

شماره پایان نامه ۱۵۶۴

دانشگاه تهران
دانشکده داروسازی

پایان نامه

برای دریافت درجه دکتری از دانشگاه تهران

موضوع : تجزیه کیفی و کمی دندان

پراهنمایی : استاد ارجمند جناب آقای دکتر مهرداد محمد منوری

کتابخانه دانشکده داروسازی

شماره ثبت کتاب

نویسندگان

نگارش : حسین گردان

سال تحصیلی ۴۲ - ۱۳۴۶

۱۵۶۴

تقدیم سے :

ہیئت محترم قضاة

۱۳۴۶ - ۴۷
تقریباً ہیئت دلی دہلی . دہلی ۱۱/۱۱/۱۳۴۶ : ۸۶۳

۱۰۶۵۱

فهرست مطالب

<u>صفحه</u>	<u>عنوان</u>
۱	مقدمه
۴	آزمایش شیمیائی دندانها
۵	تعیین سیلیس
۱۰	ذوب کردن اکسیدها توسط پیروسولفات پتاسیم
۱۱	اندازه گیری تیتان در محلول حاصل از ذوب کردن پیروسولفات پتاسیم
۱۲	سنجش تیتان در نمونه جداگانه
۱۳	سنجش آهن توتال
۲۳	طرز محاسبه آهن بصورت اکسید فريك
۲۶	تعیین مقدار فسفوردندان
۳۰	سنجش اکسید آلومینیم بطریق اسپكتروفوتومترىك
۳۵	اندازه گیری کلسیم
۳۶	اندازه گیری منیزیم بر حسب اکسید منیزیم
۳۹	اندازه گیری اکسید منگنز
۴۲	اندازه گیری کلرور بر حسب یون کلر
۴۳	اندازه گیری سولفات
۴۴	اندازه گیری رطوبت
۴۷	اندازه گیری فلزات قلیائی
۵۴	اندازه گیری فلورور
۵۹	کارهای عملی انجام شده
۶۴	خلاصه و نتیجه
	منابع اکتسابی

مقدمه

با پیشرفت و گسترش علم و دانش در همه رشته ها و زمینه ها بخصوص توسعه و پیشرفت روزافزون و سریع علم شیمی موضوع تجزیه شیمیائی مواد مختلف اعم از مواد طبیعی یا صنایعی اهمیت و ارزش بسزائی یافته و دانستن ماهیت و بی بردن بوضع و ترکیب مواد گوناگون در جهان امروزی لازمه پیشرفت و ترقی همه جانبه تمدن و ارتقاء تکنیک و تکنولوژی است .

علم شیمی بر تمام شئون زندگانی بشر در عصر حاضر سایه افکنده و برای عرضه هر جسم و شیئی و هرگونه اقدام علمی در هر زمینه ورشته ای لازم است از ماهیت ساختمانی آن مواد و محصولات اطلاع لازم و کافی داشت .

بشری که در عصر حاضر از همه امکانات فنی و تکنیکی برخوردار است میخواهد بداند که ساختمان و ماهیت واقعی مواد طبیعی و محصولات و فرآورده های مختلف مصنوع دست خود می چیست و چگونه میباشد . لذا با کمک علم شیمی میخواهد پرده از اسرار طبیعی و ماهیتی همه مواد بردارد و دانستنیهای نامشکوفه را پیدا و روشن سازد .

میدانیم که از نتایج حاصله از کلیه پیشرفتهای در زمینه های مختلف علم و تکنیک به نفع اقتصادی و رفاه مادی برای کلیه مردم جهان مترتب باشد و یا عبارت دیگر روش ها و طرق مختلف پژوهشی و اکتشافی تازه و جدید که تد ريجا و یا سرعت جایگزین متدهای قدیمی میشوند بهره و سود بیشتری از لحاظ جنبه های اقتصادی و معنوی برای ملت ها در برداشته باشد .

علم شیمی از علوم موثری است که در عصر حاضر برای اطلاع از ارزش های واقعی

فرآورد مهای گوناگون ارزش و نقش خاص را ایفا مینماید . بعنوان مثال موضوع " تجزیه شیمیائی
مقداری دندانها " این رساله خود از مسائل و مواردی است که لازم است از ساختمان شیمیائی
و وجود ترکیبات و عناصر مختلف آن آگاهی و اطلاع کافی داشت .

