

۷۷۵۵

دانشگاه تهران

دانشکده داروسازی

پایان نامه

برای دریافت درجه دکترا از دانشگاه تهران

موضوع

تعیین مقدار جیوه با PDTT و دی فن ایدرامین بادی پیکریلامین

بروش اسپکترو فتومتری

برای:                     

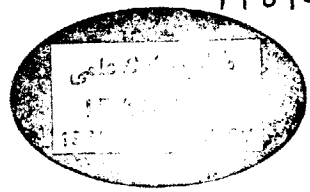
استاد ارجمند آقای دکتر رستم مقصدی

نگارش

سیند فاضل شمس

شماره پایان نامه ۱۹۴۰

سال تحصیلی ۱۳۵۲-۵۴



تقدیم بسه :

مادر مهربانم که فداکاریها و از خود گذشتگیهای

بیدریغش ما فوق قدرت یک مادر بوده است .

تقدیم بسه :

پدر عزیزم .

تقدیرم بسه :

آقای د کسر رستم مقصودی که براهنمائی ایشان توانستم

این رساله را بگذرانم .

تقدیم به :

آقای دکتر ایچ لاله‌زاری

آقای دکتر عباس شفیمی

آقای دکتر حسن فرسام

و به تمام طلاب دانش‌پژوهش<sup>9</sup>

۲۷	مقدمه
۳۰	کارهای عملی
۳۰	دستگاه‌هایی که مورد استفاده قرار گرفته اند
۳۰	محلولهای مواد شیمیایی
۳۱	روش کار
۳۲	نتیجه و بحث
۳۲	منحنی‌های جذب
۳۴	روش محاسبه جذب مولاری
۳۴	اثر فلزات یونئید روژن
۳۴	پایداری کمپلکس
۳۶	پیروی از قانون بیر
۳۶	ترکیب کمپلکس
۳۶	روش اشیاغی
۳۷	روش ایزومولار

## فهرست مطالب

<u>صفحه</u>	<u>عنوان</u>
۱	مقدمه
۴	قسمت اول
۴	اصول کلریمتری
۵	قانون لامبرت
۶	قانون بیر
۸	علل انتخاب روش کلریمتری برای تعیین مقدار اجسام
۹	منابع خطا در تعیین مقدار بروئی کلریمتری
۱۷	مناسبه وقت، صحت وحد اطمینان
۲۱	روشهای بر طرف کردن مواد مزاحم در تعیین مقدار بروئی کلریمتری .
	قسمت دوم :
۲۶	روش تعیین مقدار جیوه با EDT
۲۷	خلاصه

<u>صفحه</u>	<u>عنوان</u>
۴۰	اثر حضور یونهاپ دیگر .
۴۶	دقت عمل وصحت آزمایش
	قسمت سوم :
۴۷	تحیین مقدار دی فن ئید رامین ( بنادریل ) با دی پیکریلامین بروش اسپکتروفتومتری .
۴۸	خاز صبه
۴۸	مقدمه
۵۲	کارهای عملی
۵۲	دستگاهها
۵۲	معرفها و محلولهای مواد شیمیائی
۵۳	روشن کار
۵۳	نتیجه ریخت
۵۴	اشرح حضور مواد دیگر
۵۸	پایداری کمپلکس
۵۸	ترکیب کمپلکس بروش اشباعی
۵۹	کاهش وجود اطمینان

## مقدمه :

خود جیوه سم نیست . ولی املاح محلول آن مانند سوبلیمه شدیداً سمی هستند . اگر مقدار سم وارد شده بدخل بدن زیاد باشد موجب مسمومیت حاد میشود که همراه عوارض آنی میباشد . و اگر مقدار سم کم بود ولی بعدت طولانی وارد بدن شده در این حالت موجب مسمومیت مزمن میشود . از عوارض مهم مسمومیت مزمن اختلالات عصبی و کبدی و کلیوی میباشد .

