

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ  
الْحَمْدُ لِلَّهِ الَّذِي  
بَدَأَ الْخَلْقَ وَإِنَّ  
عِلْمَهُ لَشَدِيدٌ



دانشکده شیمی

گروه شیمی تجزیه

پایان نامه کارشناسی ارشد

اندازه گیری مقادیر کم کبالت با اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای بعد از پیش تغلیظ با روش

میکرواستخراج مایع - مایع پخشی

دانشجو :

آرزو افروغه

استاد راهنما :

دکتر ناصر گودرزی

استاد مشاور :

دکتر قدمعلی باقریان دهقی

بهمن ماه ۱۳۹۰



دانشگاه صنعتی شاهرود

دانشکده شیمی

پایان نامه کارشناسی ارشد

آرزو افروغه

رشته شیمی تجزیه

تحت عنوان

اندازه گیری مقادیر کم کبالت (II) با طیف سنجی جذب اتمی بعد از پیش تغلیظ با

میکرواستخراج مایع - مایع بخشی

در تاریخ ۱۳۹۰/۱۱/۱۵ توسط کمیته تخصصی زیر جهت اخذ مدرک کارشناسی ارشد رشته شیمی تجزیه

مورد ارزیابی و با درجه عالی مورد پذیرش قرار گرفت.

امضاء	مرتبه علمی	نام و نام خانوادگی	اعضای هیأت داوران
	دانشیار	ناصر گودرزی	استاد راهنمای اول
		--	استاد راهنمای دوم
	دانشیار	قدمعلی باقریان دهقی	استاد مشاور
	استادیار	زهرا کلانتر کهدمی	نماینده شورای تحصیلات تکمیلی
	دانشیار	منصور عرب چم جنگلی	استاد ممتحن
	استادیار	فاطمه مصدرالامور	استاد ممتحن

تقدیم به:

سایبانان آرامش،

به فرشته زندگانیم،

به آن عزیزی که قلبم به یاریش در نهایت دلتنگی تپیدن گرفت.

به بهترین واژه های سخن، مادر عزیزم

همسر عزیزم که همیشه همراهم بود

روح پاک پدرم که شیفته علم و

دانش بود

خواهران محبوبم، رزیتا و لیلی

9

گل باغ همیشه سبز زندگی مان :

امیرعلی

که قشنگ ترین بهانه برای زندگی شیرین

ما می باشد.

## سپاسگزاری:

سپاس بی کران خداوند یکتا را که باغ وجود ما را به ضیا دانایی و پرتو روشنایی بخش آگاهی، زینت و طراوت بخشید.

خداوند متعال را شاکرم که با لطف و عنایات بی پایان خویش تحمل سختیها و مرارتها را در مسیر تحقیق برایم آسان ساخت و امید به موفقیت را در من زنده نگه داشت و انجام این تحقیق را برایم ممکن ساخت. من در نوشتن این اثر تحقیقی، مدیون همه آموزگاران، دبیران و استادان بزرگواری هستم که در مقاطع مختلف تحصیلی از خرمن دانش ایشان خوشه چینی کردم و بیش از همه بر خود لازم می دانم مراتب سپاس و قدردانی خویش را از زحمات استاد گرانقدرم جناب آقای دکتر ناصر گودرزی ابراز دارم که از ابتدا تا انتهای این پژوهش همواره مرا با راهنماییهای ارزشمند خود هدایت نمودند.

از جناب آقای دکتر قدمعلی باقریان دهقی بخاطر کمکهایشان در امر مشاوره پایان نامه تشکر می نمایم. از جناب آقای دکتر منصور عرب چم جنگلی و سرکار خانم دکتر فاطمه مصدراامور که زحمت داوری و بازخوانی این پایان نامه را تقبل فرمودند بی نهایت سپاسگزارم.

از زحمات کارکنان محترم دانشکده شیمی، جناب آقای اللهیاری، سرکار خانم جعفری، جناب آقای مهندس کلی، جناب آقای مهندس مومنی و سرکار خانم مهندس برنجی که نهایت همکاری را با اینجانب داشتند کمال قدردانی و سپاسگزاری را دارم.

