

آزمایشگاه شیمی تجزیه دستگاهی  
با رویکردی متفاوت

نویسنده:

زهرا نظری

لیلی نظری

حدیث نظری

|                     |                                                                                             |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| سرشناسه             | : نظری تلوکی، زهرا، ۱۳۶۴-                                                                   |
| عنوان و نام پدیدآور | : آزمایشگاه شیمی تجزیه دستگاهی با رویکردی متفاوت/ نویسنده: زهرا نظری، لیلی نظری، حدیث نظری. |
| مشخصات نشر          | : تهران: انتشارات صالحیان، ۱۳۹۹.                                                            |
| مشخصات ظاهری        | : ۲۴۲ ص.                                                                                    |
| شابک                | : ۹۷۸-۶۲۲-۲۱۴-۴۶۴-۷                                                                         |
| وضعیت فهرست نویسی   | : فیپا                                                                                      |
| یادداشت             | : کتابنامه.                                                                                 |
| موضوع               | : شیمی تجزیه--دستنامه‌های آزمایشگاهی                                                        |
| موضوع               | : Chemistry, Analytic -- Laboratory manuals                                                 |
| موضوع               | : تجزیه دستگاهی -- دستنامه‌های آزمایشگاهی                                                   |
| موضوع               | : Instrumental analysis -- Laboratory manuals                                               |
| شناه، افزوده        | : نظری، لیلی، ۱۳۷۱-                                                                         |
| شناه، افزوده        | : نظری، حدیث، ۱۳۷۶-                                                                         |
| رده بند، کنگ        | : QD۷۶                                                                                      |
| رده بندی دیو؛       | : ۵۴۲                                                                                       |
| شماره کتابشناسی     | : ۶۱۵۰۲۹۰                                                                                   |

■ عنوان کتاب: آزمایشگاه شیمی تجزیه دستگاهی با رویکردی متفاوت

■ نویسندگان: زهرا نظری، حدیث نظری، لیلی نظری

■ ناشر: صالحیان

■ طراح جلد: صالحیان

■ سال و نوبت چاپ: ۱۳۹۹ - اول

■ شمارگان: ۱۰۰۰ نسخه

قیمت: ۴۰۰۰۰ تومان

شابک: ۹۷۸-۶۲۲-۲۱۴-۴۶۴-۷

ISBN: 978-622-214-464-7

تهران - میدان انقلاب - خیابان کارگر جنوبی - خیابان شهدای ژاندارمری

پلاک ۱۲۷ - واحد ۳

تلفن: ۰۹۱۹۰۸۱۰۱۴۲ - ۶۶۹۷۹۳۰۰

سایت انتشارات: [www.pubsalehiyan.ir](http://www.pubsalehiyan.ir)



## ◀ پیشگفتار

تجربه ی سال ها تحصیل و تدریس واحد آزمایشگاهی "تجزیه ی جسمانی" نشان داده که دشوارترین بخش تدریس این واحد درسی ، تجسم عینی بخشیدن به توضیحات تئوری است که در آموزش دستگاه های تجزیه ای به دانشجویان است. بخصوص اغلب دستگاه ها حتی در آزمایشگاه های آموزشی و تحقیقاتی دانشگاه نیز موجود نبوده و یا اگر هست امکان باز کردن و نشان دادن قطعات داخلی آن به علت احتمال صدمه زدن به دستگاه نمی باشد. حتی در بسیاری از موارد دانشجو مشخصا

مجاز به انجام آزمایشات با برخی از دستگاه ها به علت گران قیمت بودن دستگاه و وسایل یدکی آن نیست و این کار توسط اپراتور ماهر و مسئول دستگاه انجام می گیرد. لذا با وجود اهمیت بسیار زیاد داشتن این واحد درسی برای دانشجویان رشته ی شیمی به دلایل فوق دانشجو دچار مشکل می شود.

لذا در کتاب حاضر سعی شده ، بر اساس سرفصل های تعیین شده گزیده ای از مطالب مورد نیاز آورده شود. علاوه بر آشنایی با اصول نظری قبل از کار آزمایشگاهی و تقسیم بندی موضوعی آزمایش ها و نگارش دستور کار های متنوع برای هر دستگاه و آزمایش عملی و مثال های کاربردی برای یادگیری بهتر دانشجویان از اهداف این کتاب باشد.

امیدوارم که مجامع این همکاری ها، ثمر بخش باشد و بهره ی معنوی آن در ارتقای دانش در کشور عزیز من ، به سهم بسیار کوچک که این کار خواهد داشت ، نصیب ما گردد.

