



کارشناسی ارشد شیمی (تجزیه)

مطالعه اسپکتروفتومتری ثابت‌های تشکیل کمپلکس یون‌های Ag^+ و Hg^{2+} ، Co^{2+} ، Cu^{2+} با
ایزومرهای ترکیب ۴و۴-فنیلن بیس-۱-پیکولینوئیل-تیوسمی کاربازید
و
استخراج نقطه ابری برای پیش تغلیظ مقادیر فراناچیز مس

توسط:

محبوبه اسدی

استاد راهنما:

دکتر غلامحسین عظیمی

استاد مشاور:

دکتر جواد ذوالقرنین

دانشگاه اراک

تیر ۸۹

چکیده

در بخش اول، مطالعه اسپکتروفتومتری ثابت‌های تشکیل کمپلکس یون‌های Hg^{2+} ، Co^{2+} ، Cu^{2+} و Ag^+ با ایزومرهای ترکیب ۴و۴-فنیلین بیس-۱-پیکولینوئیل-تیوسمی‌کاربازید در حلال اتانول انجام پذیرفت. تمامی یون‌های فلزات مورد بررسی با این لیگاندها کمپلکس‌های رنگی ایجاد کردند که استوکیومتری و ثابت تشکیل این کمپلکس‌ها با اسپکتروفتومتری UV-Vis مورد بررسی قرار گرفت. به منظور تأیید استوکیومتری از هدایت سنجی کمک گرفته شد. داده‌های تعادلی حاصل از آزمایش با استفاده از برنامه‌ای در محیط Matlab مورد ارزیابی و تحلیل قرار گرفت. پروفایل‌های غلظتی و طیفی برای گونه‌های مختلف محاسبه شد. انتخاب مدل شیمیایی برای هر تعادل، بر مبنای پروفایل‌های غلظتی و طیفی و خطای باقیمانده حاصل از برنامه، و نیز دانش ما درباره توانایی تشکیل کمپلکس این ترکیبات به عنوان لیگاند انجام گرفت. استوکیومتری یون‌های فلزات Hg^{2+} ، Co^{2+} ، Cu^{2+} با تمام ایزومرهای ترکیب ذکر شده به صورت ۱:۱ و ۱:۲ و ۲:۱ و یون Ag^+ به صورت ۱:۱ و ۱:۲ و ۱:۳ و ۱:۴ گزارش شد. یون Cu^{2+} کمپلکس قویتری نسبت به کاتیون‌های دیگر تشکیل می‌دهد.

در بخش دوم، تکنیک استخراج نقطه‌ای ابری (CPE) جهت استخراج و اندازه‌گیری مس با روش جذب اتمی کوره گرافیتی (GFAAS) به کار گرفته شد.

به منظور بهینه کردن متغیرهای موثر در استخراج و جداسازی از طراح آزمایش Box-Behnken استفاده شد. جداسازی دو فاز در حمام ۵۰ درجه و سانتریفیوژ با دور ۵۰۰۰ rpm به مدت ۱۵ دقیقه انجام شد. تحت شرایط بهینه $\text{pH}=6/4$ ، غلظت تریتون X-114 (v/v) ۰/۱۹٪ و ۴و۴- (۱و۴- فنیلین) بیس-۱- (۴-پیکولینوئیل) تیوسمی‌کاربازید $10^{-5} \times 2/5$ مولار و زمان حمام ۱۳/۲ دقیقه برای ۱۰ میلی لیتر محلول حاوی ۲۰ میکروگرم بر لیتر یون مس (II)، فاکتور غنی سازی ۹/۸ حاصل شد. منحنی کالیبراسیون روش از ۲ تا ۳۵ میکروگرم بر لیتر خطی با ضریب تعیین ۰/۹۹۸۸ گزارش شد. حد تشخیص روش تحت شرایط بهینه ۰/۰۸ میکروگرم بر لیتر به دست آمد. دقت نسبی روش از اندازه-گیری ۱۰ نمونه شامل ۲۰ میکروگرم بر لیتر مس (II) ۲/۸٪ حاصل شد. این روش به طور موفقیت آمیز برای نمونه آب‌های مختلف به کار برده شد.

۱	فصل اول – مقدمه و تئوری
۳	۱-۱ فلزات سنگین
۳	۱-۱-۱ مس
۴	۲-۱-۱ کبالت
۵	۳-۱-۱ جیوه
۶	۴-۱-۱ نقره
۷	۲-۱ ترکیبات تیوسمی کاربازید
۸	۳-۱ لزوم مطالعه ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها
۹	۴-۱ روش‌های تعیین ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها
۹	۵-۱ مطالعات اسپکتروفتومتری در تعیین ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها
۱۱	۶-۱ تحلیل بر اساس مدل
۱۱	۱-۶-۱ داده‌های اندازه‌گیری شده
۱۲	۲-۶-۱ مدل و پارامترها
۱۲	۱-۲-۶-۱ پروفایل غلظتی و ارتباط آن با داده‌های اندازه‌گیری شده
۱۴	۳-۶-۱ برازش
۱۵	۱-۳-۶-۱ الگوریتم نیوتن-گوس
۱۷	۲-۳-۶-۱ الگوریتم نیوتن-رافسون
۱۹	۷-۱ مواد فعال سطحی
۲۰	۸-۱ تشکیل مایسل و غلظت بحرانی مایسل (CMC)
۲۱	۹-۱ استخراج نقطه‌ی ابری (CPE)
۲۲	۱۰-۱ طرح آماری آزمایش
۲۵	فصل دوم – تاریخچه
۲۷	۱-۲ مروری بر مطالعات تشکیل کمپلکس ترکیبات تیوسمی کاربازید
۳۰	۲-۲ مروری بر روش‌های اندازه‌گیری مس
۳۰	۱-۲-۲ اسپکتروفتومتری
۳۲	۲-۲-۲ جذب اتمی

