

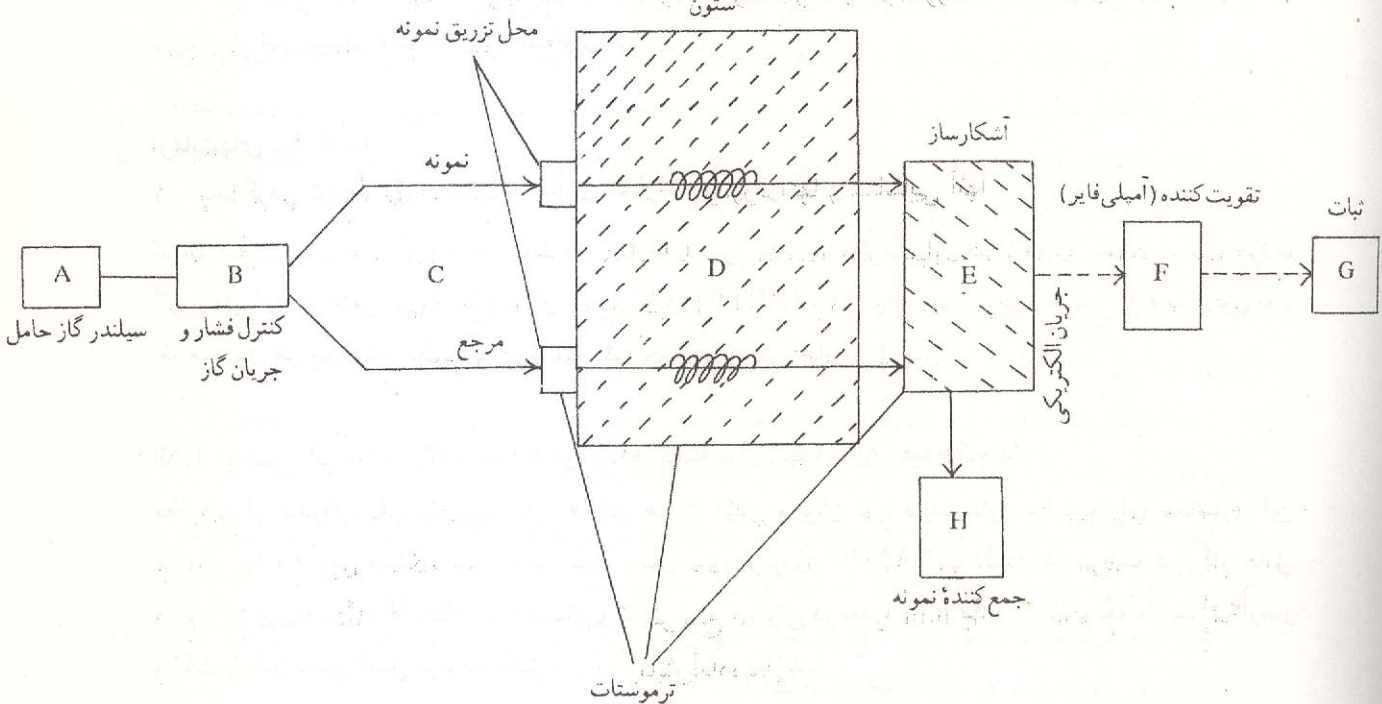
آزمایشگاه شیمی تجزیه دستگاهی

- ۱..... کروماتوگرافی گازی
- ۸..... نورسنجی شعله‌ای
- ۱۰..... آزمایش نورسنجی شعله‌ای
- ۱۲..... طیف‌نمایی جذب اتمی
- ۱۶..... طیف‌نمایی فروسرخ
- ۲۰..... طیف‌نمایی مرئی و فرابنفش
- ۲۲..... طیف‌نمایی تشدید مغناطیسی هسته (N.M.R.)

کروماتوگرافی گازی

کروماتوگرافی گازی روشی فیزیکی برای جدا کردن، تشخیص و اندازه‌گیری مواد فرّار در حالت مخلوط است. اساس این روش قابلیت تقسیم ماده فرّار بین فاز متحرک و فاز ساکن در دمای معین است. در G.L.C فاز متحرک گازی بی‌اثر از قبیل نیتروژن یا هلیوم، و فاز ساکن مایعی با فشار بخار بسیار ناچیز در دمای بالاست که جسم را جذب می‌کند و سپس پس می‌دهد. به دلایل مختلف تکنیکی، فاز ثابت (مایع) را با نسبت مشخص روی سطح یک جسم جامد بی‌اثر پخش می‌کنند. شمای یک دستگاه کروماتوگراف گازی را در شکل ۱ می‌بینیم. قسمت‌های تشکیل دهنده یک دستگاه کروماتوگراف گازی عبارتند از:

۱. سیلندر گاز حامل: گاز مورد استفاده معمولاً گازی بی‌اثر و معمولاً از یکی از گازهای هیدروژن، نیتروژن یا آرگون استفاده می‌شود.



شکل ۱

۲. کنترل فشار و سرعت گاز؛ برای جداسازی دقیق با G.L.C باید جریان گاز حامل را کنترل کرد.
 ۳. محل تزریق نمونه؛ نمونه مورد تجزیه باید به صورت گاز و همراه با گاز حامل وارد ستون جداکننده شود. برای این منظور نمونه به وسیله سرنگ به این قسمت تزریق می شود. دمای این قسمت طوری کنترل می شود که نمونه به سرعت تبخیر شود ولی تجزیه نشود و همراه گاز حامل به ستون انتقال پیدا کند.
 ۴. ستون؛ قسمت اساسی دستگاه که عمل جدا شدن اجزای نمونه در آن انجام می شود، ستون است. فاز ساکن این ستون را بر کرده است و فاز متحرک همراه با نمونه از داخل آن عبور می کند و براساس قابلیت تقسیم بین دو فاز، اجزای تشکیل دهنده نمونه یکی یکی از انتهای این ستون خارج می شوند. چون قابلیت تقسیم هر ماده به دما بستگی دارد، دمای ستون برای جداسازی بهینه باید با ترموستات کنترل شود.
 ۵. آشکارساز؛ برای تشخیص و اندازه گیری اجزای نمونه که به وسیله ستون جدا شده اند به آشکارساز نیاز داریم. آشکارسازهای مورد استفاده در کروماتوگرافی گازی بر اساس خواص مختلف گازها ساخته شده اند. در این آشکارسازها تغییرات جریان فاز متحرک خارج شده از ستون، که از ورود اجزای نمونه همراه با گاز حامل به آشکارساز ناشی می شود به صورت جریان الکتریکی، آشکارسازی می شود. دمای آشکارساز نیز باید در حدی ثابت نگه داشته شود.
- به طرز کلی متداولترین آشکارسازهای مورد استفاده در کروماتوگرافی گازی عبارتند از:
- الف) آشکارساز هدایت حرارتی (H.W.D. یا T.C.D.)
 - ب) آشکارساز یونیزاسیون شعله ای
 - ج) آشکارساز جذب الکترونی
 ۶. تقویت کننده و ثبت؛ جریان الکتریکی ایجاد شده به وسیله آشکارساز، که از عبور یکی از اجزای نمونه از داخل آن ناشی می شود، پس از تقویت به وسیله تقویت کننده، به صورت اوجهایی روی ثبت ترسیم می شود. مجموعه اوجهای حاصل از اجزای نمونه را کروماتوگرام می نامند که برای تجزیه کیفی و کمی نمونه به کار می رود.
 ۷. جمع کننده نمونه؛ اجزای جدا شده به وسیله کروماتوگراف را در صورت مناسب بودن آشکارساز و ستون می توان در این سیستم به طور خالص جمع آوری کرد.

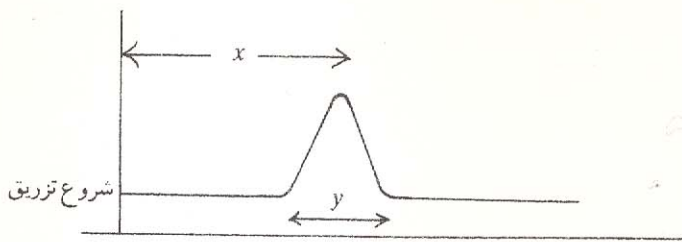
آزمایشهای G.L.C.

۱. پیدا کردن شرایط بهینه برای جداسازی مخلوط هیدروکربنها و شناسایی آنها
- شرایط متغیری که بر جداسازی یک مخلوط در G.L.C با ستون مناسب، مؤثرند عبارتند از دمای ستون و سرعت حرکت گاز حامل، این دو عامل روی ارتفاع معادل سطوح نظری (HETP) و در نتیجه روی سرعت حرکت ماده در ستون مؤثر خواهند بود. هر چه تعداد سطوح نظری بیشتر باشد جداسازی بهتر انجام می شود.

