

# شیمی تجزیه

تجزیه و حل کردن نمونه

مهندس علی چوپانی

## تجزیه و حل کردن نمونه

محلولهای آبی  
رقیق

اسیدهای قوی و تولید: **CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S**  
بازهای قوی و تولید: آمونیاک  
**HF** و فلئوریدهای فرار  
اکسنده های قوی: کلر، برم و ید  
کاهنده های قوی: آرسین و استیبین

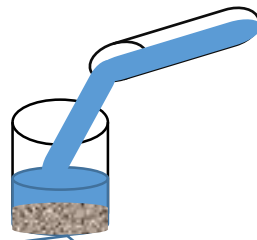
گوگرد و هالوژن یا سیلیکات

انتخاب واکنشگرها و فنون مختلف تجزیه = نقطه بحرانی موفقیت

حل کامل نمونه و  
نه آنالیت

مزاحم ها و حلال

تبخیر آنالیت



## تجزیه نمونه ها

### خاکستر کردن تر و خشک

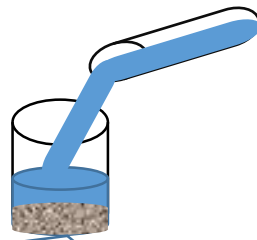
- ۱- خاکستر کردن تر در فشار بالا
- ۲- خاکستر کردن تر با ریز موج
- ۳- خاکستر کردن خشک
- ۴- لوله احتراق
- ۵- احتراق با اکسیژن در ظروف آب بندی شده

### گدازآورها

- ۱- سدیم کربنات
- ۲- پتاسیم پیروسولفات

### واکنشگرهای آبی

- 1- HCL
- 2- H<sub>2</sub>NO<sub>3</sub>
- 3- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 4- HCLO<sub>4</sub>
- 5- HF
- ۶- مخلوطهای اکسنده



## تجزیه نمونه ها

متداولترین واکنشگرها- اسیدهای معدنی- گاهی محلول‌های آبی آمونیاک- هیدروکسیدهای فلزات

## واکنشگرهای آبی

اسید هیدروکلریک غلیظ حلالی عالی برای اکسیدهای فلزی و فلزات  
محلول ۶ مولار آن با نقطه جوش ۱۱۰ درجه سانتیگراد موجود است.

**1- HCL**

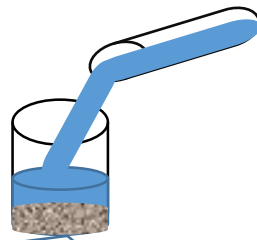
**2- H2NO3**

**3- H2SO4**

**4- HCLO4**

**5- HF**

۶- مخلوطهای  
اکسنده



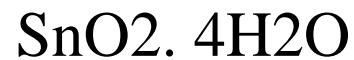
تجزیه نمونه ها

واکنشگرهای آبی

نیتریک اسید غلیظ داغ همه فلزات بجز

آلمینیوم و کروم

آلیاژهای قلع، تنگستن یا آنتیموان



1- HCL

2- **H<sub>2</sub>NO<sub>3</sub>**

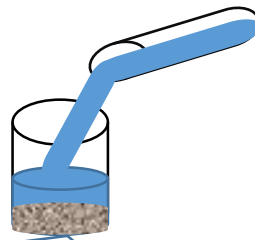
3- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

4- HCLO<sub>4</sub>

5- HF

6- مخلوطهای

اکسنده



## تجزیه نمونه ها

## واکنشگرهای آبی

اسید سولفوریک غلیظ داغ بسیاری از مواد

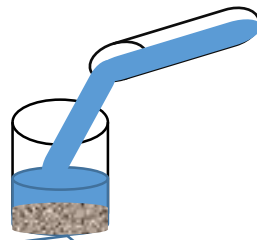
علت نقطه جوش بالای آن (۳۴۰ درجه سانتیگراد)

اکثر ترکیبات آلی در این دما اکسیده و آبردوده می شوند

**CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O**

- 1- HCL
- 2- H<sub>2</sub>NO<sub>3</sub>
- 3- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 4- HCLO<sub>4</sub>
- 5- HF

۶- مخلوطهای  
اکسنده

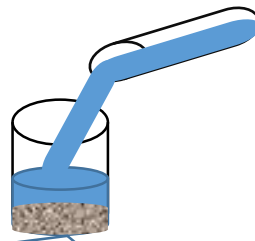


## تجزیه نمونه ها

## واکنشگرهای آبی

اسید پرکلریک غلیظ داغ  
عامل اکسنده قوی  
آلیاژهای آهن و فولاد زنگ نزن  
ماهیت انفجاری  
هودهای ویژه و مخصوص  
سیستم مستقل