از همکاری کادر محترم دبیرستان فرزندگان، دبیرستان نمونه دولتی الزهرا (س) و عفاف شاهرود، سرکار خانمهای حمیده محبی، رویا ذوالفقاری، فاطمه صالحان، مریم اجدادی، گلچهره محمدی و فرحناز کلباسی تشکر و سپاسگزاری می کنم.

از همکاری کارشناسان محترم آزمایشگاه شیمی دانشگاه علوم پزشکی شاهرود، سرکار خانم پیراسته نوروزی، سرکار خانم داوردوست و سرکارخانم فضلی کمال تشکر و سپاسگزاری را دارم.

همچنین از دوستان خوبم، دانشجویان کارشناسی ارشد شیمی ۸۸ و ۸۹ کمال قدردانی را دارم.

## تعهد نامه

اینجانب دکتر سیدرضا حسینی دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته مهندسی صنایع

دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان نامه بررسی و طراحی سیستم کنترل و مانیتورینگ

نامی دکتر سیدرضا حسینی تحت راهنمایی دکتر ناصر حسینی متعهد می شوم .

- تحقیقات در این پایان نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است .
- در استفاده از نتایج پژوهشهای محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است .
- مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است .
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد و مقالات مستخرج با نام « دانشگاه صنعتی شاهرود » و یا « Shahrood University of Technology » به چاپ خواهد رسید .
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه ، در مواردی که از موجود زنده ( یا یافتههای آنها ) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است .
- در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است اصل رازداری ، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است .

تاریخ ۹۰/۱۲/۲۲

امضای دانشجو

### مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج ، کتاب ، برنامه های رایانه ای ، نرم افزار ها و تجهیزات ساخته شده است ) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد . این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود .
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی باشد.

\* متن این صفحه نیز باید در ابتدای نسخه های تکثیر شده پایان نامه وجود داشته باشد .

تعیین مقادیر کم کبالت با استفاده از اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای بعد از میکرواستخراج

## مایع - مایع پخشی

### چکیده

در این پایان نامه یک روش ساده و حساس میکرواستخراج مایع- مایع پخشی برای پیش تغلیظ کبالت (II) قبل از اندازه گیری آن با اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای ارائه شده است. روش تجزیه ای بر اساس تشکیل کمپلکس کبالت (II) با لیگاند هیدروکسی نفتول بلو (HNB) می باشد که پس از استخراج کمپلکس تشکیل شده با کربن تتراکلرید به عنوان حلال استخراج و اتانول به عنوان حلال پخش کننده، غلظت کبالت در قطره حلال به روش اسپکترومتری جذب اتمی تعیین مقدار می گردد. تاثیر پارامترهایی مانند pH، نوع و حجم بافر، نوع و حجم حلال استخراج کننده، نوع و حجم حلال پخش کننده، نوع و حجم حلال رقیق کننده، حجم فازآبی، غلظت لیگاند، قدرت یونی، زمان استخراج و سرعت سانتریفوژ بررسی شده است. همچنین تاثیر یونهای مزاحم بر کارایی روش مورد بررسی قرار گرفت. تحت شرایط بهینه، دامنه خطی منحنی کالیبراسیون در گسترده ۰/۱ - ۰/۰۰۲ میلی گرم برلیتر، حد تشخیص ۰/۱۴۹ میکروگرم بر لیتر و فاکتور پیش تغلیظ ۴۴/۲ بدست آمد. انحراف استاندارد نسبی برای شش اندازه گیری تکراری با غلظت های ۰/۰۲، ۰/۰۳ و ۰/۰۴ به ترتیب ۴/۹۵٪، ۳/۴۵٪ و ۴/۸۷٪ بدست آمده است. این روش برای اندازه گیری کبالت در نمونه های حقیقی و سنتزی با موفقیت بکار برده شده است.

**کلمات کلیدی:** لیگاند هیدروکسی نفتول بلو، میکرواستخراج مایع - مایع پخشی و اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای.

مقالات مستخرج از این پایان نامه:

۱- اندازه گیری مقادیر کم کادمیم با روش اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای بعد از پیش تغلیظ با روش میکرواستخراج مایع - مایع پخشی، پنجمین سمینار روز جهانی محیط زیست، دانشگاه تهران، اردیبهشت ۱۳۹۰.