اشارات سمی جیوه بعلت ترکیب یون جیوه با گروه سولفید ریسل

آنزیمها میباشد .

به

امروزه بعلت مصرف مواد غذائی آلوده، املاح جیوه چنین

مسمومیت هائی در دنیا دیده میشود ،

در بعضی اماکن حیوانات دریائی مانند ماهی و میگو

بعلت آلوده بودن آب دریاها به فضولات کارخانجاتی که بامشقات

جیوه سروکار دارند آلوده میشوند .

در حال حاضر در کشورمان و همچنین در سایر کشورهای جهان

تحقیقات بسیاری درباره چگونگی آلوده شدن مواد غذائی



با این ماده سمی و راههای جلوگیری از آن و بالاخره روشهای تعیین میزان این آلودگی در مواد غذائی انجام میگیرد .

در این تحقیقی که انجام داده ایم روش ساده ای برای تعیین مقدار جیوه بروش اسپکتروفتومتری بدست آورده ایم . توسط این روش میتوان جیوه را مستقیماً در حضور مقادیر زیادی از یونهای دیگر مانند کلسیم ، منیزیم ، سدیم ، پتاسیم ، سرب ، کادمیوم ، باریم ، سولفات ، لینیوم ، . . . . . و در حضور مس ، نیکل ، تالیوم و نقره با استفاده از موادی بخصوص بنام Masking Agent تعیین مقدار کرد .

علاوه بر تعیین مقدار جیوه ، روش ساده ای برای تعیین مقدار دی فن ثیدرامین بطریقه اسپکتروفتومتری بدست آورده ایم . این روش از تمام روشهای گذشته حساس تر و ساده تر میباشد . در سالهای اخیر طرق زیادی برای تعیین مقدار فلزات بروش - جذب نوری ترکیبات کمپلکس آنها با معرفهای آلی یا معدنی پیرمان شده اند ، که در این روشها از دستگاههای مقایسه نوری و انواع اسپکتروفتومترها استفاده میشود .

بیشتر کمپلکسهای فلزات در ناحیه مرئی جذب دارند . بدین معنی

که محلول رنگی مشخص کنند<sup>۱۰</sup> آن فلز تهیه میکنیم و جذب آنرا در دستگاه  
میخوانیم .

بهترین و ساده ترین روشهای اسپکتروفتومتری اینکه بتوانیم  
یک فلز را در حضور چندین فلز تعیین مقدار کنیم . یعنی فقط با فلز  
مورد آزمایش تشکیل کمپلکس رنگی داریم .

این خاصیت در روش تعیین مقدار جیوه با PDDT دیده میشود .  
گاهی اوقات در جسم در یک محلول داریم و میخواهیم یکی از  
آنها را تعیین مقدار کنیم . بهترین اثر جسم دیگری را حداقل  
برسانیم .

مثلاً " میخواهیم جیوه را در حضور مس تعیین مقدار کنیم در این  
حالت میتوانیم در حضور سیانور پتاسیم بعنوان  
Masking Agent مس و با استفاده از PDDT بعنوان معرف جیوه را بروشی که ذکر خواهد  
شد با کمال دقت تعیین مقدار کنیم .

قسمت اول

اصول کلریمتری

Fundamental Concepts of Colorimetry

Lambert's Law

قانون لامبرت (۱)

منگام عبور نور از يك محلول ، مقداری از آن نور توسط محلول جذب میشود . اگر نور مونوکروماتیک را در نظر بگیریم مقدار نور عبور یافته باشدت نور اصلی متناسب است . بنا براین اگر نور اصلی را  $I_0$  و برابر کنیم مقدار نور عبور یافته نیز  $I_t$  و برابر خواهد شد .