بنابراین بكمك دانش شیمی پرد ه های نازك رایکی پس از دیگری کنار زده و با هربار کتار
زدن آنها ترکیب و عنصری که در پیوند ساختمانش نهفته است میبایم تا آنجا که سرانجام هیچگونه
نکته و یا ترکیبی نماند است که از نظر تشخیص ما دور مانده باشد و بدین ترتیب دانش شیمی
چون اشعاعی بسیار نافذ در عمق طبقات و صفحات هر جسم نفوذ کرده و چون چراغ روشن بخشن
کنستالها و خانههای کوچک بهم پیوسته جسم را روشن ساخته و از عناصر و ترکیب آن با ماسخن
میگوید .

جسمی چون دندان که موضوع این پایان نامه را تشکیل میدهد در نظر اول غیر از جسمی
تقریبا سخت و استخوانی بنظر نمیرسد ولی اظهار نظر دقیق علمی در مورد آن وقتی میسر است آن را
تحت تجزیه شیمیائی قرار داده و يك يك ترکیبات آن بیرون کشیده تا ساختمان واقعی آن کاملاً
آشکار گردد .

نکته مهم و جالبی که در ضمن عمل و انجام مراحل مختلف تجزیه هر جسمی از جمله دندانها
باید مورد نظر باشد انتخاب روش و متدهای جدید تر میباشد و ضمناً باید توجه داشت که
هر چه زمان لازم برای تجزیه شیمیائی کوتاهتر باشد ارزش آن از لحاظ جنبه های -

اقتصادی نیز بیشتر است •

در تجزیه شیمیایی دندان‌ها عناصر مهم و اصلی آن مورد نظر بوده و روش‌های تجزیه -

شیمیایی مندرج در این پایان نامه مبنی بر اندازه‌گیری عناصر و ترکیبات آلی *organique*

نبوده و از تجزیه مواد آلی آن صرف‌نظر گردیده است •

ماده آلی مهم موجود در دندان شاید مقداری جزئی موسین باشد و احتمال زیاد ترکیب

دیگری جز آن نمیتواند در ترکیب آن وجود داشته باشد •

XXXXXXXXXX

آزمایش شیمیایی دندانها

قبل از انجام تجزیه شیمیایی روی دندانهای سالم و کرم خورده آنها را برای

انجام تجزیه شیمیایی به ترتیب زیر آماده کردیم:

۱- شستشوی دندانها: میدانیم چون دندانها در دهان اشخاص وجود

دارند پس از بیرون کشیدن از دهان مقداری خون ناشی از عروق خونی دندان و

همچنین مقداری نسوج و چربی و مواد فرعی که در ساختمان شیمیایی وجود دارند

برای آنها همراه است و لذا برای پاک کردن آنها ابتدا دندانها را مدت کوتاهی

در محلول سود سوزآور رقیق قرار داده تا آنکه چربی و مواد اضافی دیگر که همراه آنها

میباشد پاک شوند و با آب زیادی سود را شسته و مدت نیز در اسید کلرید ریک رقیق

قرار داده و بالاخره آن را با آب مقطر تمیز نموده و در حرارت محیط آزمایشگاه خشک

کردیم.

بدین ترتیب دندانها را پاک و تمیز کرده و آنها را آماده تجزیه شیمیایی نمودیم.

۲- دسته بندی: دندانهای سالم و کرم خورده را از یکدیگر جدا کرده

هر دسته را در هاون فلزی کوبیده و نرم کرده و از آن ۱۰۰ میلی‌گرم عبور میدهم تا تمام

آنها بصورت پودر بسیار نرم درآیند و نمونه های بسیار نرم از دندانهای سالم و کرم

خورده بطورجد اگانه تهیه کردیم .

تعیین سیلیس SiO_2

باید دانست که نمونه های پودر شده دندان در اسید های معدنی حل نمیشود و لذا باید آنرا توسط مواد ذوب کننده قلیائی حل نمود . اسید سیلیسیک ، اسیدی است خیلی ضعیف ولی اکسید های فلزی که با این اسید ترکیب گشته اند و اجسامی با ساختمان سیلیکاتی تشکیل داده اند در اسید های معدنی حل نمیشوند و لذا اگر آن ها را با مواد ذوب کننده مناسبی ذوب کنند تا عناصر فلزی سیلیکات موجود در دندان با فلز قلیائی جسم ذوب کننده تمویض شود و عناصر فلزی سیلیکات با آنیون CO_3^{--} ترکیب شوند و اجسام حاصل از ذوب کردن را با اسید ها ترکیب نمایند رسوب اسید سیلیسیک $Si_2O_3H_2$ بوجود می آید که قسمتی از این اسید در محلول بصورت کلوئیدی است .