فصل سوم - عملیات تجربی

۳۵

۱-۳ بخش اول : مطالعه اسپکتروفتومتری ثابت‌های تشکیل کمپلکس یون‌های Cu^{2+} ،

۳۷

Co^{2+} ، Hg^{2+} ، Ag^+ با ایزومرهای ترکیب ۴و۴-فنیلین بیس-۱-پیکولینوئیل-تیوسمی-

کاربازید

۳۷

۱-۱-۳ مواد شیمیایی

۳۷

۱-۱-۳-۱ ترکیبات مورد مطالعه

۳۹

۲-۱-۳ سایر واکنشگرها

۴۰

۲-۱-۳ دستگاه‌ها و نرم افزار مورد استفاده

۴۰

۳-۱-۳ روش کار

۴۰

۱-۳-۱ انتخاب حلال مناسب برای لیگاند

۴۱

۲-۳-۱-۳ تیتراسیون اسپکتروفتومتری ایزومرهای ترکیب ۴و۴-فنیلین بیس-۱-

پیکولینوئیل-تیوسمی کاربازید

۴۱

۳-۳-۱-۳ تیتراسیون هدایت‌سنجی ایزومرهای ترکیب ۴و۴-فنیلین بیس-۱-پیکولینوئیل-

تیوسمی کاربازید

۴۱

۲-۳ بخش دوم : استخراج نقطه ابری برای پیش تغلیظ مقادیر فرا ناچیز مس

۴۱

۱-۲-۳ تهیه‌ی محلول‌ها

۴۲

۲-۲-۳ دستگاه‌ها

۴۳

۳-۲-۳ روش کار استخراج نقطه‌ی ابری

۴۵

فصل چهارم - بحث و نتیجه‌گیری

۱-۴ بخش اول : نتایج مطالعه اسپکتروفتومتری ثابت‌های تشکیل کمپلکس یون‌های Cu^{2+} ،

۴۷

Co^{2+} ، Hg^{2+} ، Ag^+ با ایزومرهای ترکیب ۴و۴-فنیلین بیس-۱-پیکولینوئیل-تیوسمی-

کاربازید

۴۷

۱-۱-۴ طیف‌های جذبی حاصل از تیتراسیون‌های اسپکتروفتومتری

۵۴

۲-۱-۴ نمودارهای نسبت مولی-هدایت حاصل از تیتراسیون‌های هدایت‌سنجی

۵۷

۳-۱-۴ نتایج محاسبه ثابت تشکیل کمپلکس‌ها

۵۷

۱-۳-۱-۴ محاسبه ثابت تشکیل کمپلکس‌ها توسط روش تحلیل بر اساس مدل

۶۱

۲-۳-۱-۴ پروفایل‌های غلظتی و طیفی

۷۴

۳-۳-۱-۴ نتایج حاصل از برنامه

۷۶

۴-۱-۴ بحث و بررسی عوامل مؤثر بر پایداری کمپلکس‌ها

۷۸

۲-۴ بخش دوم : نتایج استخراج نقطه ابری برای پیش تغلیظ مقادیر فرا ناچیز مس

۷۸

۱-۲-۴ تعیین گستره خطی دستگاه جذب اتمی کوره

۷۸

۲-۲-۴ بهینه‌سازی عوامل مؤثر بر استخراج مس

۸۱	۳-۲-۴ تعیین عوامل تاثیرگذار بر استخراج مس
۸۲	۴-۲-۴ نقش عوامل اصلی
۸۲	۵-۲-۴ ارائه مدل مناسب استخراج مس
۸۳	۱-۵-۲-۴ بهینه سازی توسط طرح آزمایش آماری
۸۴	۲-۵-۲-۴ بررسی باقیمانده‌ها
۸۶	۶-۲-۴ بررسی مزاحمت‌ها
۸۷	۷-۲-۴ ارقام شایستگی روش
۸۹	۸-۲-۴ اندازه‌گیری مس در نمونه‌های حقیقی
۹۰	۹-۲-۴ نتیجه‌گیری

۹۱ **مراجع**

۱۰۵ **پیوست‌ها**

فهرست جداول

۳۷	جدول (۱-۳) ویژگی‌های ترکیبات ۴۴-۴-فنیلین بیس-۱-پیکولینوئیل-تیوسمی کاربازید
۴۳	جدول (۲-۳) برنامه‌ی دمایی کوره برای اندازه‌گیری مس
۷۵	جدول (۱-۴) نتایج محاسبات ثابت تشکیل کمپلکس‌ها
۷۹	جدول (۲-۴) عوامل اصلی در طرح باکس-بنکن برای استخراج مس
۸۰	جدول (۳-۴) آزمایش‌های بهینه‌سازی انجام شده مطابق طرح باکس-بنکن
۸۱	جدول (۴-۴) پارامترهای آماری برای طرح باکس-بنکن در استخراج مس
۸۳	جدول (۵-۴) تحلیل واریانس برای مدل پیشنهادی در استخراج مس
۸۶	جدول (۶-۴) اثر یون مزاحم روی میزان استخراج مس
۸۸	جدول (۷-۴) نتایج به دست آمده برای حدتشخیص
۸۸	جدول (۸-۴) نتایج به دست آمده برای دقت روش
۸۹	جدول (۹-۴) استخراج و اندازه‌گیری Cu^{2+} در نمونه‌های حقیقی