۲- کاربرد میکرواستخراج مایع - مایع پخشی - طیف سنجی جذب اتمی شعله ای برای اندازه گیری مقادیر کم کبالت در نمونه های حقیقی، پانزدهمین سمینار شیمی ایران، دانشگاه بوعلی سینا همدان، شهریور ۱۳۹۰.

۳- کاربرد میکرواستخراج مایع - مایع پخشی - طیف سنجی جذب اتمی شعله ای برای اندازه گیری مقادیر کم سرب در نمونه های آبی، پنجمین سمینار ملی شیمی و محیط زیست، دانشگاه شهید چمران اهواز، دی ۱۳۹۰.



## فهرست

### چکیده

۱	فصل اول	۱
۱ - ۱	اهمیت و کاربرد کبالت	۱
۱ - ۱ - ۱	تاریخچه	۱
۱ - ۱ - ۲	مشخصات کبالت	۱
۱ - ۱ - ۳	کاربردهای کبالت	۲
۱ - ۱ - ۴	تأثیرات بیولوژیکی و زیست محیطی کبالت	۳
۱ - ۱ - ۵	منابع آلودگی	۴
۱ - ۱ - ۵ - ۱	هشدارها	۳
۱ - ۲	مروری بر کارهای انجام شده در زمینه اندازه گیری کبالت	۴
۹	فصل دوم	۹
۹ - ۲	آماده سازی نمونه	۹
۹ - ۲ - ۲	استخراج	۱۰
۹ - ۲ - ۲ - ۱	استخراج مایع - مایع (LLE)	۱۱
۹ - ۲ - ۲ - ۲	استخراج بر روی فاز جامد (SPE)	۱۲
۹ - ۲ - ۳	تقسیم بندی روشهای میکرو استخراج	۱۳
۹ - ۲ - ۳ - ۱	میکرو استخراج با فاز جامد (SPME)	۱۴
۹ - ۲ - ۳ - ۲	میکرو استخراج با فاز مایع (LPME)	۱۵
۹ - ۲ - ۳ - ۲ - ۱	حالت ایستا	۱۶
۹ - ۲ - ۳ - ۲ - ۲	حالت پویا	۱۷
۹ - ۲ - ۳ - ۲ - ۳	میکرو استخراج در فاز مایع با کمک فیبر تو خالی (HF/LPME)	۱۸
۹ - ۲ - ۳ - ۲ - ۴	میکرو استخراج در فضای فوقانی فاز مایع (HS/LPME)	۲۰
۹ - ۲ - ۳ - ۲ - ۵	میکرو استخراج با حلال همراه با استخراج برگشتی (BE/LPME)	۲۱
۹ - ۲ - ۳ - ۲ - ۶	میکرو استخراج با حلال آلی توسط میله ای از جنس فیبر متخلخل (SBME)	۲۲
۹ - ۲ - ۳ - ۲ - ۷	میکرو استخراج با حلال در نمونه در حال جریان (CFME)	۲۳