گروه مولفان

## فهرست مطالب

### فصل اول ♦ ۱۵

|                                                              |    |
|--------------------------------------------------------------|----|
| مفاهیم شیمی تجزیه .....                                      | ۱۵ |
| ۱. مفاهیم شیمی تجزیه .....                                   | ۱۵ |
| ۱-۱- مقدمه .....                                             | ۱۵ |
| ۱-۲- تجزیه کیفی و کمی .....                                  | ۱۶ |
| ۱-۲-۱- روش های کیفی و کمی در انواع دستگاه های تجزیه ای ..... | ۱۷ |
| ۱-۳- خطاها .....                                             | ۲۳ |
| ۱-۳-۱- خط های سیستماتیک (سیستماتیک) .....                    | ۲۳ |
| ۱-۳-۲- خطاهای تصادفی (تصادفی) .....                          | ۲۴ |
| ۱-۳-۲-۱- ارزیابی آماری نتایج تجزیه ای .....                  | ۲۵ |
| ۱-۴- نمودار های معیارگیری در شیمی تجزیه .....                | ۲۹ |
| ۱-۴-۱- استانداردهای کالیبراسیون .....                        | ۳۰ |
| ۱-۴-۲- استاندارد افزایشی .....                               | ۳۴ |
| ۱-۴-۳- استاندارد داخلی .....                                 | ۳۷ |
| ۱-۵- نمونه برداری و آماده سازی نمونه .....                   | ۴۰ |
| ۱-۵-۱- نمونه های جامد .....                                  | ۴۰ |
| ۱-۵-۱-۱- نمونه های جامد حقیقی (قرص ها) .....                 | ۴۰ |
| ۱-۵-۱-۲- نمونه برداری از خاک .....                           | ۴۰ |
| ۱-۵-۱-۳- نمونه های انبوه .....                               | ۴۱ |
| ۱-۵-۲- مایعات .....                                          | ۴۲ |
| ۱-۵-۳- نمونه برداری از گازها .....                           | ۴۳ |
| ۱-۶- نگهداری نمونه ها .....                                  | ۴۳ |

## فصل دوم ♦ ۴۷

- ۴۵ ..... اسپکتروفتومتر ناحیه مرئی و فرا بنفش
- ۴۵ ..... ۱-۲- مقدمه
- ۴۵ ..... ۲-۲- مقدمات
- ۴۵ ..... ۱-۲-۲- طیف الکترومغناطیسی
- ۴۷ ..... ۲-۱- معرفی چند اصطلاح عبور
- ۵۰ ..... ۳-۱- اسپکتروسکوپی فرابنفش مرئی ۲-۳-۱- اجزاء دستگاه اسپکتروسکوپ
- ۵۰ ..... ۱-۲-۳-۱- منشورانی
- ۵۰ ..... ۱-۲-۳-۱- عدس ها (آینه ها)
- ۵۱ ..... ۱-۲-۳-۱- شکاف
- ۵۱ ..... ۱-۲-۳-۱- منوکروماتور
- ۵۳ ..... ۵-۱-۲-۳- محل نمونه
- ۵۳ ..... ۶-۱-۲-۳- آشکارسازها و شناساگر
- ۵۵ ..... ۷-۱-۲-۳- رکورد
- ۵۵ ..... ۲-۲-۳- انواع دستگاه های اسپکتروفتومتر
- ۵۵ ..... ۲-۲-۳-۱- دستگاه تک پرتویی
- ۵۶ ..... ۲-۲-۳-۲- دستگاه دو پرتویی
- ۵۸ ..... ۳-۲-۳- آزمایشات
- ۵۸ ..... ۳-۲-۳-۱- اندازه گیری غلظت آهن موجود در نمونه مجهولی
- ۵۸ ..... مقدمه
- ۵۹ ..... سوالات
- ۶۰ ..... ۳-۲-۲- بررسی قانون بیر لامبرت
- ۶۰ ..... ۳-۲-۳-۱- اندازه گیری مس