الف) بررسی اثر دما بر R_T و پیدا کردن دمای بهینه برای جداسازی هیدروکربنها.

مخلوطی از هیدروکربنهای زنجیری پنتان، هگزان، هپتان، اکتان و نونان تهیه کنید. ستون مناسب برای جداسازی این هیدروکربنها قبلاً روی دستگاه نصب شده است. دمای ستون را روی 150°C ثابت نگه دارید. سرعت عبور گاز حامل هلیوم را نیز روی دستگاه با استفاده از زمان سنج و شارش سنج صابونی در حدود 30 ml/min ثابت نگه دارید، آشکارساز و ثبت را طبق دستورالعمل مربوطه تنظیم و برای آزمایش آماده سازید.

۱.۱.۵ از مخلوط فوق الذکر را به دستگاه تزریق کنید و کروماتوگرام آن را بگیرید. در صورت ناقص بودن عمل جداسازی در



شکل ۲

این دما، همین آزمایش را در دماهای بالاتر یا پایینتر ستون تا جایی تکرار کنید تا بهترین دما (در همان آهنگ شارش ثابت) برای جداسازی این مخلوط پیدا شود. تأثیر تغییر دما را روی جداسازی و R_T اجزای مخلوط تشریح کنید، علت این تأثیر را، با استفاده از نظریه G.L.C. شرح دهید. بهترین دما برای جداسازی چنین مخلوطی در این ستون کدام است؟

ب) بررسی اثر آهنگ شارش گاز حامل روی R_T و پیدا کردن آهنگ شارش بهینه برای جداسازی هیدروکربنها

در دمای بهینه به دست آمده در آزمایش الف، آهنگ شارش گاز حامل را کم یا زیاد کرده، هر بار دقیقاً اندازه‌گیری کنید و هر بار کروماتوگرام $5\mu l$ از مخلوط آزمایش الف را به دست آورید. منحنی تغییرات HETP را برای هگزان، بر حسب آهنگ شارش رسم کنید. با استفاده از این منحنی، آهنگ شارش بهینه برای جداسازی این مخلوط را پیدا کنید. در محاسبه HETP از معادلات زیر استفاده کنید.

$$HETP = \frac{L}{N}$$

$$N = 16 \left(\frac{x}{y} \right)^2$$

L = طول ستون

N = تعداد سطوح نظری در ستون

ج) تجزیه کیفی مخلوط یک سری مشابه (همولوگ)

در شرایط بهینه به دست آمده در دو آزمایش فوق، با تزریق مخلوط هیدروکربنهای خطی پنتان، هگزان، هپتان، اکتان و نونان و گرفتن کروماتوگرام مربوط، R_T را برای هر یک از اجزای این مخلوط پیدا کنید. با تزریق نمونه‌هایی از هر یک از هیدروکربنها نشان دهید آیا R_T بر اثر مخلوط شدن تغییری پیدا می‌کند یا نه. منحنی تغییرات R_T را بر حسب تعداد کربن رسم کنید. با تزریق $5\mu l$ از نمونه مجهول و تعیین R_T اجزای آن در همان شرایط، از روی منحنی مشخص کنید که نمونه مجهول حاوی کدام یک از هیدروکربنهاست.

۲. تجزیه کمی یک مخلوط

شرایط بهینه را مانند آزمایش ۱، برای جدا کردن مخلوط بنزن-تولوئن و متاکسیلن با ستون مناسب پیدا کنید.

مخلوطهایی (حداقل سه مخلوط) با درصدهای وزنی معین و متفاوت از بنزن، تولوئن و متاکسیلن تهیه کنید و کروماتوگرام هر یک را با تزریق دقیق $5\mu l$ از آنها در شرایط بهینه رسم کنید.

(توجه: برای اطمینان از صحیح بودن مقدار نمونه تزریق شده، از هر نمونه حداقل سه بار تزریق کنید). برای هر یک از اجزا، سطح زیر منحنی را در هر مخلوط به دست آورید و منحنی تغییرات سطح زیر منحنی را بر حسب درصد آن جزء در مخلوط رسم کنید. با تزریق دقیق $5\mu l$ از نمونه مجهول، و اندازه‌گیری سطح زیر اوج مربوط به هر جزء آن از روی منحنیهای مربوط، درصد هر جزء از مخلوط را پیدا کنید.

ضریب وزنی را برای بنزن، تولوئن و m -کسیلن از جداول مربوط به آشکارساز مورد استفاده پیدا کنید و فقط با استفاده از سطح زیر اوج مربوط به هر یک از اجزای مجهول، درصد آن جزء را از این روش نیز به دست آورید. نتایج به دست آمده از دو روش را مقایسه کنید. دلیل اختلاف را شرح دهید.

جدول ۱. ضرایب وزنی T.C. (۱)

ضریب وزنی	ترکیب	ضریب وزنی	ترکیب
۰,۷۴۱	۱,۲- دی متیل پنتان		پارافینهای نرمال
۰,۷۵۰	۵,۳- دی متیل پنتان	۰,۴۵	متان
۰,۷۷۵	۳,۲,۲- تری متیل بوتان	۰,۵۹	اتان
۰,۷۳۵	۲- متیل هگزان	۰,۶۸	پروپان
۰,۷۵۲	۳- متیل هگزان	۰,۶۸	بوتان
۰,۷۶۳	۳- اتیل پنتان	۰,۶۹	پنتان
۰,۷۷۵	۴,۲,۲- تری متیل پنتان	۰,۷۰	هگزان
		۰,۷۰	هپتان
	هیدروکربنهای اشباع نشده	۰,۷۱	اکتان
۰,۵۸۵	اتیلن	۰,۷۲	نونان
۰,۶۵۲	پروپیلن	۰,۷۱	دکان
۰,۶۸۳	ایزوبوتیلن	۰,۷۹	اون دکان
۰,۶۹۷	۱- بوتن	۰,۸۵	ترادکان
۰,۶۵۸	ترانس ۲- بوتن	۰,۷۲	C _{۲۰} تا C _{۳۰}
۰,۶۴۳	سیس ۲- بوتن		
۰,۷۰۷	۳- متیل ۱- بوتن		پارافینهای شاخه دار
۰,۷۰۷	۲- متیل ۱- بوتن	۰,۷۱۰	ایزوبوتان
۰,۷۱۰	۱- پنتن	۰,۷۰۷	ایزوپنتان
۰,۶۷۳	ترانس ۲- پنتن	۰,۷۲۷	نئوپنتان
۰,۷۱۰	سیس ۲- پنتن	۰,۷۴۱	۲,۲- دی متیل بوتان
۰,۷۲۹	۲- متیل ۲- پنتن	۰,۷۴۱	۳,۲- دی متیل بوتان
۰,۷۱	۴,۴,۲- تری متیل ۱- پنتن	۰,۷۱۴	۲- متیل پنتان
۰,۷۶	پروپان دیان	۰,۷۲۵	۳- متیل پنتان
۰,۶۷۴	۳,۱- بوتان دیان	۰,۷۵۲	۲,۲- دی متیل کتون
۰,۹۷	سیکلو پنتا دیان	۰,۷۷۵	۴,۲- دی متیل پنتان

جدول ۱ (ادامه)

ترکیب	ضریب وزنی	ترکیب	ضریب وزنی
هیدروکربنهای اشباع نشده (دنباله)		۴،۱- دی فنیل بنزن	۱،۰۳
ایزوپرن	۰،۷۳۸	تری فنیل متان	۱،۰۵
۱- متیل سیکلوهگزن	۰،۸۳۷	نفتالن	۰،۹۲۳
متیل استیلن	۰،۶۹	تترالین	۰،۹۱۰
دی سیکلوپنتادیان	۱،۷۳	۱- متیل تترالین	۰،۹۲۷
۴- وینیل سیکلوهگزن	۰،۸۳	۱- اتیل تترالین	۰،۹۴۴
سیکلو پنتن	۰،۸۴۴	ترانس-دکالین	۰،۹۲۰
آروماتیکها		سیس-دکالین	۰،۹۱۳
بنزن	۰،۷۸۰	ترکیبات معدنی	
تولوئن	۰،۷۹۴	آرگون	۰،۹۵
اتیل بنزن	۰،۸۲۲	نیتروژن	۰،۶۷
متا-کسلین	۰،۸۱۲	اکسیژن	۰،۸۰
پارا-کسلین	۰،۸۱۲	کربن دیوکسید	۰،۹۱۵
ارتو-کسلین	۰،۸۴۰	کربن مونوکسید	۰،۶۷
ایزوپروپیل بنزن	۰،۸۴۷	کربن تتراکلرید	۱،۴۳
n- پروپیل بنزن	۰،۸۲۶	کربونیل آهن	۱،۳۰
۴،۲،۱- تری متیل بنزن	۰،۸۰۰	(Fe(CO) ₅)	
۳،۲،۱- تری متیل بنزن	۰،۸۰۶	هیدروژن سولفید	۰،۸۹
p- اتیل تولوئن	۰،۸۰۰	آب	۰،۵۵
۵،۳،۱- تری متیل بنزن	۰،۸۰۵	ترکیبات ناچورد	
بوتیل بنزن نوع دوم	۰،۸۴۷	پیرول	۰،۷۸۰
بی فنیل	۰،۹۱۲	هگزیل آمین	۰،۹۷۰
۲،۱- دی فنیل بنزن	۱،۰۶۰	اتیلن اکسید	۰،۷۵۸
۳،۱- دی فنیل بنزن	۱،۰۰	پروپیلن اکسید	۰،۷۳۰