۲۴	..... ۲- ۳- ۸ - استخراج درون یک قطره (SDME)
۲۵	..... ۲- ۳- ۸- ۱ - استخراج قطره در قطره (DDSME)
۲۶	..... ۲- ۳- ۸- ۲ - میکرو استخراج مستقیم توسط یک قطره (DSDME)
۲۷	..... ۲- ۳- ۹ - میکرو استخراج مایع - مایع پخشی (DLLME)
۲۹	..... ۲- ۳- ۹- ۱ - روابط تئوری در میکرو استخراج مایع - مایع پخشی
۳۱	..... ۲- ۴- طیف سنجی جذب اتمی
۳۱	..... ۲- ۴- ۱ - دستگاهوری جذب اتمی
۳۲	..... ۲- ۴- ۲ - اصول اندازه گیری در طیف سنجی جذب اتمی
۳۳	..... فصل سوم
۳۴	..... ۳- ۱- تعیین مقادیر کم کبالت (II) با طیف سنجی جذب اتمی بعد از پیش تغلیظ با میکرواستخراج مایع - مایع پخشی
۳۴	..... ۳- ۱- ۱ - محلولهای مورد استفاده و طرز تهیه آنها
۳۶	..... ۳- ۱- ۲ - وسایل و دستگاههای لازم
۳۷	..... ۳- ۱- ۳ - طیف جذبی کمپلکس
۳۹	..... ۳- ۱- ۴ - بررسی و بهینه سازی متغیرهای موثر بر پیش تغلیظ و اندازه گیری کبالت
۴۰	..... ۳- ۱- ۵ - روش کار در بهینه سازی متغیرهای موثر بر حساسیت روش DLLME- FAAS جهت اندازه گیری کبالت
۴۱	..... ۳- ۱- ۵- ۱ - بررسی اثر pH
۴۴	..... ۳- ۱- ۵- ۲ - بررسی اثر نوع بافر
۴۶	..... ۳- ۱- ۵- ۳ - بررسی حجم بافر
۴۸	..... ۳- ۱- ۵- ۴ - بررسی اثر نوع حلال رقیق کننده
۵۰	..... ۳- ۱- ۵- ۵ - بررسی اثر حجم حلال رقیق کننده
۵۱	..... ۳- ۱- ۵- ۶ - بررسی اثر نوع حلال استخراج کننده
۵۶	..... ۳- ۱- ۵- ۷ - بررسی اثر حجم حلال استخراج کننده
۵۹	..... ۳- ۱- ۵- ۸ - بررسی اثر نوع حلال پخش کننده
۵۸	..... ۳- ۱- ۵- ۹ - بررسی اثر حجم حلال پخش کننده
۶۱	..... ۳- ۱- ۵- ۱۰ - بررسی اثر غلظت لیگاند
۶۳	..... ۳- ۱- ۵- ۱۱ - بررسی اثر قدرت یونی

۶۵	..... ۳- ۱- ۵- ۱۲ - بررسی اثر حجم فاز آبی
۶۷	..... ۳- ۱- ۵- ۱۳ - بررسی اثر زمان استخراج
۶۹	..... ۳- ۱- ۵- ۱۴ - بررسی اثر سرعت سانتریفوژ
۷۱	..... ۳- ۱- ۶ - شرایط بهینه میکرو استخراج مایع - مایع پخشی
۷۲	..... ۳- ۱- ۷ - رسم منحنی کالیبراسیون پیش تغلیظ
۷۵	..... ۳- ۱- ۸ - بررسی اثر مزاحمت
۷۷	..... ۳- ۱- ۹ - حد تشخیص
۷۸	..... ۳- ۱- ۱۰ - دقت و صحت
۷۸	..... ۳- ۱- ۱۱ - تعیین درصد باز یابی
۸۱	..... ۳- ۱- ۱۲ - تعیین فاکتور پیش تغلیظ
۸۱	..... ۳- ۱- ۱۳ - کاربرد روش
۸۱	..... ۳- ۱- ۱۳ - اندازه گیری کبالت در نمونه های آب
۸۲	..... ۳- ۱- ۱۳ - ۲ - اندازه گیری کبالت در نمونه های خاک
۸۳	..... ۳- ۱- ۱۳ - ۳ - اندازه گیری کبالت در نمونه های میوه و سبزی
۸۶	..... ۳- ۱- ۱۳ - ۴ - اندازه گیری کبالت در خون

۸۹	..... فصل چهارم
۹۰	..... ۴- ۱ - سیستم مورد استفاده
۹۱	..... ۴- ۲ - ارقام شایستگی روش
۹۲	..... ۴- ۳ - مقایسه اندازه گیری کبالت با میکرواستخراج مایع - مایع پخشی و اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای با سایر روشها
۹۳	..... ۴- ۴ - نتیجه گیری
۹۴	..... ۴- ۵ - آینده نگری
۹۵	..... مراجع