- ۳-۳-۲-۲- اندازه گیری نیترات در آب ..... ۶۱
- ۳-۳-۲-۳- تجزیه ی کمی مخلوط ها ..... ۶۵
- ۳-۳-۲-۳-۱- اندازه گیری همزمان  $Fe^{2+}$  و  $Fe^{3+}$  در یک نمونه ..... ۶۹
- ۳-۳-۲-۳-۲- اندازه گیری همزمان پتاسیم دی کرومات و پتاسیم پر منگنات ..... ۷۱
- ۳-۳-۲-۳-۳- اندازه گیری کافئین و بنزوئیک اسید در نوشیدنی (نوشابه) ..... ۷۴
- ۳-۳-۲-۳-۴- تعیین نسبت لیگاند به فلز ..... ۷۶
- ۳-۳-۲-۳-۱- تعیین ترکیب ساختمانی کمپلکس اتیلن دی آمین و  $Ni^{2+}$  ..... ۸۰
- ۳-۳-۲-۳-۴-۲- تعیین ثابت تشکیل کمپلکس ( $K_f$ ) آهن (III) - تیوسیانات ..... ۸۲
- ۳-۳-۲-۳-۵- تعیین  $pK_a$  یک معرف اسید و باز به روش کینگ - هیرت ..... ۸۶
- ۳-۳-۲-۳-۵-۱- تعیین  $pK_a$  معرف موکروزول سبز به روش کینگ - هیرت ..... ۸۸
- ۳-۳-۲-۳-۶- سنتز نانوذرات نقره ..... ۸۸
- ۳-۳-۲-۳-۷- اندازه گیری مقادیر مواد آلوده موجود در آب ..... ۹۱
- ۳-۳-۲-۳-۷-۱- اندازه گیری سولفات در آب آلوده ..... ۹۱
- ۳-۳-۲-۳-۷-۱-۱- روش اسپکتروفتومتری ..... ۹۲
- ۳-۳-۲-۳-۷-۲- روش وزنی با خشک کردن پس مانده ..... ۹۳
- ۳-۳-۲-۳-۷-۲-۳-۲- تعیین آهن موجود در آب ..... ۹۳
- ۳-۳-۲-۳-۸- اندازه گیری در نمونه های حقیقی ..... ۹۶
- ۳-۳-۲-۳-۸-۱- اندازه گیری آهن در نمونه ی حقیقی ..... ۹۶
- ۳-۳-۲-۳-۸-۲- تعیین میزان آهن آرد ..... ۹۷

## فصل سوم ♦ ۱۰۱

- دستگاه طیف سنجی جذب اتمی ..... ۹۹
- ۳- دستگاه طیف سنجی جذب اتمی ..... ۹۹
- ۳-۲- اجزاء دستگاه جذب اتمی ..... ۱۰۰

- ۱-۲-۳- منابع تابش ..... ۱۰۰
- ۲-۲-۳- تکفام سازها یا صافی ها ..... ۱۰۳
- ۱-۲-۲-۳- اتم سازها ..... ۱۰۳
- ۳-۲-۳- آشکارسازها و شناساگرها ..... ۱۰۹
- ۴-۲-۳- دستگاه نمایش خروجی ..... ۱۱۰
- ۲-۲-۴- انواع مزاحمت های شیمیایی در طیف سنج جذب اتمی ..... ۱۱۰
- ۴-۲-۱- اندازه گیری فلز کادمیم دستگاه جذب اتمی ..... ۱۱۳
- ۴-۲-۱- اندازه گیری روی (Zn) در خرما با دستگاه جذب اتمی ..... ۱۱۵
- ۴-۳-۲- اندازه گیری کلسیم موجود در قرص کلسیم با روش اسپکتروسکوپی جذب اتمی ..... ۱۱۶
- ۴-۳-۱- اندازه گیری جذب محلول های استاندارد و نمونه با دستگاه جذب شعله ای ..... ۱۱۸
- ۴-۳-۲- جهت بررسی اثرات افزایش فسفات در میزان جذب کلسیم ..... ۱۱۹
- ۴-۳-۳- بررسی اثرات افزایش حلال ها در میزان جذب کلسیم ..... ۱۱۹
- ۴-۳-۴- اندازه گیری کلسیم در آب آشامیدنی ..... ۱۲۰
- ۴-۳-۵- بررسی نتایج و محاسبات ..... ۱۲۱
- ۴-۳-۵- اندازه گیری مس با جذب اتمی به روش نمودار و افزایش استاندارد ..... ۱۲۲
- ۴-۳-۶- اندازه گیری سرب در لوازم آرایشی ..... ۱۲۴
- ۴-۳-۷- اندازه گیری میزان لیتیم موجود در نمونه ی دارویی ..... ۱۲۶
- ۴-۳-۸- اندازه گیری میزان آهن در نمونه سنگ ..... ۱۳۰
- ۴-۳-۹- اندازه عناصر کم یاب در خاک ..... ۱۳۲
- ۴-۳-۱۰- مشخص نمودن منیزیم و کلسیم در آب (بررسی اثر مزاحمت ها به وسیله روش استفاده از عوامل آزادکننده و یونیزاسیون) ..... ۱۳۶

