

مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (5)

اسم التجربة: تقدير الحديد طيفيا

الغرض من إجراء التجربة: إيجاد تركيز محلول مجهول لأيون الحديدك

الجهاز المستخدم: Spectrophotometer

الجزء النظري:

هناك الكثير من الفصائل غير الماصة لأشعاع مافوق البنفسجية المرئية والتي يتعذر تقدير تركيزها بشكل مباشر لذلك نلجأ الى مفاعلتها مع كواشف ملائمة وتحويلها الى نواتج لها قابلية امتصاص قوية في هذه المنطقة. مثال ذلك تقدير تركيز ايون الحديدك حيث تتم مفاعله مع ايون الثايسيانيد لينتكون معقد أحمر اللون صيغته التركيبية العامة $[\text{Fe}(\text{SCN})_n]^{3-n}$ ان نوع المعقد المتكون يعتمد على تركيز ايون الثايسيانيد في المحلول، ففي تراكيز واطئة يكون المعقد $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{+2}$ هو السائد بينما في تركيز 0.1M يتكون المعقد $[\text{Fe}(\text{SCN})_3]$ وفي تركيز عالي جدا يتكون $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$. في القياسات الضوئية اللونية يضاف عادة زيادة من الثايسيانيد حيث تزداد شدة اللون وثباتية المعقد المتكون. يضاف حامض قوي كحامض النتريك وذلك لابقاف التميؤ الذي قد يحدث لأيون الحديدك:



طريقة العمل:

1. نشغل الجهاز ونثبت الطول الموجي عند 480 nm .
2. من محلول قياسي لكبريتات الحديدك تركيزه 2.5 mg/ml اسحب 2.5 ml وضعها في قنينة حجمية سعة 25 ml. اضع اليها 3ml من HNO_3 (1:1) وبعدها اضع 5ml من (0.01M) KSCN ثم أكمل المحلول لحد العلامة
3. نعيد الخطوة السابقة على الحجم الأخرى (5، 7.5، 10، 12.5 مل)
4. نملاً إحدى خليتي الجهاز بمحلول البلانك ونضعها في المكان المخصص ونصفر الجهاز أي نجعل قراءة الامتصاص A مساوية إلى الصفر.
5. نسجل قراءات الامتصاص للمحاليل المحضرة.

6. نأخذ المجهول ونعامله مثل المحاليل السابقة ويتم قياس الامتصاص له عند نفس الطول

الموجي ونسجل القراءة.

7. نرسم البياني بين قيم الامتصاص A للمحاليل مقابل تركيزها.

8. نستخرج تركيز المجهول من الرسم البياني.

الحسابات:

يتم حساب تركيز المحاليل المحضرة من خلال العلاقة

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

حيث أن

C1 تركيز المحلول الأصلي

V1 الحجم المأخوذ من المحلول C2 الأصلي

تركيز المحلول المحضر V2 حجم

المحلول المحضر

بعد حساب التركيز لجميع المحاليل نسجلها في جدول كالتالي

V ml	C (mg/ml)	A
2.5		
5		
7.5		
10		
12,5		
unk		

ولإيجاد تركيز unk نرسم العلاقة بين A و C (mg/ml)

المناقشة

1. لماذا يتم استعمال أيون الحديدك وليس الحديدوز؟
2. ما الغرض من استعمال حامض النتريك , وهل يمكن استعمال حامض اخر ؟
3. ما هي العوامل المؤثرة على ثباتية المعقد المتكون ؟
4. هل هناك انحراف عن قانون بيير-لامبرت؟ ماسببه؟