فهرست اشکال

- ۷ شکل (۱-۱) ساختمان کلی تیوسمی کاربازیدها
- ۷ شکل (۲-۱) واکنش تیوسمی کاربازیدها با آلدئیدها و کتون‌ها
- ۱۳ شکل (۳-۱) محاسبه پروفایل‌های غلظتی با استفاده از مدل، متغیرهای مستقل و پارامترها
- ۲۰ شکل (۴-۱) ساختمان اکتیل فنیل اتوکسیلات
- ۲۳ شکل (۵-۱) طرح باکس-بنکن
- ۳۸ شکل (۱-۳) ۴و۴-(۱و۱-فنیلن) بیس-۱-(۲-پیکولینوئیل) تیوسمی کاربازید
- ۳۸ شکل (۲-۳) ۴و۴-(۱و۱-فنیلن) بیس-۱-(۳-پیکولینوئیل) تیوسمی کاربازید
- ۳۸ شکل (۳-۳) ۴و۴-(۱و۱-فنیلن) بیس-۱-(۴-پیکولینوئیل) تیوسمی کاربازید
- شکل (۱-۴) طیف جذبی تیتراسیون P_2 -TDSK ($M \times 10^{-5}$) با یون Cu^{2+} (۳/۷) در ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Cu^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۴۸ ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰
 (۲۲۰, ۲۱۰, ۲۰۰, ۱۹۰, ۱۸۰, ۱۷۰, ۱۶۰, ۱۵۰, ۱۴۰)
- شکل (۲-۴) طیف جذبی تیتراسیون P_3 -TDSK ($M \times 10^{-5}$) با یون Cu^{2+} (۳/۷) در ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Cu^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۴۸ ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰
 (۲۲۰, ۲۱۰, ۲۰۰, ۱۹۰, ۱۸۰, ۱۷۰, ۱۶۰, ۱۵۰, ۱۴۰)
- شکل (۳-۴) طیف جذبی تیتراسیون P_4 -TDSK ($M \times 10^{-5}$) با یون Cu^{2+} (۳/۷) در ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Cu^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۴۸ ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰
 (۲۲۰, ۲۱۰, ۲۰۰, ۱۹۰, ۱۸۰, ۱۷۰, ۱۶۰, ۱۵۰, ۱۴۰)
- شکل (۴-۴) طیف جذبی تیتراسیون P_2 -TDSK ($M \times 10^{-5}$) با یون Co^{2+} (۳/۷) در ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Co^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۴۹ ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰
 (۲۲۰, ۲۱۰, ۲۰۰, ۱۹۰, ۱۸۰, ۱۷۰, ۱۶۰, ۱۵۰, ۱۴۰)
- شکل (۵-۴) طیف جذبی تیتراسیون P_3 -TDSK ($M \times 10^{-5}$) با یون Co^{2+} (۳/۷) در ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Co^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۴۹ ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰
 (۲۲۰, ۲۱۰, ۲۰۰, ۱۹۰, ۱۸۰, ۱۷۰, ۱۶۰, ۱۵۰, ۱۴۰)
- شکل (۶-۴) طیف جذبی تیتراسیون P_4 -TDSK ($M \times 10^{-5}$) با یون Co^{2+} (۳/۷) در ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Co^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۴۹ ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰
 (۲۲۰, ۲۱۰, ۲۰۰, ۱۹۰, ۱۸۰, ۱۷۰, ۱۶۰, ۱۵۰, ۱۴۰)
- ۵۰ شکل (۷-۴) طیف جذبی تیتراسیون P_2 -TDSK ($M \times 10^{-5}$) با یون Hg^{2+} (۳/۷)

- ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Hg^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰,
 ۱۴۰, ۱۵۰, ۱۶۰, ۱۷۰, ۱۸۰, ۱۹۰, ۲۰۰, ۲۱۰, ۲۲۰
- شکل (۴-۸) طیف جذبی تیتراسیون P_3 -TDSK ($M \times 10^{-5} \times 3/7$) با یون Hg^{2+} (M)
 ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Hg^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰,
 ۱۴۰, ۱۵۰, ۱۶۰, ۱۷۰, ۱۸۰, ۱۹۰, ۲۰۰, ۲۱۰, ۲۲۰
- شکل (۴-۹) طیف جذبی تیتراسیون P_4 -TDSK ($M \times 10^{-5} \times 3/7$) با یون Hg^{2+} (M)
 ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Hg^{2+} افزوده شده (μl)):
 ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰,
 ۱۴۰, ۱۵۰, ۱۶۰, ۱۷۰, ۱۸۰, ۱۹۰, ۲۰۰, ۲۱۰, ۲۲۰
- شکل (۴-۱۰) طیف جذبی تیتراسیون P_2 -TDSK ($M \times 10^{-5} \times 3/7$) با یون Ag^+ (M)
 ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Ag^+ افزوده شده (μl)):
 ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰,
 ۱۴۰, ۱۵۰, ۱۶۰, ۱۷۰, ۱۸۰, ۱۹۰, ۲۰۰, ۲۱۰, ۲۲۰, ۲۳۰, ۲۴۰, ۲۵۰, ۲۶۰, ۲۷۰,
 ۲۸۰, ۲۹۰, ۳۰۰, ۳۱۰, ۳۲۰, ۳۳۰, ۳۴۰
- شکل (۴-۱۱) طیف جذبی تیتراسیون P_3 -TDSK ($M \times 10^{-5} \times 3/7$) با یون Ag^+ (M)
 ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Ag^+ افزوده شده (μl)):
 ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰,
 ۱۴۰, ۱۵۰, ۱۶۰, ۱۷۰, ۱۸۰, ۱۹۰, ۲۰۰, ۲۱۰, ۲۲۰, ۲۳۰, ۲۴۰, ۲۵۰, ۲۶۰, ۲۷۰,
 ۲۸۰, ۲۹۰, ۳۰۰, ۳۱۰, ۳۲۰, ۳۳۰, ۳۴۰
- شکل (۴-۱۲) طیف جذبی تیتراسیون P_4 -TDSK ($M \times 10^{-5} \times 3/7$) با یون Ag^+ (M)
 ۰/۰۰۱ در اتانول (حجم Ag^+ افزوده شده (μl)):
 ۱۳۰, ۱۲۰, ۱۱۰, ۱۰۰, ۹۰, ۸۰, ۷۵, ۷۰, ۶۵, ۶۰, ۵۵, ۵۰, ۴۵, ۴۰, ۳۵, ۳۰, ۲۵, ۲۰, ۱۵, ۱۰, ۵, ۰,
 ۱۴۰, ۱۵۰, ۱۶۰, ۱۷۰, ۱۸۰, ۱۹۰, ۲۰۰, ۲۱۰, ۲۲۰, ۲۳۰, ۲۴۰, ۲۵۰, ۲۶۰, ۲۷۰,
 ۲۸۰, ۲۹۰, ۳۰۰, ۳۱۰, ۳۲۰, ۳۳۰, ۳۴۰
- شکل (۴-۱۳) نمودار نسبت مولی-جذب یون Cu^{2+} با (۱) P_2 -TDSK در طول موج nm
 ۳۲۵ و ۴۰۰ nm (۲) P_3 -TDSK در طول موج ۳۲۵ nm (۳) P_4 -TDSK در طول
 موج ۳۵۰ nm
- شکل (۴-۱۴) نمودار نسبت مولی-جذب یون Co^{2+} با (۱) P_2 -TDSK در طول موج nm
 ۴۵۰ nm (۲) P_3 -TDSK در طول موج ۳۵۰ nm (۳) P_4 -TDSK در طول موج ۳۷۵ nm
- شکل (۴-۱۵) نمودار نسبت مولی-جذب یون Hg^{2+} با (۱) P_2 -TDSK در طول موج nm
 ۴۰۰ nm (۲) P_3 -TDSK در طول موج ۳۵۰ nm (۳) P_4 -TDSK در طول موج ۳۵۰ nm
- شکل (۴-۱۶) نمودار نسبت مولی-جذب یون Ag^+ با (۱) P_2 -TDSK در طول موج nm