چکیده

پیوست

## فهرست جداول

جدول ۱-۱	ویژگیهای عمومی کبالت	۲
جدول ۱-۲	روشهای جداسازی	۱۰
جدول ۱-۳	مواد شیمیایی مورد استفاده	۳۵
جدول ۲-۳	شرایط پارامترهای دستگاهی برای اندازه گیری کبالت	۳۶
جدول ۳-۳	نتایج حاصل از بررسی pH	۴۳
جدول ۳-۴	نتایج حاصل از بررسی اثر نوع بافر	۴۵
جدول ۳-۵	نتایج حاصل از بررسی حجم بافر	۴۷
جدول ۳-۶	نتایج حاصل از بررسی اثر نوع حلال رقیق کننده	۴۹
جدول ۳-۷	نتایج حاصل از بررسی حجم حلال رقیق کننده	۵۱
جدول ۳-۸	نتایج حاصل از بررسی نوع حلال استخراج کننده	۵۳
جدول ۳-۹	نتایج حاصل از بررسی حجم حلال استخراج کننده	۵۵
جدول ۳-۱۰	نتایج حاصل از بررسی اثر حجم حلال پخش کننده	۵۸
جدول ۳-۱۱	نتایج حاصل از بررسی نوع حلال پخش کننده	۶۰
جدول ۳-۱۲	نتایج حاصل از بررسی غلظت لیگاند	۶۲
جدول ۳-۱۳	نتایج حاصل از بررسی اثر قدرت یونی	۶۴
جدول ۳-۱۴	نتایج حاصل از بررسی حجم فاز آبی	۶۶
جدول ۳-۱۵	نتایج حاصل از بررسی اثر زمان استخراج	۶۸
جدول ۳-۱۶	نتایج حاصل از بررسی اثر سرعت سانتیفریوژ	۷۰
جدول ۳-۱۷	شرایط بهینه میکرو استخراج مایع - مایع پخشی محلول آبی کبالت	۷۲
جدول ۳-۱۸	سیگنالهای تجزیه ای بدست آمده برای غلظت های مختلف کبالت در محدوده ۰/۱۵ - ۰/۰۰۲	۷۴
جدول ۳-۱۹	نتایج حاصل از بررسی اثر گونه های مزاحم در اندازه گیری یون کبالت با غلظت ۰/۰۵ میلی گرم بر لیتر	۷۶
جدول ۳-۲۰	نتایج حاصل از دقت و صحت روش	۷۸
جدول ۳-۲۱	سیگنالهای مستقیم بدست آمده غلظت های ۰/۵۰ - ۵/۰ میلی گرم بر لیتر کبالت (II)	۷۹
جدول ۳-۲۲	نتایج محاسبه درصد بازیابی کبالت (II)	۸۰
جدول ۳-۲۳	نتایج حاصل از بررسی نمونه های آب	۸۲
جدول ۳-۲۴	نتایج حاصل از بررسی نمونه های خاک	۸۳

- جدول ۳- ۲۵ نتایج حاصل از بررسی اندازه گیری کبالت در نمونه های میوه و سبزی ..... ۸۵
- جدول ۳- ۲۶ نتایج حاصل از بررسی اندازه گیری کبالت در خون ..... ۸۸
- جدول ۴- ۱ مقایسه روش پیشنهادی با روش های پیش تغلیظ کبالت با اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای ..... ۹۳

### فهرست اشکال

- ۱-۲ نمودار طبقه بندی روشهای میکرو استخراج ..... ۱۳
- ۲-۲ نمونه هایی از تجهیزات SPME ..... ۱۵
- ۳-۲ دستگاه SME ساخته شده کانت ول ..... ۱۶
- ۴-۲ میکرو استخراج در حالت ایستا فاز مایع ..... ۱۷
- ۵-۲ مراحل استخراج در فیلم نازک از حلال آلی درون میکروسرنج ..... ۱۸
- ۶-۲ استخراج درون قطره با حمایت فیبر توخالی ( حالت ایستا) ..... ۱۹
- ۷-۲ استخراج درون قطره با حمایت فیبر توخالی ( حالت پویا ) ..... ۱۹
- ۸-۲ استخراج در یک قطره در فضای فوقانی فاز مایع ..... ۲۰
- ۹-۲ نمایی از سیستم ( BE/LPME) ..... ۲۱
- ۱۰-۲ نمایی از روش استخراج توسط روش SBME ..... ۲۲
- ۱۱-۲ مراحل استخراج بوسیله روش استخراج با حلال از نمونه در حل جریان ..... ۲۳
- ۱۲-۲ سیستم استخراج درون یک قطره ..... ۲۴
- ۱۳-۲ استخراج به روش قطره در قطره ..... ۲۵
- ۱۴-۲ دستگاه استخراج بروش DSDME ..... ۲۷
- ۱۵-۲ مراحل مختلف DLLME ..... ۲۹
- ۱-۳ طیف جذبی محلول کمپلکس کبالت با لیگاند HNB ..... ۳۸
- ۲-۳ طیف جذبی محلول شاهد ..... ۳۸
- ۳-۳ بررسی اثر زمان بر کامل شدن واکنش کبالت با لیگاند HNB ..... ۳۹
- ۴-۳ بررسی اثر pH بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME-FAAS ..... ۴۴
- ۵-۳ بررسی نوع بافر بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME –FAAS ..... ۴۶
- ۶-۳ بررسی اثر حجم بافر بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۴۸
- ۷-۳ بررسی اثر نوع حلال رقیق کننده بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۴۹
- ۸-۳ بررسی اثر حجم حلال رقیق کننده بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۵۱
- ۹-۳ بررسی اثر نوع حلال استخراج کننده بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۵۳

