

طیف سنجی نشر اتمی

آزمایش ۱۰

اندازه گیری پتاسیم با روش نشر اتمی



طیف سنجی نشر اتمی

- ❑ فوتومتر شعله ای شاخه ای از اسپکتروسکوپی نشری است. وقتی یون های فلزی نظیر سدیم، پتاسیم و کلسیم درون شعله پاشیده می شوند، شعله رنگی می شود. در فوتومتری شعله ای شدت نور نشری اتم ها اندازه گیری می شود که در شرایط معینی متناسب با غلظت یون می باشد. پدیده هایی که منجر به نشر نور می شوند معمولا پیچیده اند ولی مراحل زیر می توانند در این مورد دخالت داشته باشند:
 - ✓ حلال در شعله تبخیر می شود و نمک جامد باقی می ماند.
 - ✓ نمک تبخیر می شود و قسمتی از آن به اتم های خنثی تفکیک می شود. بعضی از اتم ها به سرعت از طریق واکنش با اتم های دیگر موجود در شعله ترکیب می گردند.
 - ✓ اتم های خنثی به جا مانده به وسیله انرژی حرارتی شعله برانگیخته می شوند. دمای حاصل از احتراق مخلوط گاز طبیعی - هوا برای برانگیخته کردن اتم های فلزات قلیایی - قلیایی خاکی کافی می باشد.
 - ✓ اتم های برانگیخته شده به حالت پایه برگشته و انرژی گرفته شده را به صورت نور منتشر می سازند.
- در فوتومتر شعله ای محلول آزمایشی از طریق مه پاش که به صورت یک لوله باریک مویین می باشد در شعله پاشیده می شود و نور منتشر شده پس از عبور از یک صافی مناسب به یک فوتوسل برخورد می کند و جریان حاصل از فوتوسل پس از تقویت به وسیله گالوانومتر اندازه گیری می شود.

□ روش های کمی نشر شعله، نیاز به تهیه یک منحنی کالیبراسیون تجزیه ای دارند. برای فوتومترهای شعله ای میزان نشر مورد ارزیابی قرار می گیرد. وقتی فیلتر مناسب (فیلتر مربوط به عنصر مورد بررسی) انتخاب شد و شعله تنظیم گردد یک محلول شاهد به داخل شعله پاشیده می شود و شدت نشر برای آن را روی عدد صفر تنظیم می کنیم سپس برای غلیظ ترین استاندارد عموماً شدت نشر را بر روی عدد ۱۰۰ تنظیم می کنیم. بعد از آن شدت نشر دیگر محلول ها را اندازه گیری می کنیم. نمودار شدت نشر بر حسب غلظت برای محلول های استاندارد رسم می شود.

□ محلول های نمونه تحت شرایطی دقیقاً مشابه بکار گرفته شده در تهیه نمودار کالیبراسیون به داخل شعله فرستاده می شود. برای اطمینان از اینکه شرایط ثابتی به دست آمده است، استاندارد را قبل، بعد و در حین تجزیه هر سری از نمونه ها باید امتحان کرد.

□ در غیاب مزاحمت ها، استاندارد های بکار گرفته شده فقط حاوی غلظت های معلومی از عنصر مورد اندازه گیری می باشند. اگر احتمال مزاحمت وجود داشته باشد، استانداردها باید حاوی مقادیری مشابه از تمامی سازندگان نمونه های مجهول باشد.

❖ در تجزیه کمی به خاطر اشکال در ثابت نگه داشتن شرایط برانگیختگی، گاهی از یک استاندارد داخلی استفاده می شود. همانند طیف جذبی، لگاریتم شدت خط تجزیه ای و خط استاندارد داخلی بر حسب لگاریتم غلظت می تواند رسم شود تا یک منحنی کالیبراسیون تجزیه ای تهیه گردد.

❖ تعیین مقدار هریک از فلزات قلیایی مانند سدیم، لیتیم و پتاسیم وسیعترین کاربرد نشر شعله است. این عناصر به وسیله روش های شعله به آسانی تعیین مقدار می گردند. در حالیکه تجزیه آن ها به وسیله روش های شیمیایی، اکثرا کند و غیر انتخابی است.