- ۳۷۵ (۲) P₃-TDSK در طول موج ۳۲۵ nm (۳) P₄-TDSK در طول موج ۳۵۰ nm
- ۵۵ شکل (۱۷-۴) نمودار نسبت مولی-هدایت یون Cu²⁺ (۰/۰۱ M) با P₂-TDSK (۱) (۱۰^{-۴} M) P₃-TDSK (۲) (۱۰^{-۴} M) P₄-TDSK (۳) (۱۰^{-۴} M)
- ۵۵ شکل (۱۸-۴) نمودار نسبت مولی-هدایت یون Co²⁺ (۰/۰۱ M) با P₂-TDSK (۱) (۱۰^{-۴} M) P₃-TDSK (۲) (۱۰^{-۴} M) P₄-TDSK (۳) (۱۰^{-۴} M)
- ۵۶ شکل (۱۹-۴) نمودار نسبت مولی-هدایت یون Hg²⁺ (۰/۰۱ M) با P₂-TDSK (۱) (۱۰^{-۴} M) P₃-TDSK (۲) (۱۰^{-۴} M) P₄-TDSK (۳) (۱۰^{-۴} M)
- ۵۶ شکل (۲۰-۴) نمودار نسبت مولی-هدایت یون Ag⁺ (۰/۰۱ M) با P₂-TDSK (۱) (۱۰^{-۴} M) P₃-TDSK (۲) (۱۰^{-۴} M) P₄-TDSK (۳) (۱۰^{-۴} M)
- ۶۲ شکل (۲۱-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P₂-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Cu²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۲ شکل (۲۲-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P₂-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Cu²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۳ شکل (۲۳-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P₃-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Cu²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۳ شکل (۲۴-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P₃-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Cu²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۴ شکل (۲۵-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P₄-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Cu²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۴ شکل (۲۶-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P₄-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Cu²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۵ شکل (۲۷-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P₂-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Co²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۵ شکل (۲۸-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P₂-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Co²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۶ شکل (۲۹-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P₃-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Co²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۶ شکل (۳۰-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P₃-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Co²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۷ شکل (۳۱-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P₄-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Co²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۷ شکل (۳۲-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P₄-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Co²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول
- ۶۸ شکل (۳۳-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P₂-TDSK (۳/۷×۱۰^{-۵} M) با یون Co²⁺ (۰/۰۰۱ M) در اتانول

- ۶۸ شکل (۳۴-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P_2 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Hg^{2+} در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۶۹ شکل (۳۵-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P_3 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Hg^{2+} در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۶۹ شکل (۳۶-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P_3 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Hg^{2+} در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۰ شکل (۳۷-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P_4 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Hg^{2+} در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۰ شکل (۳۸-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P_4 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Hg^{2+} در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۱ شکل (۳۹-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P_2 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Ag^+ در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۱ شکل (۴۰-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P_2 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Ag^+ در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۲ شکل (۴۱-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P_3 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Ag^+ در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۲ شکل (۴۲-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P_3 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Ag^+ در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۳ شکل (۴۳-۴) پروفایل غلظتی مربوط به تیتراسیون P_4 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Ag^+ در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۳ شکل (۴۴-۴) پروفایل طیفی مربوط به تیتراسیون P_4 -TDSK ($3/7 \times 10^{-5}$ M) با یون Ag^+ در اتانول ($0/001$ M) در اتانول
- ۷۸ شکل (۴۵-۴) نمودار گستره خطی دستگاه
- ۸۲ شکل (۴۶-۴) نمودار اثرات اصلی برای پاسخ جذب مربوط به استخراج مس
- ۸۴ شکل (۴۷-۴) نمودار باقیمانده‌ها برای استخراج مس
- ۸۵ شکل (۴۸-۴) نمودار باقیمانده‌ها نسبت به ترتیب جمع‌آوری برای استخراج مس
- ۸۵ شکل (۴۹-۴) نمودار پیش‌بینی شده برای استخراج مس
- ۸۷ شکل (۵۰-۴) نمودار کالیبراسیون یون مس