جدول ۱ (ادامه)

ترکیب	ضریب وزنی	ترکیب	ضریب وزنی
ترکیبات ناجوز (دنباله)		ترانس-دکاهیدروکینولین	۱/۱۹
هیدروژن سولفید	۰/۸۹۰	سیس-دکاهیدروکینولین	۱/۱۹
متیل مرکاپتان	۰/۸۱۰	آمونیاک	۰/۴۲
اتیل مرکاپتان	۰/۷۱۳	ترکیبات اکسیژن دار	
۱- پروپان تیول	۰/۷۵۰	کتونها	
تراهیدروفوران	۰/۸۷۰	استون	۰/۶۸
تیوفان (سولفید حلقوی)	۰/۸۵۵	متیل اتیل کتون	۰/۷۴
اتیل سیلیکات	۰/۹۹۵	دی اتیل کتون (۳-پنتانول)	۰/۷۸
استالدهید	۰/۶۸۰	۳- هگزانون	۰/۸۱
سلوسولو	۰/۸۴۰	۲- هگزانون	۰/۷۷
ترکیبات نینروژن دار		۳،۳- دی متیل ۲- بوتانون	۰/۹۷
n- بوتیل آمین	۰/۶۴	متیل- n- آمیل کتون	۰/۸۶
n- پنتیل آمین	۰/۵۷	متیل- n- هگزیل کتون	۰/۸۷
پیرول	۰/۷۸	سیکلوپنتانون	۰/۷۹
پیرولین	۰/۸۳	سیکلو هگزانون	۰/۷۸۵
پیرولیدین	۰/۷۸	۲- نونانون	۰/۸۴
پیریدین	۰/۷۹	متیل ایزوبوتیل کتون	۰/۸۶
۶،۵،۲،۱- تراهیدروپیریدین	۰/۸۱	متیل ایزوآمیل کتون	۰/۸۳
پیریدین	۰/۸۳	الکلها	
آکریلونیتریل	۰/۶۸	متانول	۰/۵۸
پروپیونتریل	۰/۶۵	اتانول	۰/۶۴
n- بوتیرونتریل	۰/۶۶	n- پروپانول	۰/۷۲
آنیلین	۰/۸۲	ایزوپروپانول	۰/۷۱
کینولین	۰/۶۷	n- بوتانول	۰/۷۸

جدول ۱ (ادامه)

ضریب وزنی	ترکیب	ضریب وزنی	ترکیب
۰,۸۴	ایزوپروپیل استات		الکلها (دنباله)
۰,۸۶	n- بوتیل استات	۰,۷۷	ایزوبوتانول
۰,۸۹	n- آمیل استات	۰,۷۶	بوتانول نوع دوم
۰,۹۰	ایزو آمیل استات	۰,۷۷	بوتانول نوع سوم
۰,۹۳	n- هپتیل استات	۰,۸۰	۳- متیل ۱- پنتانول
	اترها	۰,۸۰	۲- پنتانول
۰,۶۷	دی اتیل اتر	۰,۸۱	۳- پنتانول
۰,۷۹	دی ایزوپروپیل اتر	۰,۸۳	۲- متیل ۲- بوتانول
۰,۷۸	دی- n- پروپیل اتر	۰,۸۷	n- هگزانول
۰,۷۹	اتیل- n- بوتیل اتر	۰,۸۰	۳- هگزانول
۰,۸۱	دی- n- بوتیل اتر	۰,۷۷	۲- هگزانول
۰,۸۶	دی- n- آمیل اتر	۰,۹۱	n- هپتانول
	دیولها	۰,۸۶	۵- دکانول
۰,۹۳	۵,۲- هگزان دیول	۰,۹۳	۲- ددکانول
۰,۹۸	۶,۱- هگزان دیول	۰,۷۹	سیکلوپنتانول
۱,۶۲	۱۰,۱- دکان دیول	۰,۸۹	سیکلو هگزانول
۱,۵۸	۱۲,۱- دکان دیول		استاتها
۱,۸۰	C _{۱۴} دیول (از الکل C _{۱۴} نوع دوم)	۰,۷۹	اتیل استات

نورسنجی شعله‌ای

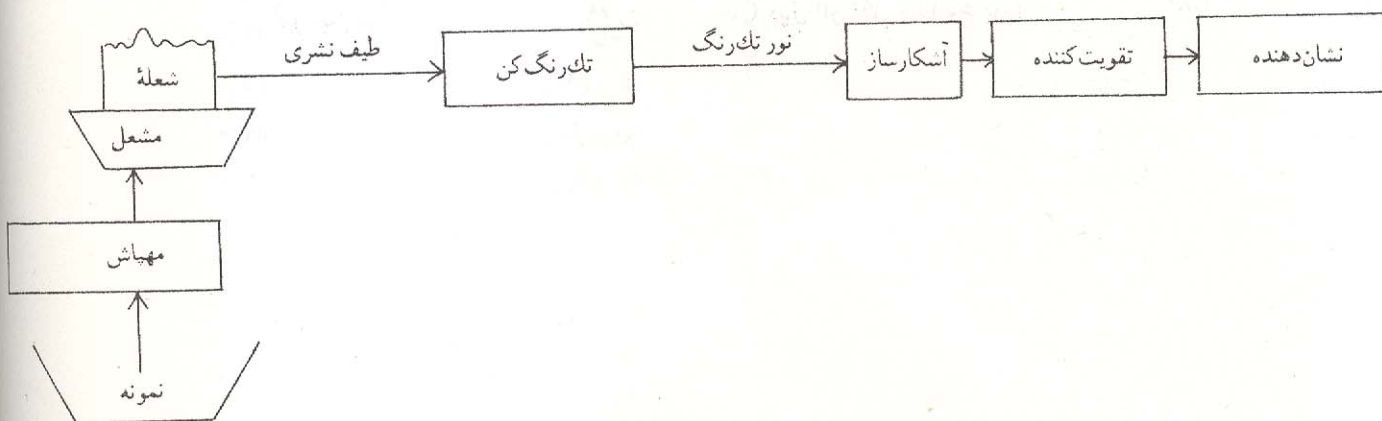
در این روش خاص از انواع روشهای طیف‌نمایی (اسپکتروسکوپی) نشری از شعله بدین منظور استفاده می‌شود که گذشته از اینکه نمونه مورد نظر را خشک و تجزیه کرده، به صورت بخار اتمی در می‌آورد، انرژی آن بخار اتمی حاصل را برانگیخته، الکترون آخرین مدار آن را به تراز انرژی بالاتری می‌برد. بخار اتمی برانگیخته در برگشت به حالت پایه ۱ طیفی از خود منتشر می‌سازد که در این روش طیف‌نمایی مطالعه می‌شود.

از روش نورسنجی شعله‌ای، به دلیل محدودیت انرژی شعله و محدودیتهای شیمیایی، اغلب برای شناسایی و اندازه‌گیری فلزات قلیایی و قلیایی خاکی و بعضی از عناصر که انرژی برانگیخته شدن آنها کم است استفاده می‌شود. شعله‌های مورد استفاده برای این گونه تجزیه‌ها به نوع عنصر و نوع نمونه بستگی دارند و متداولترین آنها مخلوطی از هوا-بوتان، هوا-استیلن، اکسیدنیتر-استیلن هستند. حدود طول موج مورد استفاده در این گونه دستگاهها در ناحیه مرئی و فرابنفش است و آشکارسازها غالباً از نوع فتوتیوب یا فتومولتی پلایر هستند.

شمای کلی یک دستگاه فتومتر شعله‌ای به صورت شکل ۳ است.

برای اندازه‌گیری مقدار یک عنصر با نورسنج شعله‌ای معمولاً از یکی از دو روش تحلیلی زیر استفاده می‌کنند.