- ۳- ۱۰ بررسی اثر حجم حلال آلی بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۵۶
- ۳- ۱۱ بررسی اثر حجم حلال پخش کننده بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۵۸
- ۳- ۱۲ بررسی اثر نوع حلال پخش کننده بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۶۰
- ۳- ۱۳ بررسی اثر غلظت لیگاند بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۶۲
- ۳- ۱۴ بررسی اثر قدرت یونی بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۶۴
- ۳- ۱۵ بررسی اثر حجم فاز آبی بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۶۶
- ۳- ۱۶ بررسی اثر حجم فاز آبی بر راندمان استخراج با روش DLLME – FAAS ..... ۶۷
- ۳- ۱۷ بررسی اثر زمان استخراج بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۶۹
- ۳- ۱۸ بررسی اثر سرعت سانتریفوژ بر اندازه گیری کبالت با روش DLLME – FAAS ..... ۷۱
- ۳- ۱۹ منحنی کالیبراسیون پیش تغلیظ برای کبالت ..... ۷۵
- ۳- ۲۰ منحنی سیگنال مستقیم کبالت (II) ..... ۷۹
- ۴- ۱ ساختار گسترده ی لیگاند HNB ..... ۹۰
- ۴- ۲ نمایش پروتونه شدن الكل و تشکیل زوج یون با گروههای سولفونات ..... ۹۲

# فصل اول

## مقدمه

### ۱-۱- اهمیت و کاربرد کبالت

#### ۱-۱-۱- تاریخچه

کبالت و ترکیبات آن از زمان های قدیم برای ایجاد رنگ آبی در شیشه سازی و سفالگری به کار می رفته است. در سال ۱۷۳۵ یک دانشمند سوئدی به نام جورج براندت<sup>۱</sup> برای اولین بار فلز کبالت را به صورت یک نمونه ی ناخالص با احیا کردن از کانسنگ آن جدا کرد.

در سال ۱۷۸۰ ت.ا. برگمان<sup>۲</sup> نشان داد که این فلز در واقع یک عنصر است. استفاده از کبالت به عنوان یک فلز به سال ۱۹۰۷ برمی گردد. در سال ۱۹۳۰ مشاهده شد که افزودن کبالت به آلیاژهای خاصی از آهن، نیکل و آلومینیوم ویژگی آنها را به عنوان آهنربای دائم افزایش می دهد.

استخراج کانی های کبالت، نیکل، طلا و نقره در سال ۱۹۳۲ در مراکش آغاز شد. تولید کبالت از کانه های مس زامبیا در سال ۱۹۳۳ انجام گرفت. گلن سیبرگ<sup>۳</sup> و جان لیونگود<sup>۴</sup> در سال ۱۹۳۸ کبالت ۶۰ را کشف کردند. در سال ۱۹۴۰ نیز شرکت بین المللی نیکل، روش جدیدی را برای بازیافت کبالت از کانه های نیکل معرفی کرد.

#### ۱-۱-۲- مشخصات کبالت

نام کبالت از واژه آلمانی Cobalt یا Kobald گرفته شده است که به معنی روح شیطان<sup>۵</sup> است. این نام را کارگران معدن به علت سمی و دردسر ساز بودن این عنصر برای آن انتخاب کردند (کبالت سایر عناصر معدن را آلوده و کم عیار می کند). کبالت سی و دومین عنصر از نظر فراوانی در پوسته زمین است که مقدار آن نیز ۰/۰۰۲ درصد است.