فصل اول

مقدمه

۱-۱ فلزات سنگین^۱

فلزات سنگین عضو زیر مجموعه‌ای از عناصر هستند که خواص فلزی نشان می‌دهند و عمدتاً شامل فلزات انتقالی^۲، بعضی متالوئیدها، لانتانیدها و آکتینیدها می‌باشند. تعاریف بسیار مختلفی برای فلزات سنگین بر مبنای دانسیته، عدد اتمی، وزن اتمی، خواص شیمیایی و سمیت ارائه شده است. البته در یک گزارش تکنیکی آیوپاک^۳ از واژه فلز سنگین، به دلیل وجود این همه تعاریف متفاوت و متناقض و نیز فقدان یک پایه علمی منسجم، به عنوان واژه‌ای بی‌معنی و گمراه‌کننده یاد کرده است [۱].

موجودات زنده به مقادیر مختلفی از فلزات سنگین مانند آهن، کبالت، مس، منگنز، مولیبدن و روی نیاز دارند. در حالی که فلزات سنگین دیگر مانند جیوه، سرب، آرسنیک، کادمیم و کروم برای سلامتی و محیط زیست سمی و خطرناک می‌باشند.

آلودگی فلزات سنگین از منابع بسیاری افزایش می‌یابد اما رایج‌ترین آن‌ها از طریق تخلیص و تصفیه فلزاتی مانند مس، آماده‌سازی سوخت‌های هسته‌ای و آبرکاری فلزاتی نظیر کادمیم و کروم می‌باشند. برخلاف آلاینده‌های آلی، فلزات سنگین پوسیده و تجزیه نمی‌شوند و رقابت سختی را برای ماندگاری پیش می‌گیرند. فلزات سنگین که از طریق پساب واحدهای صنعتی وارد رودخانه و دریا می‌شوند پس از ته‌نشینی تشکیل کمپلکس‌های سمی داده و خطرات جدی را برای اکوسیستم ایجاد می‌کند [۲]. گیاهان و میکروارگانیسم‌ها بطور تجربی، ظرفیت خوبی برای خارج کردن بعضی فلزات سنگین مانند جیوه از خود نشان داده‌اند. گیاهان که قدرت جمع‌آوری فوق‌العاده‌ای دارند، جهت خارج کردن فلزات سنگین از خاک توسط تغلیظ آن‌ها در مواد زیستی‌شان استفاده می‌شوند.

۱-۱-۱ مس

مس فلز نسبتاً قرمز رنگی است که از خاصیت هدایت الکتریکی و حرارتی بسیار بالایی برخوردار می‌باشد. در بین فلزات خالص، خاصیت هدایت الکتریکی نقره و طلا از مس بیشتر است. مس دارای

1- Heavy metals
2- Transition metals
3- IUPAC

فراوانی متوسطی است و بیست و پنجمین عنصر فراوان در قشر زمین است. مهم‌ترین و اصلی‌ترین سنگ معدن این فلز کالکو-پیریت^۱ می‌باشد [۳]. متداول‌ترین حالات اکسیداسیون مس شامل مس یک ظرفیتی (Cu^{1+}) و دو ظرفیتی (Cu^{2+}) می‌باشد [۴].

آلیاژهای بسیاری از مس وجود دارد که مهم‌ترین آن‌ها برنج و برنز می‌باشند. برنج که آلیاژ مس و روی است اولین بار توسط مردم یونان باستان شناخته شد. آلیاژ مس و قلع برنز نامیده می‌شود که در مصنوعات مصری و سومری مربوط به ۳۰۰۰ سال قبل از میلاد مسیح یافت شده است [۵].

به دلیل این‌که مس فلزی قابل انعطاف و چکش خوار بوده واز هدایت الکتریکی و حرارتی بالایی برخوردار است، موارد کاربردی و مصرفی زیادی از قبیل سیم‌ها و لوله‌های مسی، قطعات الکتریکی، موتورهای الکترومغناطیسی، مجسمه‌سازی، لوازم آشپزی، لوازم پزشکی، صنعت شیشه، صنعت سرامیک و ... دارد [۶].

مس از لحاظ بیولوژیکی در آنزیم‌های اکسیداز متفاوت به عنوان حمل‌کننده‌ی اکسیژن در بی‌مهرگان و در فتوسنتز عمل می‌کند، لذا دارای نقش حیاتی و در برخی موارد نیز دارای اثرات سمی در سیستم‌های بیولوژیکی می‌باشد [۷].

۲-۱-۱ کبالت

کبالت، عنصر فرومغناطیس است که دارای رنگ خاکستری براقی می‌باشد. کبالت، به‌صورت فلز آزاد وجود ندارد و عموماً به‌صورت سنگ معدن‌هایی به نام‌های کبالتیت و اسکوترویدیت یافت می‌شوند [۳]. به‌علت وجود حالت‌های اکسیداسیون مختلف، تعداد زیادی از ترکیبات کبالت وجود دارد حالات اکسیداسیون عادی کبالت ، شامل ۲+ و ۳+ است [۴].