□ محلول های مورد نیاز برای اندازه گیری پتاسیم:

- 25 mL محلول پتاسیم با غلظت 500 ppm و سپس 50 mL محلول پتاسیم 100 ppm

- 20 mL محلول لیتیم 500 ppm

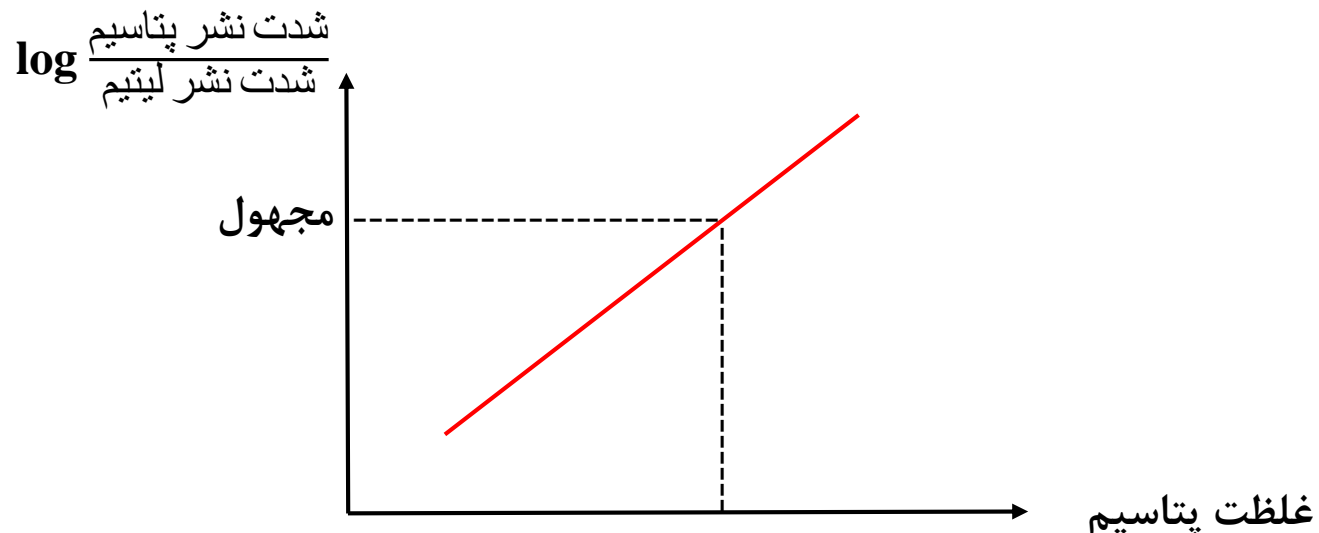
مرحله اول: اندازه گیری پتاسیم به روش کالیبراسیون (معیار گیری) معمولی

محلول های استاندارد را طبق جدول زیر تهیه کنید. سپس مجهول پتاسیم که به شما داده می شود را با آب مقطر به حجم 20 mL برسانید. سپس دستگاه را روشن کرده و فیلتر پتاسیم را در مسیر نور شعله قرار دهید. برای آب مقطر شدت نشر را روی عدد صفر و برای غلیظ ترین محلول استاندارد (بالن شماره ۵) شدت نشر را روی عدد ۱۰۰ تنظیم کنید. سپس شدت نشر محلول های استاندارد و مجهول را یادداشت کنید. با رسم منحنی کالیبراسیون محلول های استاندارد پتاسیم بر حسب غلظت، غلظت پتاسیم نمونه مجهول را بر حسب ppm به دست آورید.