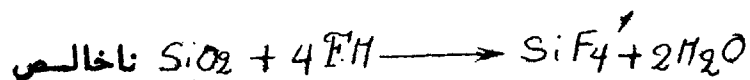
روش عمل:

یک گرم پودر نمونه دندان را با ۶ گرم مخلوط کربنات سدیم ویتاسیم در بسته پلاتینی ریخته ابتدا روی شعله چراغ بنزن حرارت داده سپس در کوره الکتریکس در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد ذوب کردیم ، نمونه کاملا مذاب را از کوره خارج و پس از

هُنك کردن در ریشری که دارای حدود 200°C آب است انداخته و روی آن مقداری
 اسید کلرید ریک غلیظ یا اسید پرکلریک غلیظ H_2O_4 افزوده و یک شیشه ساعت
 روی دهانه بشرگذارده تا آنکه ماده مذاب در اسید حل گردد، همه ترکیبات
 با استثنای اسید سیلیسیک نامحلول در اسیدهای معدنی حل میشوند و مقداری از
 اسید سیلیسیک در محلول بصورت کلوئید است. لذا لازم است محلول حاصله را
 در حرارت ملایم 80° - 70° سانتیگراد تبخیر کرده و جسم خشک حاصله را که در بشر
 بدست میآید در 110° سانتیگراد کاملاً خشک نمود، بدین ترتیب آب موجود
 در مملکول اسید سیلیسیک را خشک وجد اکردیم و به باقیمانده خشک مقداری آب گرم
 و هم حجم آن مقداری اسید کلرید ریک یا اسید پرکلریک (بستگی بآن دارد که اول
 از کدام استفاده کرده باشیم) اضافه نمودیم و مدتی آن را در حرارت 70° - 60° قرار
 داده تا کلیه مواد و عناصر بجز اسید سیلیسیک در اسید حل شوند .
 اسید سیلیسیک حاصله را روی کاغذ بافت درشت (باند سیاه) صاف -
 نمودیم و سیلیس روی کاغذ صافی را در و بار با اسید کلرید ریک ۱٪ شسته و باین ترتیب
 چندین بار بشر محتوی رسوب و رسوب روی کاغذ صافی را با آب گرم شستیم . رسوب
 روی کاغذ صافی بفرمول $\text{SiO}_2, x\text{H}_2\text{O}$ است . آن را در ریخته پلاتینی که در کوره
 1000° حرارت دیده و خشک شده و وزن آن مشخص است قرار دادیم .

ابتدا رسوب را در حرارت ملایم میسوزانیم تا کاغذ صافی آن خاکستر شود و همدا
 کلیه را در حرارت ۱۱۰۰° قرار میدهم تا آب همراه ملکول سیلیس خارج شود، سپس از
 خنک کردن در دسیکاتور آنرا توزین کردیم.

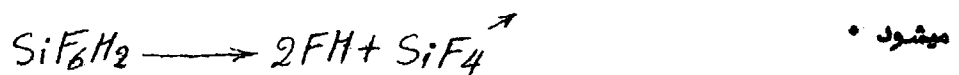
وزن بدست آمده همانا وزن سیلیس SiO_2 همراه با مقدار بسیار ناچیز مسوادی
 است که با سیلیس رسوب نموده اند سیلیس ناخالص بدست آمده را با اسید فلوئیدریک
 F_2H همراه میبریم، سیلیس بصورت تترا فلوئورو سیلیسم SiF_4 خارج شده
 و ناخالص همراه سیلیس در بوته پلاتینی باقی میماند وزن بوته را پس از تبخیر با اسید
 فلوئیدریک از وزن اولیه بوته محتوی سیلیس ناخالص کم کرده، تفاوت وزن حاصله عبارتست
 از مقدار سیلیس خالص موجود در یک گرم پودر دندان.