کبالت به صورت آلیاژ و یا به تنهایی کاربردهای زیادی در صنعت و پزشکی دارد [۸]. از جمله مصارف آن می‌توان به: استفاده در صنایع شیمیایی و نفتی به عنوان کاتالیزور، در آبکاری الکتریکی جهت استحکام و مقاومت در برابر اکسیداسیون، در صنعت رنگ به عنوان رنگدانه، در صنایع

باطری‌سازی به عنوان الکترودهای باطری، آلیاژهای دیرگداز برای قطعات توربین گاز موتورهای هواپیما و به عنوان منبع اشعه‌ی گاما در پرتودرمانی اشاره کرد [۹، ۱۰].

از لحاظ بیولوژیکی مقادیر کم کبالت برای بسیاری از موجودات زنده از جمله انسان حیاتی است. وجود ۰/۳ تا ۰/۱۳ قسمت در میلیون کبالت در خاک برای سلامتی حیوانات علفخوار مفید است. این عنصر، جزء اصلی ویتامین کبالامین^۱ یا ویتامین B₁₂ می‌باشد [۷].

۱-۱-۳ جیوه

جیوه که فلزی نقره‌ای رنگ، سمی و جزء عناصر واسطه و فلزات سنگین است، یکی از دو عنصری می‌باشد که در دماهای معمولی اتاق حالت مایع دارند. جیوه عنصری کمیاب در پوسته‌ی زمین است و عمدتاً بوسیله‌ی کاهش از سنگ معدنی به نام سینابار^۲ بدست می‌آید. جیوه را چینیان و هندی‌های باستان شناخته بودند و در گورهای مصریان قدیم متعلق به ۱۵۰۰ سال قبل از میلاد مسیح یافت شده است [۱۱].

حالت‌های عادی اکسیداسیون جیوه +۱ و +۲ می‌باشد، البته نمونه‌های بسیار نادری هم از ترکیبات جیوه +۳ گزارش شده است. یون Hg^{2+} تمایل شدیدی به تشکیل کمپلکس‌هایی با اعداد کوردینانسیون دو و چهار دارد، عدد کوردینانسیون شش کمتر متداول است. پایدارترین کمپلکس‌ها آن‌هایی هستند که جیوه با اتم‌های C، P، S و N لیگاند، پیوند تشکیل دهد [۴].

بیشترین کاربرد جیوه در ساخت مواد شیمیایی صنعتی و کاربردهای برقی و الکترونیکی است. علاوه بر این از جیوه در دماسنج‌ها، فشارسنج‌ها، پمپ‌های انتشار و بسیاری از وسایل آزمایشگاهی دیگر استفاده می‌گردد. از دیگر کاربردهای متنوع جیوه می‌توان به سویچ‌های جیوه‌ای، حشره‌کش‌ها، داروهای دندان، باتری‌های جیوه‌ای، الکتروود در برخی انواع الکترولیز و کاتالیزور اشاره کرد [۱۲، ۱۳].

جیوه ماده سمی بسیار خطرناکی است که به آسانی از طریق بافت‌های پوستی، تنفسی و گوارشی جذب می‌شود و باعث بروز مسمومیت‌های شدید می‌شود. جیوه سیستم عصبی مرکزی را مورد تهاجم

1- Cobalamin
2- Cinnabar

قرار داده و نیز تاثیرات بسیار بدی روی دهان، لثه و دندان می‌گذارد. اگر این فلز سنگین و سمی خورده شود، منجر به ضایعات مغزی و کبدی می‌شود [۱۴، ۱۵].

۴-۱-۱ نقره

نقره فلزی سفید مایل به خاکستری و براق است و از نظر شیمیایی یکی از فلزات سنگین و از جمله فلزات نجیب و از نظر تجارتي عنصری گرانبها تلقی می‌گردد. نقره جزء عناصر نسبتاً کمیاب بوده و از نظر فراوانی در قشر جامد زمین، در مرتبه شصت و سومین عنصر قرار دارد. مهم‌ترین کانی‌های نقره آرجنتیت^۱ و سرارجیریت^۲ می‌باشند. این عنصر در میان کلیه فلزات، مقام بهترین رسانا در زمینه گرما و الکتریسیته را دارا است [۱۶].

نقره در ترکیباتش اکثراً بصورت یک ظرفیتی است، لکن اکسید، فلوئورید و سولفید دو ظرفیتی نقره نیز ملاحظه شده است. نقره یک ظرفیتی تعداد زیادی از ترکیبات پایدار کوئوردیناسیونی تشکیل می‌دهد، این ترکیبات اغلب دو کوئوردیناسی بوده، دارای دو گروه یونی یا مولکولی پیوسته به یک یون مرکزی می‌باشند. کمپلکس‌های با عدد کوئوردیناسیون سه و چهار نیز برای نقره دیده شده است [۴].

نقره در اغلب مصارفش با یک یا چند فلز، آلیاژ می‌گردد. مهم‌ترین مصرف این فلز در ضرب سکه است و همچنین دارای مصارف معروفی در زمینه جواهرسازی و ظروف نقره و نیز آبکاری نقره است. به دلیل ناپایداری در مقابل اسیدهای غیر اکسنده به صورت بوتله و یا سایر وسایل شیمیایی مصرف می‌شود و گاهی ابزار آلات جراحی، لحیم نقره و باطری‌های انبارهای مقاوم در برابر خوردگی را از نقره تهیه می‌کنند. در آینه‌سازی به مقدار زیاد نقره مصرف می‌شود و همچنین مقدار زیادی نقره برای تهیه نقره هالیدها در عکاسی مصرف می‌شود. رسانایی بالای نقره موجب کاربرد هرچه بیشتر آن در الکتروتکنیک شده است [۱۷]. از آلیاژهایی که در آن‌ها نقره به‌عنوان جزئی از کل مصرف می‌شود،

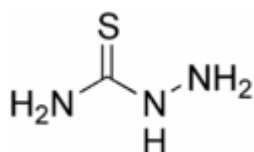
1- Argentite

2- Ceragyrite

می‌توان ملغمه‌های دندانپزشکی و پیستون‌های موتور بلب‌رینگ را نام برد. همچنین نقره دارای خواص قارچ‌کشی است و در مواردی از آن در فرایندهای سالم‌سازی^۱ آب استفاده می‌شود [۱۹،۱۸].