<sup>1</sup> George Brandt

<sup>2</sup> T. A. Bregman

<sup>3</sup> Glenn Seaborg

<sup>4</sup> John livingood

<sup>5</sup> Evil Sprit



## فصل اول - مقدمه

کبالت فلزی نادر، به رنگ سفید تا خاکستری رنگ یا سفید - نقره ای با نماد Co می باشد. این عنصر بصورت فلز آزاد وجود ندارد و از لحاظ ژئوشیمیایی نیز مشابه نیکل است و کانی های آن همراه کانی های نیکل یافت می شود. کبالت با منشا طبیعی دارای یک ایزوتوپ پایدار  $^{59}\text{Co}$  است، که بصورت طبیعی یافت شده دارای ۲۲ ایزوتوپ رادیو اکتیو بوده که فراوانترین آنها به ترتیب،  $^{60}\text{Co}$  با نیمه عمر ۵/۲۷۱۴ سال،  $^{57}\text{Co}$  با نیمه عمر ۲۷۱/۷۹ سال،  $^{56}\text{Co}$  با نیمه عمر ۷۷/۲۷ روز و  $^{59}\text{Co}$  با نیمه عمر ۷۰/۸۶ روز می باشد [۱]. کبالت به دو حالت اکسایش (II) و (III) وجود دارد و معمولاً حالت‌های با عدد اکسایش بالاتر پایدار نیستند. برخی ویژگیهای عمومی کبالت در جدول (۱-۱) آمده است.

جدول (۱-۱): ویژگیهای عمومی کبالت

۲۷	عدداً اتمی
۵۸/۹۳۳	وزن اتمی (g/mol)
۸/۹	وزن مخصوص ( $\text{g/cm}^3$ )
۱۴۹۵	نقطه جوش ( $^{\circ}\text{C}$ )
۲۸۷۰	نقطه ذوب ( $^{\circ}\text{C}$ )
$[\text{Ar}], 3d^7, 4s^2$	آرایش الکترونی

### ۱-۱-۳- کاربردهای کبالت

کبالت دارای کاربردهای متنوعی است که در زیر به برخی از آنها اشاره می شود :

- آلیاژهای مغناطیسی برای آهنربای دائمی قوی

- کاتالیزور در صنایع شیمیایی و نفتی

- تولید رنگ های روغنی

- استریلیزه کردن غذاها با روش تابشی

### ۱-۱-۴- تاثیرات بیولوژیکی و زیست محیطی کبالت

در سیستم های بیولوژی کبالت به عنوان یک عنصر جزئی در مقیاس میلی گرم و میکروگرم بوده و بیشتر در اعمال آنزیمی دخالت دارد. تمامی موجودات زنده (حتی انسان ها) به مقادیر کمی از نمکهای کبالت نیاز دارند به نحوی که ppm ۱۳-۳۰ کبالت در خاک، سلامتی جانوران را تامین می کند. کبالت هسته اصلی ویتامین کوبالامین<sup>۶</sup> یا B<sub>۱۲</sub> می باشد که این ویتامین در خون سازی و حفظ سلامت اعصاب نقش دارد.

### ۱-۱-۵- منابع آلودگی

کارخانه های تولید کننده فراورده های کبالت می توانند از مهم ترین منابع آلودگی کبالت باشند. کبالت از طریق منابع طبیعی، سوختن زغال یا نفت و یا تولید آلیاژهای کبالت وارد طبیعت می شود. باطله های صنعتی و همچنین صنایع ریخته گری نیز از منابع آلودگی کبالت به شمار می آیند.

### ۱-۱-۵-۱- هشدارها

برخی بیماریهای ناشی از قرار گرفتن در معرض کبالت عبارتند از:

- بیماریهای ریوی و قلبی
- بیماریهای پوستی در اثر تماس پوست با محلولهای حاوی کبالت.
- ورود مقدار زیاد کبالت به بدن می تواند باعث برونشیت حاد شود.
- موسسه بین المللی تحقیقات سرطان، این عنصر را سرطان زای احتمالی معرفی نموده است.