الف) رسم نمودار درجه‌بندی- در این روش یک سری محلول استاندارد با غلظتهای معین از عنصر مورد نظر تهیه می‌کنند (حداقل چهار محلول) و نشر آنها را همراه با نشر محلول نمونه به دست می‌آورند؛ نمودار تغییرات نشر بر حسب غلظت عنصر مورد نظر را رسم می‌کنند؛ معمولاً در شرایط ثابت بهینه و در محدوده‌ای از غلظت، این نمودار خطی است. با اندازه‌گیری نشر محلول مجهول و با استفاده از نمودار درجه‌بندی فوق مقدار عنصر را به دست می‌آورند.



شکل ۳

ب) روش افزایش استاندارد در این روش محلول مجهول را به چند قسمت مساوی تقسیم می‌کنند و به هر قسمت مقدار معینی از محلول استاندارد همان عنصر را می‌افزایند و محلول را به حجم معینی می‌رسانند. نشر محلولها را به دست آورده، نمودار تغییرات نشر را بر حسب مقدار (یا غلظت) استاندارد اضافه شده ترسیم می‌کنند. این نمودار خطی است ولی از مبدأ مختصات نمی‌گذرد، امتداد آن محور x ها را در نقطه‌ای قطع می‌کند که اختلافش با مبدأ صفر مقدار (یا غلظت) مجهول خواهد بود. از این روش بیشتر در حالت‌هایی استفاده می‌شود که ترکیبهای مزاحمی در محیط وجود داشته باشد و نتوان محلولهای استاندارد را هم شرایط با نمونه تهیه کرد.

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

روش استاندارد در محلولها

آزمایش نورسنجی شعله‌ای اندازه‌گیری مقدار سدیم و پتاسیم در سیمان

۱. محلولهای زیر را تهیه کنید:

الف) محلول سدیم استاندارد غلیظ ($10 \text{ mg Na}^+/\text{mL}$) - که با حل کردن سدیم کلرید خالص در آب تهیه می‌شود.

ب) محلول پتاسیم استاندارد غلیظ ($10 \text{ mg K}^+/\text{L}$) - که با حل کردن پتاسیم کلرید خالص در آب تهیه می‌شود.

ج) محلول Ca^{2+} غلیظ ($5 \text{ mg Ca}^{2+}/\text{L}$) - این محلول را با حل کردن CaCl_2 در آب تهیه کنید.

۲. حدود 0.5 گرم از نمونه سیمان را دقیقاً توزین کنید و با استفاده از حمام بخار و هیدروکلریک اسید غلیظ، آن را در بشر 100 میلی لیتری حل کنید تا تمام سیمان (به استثنای SiO_2 آن) حل شود. محتویات بشر را پس از صاف کردن با کاغذ صافی در بالن ژوژه 250 میلی لیتری به حجم برسانید.

۳. 5 بالن ژوژه 100 میلی لیتری را بردارید و در هر یک 25 میلی لیتر از محلول Ca^{2+} بریزید. سپس به بالنهای ژوژه به ترتیب 5 ، 10 ، 15 و 20 میلی لیتر از محلول استاندارد غلیظ سدیم بیفزایید و آنها را به حجم برسانید.

۴. دستگاه نورسنج شعله‌ای و مشعل آنرا طبق دستورالعمل مربوط به دستگاه روشن کنید و حدود 10 دقیقه صبر کنید تا مشعل به دمای ثابت برسد.

توجه: در تمام مدت روشن بودن مشعل در دستگاههای شعله‌ای، حتماً بایستی مرتباً آب مقطر به دستگاه داده شود.

۵. دستگاه را با محلول شاهد روی صفر تنظیم کنید. غلیظترین محلول استاندارد سدیم را به دستگاه بدهید و با تغییر تک‌رنگ کن دستگاه در حدود طول موج 589 nm ، طول موج ماکزیمم نشر را پیدا کنید. در تمام طول تجزیه سدیم باید این طول موج ثابت نگه داشته شود. حال متغیرهای دیگر دستگاه را هم با استفاده از محلولهای استاندارد و نمونه در شرایط بهینه برای این تجزیه قرار دهید، به طوری که شدت نشر نمونه و محلولهای استاندارد در حدود 20 تا 70

باشد) در صورتی که نمونه غلیظ بود آن را به میزان معین رقیق کنید. شدت نشر محلولهای استاندارد و نمونه را در این شرایط اندازه‌گیری کنید).

۶. منحنی تغییرات شدت نشر بر حسب ppm سدیم را رسم کنید و با استفاده از آن، از روی مقدار نشر محلول نمونه، غلظت آن را به دست آورید. درصد سدیم را با استفاده از این نتیجه در نمونه سیمان محاسبه و گزارش کنید.

۷. مراحل ۳ تا ۶ را برای اندازه‌گیری پتاسیم، عیناً و در حدود طول موج 767nm می‌توان انجام داد.

حل مسئله زیر را نیز به پیوست گزارش کار نورسنجی شعله‌ای تحویل دهید.

در اندازه‌گیری Ca^{2+} در یک نمونه آب، در هر یک از شش بالن ژوژه 50° میلی لیتری، 25 میلی لیتر از نمونه مورد تجزیه ریختیم و به آنها مقادیر متفاوت و معینی از نمونه استاندارد همان عنصر افزودیم. مقدار نشر آنها را در طول موج $422,7\text{nm}$ با استفاده از نورسنج شعله‌ای اندازه گرفتیم. جدول زیر به دست آمد:

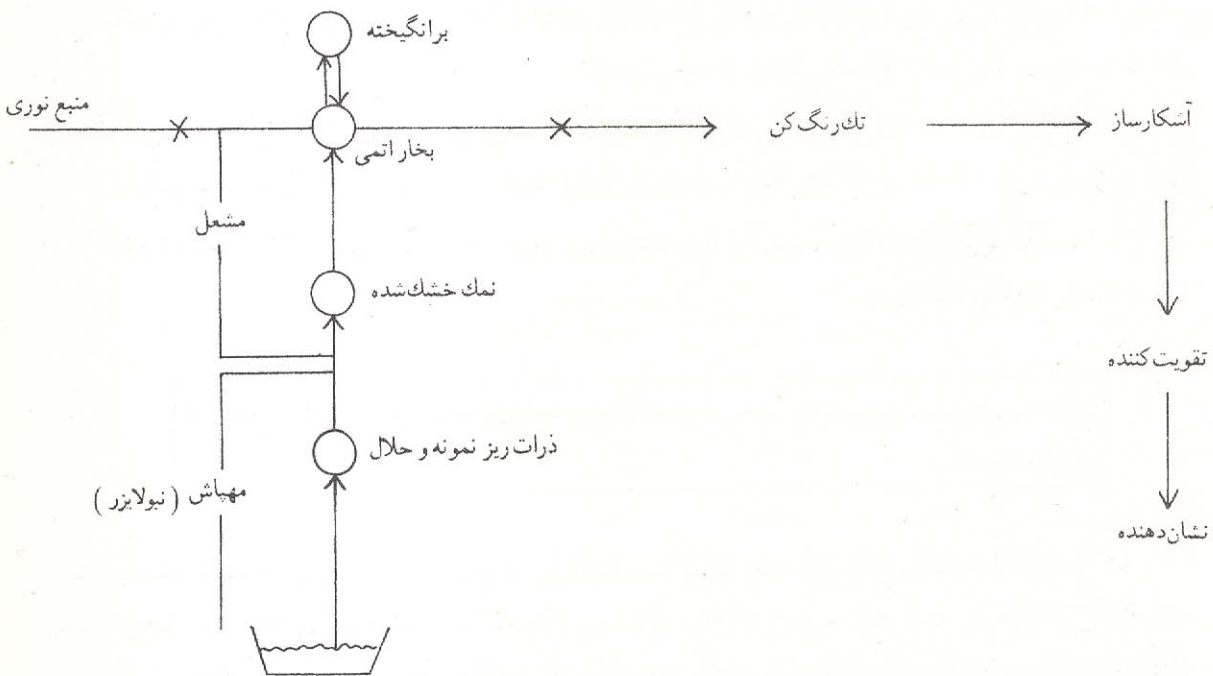
شماره بالن ژوژه	میلی گرم Ca^{2+} افزوده شده	مقدار نشر خوانده شده
۱	۰	۲۵
۲	۱۰	۳۰
۳	۲۰	۳۶
۴	۳۰	۴۲
۵	۴۰	۴۸
۶	۵۰	۵۴

غلظت Ca^{2+} را در نمونه آب بر حسب ppm به دست آورید.