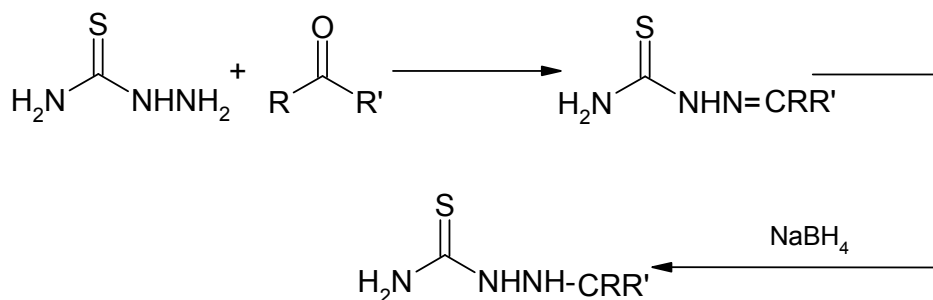
۲-۱ ترکیبات تیوسمی‌کاربازید

ساختمان ترکیبات تیوسمی‌کاربازید به صورت کلی به شکل زیر است:



شکل (۱-۱) ساختمان کلی تیوسمی‌کاربازیدها

تیوسمی‌کاربازیدها می‌توانند با آلدئیدها و کتون‌ها وارد واکنش شوند و تیوسمی‌کاربازیدهای غیر اشباع جدیدی را تولید کنند که با کاهش این محصولات جدید توسط سدیم بور هیدرید (NaBH_4) می‌توان تیوسمی‌کاربازیدهای استخلاف شده در موقعیت مورد نظر را به وجود آورد (شکل ۲-۱).



شکل (۲-۱) واکنش تیوسمی‌کاربازیدها با آلدئیدها و کتون‌ها

در چند دهه اخیر خواص شیمیایی تیوسمی‌کاربازیدها و محصولات حلقوی آن‌ها به دلیل فعالیت‌های بیولوژیکی و دارویی مختلف مورد توجه واقع شده است. به طور کلی خواص شیمیایی تیوسمی‌کاربازیدها به علت داشتن خصلت هسته دوستی آن‌ها است و مرکز واکنش‌های هسته‌دوستی

این ترکیبات بر روی اتم نیتروژن و گوگرد قرار دارد [۲۰]. این ترکیبات در برابر یون‌های فلزی مانند یک بیگانه عمل می‌کنند و از طریق تشکیل پیوند میان اتم گوگرد و اتم نیتروژن هیدرازین با یون فلزی مانند یک لیگاند دو دندانه عمل می‌کنند. البته در برخی از این ترکیبات به دلیل تشکیل پیوند میان اتم گوگرد با فلز، مانند یک لیگاند تک دندانه عمل می‌کنند [۲۱].

تیوسمی‌کاربازیدها دارای کاربردهای بیولوژیکی نظیر افزایش دهنده رشد گیاهان [۲۲]، قارچ‌کش و میکروب‌کش [۲۳] هستند. ترکیبات تیوسمی‌کاربازید فلزی نسبت به بعضی از بیماری‌ها نظیر آنفولانزا [۲۴]، آبله [۲۵]، سل [۲۶] و انواع خاصی از تومورها [۲۷] فعال بوده و مصارف دارویی دارند.

۳-۱ لزوم مطالعه ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها

در سال ۱۹۴۱ جانیک بجروم^۱ برای نخستین بار یک روش عملی برای تعیین ثابت‌های پایداری کمپلکس ارائه داد. بجروم توانست با مطالعه واکنش‌های تعادلی، ثابت‌های پایداری مرحله‌ای کمپلکس‌های فلز-آمین را در محلول‌های آبی تعیین کند [۲۸].

ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها معیارهای مؤثری در تعیین میزان تمایل لیگاند به ایجاد کمپلکس با یون فلز در محلول محسوب می‌شوند. در تیتراسیون‌های کمپلکسومتری و نیز ترسیب به شکل کی-لیت‌های نامحلول، از واکنش‌های تشکیل کمپلکس بطور مستقیم بهره می‌گیرند [۲۹]. مشروط بر معلوم بودن ثابت‌های پایداری، می‌توان شرایط غلظت بهینه، pH و سایر اطلاعات مورد نیاز در یک تحلیل شیمیایی را مورد محاسبه قرار داد [۳۰].

ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها از پارامترهای کلیدی برای تخمین تعادلات در محلول می‌باشد. آن‌ها در زمینه‌های بسیاری نظیر شیمی صنعتی، مطالعات محیطی، پزشکی و شیمی تجزیه مهم هستند، از این رو مطالعه بر روی واکنش تشکیل کمپلکس یون‌های فلزی با لیگاندهای مختلف از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است [۳۱].

۴-۱ روش‌های تعیین ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها

روش‌های اندازه‌گیری ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها اصولاً سینتیکی یا ترمودینامیکی هستند، اساس اندازه‌گیری در هر دو روش تعیین غلظت تعادلی واکنش‌دهنده یا محصول واکنش می‌باشد. روش‌های عمومی به کار گرفته شده برای تعیین ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها بر اساس تکنیک

اندازه‌گیری عبارتند از:

۱- هدایت سنجی [۳۲]

۲- pH متری [۳۳]

۳- پتانسیومتری [۳۴]

۴- پلاروگرافی [۳۵]

۵- رزونانس مغناطیسی هسته NMR [۳۶]

۶- تغییر ناگهانی دما [۳۷]

۷- اسمومتری [۳۸]

۸- استخراج با حلال [۳۹]

۹- اسپکتروفوتومتری [۴۰]

در این مطالعه برای تعیین ثابت تشکیل کمپلکس ایزومرهای ترکیب ۴و۴- فنیلن بیس-۱- پیکولینوئیل-تیوسمی‌کاربازید با یون‌های Ag^+ ، Hg^{2+} ، Cu^{2+} ، Co^{2+} از روش اسپکتروفوتومتری استفاده شده است.

