

طیف سنجی ماوراءبنفش و مرئی

آزمایش ۸

اندازه گیری آهن با ۱ و ۱۰- فنانترولین



طیف سنجی ماوراءبنفش و مرئی

نور یا تابش الکترومغناطیس را می توان به وسیله فرکانس (ν) یا طول موج (λ) توصیف کرد. به هنگام جذب تابش الکترومغناطیس توسط ماده، یک انتقال موقت انرژی از جسم نشر کننده به محیط جاذب صورت می گیرد. برای توصیف این پدیده، تابش الکترومغناطیس را نه به صورت موج بلکه به صورت جریانی از فوتون باید در نظر بگیریم. انرژی هر فوتون طبق قانون پلانک به فرکانس تابش بستگی دارد.

$$E = h \nu = hc/\lambda$$

$$h = 6.6262 \times 10^{-34} \text{ J.s} \quad \text{ثابت پلانک}$$

جذب تابش ماوراءبنفش- مرئی توسط مولکول یا اتم شامل ۲ مرحله می باشد. در مرحله نخست مولکول یا اتم (M) در اثر جذب فوتون از حالت پایه الکترونی به حالت برانگیخته الکترونی (M^*) می رود.



طول عمر اتم یا مولکول در حالت برانگیخته بسیار کوتاه می باشد و سریعاً انرژی اضافی را از طریق فرآیندهای گرمایی و یا نوری از دست می دهد و به حالت پایه بر می گردد. طیف جذبی اتم ها عموماً از خطوط باریک و جدا از هم تشکیل شده است در حالیکه طیف جذبی مولکول ها از نوارهای پهنی تشکیل شده است.

جذب پرتوهای ماوراءبنفش، مرئی در مولکول ها عموماً موجب برانگیختگی الکترون های پیوندی می شود به طوریکه طول موج جذبی مطابقت با نوع پیوند در مولکول دارد. در نتیجه طیف سنجی ماوراءبنفش- مرئی اطلاعات ارزشمندی راجع به گروه های عاملی در مولکول در اختیار قرار می دهد. آنالیز کمی ترکیباتی که در این نواحی دارای جذب می باشد نیز امکان پذیر است.

قانون بیر - لامبرت

این قانون اساس تجزیه کمی در جذب سنجی را تشکیل می دهد. هنگامیکه یک نور تک رنگ با شدت I_0 عمود بر سطح تابش وارد یک محلول همگن و شفاف به ضخامت b و غلظت مولی c می شود قسمتی از آن جذب می شد (I_a) بخشی منعکس می گردد (I_r) و قسمتی هم در امتداد شعاع تابش خارج می شود (I_t). مقدار I_r ناچیز است و با بکار بردن محلول شاهد (blank) می توان اثر آن را خنثی کرد. مقدار I_a عموماً کم است و اندازه گیری آن مشکل می باشد. در حالیکه مقدار I_t ، I_0 به آسانی قابل اندازه گیری است و از تفاوت این دو مقدار I_a به دست می آید. آنچه عملاً توسط دستگاه ها اندازه گیری می شود $\log \frac{I_0}{I_t}$ می باشد و رابطه آن با غلظت توسط قانون بیر - لامبرت داده می شود. $\log \frac{I_0}{I_t}$ با A نمایش می دهند و به آن مقدار جذب گویند.

$$I_0 = I_a + I_r + I_t$$

$$I_0 = I_a + I_t$$

$$A = \log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon bc$$

قانون بیر - لامبرت

c : mol/L غلظت

b : cm ضخامت سل

ϵ : ضریب جذب مولی

اندازه گیری آهن با ۱ و ۱۰- فنانترولین

□ محلول های مورد نیاز:

- 50 mL محلول ۱ و ۱۰ فنانترولین 0.1 %
- 50 mL محلول هیدروکسیل آمونیوم کلرید 5.0 %
- 50 mL محلول سدیم استات 10.0 %
- 100 mL محلول 100 ppm آهن (II)
- 50 mL محلول 10 ppm آهن (II)

□ معمولاً مقادیر بسیار کم آهن را به صورت کمپلکسی از آهن (II) با روش طیف سنجی نوری مورد اندازه گیری قرار می دهند. معرفی که برای اندازه گیری آهن (II) مورد استفاده قرار می گیرد معرف ۱ و ۱۰- فنانترولین با فرمول مولکولی $C_{12}H_8N_2$ می باشد. آهن در حالت اکسیداسیون $2+$ با ۱ و ۱۰- فنانترولین کمپلکس می دهد و لذا یک عامل کاهنده قبل از اینکه رنگ تشکیل شود به محیط واکنش باید اضافه شود. هیدروکسیل آمین می تواند به این منظور مورد استفاده قرار بگیرد.



□ چندین یون فلزی دیگرمانند نقره، کبالت، مس و نیکل نیز می توانند با ۱ و ۱۰- فنانترولین، تشکیل کمپلکس های رنگی دهند ولی شدت رنگ هیچکدام از آنها به اندازه آهن نیست. برای استتار کردن این کاتیون های فلزی می توان از مخلوط اسیدسیتریک و اتیلن دی آمین تترا استیک اسید استفاده کرد.