طیف‌نمایی جذب اتمی

یکی از انواع طیف‌نمایی جذبی روش طیف‌نمایی جذب اتمی است، در این روش طیف جذبی مربوط به بخار اتمی فلزات مطالعه می‌شود. به منظور به دست آوردن طیف جذبی آنها از دستگاهی استفاده می‌شود که شمای کار آن به صورت شکل ۴ است.

به طوری که دیده می‌شود محلول مورد آزمایش به وسیله مهپاش به ذرات ریز تبدیل شده، سپس وارد مشعل می‌شود تا به بخار اتمی تبدیل شود. این بخار اتمی در مسیر نور مناسب تابیده شده از منبع نوری قرار می‌گیرد. در این دستگاه، منبع نوری که نور به خصوص قابل جذب به وسیله عنصر مورد نظر را بدهد لامپ با کاتد فلزی از عنصر مورد نظر است. این لامپ درست همان طیفی را می‌دهد که همان عنصر در حالت بخار اتمی می‌تواند جذب کند. نور تابیده شده از این لامپ پس از عبور از داخل شعله به دستگاه جداکننده طول موج (تک رنگ کن) می‌رود. تک‌رنگ‌کنها در این دستگاهها معمولاً از نوع شبکه هستند. نور تک‌رنگ مورد نظر از مجموعه نور ورودی به تک‌رنگ کن به وسیله این قسمت جدا شده، به آشکارساز تابیده می‌شود. آشکارساز این نوع دستگاهها از نوع فتومولتی پلایر است.



شکل ۴

آشکارساز نور تابیده شده را به صورت یک جریان الکتریکی نشان می‌دهد. این جریان پس از تقویت به وسیله تقویت کننده، روی سیستم نشان دهنده ظاهر می‌شود. مقدار درصد جذب نور به وسیله نمونه در شعله ثابت با غلظت نمونه رابطه‌ای به صورت زیر دارد

$$A = k.C.$$

که $A =$ جذب کنندگی $= -\log \frac{I_t}{I_0}$

$C =$ غلظت

$k =$ ثابت

با استفاده از این روابط و یکی از دو روش رسم منحنی استاندارد یا روش افزایش استاندارد می‌توان از روش طیف‌نمایی جذب اتمی برای تجزیه کاتیونها در سیستمهای محلول استفاده کرد.

طیف‌نمایی جذب اتمی بدون شعله

در این روش به جای اینکه از شعله و مهپاش برای تولید بخار اتمی استفاده شود، از یک سلول گرافیتی که با عبور جریان الکتریسیته گرم می‌شود استفاده می‌کنند.

نمونه مورد تجزیه را به صورت جامد یا مایع در این سلول قرار می‌دهند و ولتاژی برقرار می‌کنند، که باعث گرم شدن آن می‌شود. در چنین سیستمی معمولاً برای رسیدن نمونه به حالت بخار اتمی، سه مرحله متوالی طی می‌شود:

۱. خشک شدن

۲. خاکستر شدن

۳. تبدیل به بخار اتمی

باید این سه مرحله را با تنظیم ولتاژ و زمان هر مرحله، به خوبی از یکدیگر جدا کرد تا بتوان جذب مربوط به مرحله سوم را که مرحله اصلی است به دست آورد. مقدار نمونه لازم در چنین سیستمی در حدود میکرولیتر از نمونه مایع یا میلی‌گرم از نمونه جامد است.

آزمایشهای جذب اتمی

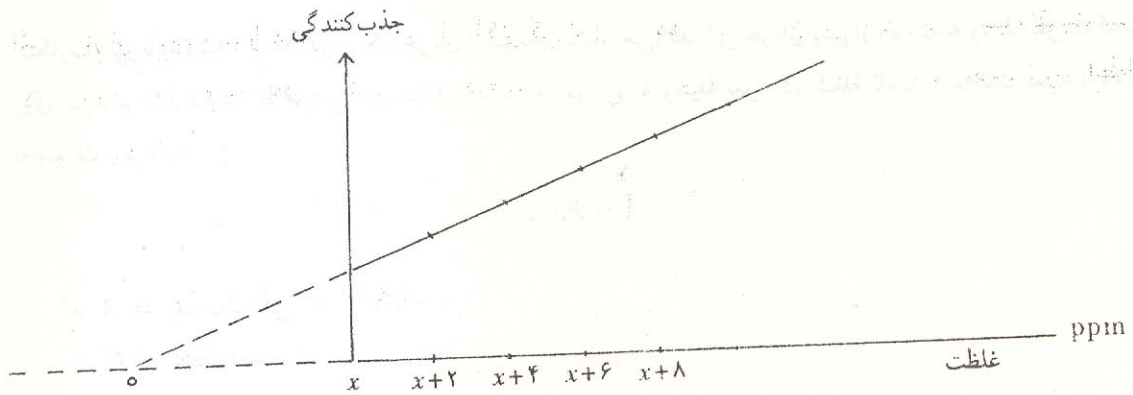
آزمایش ۱. اندازه‌گیری Cu به روش افزایش استاندارد

برتری این روش بر روش ساده اندازه‌گیری، هم شرایط بودن محلولها در تجزیه و حذف مزاحمتهای شیمیایی است.

روش آزمایش

نمونه مجهول را در ۲۰ میلی لیتر نیتریک اسید حل کنید و در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری به حجم برسانید. محلول استاندارد Cu^{2+} ۱۰۰ ppm را با حل کردن ۱۰۰ mg از فلز Cu در اسید نیتریک و رساندن به حجم ۱ لیتر تهیه کنید. حال در پنج بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری ۱۰٪ میلی لیتر از نمونه بریزید. به ترتیب در این بالنها، ۲، ۴، ۶ و ۸ میلی لیتر از محلول استاندارد مس تهیه شده (۱۰۰ ppm) اضافه کنید و بالن ژوژه را به حجم برسانید. جذب محلولها را در شرایط مناسب اندازه‌گیری Cu، با استفاده از شعله هوا-استیلن و بالامپ Cu اندازه‌گیری کنید.

برای پیدا کردن غلظت و مقدار Cu مجهول، اگر مقدار آن x mg فرض شود غلظت آن در محلول تهیه شده $10x \mu g/m$ و یا $10x$ ppm است. غلظت پنج محلول تهیه شده به ترتیب برابر خواهد بود با:



شکل ۵

غلظت Cu بر حسب ppm شمارهٔ محلول

۱	x
۲	$x + 2$
۳	$x + 4$
۴	$x + 6$
۵	$x + 8$

چرا؟

با رسم نمودار جذب کنندگی بر حسب غلظت به صورت شکل ۵ می‌توان مقدار Cu را به دست آورد.

آزمایش ۲. تعیین مقدار مس و نیکل در مخلوط آنها

ابتدا دو محلول یکی 100 ppm Cu^{2+} و دیگری 100 ppm Ni^{2+} را با حل کردن فلز آنها در نیتریک اسید و به حجم رساندن تهیه کنید. حال پنج محلول زیر را با افزودن مقادیری لازم از دو محلول فوق به یکدیگر و رقیق کردن تهیه کنید.

۱. $(2 \text{ ppm Ni}^{2+} + 10 \text{ ppm Cu}^{2+})$
۲. $(4 \text{ ppm Ni}^{2+} + 8 \text{ ppm Cu}^{2+})$
۳. $(6 \text{ ppm Ni}^{2+} + 6 \text{ ppm Cu}^{2+})$
۴. $(8 \text{ ppm Ni}^{2+} + 4 \text{ ppm Cu}^{2+})$
۵. $(10 \text{ ppm Ni}^{2+} + 2 \text{ ppm Cu}^{2+})$

مقدار معینی از نمونهٔ مجهول را در اسید نیتریک حل کنید و به حجم برسانید. حال مقدار جذب کنندگی این پنج محلول و محلول مجهول را، یکبار با استفاده از لامپ Cu و در شرایط تجزیهٔ Cu، و یکبار با استفاده از لامپ Ni و در شرایط تجزیهٔ Ni اندازه‌گیری کنید و با رسم نمودارهای استاندارد جداگانه برای هر یک، مقدار درصد Cu و Ni را در نمونهٔ مجهول پیدا کنید. چگونه می‌توان از روی نمودارهای مربوط مشخص کرد که آیا این دو کاتیون مزاحم یکدیگرند یا نه؟

آزمایش ۳. اثر فشار گاز سوخت

دستگاه را برای اندازه‌گیری Ca^{2+} تنظیم کنید. محلول 4 ppm Ca^{2+} را با استفاده از محلول 100 ppm Ca^{2+} تهیه کنید. حال جذب کنندگی این محلول را در شرایط مساوی، فقط با تغییر فشار گاز استیلن به فواصل 1 lb/in^2 بخوانید و منحنی تغییرات آن را رسم کنید. این تغییرات را به کمک مکانیسم شعله توجیه کنید.