- 1- HCL
- 2- H<sub>2</sub>NO<sub>3</sub>
- 3- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 4- HClO<sub>4</sub>
- 5- HF
- 6- مخلوطهای  
اکسنده



## تجزیه نمونه ها

## واکنشگرهای آبی

اسید هیدروفلوئوریک

سنگها و کانیهای سیلیکاتی (غیر سیلیس)

تترافلوئورید سیسیم

تبخیر اضافی اسید هیدروفلوئوریک ( $H_2SO_4$  و  $HClO_4$ )

تشکیل کمپلکس های بسیار پایدار

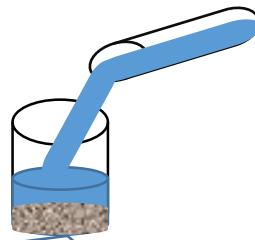
بی نهایت سمی و خورنده

بروز آثار ساعتها بعد از مواجهه

شستشو و یون کلسیم

- 1- HCL
- 2-  $H_2NO_3$
- 3-  $H_2SO_4$
- 4-  $HClO_4$
- 5- **HF**
- 6- مخلوطهای اکسنده





## تجزیه نمونه ها

### واکنشگرهای آبی

- 1- HCL
- 2- H<sub>2</sub>NO<sub>3</sub>
- 3- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 4- HCLO<sub>4</sub>
- 5- HF

۶- مخلوطهای  
اکسنده

اثرات سرعت

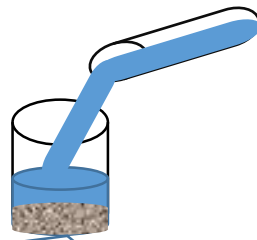
مخلوط اسید یا افزایش عامل اکسنده

تیزاب سلطانی

برم یا هیدروژن پروکسید به اسیدهای معدنی

نیتریک و پرکلریک

عدم رعایت اصول ایمنی و ایجاد انفجار و خسارت های شدید



## تجزیه نمونه ها

### خاکستر کردن تر و خشک

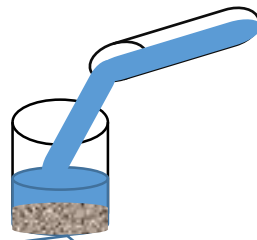
- ۱- خاکستر کردن تر در فشار بالا
- ۲- خاکستر کردن تر با ریز موج
- ۳- خاکستر کردن خشک
- ۴- لوله احتراق
- ۵- احتراق با اکسیژن در ظروف آب بندی شده

### گدازآورها

- ۱- سدیم کربنات
- ۲- پتاسیم پیروسولفات

### واکنشگرهای آبی

- 1- HCL
- 2- H<sub>2</sub>NO<sub>3</sub>
- 3- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 4- HCLO<sub>4</sub>
- 5- HF
- ۶- مخلوطهای اکسنده

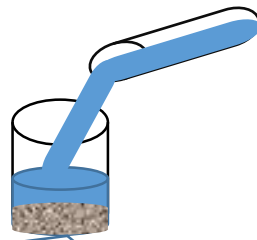


## تجزیه نمونه ها

## گدازآورها

سیلیکات ها، برخی از اکسیدهای کانی و تعدادی از آلیاژهای آهن  
نمک فلز قلیایی (گدازآور)  
مذاب قابل حل در آب  
دمای بالا (۳۰۰ تا ۱۰۰۰) و غلظت زیاد واکنشگر  
خطرات و معایب:  
امکان آلودگی با ناخالصی های گدازآور  
وجود نمک در مذاب قابل حل در آب  
وجود دماهای بالا و امکان تبخیر  
آلودگی ناشی از ظرف ذوب  
ایجاد گونه های یونی در محلولهای آبی مذاب  
واکنش متداول

- ۱- سدیم کربنات
- ۲- پتاسیم پیروسولفات



## تجزیه نمونه ها

## گداز آورها

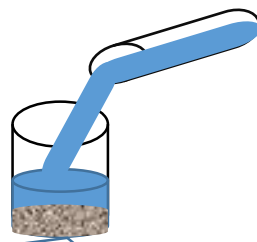
ترکیبات فلزات قلیایی  
گداز آورهای بازی: کربنات ها، هیروکسیدها، و بورات های فلزات قلیایی  
گداز آورهای اسیدی: پیروسولفات ها، اسید فلوئوریدها و بوریک اکسید

### سدیم کربنات

سیلیکاتها و برخی دیگر از مواد نسوز را می توان به وسیله گرمادادن تا دماهای  $1000^{\circ}\text{C}$  تا  $1200^{\circ}\text{C}$  با سدیم کربنات تجزیه کرد. این عمل معمولاً اجزای تشکیل دهنده کاتیونی یک نمونه آزمایشگاهی را به کربناتها یا اکسیدهای انحلالپذیر در اسید تبدیل می کند؛ اجزای تشکیل دهنده نافلزی به نمکهای سدیم انحلالپذیر تبدیل می شوند.