بنا براین :

$$a = \frac{I_t}{I_0} = \text{جزء نور اصلی : عبور یافته}$$

$$I_0 = \text{شدت نور اصلی} \quad I_t = \text{شدت نور عبور یافته} .$$

ارزش  $a$  برای یک طول موج مشخص ثابت میباشد ، ولی برای طول موجهای مختلف فرق میکند .

اگر مسیر نور در محلول رنگی  $d$  و برابر شود ، نور مانند اینکه دو بار  $d$  برابر با مقدار  $d$  حالت اولی عبور کرده باشد از شدتش بهمان نسبت اولی کاسته میشود ، یعنی بهمان نسبتی که در حالت اول از آن کم میشد در حالت بعدی از مقدارش کاسته میشود . بنا براین جذب نور یک حالت اکسپننشیال میباشد (Exponential Function)

مسیر  
و اگر لازم تغییر کند :

$$\frac{I_t}{I_0} = a^{+l}$$

میشود .

قانون بیئر ( Beer's Law ) :

• برای محلول رنگی میتوان قانون مشابه بالا بدست آورد .

این قانون که باغلظت بستگی دارد بنام قانون پیر نامیده میشود .:

$$\frac{I_t}{I_0} = a^{+c}$$

= c غلظت ماده رنگی میباشد .

اگر فرمول لا میزلاو بیئر را با هم در یک فرمول جمع کنیم ، و فرمول

دفرانسیل برای عبور نور تنظیم کنیم ، سپس انتگرال آنرا بگیریم

فرمول اساسی کلریمتری و اسپکتروفتومتری بدست خواهد آمد :

$$I_t = I_0 10^{-klc} \quad \text{or} \quad \log \frac{I_t}{I_0} = -klc$$

$$\text{Transmittance} = T = \frac{I_t}{I_0}$$

Specific extinction

= مقدار ثابت بنام k

که اگر غلظت موی را بکار ببریم  $E = k$  میشود و  $E$  را

بنام Molecular Extinction نامنداری شده است.

مقدار  $E$  بستگی به نوع ماده، رنگی، حلال، حرارت،

و طول موج نور دارد. برای یک جذب نور ساده،  $k$  یا  $E$  بستگی

به غلظت یا طول مسیر نوری که از آن عبور میکند ندارد.

اگر  $k$  نسبت به این دو فاکتور در یک سیستم ثابت نبود

آن سیستم از قانون بیر پیروی نخواهد کرد، و یک چیز بیش از یک جذب

نور ساده در کار است. مانند حالاتی که معرف با کمپلکس در یک طول

موج جذب داشته باشند.

مثلاً هنگام تعیین مقدار جیوه با EDT از طول موج ۲۷۷

صرفاً استفاده کردیم با اینکه نتیجه، ساستر بدست می داد. علت این

بود که حتماً اگر مقدار بسیار خیلی کم از معرف استخراج میشود باعث

اشتباهات بسیار در تعیین مقدار جیوه میگردد.

علل ۱ انتخاب روش کلریمتری برای تعیین مقدار اجسام (۲) :

انتخاب روش کلریمتری برای تعیین مقدار یک ماده در موارد

زیرا انجام میشود :

۱- وقتیکه روشهای وزنی یا حجمی خیلی دقیق نباشند . مثلاً

تعیین مقدار مواد در محیط بیولوژی .

۲- در مواردی که اندازه گیری میکرو خیلی دقیق مد نظر

است .

۳- روش کلریمتری اختصاصی تر از روشهای دیگر است .

۴- در مواقعی که سرعت تعیین مقدار باید زیاد باشد مخصوصاً

وقتی که چندین نمونه را تعیین مقدار میکنیم این روش پسندیده

و بهتر از روشهای دیگر است .

ناگفته نماند که روشهای کلریمتری اگر به خوبی انجام شوند

دقتهای بسیار خوبی و در حدود بهترین روشهای میکرو حجمی و میکرو وزنی

بدست میدهند . تعیین مقدار **Ca** در روشهای کلریمتری شایع است .