آزمایش ۴. اثر حلال

یک سری محلول استاندارد شامل $4 \mu\text{g} / \text{mL}$ کلسیم، به ترتیب در حلالهای زیر تهیه کنید.

۱. در آب مقطر $4 \mu\text{g} / \text{mL}$ Ca^{2+}

۲. در ۳۰٪ اتانول $4 \mu\text{g} / \text{mL}$ Ca^{2+}

۳. در ۶۰٪ اتانول $4 \mu\text{g} / \text{mL}$ Ca^{2+}

۴. در ۸۰٪ اتانول $4 \mu\text{g} / \text{mL}$ Ca^{2+}

دستگاه را برای اندازه‌گیری Ca^{2+} تنظیم کرده، با آب مقطر صفر کنید. جذب‌کنندگی محلولهای اخیر را بخوانید و منحنی تغییرات جذب بر حسب درصد اتانول را رسم کنید. دلیل این تغییرات را شرح دهید.

آزمایش ۵. اندازه‌گیری مقدار سرب موجود در آب شهر به روش بدون شعله

با استفاده از محلول ۱۰۰ ppm از Pb^{2+} که با انحلال سرب در نیتریک اسید تهیه می‌شود، چهار محلول با غلظت در حدود ۲ تا ۱۰ PPb سرب تهیه کنید. با تزریق $5 \mu\text{L}$ از یکی از محلولهای استاندارد، شرایط بهینه دستگاه (تغییر ولتاژ و زمان) را که شامل مراحل خشک شدن، خاکستر شدن و بخار اتمی شدن است پیدا کنید. در این شرایط با تزریق مقدار ثابتی از هر یک از نمونه‌های استاندارد و نمونه آب شهر اوجهای مربوط به محلولها را تعیین کنید و از روی اوج مربوط به مرحله سوم، از طریق اندازه‌گیری جذب‌کنندگی محلولها و رسم منحنی استاندارد، مقدار سرب موجود در آب شهر را اندازه‌گیری و گزارش کنید.

منبع انرژی مناسب برای این گستره طول موج یکی از سیستمهای حرارتی زیر است:

رشته نرنست (Ce, Zr توریم اکسید) گلوبار (SiC)

سیستمهای نوری (عدسی، آینه، منشور و تک رنگ کن) و سلول نمونه در این دستگاه معمولاً از جنس بلورهای CaF_2 ، KBr یا NaCl است. آشکارساز مورد استفاده در این سیستم از نوع آشکارساز حرارتی (ترموکوپل، تابش سنج) است.

I.R. آزمایشهای

۱. تجزیه کیفی: جسم مورد نظر برای تجزیه کیفی را به صورت نمونه قابل استفاده در طیف‌نمایی IR در آورید و طیف آن را بگیرید. به کمک فرمول بسته جسم، ترکیبهای منطبق با این فرمول بسته را مشخص کنید. به کمک جدول پیوست، ساختمانی را که منطبق با طیف IR گرفته شده است انتخاب کرده، با ذکر دلیل ترکیب مجهول را مشخص کنید (از طیفهای مرجع موجود در منابع نیز کمک بگیرید).

۲. تجزیه کمی: این آزمایش را به منظور تعیین ارتو و متازایلن در مخلوط آنها، به روش زیر انجام دهید؛ محلولهای زیر را تهیه کنید:

① یک میلی‌لیتر از متازایلن را در یک بالن ژوژه 10° میلی‌لیتری به کمک CCl_4 به حجم برسانید.

② دو میلی‌لیتر متازایلن را در یک بالن ژوژه 10° میلی‌لیتری به کمک CCl_4 به حجم برسانید.

③ سه میلی‌لیتر متازایلن را در یک بالن ژوژه 10° میلی‌لیتری به کمک CCl_4 به حجم برسانید.

④ یک میلی‌لیتر ارتو زایلن را در یک بالن ژوژه 10° میلی‌لیتری به کمک CCl_4 به حجم برسانید.

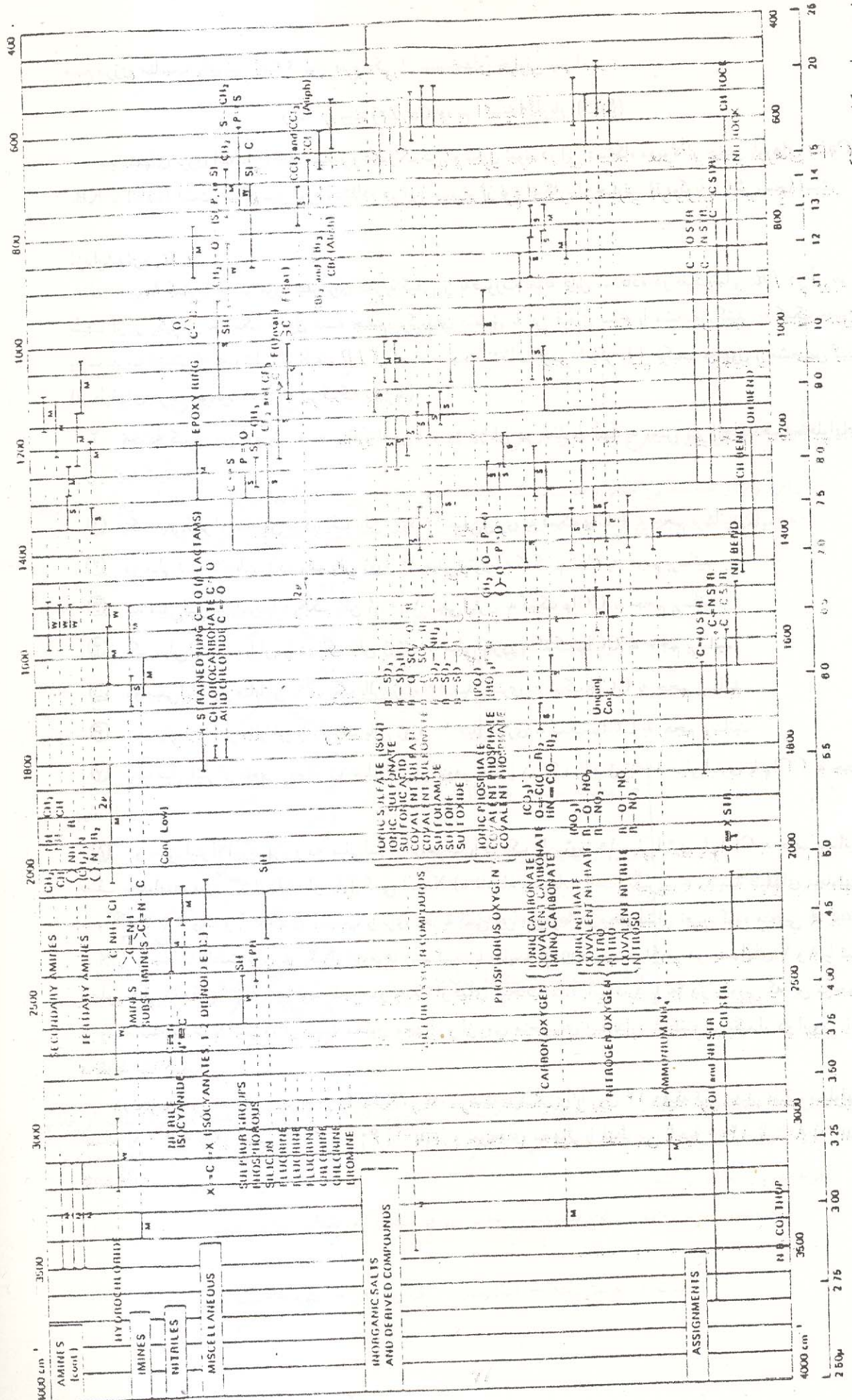
⑤ دو میلی‌لیتر ارتو متازایلن را در یک بالن ژوژه 10° میلی‌لیتری به کمک CCl_4 به حجم برسانید.

⑥ سه میلی‌لیتر ارتو متازایلن را در یک بالن ژوژه 10° میلی‌لیتری به کمک CCl_4 به حجم برسانید.

