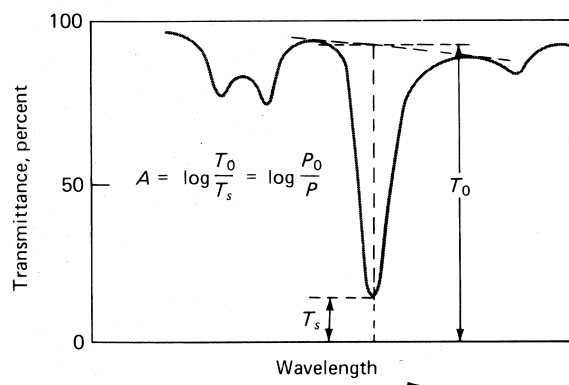
$$A = \log \frac{P_{\text{solvent}}}{P_{\text{solution}}}$$

بکار گیری سل مرجع (حلال) روش مناسبی جهت حذف اثراتی چون از دست رفتن تابش در سطوح تماس است. از آنجا که امکان تهیه سلهایی با خواص یکسان و طول مسیر مشابه در طیف سنجی مادون قرمز کاری بسیار مشکل و تقریباً غیر عملی است حذف اثرات زمینه همانند روش بکار گرفته شده در طیف سنجی ماوراء بنفش/مرئی امکان پذیر نیست. از سوی دیگر پنجره - های سل های IR توسط آلودگی های محیطی و حلال آسیب دیده و خواص عبور تابش از آنها بطور دائم در حال تغییر است. بهرحال در کاربردهای کمی لازم است تا پراکندگی و جذب توسط حلال و سل تصحیح گردد. یکی از روشهای بکار گرفته شده به این منظور روش خط مبنا (base line) (شکل 1-6) و روش دیگر روش سل داخلی-سل خارجی (Cell in/Cell out) است. در روش خط مبنا فرض میشود که عبور از حلال ثابت بوده و یا حداقل بصورت خطی در شانه های پیک جذبی تغییر می کند. بر این اساس پیکهایی که بطور اختصاصی مربوط به گونه است را در نظر می گیرند، فاصله خطی که دو شانه پیک را به محور Xها متصل می کند معادل P_0 (یا T_0) و فاصله انتهای پیک تا محور Xها شدت تابش عبور کرده از نمونه P (یا T) خواهد بود. با رسم منحنی جذب بر حسب غلظت گونه مورد نظر و تهیه منحنی کالیبراسیون امکان تعیین مقدار گونه در یک محلول با غلظت نامعلوم امکانپذیر خواهد شد.

2-7 روش آزمایش

محلولهایی از کلروفرم در حلال کربن تترا کلرید با نسبت 10، 15 و 20 درصد تهیه کنید. طیف IR کربن تترا کلرید خالص و این محلولها را با استفاده از سل مخصوص نمونه

هاي مایع ثبت کنید. طیف IR محلول مجهول ارائه شده از سوی مسئولین آزمایشگاه را نیز تهیه کنید.



شکل 7-1 شمای اندازه گیری جذب به روش خط مبنا در طیف سنجی مادون قرمز.

7-3 سؤالات و اطلاعات مورد نیاز

1. پیک یا پیکهای شاخص بوجود آمده در مخلوط کلروفرم /کربن تتراکلرید را مشخص کنید.
2. با توجه به تغییرات حاصل از یکی از پیکهای کلروفرم با تغییر غلظت، جذب محلولها را تعیین و منحنی کالیبراسیون را رسم کنید. غلظت نمونه مجهول را گزارش نمایید.
3. روش سل درونی/سل بیرونی (Cell in/Cell out) را شرح دهید.