در موقع اضافه کردن اسید باید توجه داشت که اسید فلوئیدریک اسیدی است خطرناک
 و نباید هیچگونه تماسی با دست یا سایر اعضاء پیدا کند، واکنش بالا در حقیقت نتیجه
 واکنش های زیر است:

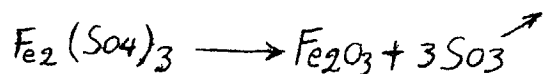


SiF_6H_2 اسید هیدروفلوئورو سیلیسیک است که این اسید بوسیله حرارت تجزیه



ناخالصی‌های همراه سیلیس بعنوان مثال عبارتند از :

Al_2O_3, Fe_2O_3, TiO_2 که چون آنها نیز بصورت فلوئورید رمیآیند لذا چند قطره اسید سولفوریک غلیظ اضافه مینمائیم تا اکسیدهای مزبور بصورت سولفاتهای مربوطه درآیند و سرانجام پس از آنکه در کوره ۱۰۰۰° قرار گرفتند بصورت اکسید درمیآیند .

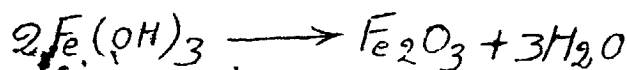


گروه کاتیونهای دسته ئید رزن سولفور

محلول زیرصافی حاصل از گرفتن SiO_2 را گرم کرده زیر جریان ئید رزن سولفور قرار دادیم هیچگونه رسوبی از دسته سولفورها حاصل نگردید لذا میتوان نتیجه گرفت که در محلول فلزاتی نظیر $Bi, Hg, Sn, Pb, As, Cu, Cd, Sb$ و ... وجود ندارند . محلول را از زیر جریان گاز SM_2 خارج کرده و میجوشانیم تا تمام گاز ئید رزن سولفور از محلول خارج شود و چون پاره‌ای از فلزات تحت اثر این گاز احیاء شده‌اند و از ظرفیت ماگزیم بظرفیت پائین تری تبدیل شده‌اند ، لذا باید مجدداً آنها را به گروه بالاتر برد به محلول آب برم اضافه مینمائیم و میجوشانیم چنانچه در محلول آهن باشد بظرفیت Fe^{+++} تبدیل میشود و زیادی برم در اثر جوشش از محلول خارج میگردد .

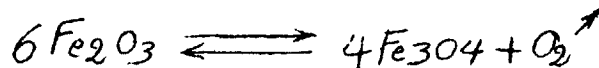
حجم محلول حاصل از جد کردن SiO_2 را تقریباً به 250^{cc} میرسانیم و مقداری کلسور
 آمونیم خشک NH_4Cl بمحلول اضافه مینمائیم بطوریکه در هر 100^{cc} محلول ۲-۳ گرم
 کلرور آمونیم موجود باشد. بعداً بمحلول چند قطره معرف قرمز متیل *Methyl. Red*
 اضافه کرده و محلول را بجوش میآوریم و آن قطره قطره از محلول آمونیاک (۱+۱)
 خالص اضافه نمودیم تا رنگ محلول از قرمز به زرد تبدیل شود. یک قطره از محلول آمونیاک
 نیز بیشتر اضافه نمودیم. محلول را یک دقیقه جوشانده و ۲ الی ۳ دقیقه رسوب را بحال
 خود گذارده تا ته نشین شود سپس فوراً رسوب را روی کاغذ صافی بافت درشت صاف
 نموده و محلول صافی را در رشر 100^{cc} جمع آوری کرده و رسوب را ۲ تا ۳ بار با محلول
 کلرور آمونیم ۲٪ گرم که تبلاً در مجاورت معرف قرمز متیل یا آمونیاک قلیاکن شد تا است
 شستشود. محلولهای شستشو و صافی را بهم آمیخته و آنها را برایتیمین عناصر
 بعدی بکار میبریم.

رسوبهای نئید روکسید را در رسته پلاتینی وزن شده ابتدا در حرارت کم و سپس در
 حرارت بیشتر سوزانده تا کلیه آنها آب خود را از دست داده و بصورت اکسیدهای بیرون
 آید رأینند.



چنانچه حرارت خیلی شدید باشد مقدار اکسید فریک به اکسید *Magnetite*

تبدیل میشود .



رسوب ها را در سیکاتور خشک کرده وزن نمودیم .