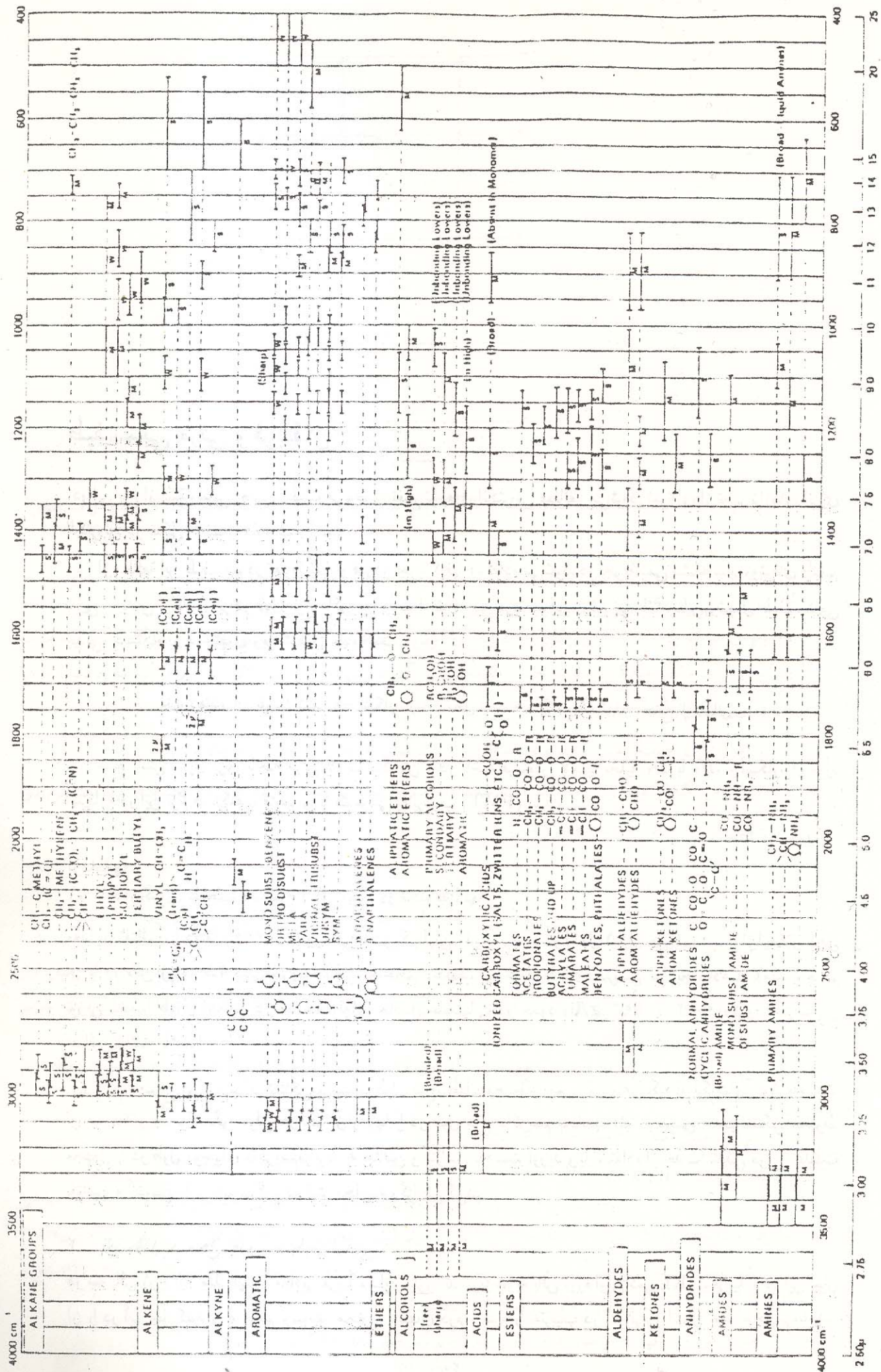
⑦ یک میلی‌لیتر از ایزومر ارتو و سه میلی‌لیتر از ایزومر متا را در یک بالن ژوژه 10° میلی‌لیتری با CCl_4 به حجم برسانید.

⑧ دو میلی‌لیتر از ایزومر ارتو و دو میلی‌لیتر از ایزومر متا را در یک بالن ژوژه 10° میلی‌لیتری با CCl_4 به حجم برسانید. طیف محلولهای فوق را با استفاده از سلول کمی NaCl (با فاصله صفحات ثابت) بگیرید. با مقایسه طیفهای محلولهای ۱ و ۲ و ۳ با ۴ و ۵ و ۶ اوجهای مناسب را برای تجزیه کمی این ایزومرها در مخلوطشان تعیین کرده منحنی $\log \frac{I_0}{I}$ یا $T\%$ را بر حسب غلظت برای هر یک از ایزومرها رسم کنید. با مقایسه $\log \frac{I_0}{I}$ برای هر ایزومر در محلولهای ۷ و ۸ با شش محلول قبلی، تحقیق کنید آیا مخلوط شدن در جذب اوجهای انتخاب شده تأثیر دارد یا نه؟ در صورتی که این مزاحمت وجود نداشته باشد، با استفاده از طیف محلول مجهول و از روی منحنیهای استاندارد غلظت هر یک از دو ایزومر را در مخلوط پیدا کنید.

در تجزیه کمی، به دلیل نیاز به درجه تفکیک زیاد، سرعت طیف‌گیری را روی ۱۲ دقیقه قرار دهید. طیف محلولهای استاندارد ۱ تا ۸ را در گستره 4000 تا 600 (cm^{-1}) و نمونه‌های مجهول را فقط بین ناحیه 1200 تا 800 (cm^{-1}) جارو کنید.



N. B. Colthup. *J. Optical Soc. Am.*, 40, 397 (1950). برگرفته از: مشخصه‌های فرکانسهای گروه‌های فرسوخ.



طیف‌نمایی مرئی و فرابنفش

در این نوع از طیف‌نمایی جذبی، طیف مربوط به تغییر ترازهای الکترونی مطالعه می‌شود. نمونه‌ای از تغییر ترازهای انرژی الکترونها در شکل ۶ نشان داده شده است.

از مطالعه این طیف هم در تجزیه کمی و هم در تجزیه کیفی استفاده می‌شود. در تجزیه کمی مشابه سایر روشهای طیف‌نمایی جذبی از قانون بیر در طول موج ماکزیم جذب استفاده می‌شود. در این روش نیز مانند سایر روشهای طیف‌سنجی جذبی، دستگاه از قسمتهای زیر تشکیل شده است:

نشان‌دهنده → تقویت‌کننده → آشکارساز → محل نمونه → تک رنگ کن → منبع تابش انرژی

منبع تابش انرژی برای ناحیه مرئی لامپ تنگستن و در ناحیه فرابنفش لامپ تخلیه D_2 یا H_2 ، و آشکارساز مورد استفاده در این نوع دستگاهها فتوتیوب یا فتومولتی پلایرتیوب (PMT) است.

آزمایشها

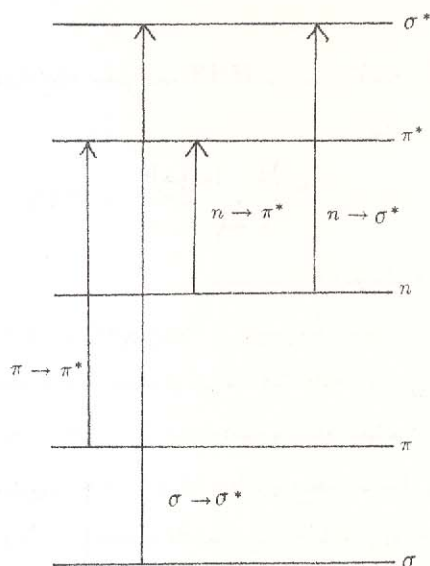
۱. اندازه‌گیری غلظت نفتالین و آنتراسن در مخلوط آنها

مقداری نفتالین را دقیقاً (۰/۰۰۰۰) وزن کرده، در یک ارلن مایر بریزید و در اتانول ۹۵٪ حل کنید. پس از انحلال کامل آن را در بالن ژوژه ۲۵۰ میلی‌لیتری با الکل به حجم برسانید. این عمل را برای آنتراسن نیز انجام دهید. (مقدار جسم توزین شده را طوری انتخاب کنید که محلولهای حاصل غلظتهایی در حدود $0.02 - 0.04 \text{ g/L}$ برای آنتراسن و نفتالین داشته باشند).

با رسم منحنی تغییرات جذب‌کنندگی برحسب طول موج، طول موج ماکزیم را برای هر یک از ترکیبهای فوق به دست آورید. مقدار جذب‌کنندگی مولی هر یک از ترکیبها را در طول موج ماکزیم محاسبه کنید و سپس جذب‌کنندگی مخلوط مجهول را در طول موجهای ماکزیم مربوط به نفتالین و آنتراسن به دست آورید و با استفاده از جذب‌کنندگی مولی، غلظت نفتالین و آنتراسن را بر حسب گرم در لیتر محاسبه و گزارش کنید.