شماره بالن	۱	۲	۳	۴	۵
محلول 100 ppm پتاسیم (mL)	۱	۲	۵	۱۰	۱۵
حجم نهایی (mL)	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰
غلظت نهایی ppm	۵	۱۰	۲۵	۵۰	۷۵

مرحله دوم: اندازه گیری پتاسیم به روش استاندارد داخلی

بر روی مجهولی که در بالن 20 mL به شما داده شده است ۴ میلی لیتر محلول لیتیم 500 ppm اضافه کرده و تا خط نشانه بالن با آب مقطر به حجم برسانید. محلول های استاندارد را نیز طبق جدول صفحه بعد تهیه کنید. فیلتر پتاسیم را در مسیر نور شعله قرار دهید. برای آب مقطر شدت نشر را روی عدد صفر و برای غلیظ ترین محلول استاندارد (بالن شماره ۵) شدت نشر را روی عدد ۱۰۰ تنظیم کنید. سپس شدت نشر پتاسیم محلول های استاندارد و مجهول را یادداشت کنید. سپس فیلتر لیتیم را در مسیر شعله قرار دهید و شدت نشر محلول های استاندارد و مجهول تهیه شده را دوباره با فیلتر لیتیم بخوانید. در این حالت در همه موارد عدد مشابه ای به دست می آید. چون داخل همه نمونه ها به میزان یکسانی لیتیم وجود دارد. در این مرحله نمودار کالیبراسیون بر حسب لگاریتم شدت نشر پتاسیم تقسیم بر شدت نشر لیتیم بر حسب غلظت پتاسیم رسم و غلظت پتاسیم نمونه مجهول بر حسب ppm محاسبه می گردد.



۵	۴	۳	۲	۱	شماره بالن
۱۵	۱۰	۵	۲	۱	محلول 100 ppm پتاسیم (mL)
۴	۴	۴	۴	۴	محلول 500 ppm لیتیم (mL)
۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	حجم نهایی (mL)
۷۵	۵۰	۲۵	۱۰	۵	غلظت نهایی پتاسیم ppm

طریقه کار با دستگاه:

ابتدا پاور دستگاه (قسمت ۱۰) را روشن کنید. سپس کلید شماره ۳ را روشن کرده و با دست نگه دارید و با کبریت شعله قسمت ۱ را روشن کنید. وقتی شعله روشن شد می توانید دست خود را از روی کلید شماره ۳ بردارید. آب مقطر را داخل بشری ریخته و لوله موین قسمت ۲ (قسمت مه پاش) را داخل بشر بگذارید. قسمت ۴ کلید مربوط به فیلترهاست. اطراف کلید قسمت ۴، بر روی دستگاه سه موقعیت برای سه عنصر لیتیم، پتاسیم و سدیم نشان داده شده است. بنابراین برای اندازه گیری پتاسیم کلید ۴ را در موقعیت پتاسیم قرار داده تا فیلتر این عنصر در مسیر نور منتشر شده قرار گیرد. سپس کلید شماره ۸ را چرخانده تا نشر آب مقطر بر روی عدد صفر تنظیم گردد.

با چرخاندن کلید ۸ باید عدد صفر بر روی نمایشگر (قسمت ۷) نمایان شود. سپس آب مقطر را برداشته و لوله موین قسمت ۲ را در غلیظترین محلول تهیه شده قرار می دهید و با چرخاندن کلید ۶ نشر محلول غلیظ را بر روی عدد ۱۰۰ تنظیم می کنید. سپس به ترتیب لوله موین قسمت ۲ را داخل محلول های دیگر قرار داده و میزان نوری که در صفحه نمایشگر مشاهده می کنید را یادداشت نمایید. برای مرحله دوم آزمایش به روش استاندارد داخلی، ابتدا باید فیلتر دستگاه در موقعیت پتاسیم قرار بگیرد و همه مراحل گفته شده انجام گیرد و سپس فیلتر را در موقعیت لیتیم گذاشته و طبق مراحل گفته شده در اسلاید ۷ میزان نشر محلول ها اندازه گیری و در نهایت نمودار معیارگیری برای هر دو مرحله آزمایش طبق مطالب گفته شده را رسم کنید.



۱. مشعل
۲. محل ورود نمونه
۳. فندک (برای روشن کردن مشعل)
۴. تعیین عنصر مورد اندازه گیری
۵. تعیین نشر استاندارد (برای تغییر مقادیر بزرگ)
۶. تعیین نشر استاندارد (برای تغییر مقادیر کم)
۷. نمایشگر
۸. کالیبراسیون (نشر آب را صفر می کنیم)
۹. تغییر واحد نشر
۱۰. کلید پاور دستگاه
۱۱. تنظیم سوخت