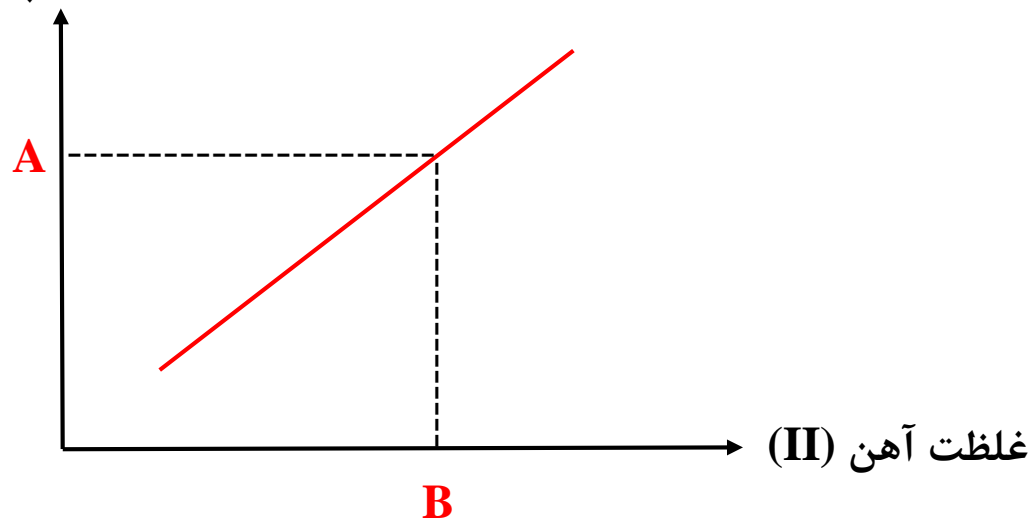
مجهول	۴	۳	۲	۱	۰	شماره بالن
-	۱۲	۸	۴	۱	-	محلول 10 ppm آهن (II) (mL)
۰/۵	۰/۵	۰/۵	۰/۵	۰/۵	۰/۵	محلول هیدروکسیل آمونیوم (mL)
۱/۵	۱/۵	۱/۵	۱/۵	۱/۵	۱/۵	محلول سدیم استات (mL)
۲	۲	۲	۲	۲	۲	محلول ۱۰ و ۱ فنانتروлін (mL)
؟	۶	۴	۲	۰/۵	شاهد	غلظت آهن (II) (ppm)

مطابق با جدول فوق محلول های استاندارد و نمونه مجهول را در بالن های 20 mL آماده کنید. یعنی بطور مثال برای بالن شماره ۲ باید بالن ژوژه 20 mL را برداشته ابتدا 4 mL محلول 10 ppm آهن (II)، 0.5 mL محلول هیدروکسیل آمونیوم، 1.5 mL محلول سدیم استات و 2 mL محلول ۱ و ۱۰ فنانتروлін را اضافه کرده و مابقی حجم که 12 mL می شود را آب مقطر ریخته و به خط نشانه بالن ژوژه 20 mL می رسانید. غلظت آهن در این بالن برابر با 2 ppm (سطر آخر جدول) می شود. به بالن مجهول نباید محلول آهن اضافه کرد چون یک حجم نامشخص با غلظت نامشخص از آهن را شما از کارشناس آزمایشگاه به عنوان مجهول دریافت می کنید اما بقیه معرف ها طبق جدول باید اضافه شود.

جذب محلول های استاندارد و نمونه مجهول را در مقابل شاهد که بالن شماره یک می باشد با استفاده از دستگاه جذب اتمی در طول موج 508 nm بخوانید و بعد از رسم نمودار معیارگیری غلظت آهن نمونه مجهول را محاسبه کنید.

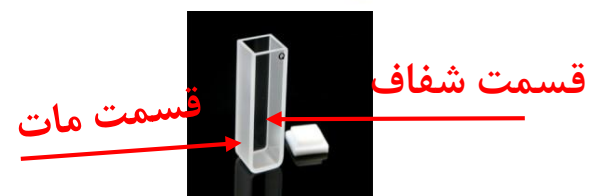
توجه: ابتدا نمودار معیارگیری را بر اساس جذب محلول هایی که غلظت آهن آن ها مشخص است (یعنی بالن های ۱ تا ۴) بر اساس غلظت آهن در اکسل رسم می کنید. یک معادله خط بصورت $y = mx + a$ به دست می آید که y میزان جذب، m شیب نمودار، x غلظت و b عرض از مبدا را نشان می دهد. حال جذب محلول مجهول که به فرض A هست را در معادله بجای y جاگذاری کرده و غلظت که در معادله همان x هست را به دست آورید که می شود B .

جذب یا سیگنال



نمودار معیارگیری ←

طریقه کار با دستگاه:



سل شیشه ای

ابتدا حدود 2 mL از محلول شاهد را داخل سل شیشه ای ریخته و سل را داخل دستگاه (قسمت A) قرار می دهید بطوریکه قسمت شفاف سل در مسیر نور قرار گیرد. سپس از طریق صفحه کلید دستگاه طول موج 508 nm را انتخاب کرده و با کلید Zero جذب محلول شاهد را صفر می کنیم چون این محلول حاوی آهن و کمپلکس مورد نظر نیست. سپس سل را بیرون آورده محلول شاهد را خارج کرده یکبار با آب مقطر سل را شستشو می دهید و سپس به ترتیب محلول بالن های تهیه شده طبق جدول اسلاید ۷ را داخل سل ریخته داخل دستگاه گذاشته و جذبی که در صفحه ثبات دستگاه نمایش داده می شود را یادداشت می کنید. با توجه به داده ها نمودار معیارگیری را می توانید رسم کنید.