## فصل چهارم ♦ ۱۴۱

- ۴- فتومتر نشر شعله ای، فلیم فتومتر ..... ۱۳۹
- ۴-۱- مقدمه ..... ۱۳۹
- ۴-۲- دستگاه فتومتر شعله ای ..... ۱۴۰
- ۴-۳- عوامل موثر در شدت نور منتشره از محلول آزمایش ..... ۱۴۱
- ۴-۴- ماسک، روش های جذب با نشر ..... ۱۴۲
- ۴-۵- اندازه گیری ها ..... ۱۴۳
- ۴-۵-۱- اندازه گیری املاح آب ..... ۱۴۳
- ۴-۵-۱-۱- اندازه گیری سدیم به روش افزایش استاندارد ..... ۱۴۳
- ۴-۵-۱-۲- اندازه گیری پتاسیم به روش افزایش استاندارد خارجی ..... ۱۴۴
- ۴-۵-۲- تعیین عوامل خطا در روش نشر اتمی شعله ..... ۱۴۵
- ۴-۵-۳- تعیین یون های  $Na^+$  و  $K^+$  و  $Li^+$  به روش استاندارد داخلی ..... ۱۴۷

## فصل پنجم ۱۵۳

- طیف سنجی مادون قرمز ..... ۱۵۱
- ۵- طیف سنجی مادون قرمز ..... ۱۵۱
- ۵-۱- مقدمه ..... ۱۵۱
- ۵-۲- اجزای دستگاه طیف سنج ..... ۱۵۲
- ۵-۲-۱- منبع تابش ..... ۱۵۲
- ۵-۲-۲- سل نمونه ..... ۱۵۲
- ۵-۲-۳- مونوکروماتور ..... ۱۵۳
- ۵-۲-۳- آشکارساز ..... ۱۵۳
- ۵-۲-۳-۱- ترموکوپل ..... ۱۵۳
- ۵-۲-۲-۱- آشکارساز پیزوالکتریک ..... ۱۵۴

|     |                                                                                |
|-----|--------------------------------------------------------------------------------|
| ۱۵۵ | ۵-۲-۵- آماده سازی نمونه                                                        |
| ۱۵۶ | ۵-۲-۵-۱- جامدات                                                                |
| ۱۵۷ | ۵-۲-۵-۲- مایعات                                                                |
| ۱۵۸ | ۵-۳- دستگاهوری IR                                                              |
| ۱۶۱ | ۵-۴- کاربردها                                                                  |
| ۱۶۳ | ۵-۵- آرمایشات                                                                  |
| ۱۶۳ | ۵-۵-۱- شناسایی گروه های عاملی                                                  |
| ۱۶۴ | ۵-۵-۲- طیف جی اسپکتروسکوپی فروسرخ یک ترکیب آلی                                 |
| ۱۶۴ | ۵-۲-۱- بررسی نمونه جامد                                                        |
| ۱۶۷ | ۵-۲-۲- بررسی نمونه های مایع                                                    |
| ۱۶۸ | ۵-۵-۳- اندازه گیری طول مسیر نوری سل نمونه                                      |
| ۱۶۹ | ۵-۵-۴- شناسایی گروه های عاملی در ترکیبات مختلف                                 |
| ۱۷۳ | ۵-۵-۵- شناسایی گروه های عاملی ترکیبات کاروون ، متیل سالیلات و آسپرین به کمک IR |

## فصل ششم « ۶ »

|     |                                  |
|-----|----------------------------------|
| ۱۷۷ | ۶- کروماتوگرافی گازی             |
| ۱۷۷ | ۶-۱- مقدمه                       |
| ۱۷۸ | ۶-۱-۱- خصوصیات فاز ساکن          |
| ۱۷۹ | ۶-۲- دستگاهوری کروماتوگرافی گازی |
| ۱۸۰ | ۶-۲-۱- گاز حامل                  |
| ۱۸۱ | ۶-۲-۲- محفظه ی تزریق             |
| ۱۸۱ | ۶-۲-۲-۱- دمای تزریق              |
| ۱۸۲ | ۶-۲-۳- ستون                      |