گداز با کربناتها معمولاً در بوتله های پلاتینی انجام می شود.

- ۱- سدیم کربنات
- ۲- پتاسیم پیروسولفات

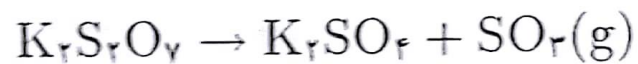


## تجزیه نمونه ها

## گدازآورها

### پتاسیم پیروسولفات

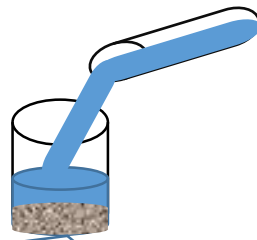
پتاسیم پیروسولفات ماده گدازآور اسیدی قدرتمندی است که به ویژه برای حمله به اکسیدهای فلزی مقاومتر سودمند است. ذوب با این واکنشگر در دمای حدود  $400^{\circ}\text{C}$  انجام می شود؛ در این دما گوگرد تریوکسید به شدت اسیدی به آرامی متصاعد می گردد:



پتاسیم پیروسولفات را می توان از گرمادادن پتاسیم هیدروژن سولفات به دست آورد:



- ۱- سدیم کربنات
- ۲- پتاسیم پیروسولفات



## تجزیه نمونه ها

### خاکستر کردن تر و خشک

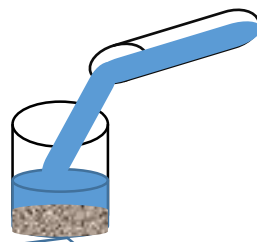
- ۱- خاکستر کردن تر در فشار بالا
- ۲- خاکستر کردن تر با ریز موج
- ۳- خاکستر کردن خشک
- ۴- لوله احتراق
- ۵- احتراق با اکسیژن در ظروف آب بندی شده

### گدازآورها

- ۱- سدیم کربنات
- ۲- پتاسیم پیروسولفات

### واکنشگرهای آبی

- 1- HCL
- 2- H<sub>2</sub>NO<sub>3</sub>
- 3- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 4- HCLO<sub>4</sub>
- 5- HF
- ۶- مخلوطهای اکسنده



## تجزیه نمونه ها

### خاکستر کردن تر و خشک

#### خاکستر کردن تر در فشار بالا

اخیراً دستگاهی برای خاکستر کردن تر خودکار انواع مختلف نمونه‌های آلی قبل از تعیین میزان فلز آنها توسط طیف‌بینی اتمی تشریح شده است [۷]. اکسایش در ظرف کوارتزی بسته‌ای انجام می‌شود که در یک بلوک گرم‌کننده آلومینمی قرار داده شده است. ظرف و بلوک در اتوکلاوی قرار دارند که می‌تواند با نیتروژن تا  $100 \text{ atm}$  تحت فشار قرار گیرد. مخلوطهای نیتریک اسید غلیظ و نیتریک/هیدروکلریک اسید برای اکسایش به‌کار برده می‌شوند و دمای این واکنشگرها در دماهای بالای اتوکلاو به  $250^\circ \text{C}$  تا  $300^\circ \text{C}$  می‌رسد. نمونه‌های آلی مانند مواد غذایی، مواد زیست‌شناختی، مواد نفتی و زغالها در  $15$  تا  $20$  دقیقه در این دستگاه اکسید می‌شوند.

#### ۱- خاکستر کردن تر در

#### فشار بالا

#### ۲- خاکستر کردن تر با ریز

#### موج

#### ۳- خاکستر کردن خشک

#### ۴- لوله احتراق

#### ۵- احتراق با اکسیژن در

#### ظروف آب بندی شده

## خاکستر کردن تر با ریزموج

یک ابداع جدید در خاکستر کردن تر در فشارهای بالا (و بنابراین در دماهای بالا) بر اساس تجزیه با ریزموج نمونه‌ها در نیتریک اسید و سایر اسیدهای معدنی موجود در ظرفهای تفلونی استوار است [۸]. گرمادادن در یک آون ریزموج طراحی شده خاص انجام می‌شود که هم‌اکنون در بازار موجود است. گزارش شده‌است که سرعت خاکستر کردن تر و کارایی تجزیه با این نوع دستگاه تا حد زیادی افزایش می‌یابد. مثلاً، تجزیه‌هایی که در شرایط اتمسفری به چند ساعت نیاز دارند توسط فنون ریزموج در چند دقیقه انجام می‌شوند. مزیت دیگر این است که مقدار واکنشگر مورد نیاز برای هضم به مراتب کمتر است، بنابراین مقادیر واکنشگرهای شاهد را به طور قابل ملاحظه‌ای کاهش می‌دهد.