۲. اثر حلال بر محل جذب در طیف‌نمایی

در سه بالن ژوژه ۲۵۰ میلی‌لیتری مقادیر تقریباً مساوی بلورید بریزید. به بالن ژوژه اولی کمی KI بیفزایید و در این حال آن را در آب حل کنید و به حجم برسانید. محتوی بالنهای دوم و سوم را به ترتیب در کلروفرم و اتانول به حجم برسانید.



شکل ۶

طیف جذبی محلولهای حاصل را با طیف سنج UV-Vis بگیرید و با یکدیگر مقایسه کنید؛ علت اختلاف اوجها را مشخص کنید.

۳. اندازه‌گیری Ni^{2+} و CO^{2+} در مخلوط آنها

محلولهای استاندارد یون کبالت و نیکل را با غلظتهای مولی مشخص، از طریق انحلال فلزات در نیتریک اسید و به حجم رسانیدن با آب مقطر تهیه کنید. طیف جذبی دو محلول را بگیرید و λ_{max} و جذب ماکزیمم را برای آنها معین کنید. آیا دو یون مذکور مزاحم یکدیگرند؟

با اندازه‌گیری جذب‌کنندگی محلولهای استاندارد جذب مولی هر یک از یونها را به دست آورید.

جذب هر یک از یونها را در مخلوط داده شده به دست آورید و غلظت CO و Ni را در مخلوط، برحسب گرم در لیتر و میلی‌گرم در 5° میلی‌لیتر به دست آورید.

۴. اندازه‌گیری تعداد لیگاندها در کمپلکس Fe(III) با یون SCN^- (به روش نسبت مولی)

محلولهای زیر را تهیه کنید:

- الف) محلول استاندارد Fe(III) را با غلظت $1 \times 10^{-2} \text{ M}$ با حل کردن پودر آهن به مقدار لازم در 10° تا 15° میلی‌لیتر HCl غلیظ و 5° میلی‌لیتر نیتریک اسید غلیظ (در مرحله دوم برای تبدیل تمامی آهن به Fe^{3+}) تهیه کنید و به حجم برسانید.
- ب) محلول استاندارد تیوسانات ($1 \times 10^{-2} \text{ M}$) را با انحلال مقدار مناسب NH_4SCN در آب و به حجم رساندن آن تهیه کنید.

ج) محلول آب برم اشباع یا آب اکسیژنه.

د) محلول NaOH و HCl غلیظ.

هشت بشر 10° میلی‌لیتری انتخاب کنید و در هر کدام 5° میلی‌لیتر از محلول استاندارد Fe(III) بریزید و به این بشرها به ترتیب 2.5° ، 5° ، 7.5° ، 10° ، 15° ، 20° ، 30° و 40° میلی‌لیتر از محلول SCN^- اضافه کنید. به هر کدام از بشرها 30° میلی‌لیتر استن و یک میلی‌لیتر آب برم یا آب اکسیژنه بیفزایید و با آب مقطر به حجم 95 cc برسانید. به کمک pH سنج و با استفاده از سود یا اسید pH محلول را روی 1.5 تنظیم کنید.

جذب این محلولها را در طول موج جذب ماکزیمم کمپلکس 480 nm اندازه‌گیری کنید.

طیف‌نمایی تشدید مغناطیسی هسته (N.M.R.)

هر ذره باردار که حول محور خود می‌چرخد یک گشتاور مغناطیسی (μ) دارد که میدانی مغناطیسی تولید می‌کند. اگر این مغناطیس کوچک در یک میدان مغناطیسی بزرگ واقع شود یا در جهت میدان قرار خواهد گرفت، یا در خلاف جهت آن، و به این ترتیب دارای دو تراز انرژی متفاوت می‌شود. برای برانگیختن آن دسته از ذرات که در این میدان در تراز انرژی پایتتر قرار گرفته‌اند و رساندن آنها به تراز انرژی بالاتر، به مقداری انرژی نیاز است.

طیف‌نمایی N.M.R. نیز بر پایه همین نظریه بنا شده است. اغلب هسته‌هایی که تعداد پروتونهای آنها فرد است و عدد اسپین $\frac{1}{2}$ دارند در یک میدان مغناطیسی قوی در تراز پایتتر انرژی قرار می‌گیرند و برای برانگیختن آنها احتیاج به انرژی با طول موج رادیویی است. عمل انتقال بین این دو تراز را تشدید، و در مورد هسته، تشدید مغناطیسی هسته می‌نامند. فرکانس و انرژی لازم برای این تشدید از رابطه زیر به دست می‌آید:

$$\Delta E = h\nu = -\mu \frac{H}{I}$$

μ = گشتاور مغناطیسی هسته

H = شدت میدان

I = عدد اسپین هسته

واضح است که اگر تشدید هسته نوع خاصی از آنها (مثلاً H) در نظر باشد مقدار ثابت خواهد بود. در این صورت چنانچه در یک مولکول هسته‌هایی با گشتاورهای مغناطیسی متفاوت داشته باشیم، این هسته‌ها در یک میدان مغناطیسی ثابت H در فرکانسهای متفاوتی به حالت تشدید درمی‌آیند. در عمل ساده‌ترین این است که برای انجام مطالعه فوق، فرکانس را ثابت نگه داریم و میدان را تغییر دهیم. با تغییر میدان طیف NMR به دست می‌آید.

در طیف NMR محل جذب (تشدید) مشخص کننده ماهیت شیمیایی هسته‌هاست. با استفاده از طیف NMR هیدروژن در مولکولهای آلی، از روی محل جذب پروتونهای مختلف می‌توان به چگالی الکترونی این هیدروژنها و در نتیجه به کیفیت بند بین هیدروژنهای مختلف و سایر آنها در مولکول پی‌برد.

معمولاً طیف NMR را نسبت به یک جسم استاندارد می‌سنجند. جسم استاندارد در N.M.R. هیدروژن تترامتیل سیلان (T.M.S) است که در آن چگالی الکترونی روی هیدروژنها ماکزیم بوده، لختی هسته هیدروژن آن کمتر است. در نتیجه انرژی لازم برای تشدید هسته هیدروژنهای آن ماکزیم است. اختلاف محل جذب (تشدید) هر هیدروژن با محل جذب هیدروژنهای مرجع (TMS) جابه‌جایی شیمیایی نامیده می‌شود که از مشخصات هر هیدروژن با چگالی

الکترونی معین است. طیفهای NMR معمولاً برحسب PPM مدرج اند. جابه‌جاییهای شیمیایی را نیز برحسب PPM نشان می‌دهند و با فرمول زیر محاسبه می‌کنند:

$$\text{PPM} = \frac{\nu(\text{نمونه}) - \nu(\text{مرجع})}{\nu(\text{مرجع})} \times 10^6$$

که ν فرکانس مربوط به موقعی است که تشدید ایجاد می‌شود.

در طیف NMR هیدروژنی که به دلیل کوپلینگ اسپین به اسپین برای هر نوع بخصوص از H ، به جای یک اوج، چند اوج مجاور هم با نسبت‌های مشخص می‌بینیم. تعداد شکستگیها به تعداد هیدروژنهای گروه مجاور بستگی دارد. در عمل اگر تعداد هیدروژنهای گروههای مجاور n باشد، تعداد اوجهای دیده شده $n + 1$ خواهد بود. این خود نیز یکی از راههای پی بردن به پخش هیدروژنها در مولکول است. سطح زیر اوج نیز با تعداد هیدروژنهای آن گروه متناسب خواهد بود. حلال مورد استفاده در NMR هیدروژن، باید حلالی باشد که بر چگالی الکترونی هیدروژنهای مولکول جسم تأثیری نداشته باشد. خود حلال نیز باید تا حد امکان بدون هیدروژن باشد. معمولترین حلال مورد استفاده CCl_4 است. دستگاه NMR از قسمتهای اساسی زیر تشکیل می‌شود.

- ① آهنرباها؛
- ② فرستنده امواج دارای فرکانس رادیویی؛
- ③ محل نمونه؛
- ④ آشکارساز فرکانس رادیویی (RF)؛
- ⑤ ثبات.

آزمایش

جسم مجهول را همراه با تتراکلرید کربن (حلال) در لوله مخصوص NMR بریزید و حل کنید. تأثیر فاز و تفکیک را روی طیف مطالعه کنید و شرایط بهینه را برای گرفتن بهترین طیف NMR روی دستگاه تنظیم کنید. در این شرایط طیف جسم را به دست آورید. به یاد داشته باشید که قبل از هر طیف‌گیری صفر دستگاه را با TMS تنظیم کرده باشید. با استفاده از فرمول بسته داده شده، ساختارهای ممکن برای جسم را نام ببرید. به کمک جدول پیوست و طیف به دست آمده، ساختارهایی را که منطبق با جسم است با ذکر دلیل مشخص کنید.