۵-۱ مطالعات اسپکتروفوتومتری در تعیین ثابت‌های تشکیل کمپلکس‌ها

از بین روش‌های اسپکتروسکوپی، اسپکتروفوتومتری UV-Vis یکی از قدرتمندترین روش‌ها برای مطالعه تعادلات تشکیل کمپلکس در محلول می‌باشد زیرا در اثر واکنش بین فلز و لیگاند، کمپلکس‌های ایجاد شده، طیف‌های جذبی منحصر به فردی در ناحیه‌ی ۸۰۰-۲۵۰ nm دارند [۴۱]. وقتی اجزاء درگیر در تعادل شیمیایی رفتار طیفی مشخص و مجزایی داشته باشند تعیین غلظت اجزاء و

ثابت‌های تعادل کار ساده‌ای است. اما در بسیاری از موارد پاسخ‌های طیفی گونه‌ها به صورت قابل ملاحظه‌ای هم‌پوشانی کرده و آنالیز به سادگی پیش نمی‌رود [۴۲]. برای رفع این مشکل از اطلاعات جذبی در طول موج‌های متعدد استفاده می‌شود در این صورت تنها مشکل عمده باقیمانده در آنالیز مخلوط‌های چند جزئی مواجه شدن با مقدار زیاد داده‌های عددی و اجرای عملیات محاسباتی آن‌ها است. امروزه با دسترسی به میکروکامپیوترها و ریزپردازنده‌ها، روش جمع‌آوری داده‌ها به صورت بر خط به شکل گسترده‌ای مورد استفاده قرار می‌گیرد [۴۱].

توسعه نرم افزاری در نتیجه ظهور کمومتریکس^۱ که یک زمینه نسبتاً جدید در شیمی است کمک بسیاری در تحلیل اطلاعات ثبت شده می‌نماید [۴۳]. اولین تعریف جامع از کمومتریکس بر اساس پیشنهاد کوالسکی^۲ و فرانک^۳ به این صورت است:

" کمومتریکس یک نظام شیمیایی است که جهت طراحی، انتخاب آزمایش‌ها و بهینه‌سازی و همچنین کسب بیشترین اطلاعات شیمیایی از طریق تحلیل داده‌ها، از ریاضی و آمار و سایر روش‌های منطقی استفاده می‌کند [۴۴]. "

به علت نیاز به روش‌های کمومتریکس در مراحل مختلف یک فرایند تجزیه‌ای، دامنه این روش‌ها در شیمی تجزیه وسعت یافته است. یک فرایند تجزیه‌ای شامل چند مرحله از جمله نمونه برداری، تجزیه شیمیایی، اندازه‌گیری و سپس تفسیر نتایج می‌باشد. بررسی فرآیندهای شیمیایی جهت استخراج اطلاعات، به دو روش متفاوت تحلیل براساس مدل^۴ و تحلیل بدون استفاده از مدل^۵ امکانپذیر است [۴۵].

1- Chemometrics

2- Kowalski

3- Frank

4- Model-based analysis

5- Model-free analysis

۱-۶ تحلیل بر اساس مدل

هدف از روش تحلیل براساس مدل یافتن پارامترهای بنیادی فرایند نظیر ثابت سرعت و ثابت تعادل از داده‌های اندازه‌گیری شده می‌باشد. این روش شامل سه جزء اصلی است [۴۵]:

الف) داده‌های اندازه‌گیری شده. (مانند سری طیف جذبی از محلول)

ب) مدل، جهت توصیف داده‌ها. (در واکنش تشکیل کمپلکس مدل به صورت $M+L \rightarrow ML$ می‌باشد.)

ج) برازش^۱ داده‌ها جهت تعیین محتمل‌ترین مقادیر برای پارامترهای مدل. (پارامتر مانند ثابت تشکیل کمپلکس)

۱-۶-۱ داده‌های اندازه‌گیری شده

زمانی می‌توانیم یک مجموعه از داده‌های اندازه‌گیری شده را به مدل برازش کنیم که مینیمم تعداد داده‌ها از تعداد پارامترهای مدل بیشتر باشد. به عنوان نمونه، برای تعریف معادله‌ی یک خط راست داشتن دو جفت داده (X, Y) کافی است در حالیکه برازش صورت نگرفته است. چنانچه از سه یا تعداد بیشتری جفت داده استفاده شود می‌توان از برازش آن خط صحبت کرد.

یک مجموعه از داده‌ها از دو جزء متغیر مستقل و متغیر وابسته تشکیل شده است. در واکنش تشکیل کمپلکس انجام گرفته، متغیر مستقل مقدار یون فلزی افزوده شده و متغیر وابسته، طیف اندازه‌گیری شده به عنوان تابعی از فلز افزوده شده می‌باشد.

توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر به ازای هر متغیر مستقل یک طیف کامل جذبی بدست می‌آید، که آن‌ها را به صورت سطرهایی در ماتریس Y با ابعاد n در l قرار می‌دهیم، که n تعداد مشاهدات آزمایشگاهی^۲ (تغییرات پارامتر غیر وابسته مثل غلظت) است و l تعداد طول موجهایی است که در آن‌ها طیف گرفته می‌شود [۴۵].

1- Fiting

2- Chemical objects