ذوب کردن اکسید ها توسط پیروسولفات پتاسیم

مخلوط اکسید های توزین شده را با پیروسولفات پتاسیم ذوب نمودیم ، از این عمل

دو مقصود زیرتامین میگردد :

الف - کلیه اکسید های موجود در زردان بسولفات مربوطه تبدیل میشوند که این

سولفات ها در اسید رقیق حل میشوند و این عمل برای انداز گیری آهن و تیتان همراه

سایر رسوب ها لازم است .

ب - از این محلول مقدار کمی SiO_2 که از رسوب اصلی سیلیس فرار کرده بود

وارد محلول شده بود جدا میگردد .

روش عمل :

کلیه رسوب را از بوتله پلاتینی در بوتله $250^\circ C$ سیلیسی یا شیشه ای ویسکوز

منتقل نموده ، ۵ گرم پیروسولفات پتاسیم بدون آب با آن اضافه کرده و آهسته حرارت

میدهم تا ذوب شود ، هنگام ذوب شدن باید در بوتله گذاشته شده باشد چون

دودتری اکسید گوگرد باید خیلی کم خارج شود بعد از ۳۰-۲۰ دقیقه حرارت را بالا برده تا جوشش ماده مذاب قطع و تمام شود و هیچگونه دانه و ذریای در ته بوتله مشاهده نشود.

پس از ذوب شدن کامل نیدروکسیدها بوتله را خنک کرده و ماده مذاب را در ۵۰ سانتیگراد آب که دارای 3C اسید سولفوریک غلیظ میباشد حل کردیم.

محلول حاصل را تبخیر کرده تا دود غلیظ انیدرید سولفوریک SO_3 متصاعد شود در این حال مقدار جزئی سیلیس موجود در محلول در زئید راته شده و از محلول جدا میگردد، بآن در حدود ۵۰ آب اضافه و گرم کردیم تا آنکه املاح محلول آن حل گردید و سیلیس جدا گردید، رسوب را صاف کرده پس از شستشو با آب گرم آنرا در بوتله پلاتینی وزن شده قرار داده و در ۱۰۰۰ بمدت نیمساعت در کوره الکتریکی قرار دادیم پس از خنک شدن در دسیکاتور آنرا وزن کرده و مقدار آنرا با مقدار سیلیس اولی جمع مینمائیم.

اندازه گیری تیتان در محلول حاصل از ذوب کردن پیروسولفات پتاسیم

الف- تهیه محلول استاندارد: دقیقاً مقدار یک گرم TiO_2 (اکسید تیتان) خالص را وزن نمودیم و چون آنرا با آب مقطر در بالن زوزه به ۱۰۰ میلی لیتر میرسانیم.

د ريك سري بالن ژوزه 100^{C} محلول استاند ارد تيتان به مقدار $0/24^{\text{C}}$ - $0/5^{\text{C}}$ و $0/8^{\text{C}}$ ريخته و در هريك از بالنها تانز ديك خط نشانه اسيد سولفوريك رقيق و سرد ريخته و بعد بهريك از بالنها 5^{C} از محلول آب اكسيژنه 3% اضافه كرده و آنها رابه خط نشانه رسانديم و آنها را تكان داده و مخلوط كرديم .

ب - روش كار : بمحلول حاصل از ذوب پيروسولفات در بالن ژوزه 100^{C} مقدار 5^{C} از محلول آب اكسيژنه 3% اضافه كرده و حجم را بكمك آب مقطر تا خط نشانه يعنى 100 رسانديم . پس بكمك دستگاه كلريتر *Dubucque* مقدار تيتان را در نمونه دند ان با استاند ارد ها مقايسه كرديم .

رنگ محلولهاى تيتان زرد رنگ است كه از زرد كم رنگ تا زرد نارنجى بسته بـه مقدار تيتان تغيير ميكند و اين رنگ احتمالاً مربوط به تشكيل آنيون كهپلـكـس $\left[\text{TiO}_2 (\text{SO}_4)_2 \right]^{=}$ است كه تيتان در محيط سولفوريك با آب اكسيژنه پديد ميآورد .

سنجش تيتان در نمونه جد اگانه :

$0/3$ الى $0/4$ گرم بود زرم دند ان را در بوتله پلاتيني وزن نموده و با 4 برابر وزن آن كرنات سد يم انيد رذوب كرد يم ، توده مذاب را در آب حل كرده و در بشر 50^{C} ريخته و بعد صاف ميكنيم با قيماند ه بشرو همچنين رسوب را با محلول كرنات سد يم 1% شستشو