7-4 مرجع

D. A. Skoog : *Principles of Instrumental Analysis*, 3rd Edition, Saunders Collge Publishing, New York (1985).

کاربرد دستگاه کروماتوگرافی گازی : جداسازی ترکیبات آلی

8-1 مقدمه

روش‌های کروماتوگرافی را می‌توان بدون شك کارآترین روش‌های مورد استفاده در شیمی دانست. اساس جداسازی در این تکنیک بر بکارگیری دو فاز (متحرک و ساکن) و تمایل نسبی اجسام مورد جداسازی در ماندن در این فازها استوار است. در یک تقسیم بندی که بر مبنای حالت فیزیکی فاز متحرک بنا شده است دو نوع کروماتوگرافی گازی و مایع معرفی می‌شود، هر چند به این تقسیم بندی می‌بایست کروماتوگرافی با سیال فوق بحرانی را می‌توان افزود.

در آزمایش حاضر به آشنایی با دستگاه کروماتوگرافی گازی Agilent و نرم افزار بکار گرفته شده در آن می‌پردازیم. جهت تمرین برای این آشنایی به جداسازی مخلوط ارتو-زایلن و پارا-زایلن که در متانول حل شده‌اند و روش شناسایی آنها پرداخته می‌شود.

لازم به ذکر است با توجه به نکته‌های ریز و زیاد که در این آزمایش می‌بایست به آنها اشاره داشت، قادر به ارائه کلیه این نکته‌ها در این نوشتار نبوده و تلاش خواهد شد تا در حین آزمایش که با حضور مستقیم مسئولین آزمایشگاه برگزار خواهد شد به این موارد اشاره شود.

8-2 روش آزمایش

پس از باز نمودن شیر سیلندرهای گاز هیدروژن و اکسیژن (سوخت و اکسید کننده مورد استفاده دتکتور FID) و گاز نیتروژن (گاز حامل) دستگاه و کامپیوتر کنترل دستگاه را روشن و سپس با فعال نمودن نرم افزار مربوطه به کنترل شرایط مورد نظر در بخش‌های ورود نمونه، آون و دتکتور می‌پردازیم. با آماده سازی دستگاه از نظر ثبت داده‌ها، انتخاب روش و نام فایل مقدار 0/1 تا 0/5 میکرولیتر از نمونه شامل ارتو و پارا زایلن محلول در متانول است را به دستگاه تزریق نموده و با فعال نمودن Start عمل ثبت کروماتوگرام را آغاز می‌نماییم. پس از ثبت کروماتوگرام با فعال ساختن پردازش داده‌ها به بررسی زمان مانده‌گاری هر کدام از اجسام و درصد این مواد در مخلوط می‌پردازیم.

در مرحله دوم از آزمایش دو نمونه تهیه کنید که شامل حجمی از محلول اولیه بوده و پارا-زایلن خالص در یکی و ارتو-زایلن خالص در دیگری باشد. نمونه‌ها را به

دستگاه تزریق کرده و کروماتوگرام‌های مربوطه را ثبت کنید. با توجه به تغییر درصد گونه‌ها در محلول مخلوط زمان نسبی زمان نسبی مانده‌گاری را تعیین و رابطه پیک‌های بدست آمده در کروماتوگرام اولیه به ایزومرهای مورد جداسازی مشخص سازید.

8-3 سؤالات و اطلاعات مورد نیاز

1. مختصري در مورد کروماتوگرافي با سيال فوق بحراني بنويسيد.
2. با توجه به مشاهده دو نوع ستون پرشده و مويين، تفاوت ظاهري و تفاوت در کارآيي آنها را شرح دهيد.
3. انواع دتکتور مورد استفاده در کروماتوگرافي گازي را نام برده و با رسم شکل عملکرد دتکتور FID را شرح دهيد.
4. گازهاي حامل متداول در روشهاي کروماتوگرافي گازي را نام برده و علت عدم امکان استفاده از تمامي آنها به هنگام استفاده از دتکتور TCD را شرح دهيد.
5. روشي را شرح دهيد که توسط آن بتوان نمونه‌هاي حساس به دما را نيز با کروماتوگرافي گازي جداسازي نمود.

8-4 مرجع

[1] D. A. Skoog and J. J. Leary : *Principles of Instrumental Analysis* 4th edition, Saunders College Publishing, New York (1992).