---

<sup>6</sup> Cobalamine

### ۲-۱- مروری بر کارهای انجام شده در زمینه اندازه گیری کبالت

با توجه به موارد ذکر شده، اندازه گیری مقادیر بسیار کم کبالت اهمیت زیادی دارد. با استفاده از طیف سنجی جذب اتمی الکتروترمال، شعله و دیگر روش های اسپکترومتری می توان مقدار کبالت را در آب های محیطی و فاضلاب ها را تعیین نمود. اما از آن جایی که تعیین مقادیر بسیار کم کبالت در آب از طریق اندازه گیری مستقیم امکان پذیر نیست، بایستی از روش های پیش تغلیظ و جداسازی قبل از اندازه گیری استفاده کرد. در اینجا به ارائه گزارش هایی که در آنها اندازه گیری کبالت توسط پیش تغلیظ به صورت میکرو استخراج مایع - مایع جفت شده با طیف سنجی جذب اتمی شعله ای انجام شده است، می پردازیم.

در سال ۲۰۰۱، جیانرونگ چن<sup>۷</sup> و همکارانش از روش استخراج نقطه ابری و اسپکترومتری جذب اتمی شعله برای پیش تغلیظ و تعیین مقادیر کم کبالت و نیکل، در نمونه های مختلف آب استفاده نمودند. این کار بعد از تشکیل کمپلکس با لیگاند ۱- (۲- تیاژولیل آزو) ۲- نفتول (TAN) صورت گرفته است. برای آنالیز از اسپکترومتری جذب اتمی شعله استفاده شده است و Triton x-114 نیز به عنوان سورفاکتانت بکار رفته است. تحت شرایط بهینه حد تشخیص ۰/۲۴ میکرو گرم برلیتر برای کبالت بدست آمد [۲].

در سال ۲۰۰۲ زئوفن ین<sup>۸</sup> و همکارانش از روش FI-FAAS برای اندازه گیری مقادیر کم کبالت استفاده کردند. این کار بعد از تشکیل کمپلکس با لیگاند ۲- نیتروز ۱- نفتول صورت گرفته است. تحت شرایط بهینه حدتشخیص ۳/۲ میکروگرم بر لیتر و فاکتور پیش تغلیظ ۱۷/۲ برای کبالت بدست آمد. [۷۱].

در سال ۲۰۰۳، کلیسیه<sup>۹</sup> و همکارانش از روش استخراج نقطه ابری بر اساس فاز مایسلی و اسپکتروسکوپی جذب اتمی شعله برای پیش تغلیظ و تعیین مقادیر کم کبالت استفاده نمودند. این روش با استفاده از ترتیون X-۱۱۴ و سدیم دو دسیل سولفات<sup>۱۰</sup> (SDS) به عنوان محیط مایسلی، زمانیکه جداسازی در حضور اسید کلریدریک یا کلرید سدیم اضافی قرار می گیرد، انجام می شود. حد تشخیص روش

<sup>1</sup> Jianrong Chen

<sup>8</sup> Xuefeng Yin

<sup>3</sup> Clesia

<sup>4</sup> Sodium dodecylsulfate

## فصل اول - مقدمه

۱/۱ میکروگرم بر لیتر زمانیکه کلرید سدیم استفاده شده و ۱/۶ میکروگرم بر لیتر زمانیکه از هیدروکلریک اسید استفاده شده و گستره ی خطی برای هر دو محیط ۲۰۰-۲۵ میکرو گرم بر لیتر گزارش شده است. [۳] در سال ۲۰۰۳، منظوری و همکارانش از روش استخراج نقطه ابری و اسپکترومتری جذب اتمی برای پیش تغلیظ و تعیین مقادیر کم کبالت در نمونه های بیولوژیکی استفاده نمودند. در این روش آب از فاز غنی از سورفاکتانت رقیق شده زدوده شده است. در فرآیند استخراج نتایج نشان داده است که زدودن آب از این فاز باعث افزایش فاکتور غنی سازی تا ۴ برابر شود. PAN و اکتیل فنوکسی پلی اتوکسی اتانول (تریتون X- ۱۱۴) به عنوان لیگاند آگریز و سورفاکتانت غیر یونی استفاده شده است. فاکتور پیش تغلیظ ۱۱۵ برای کبالت استخراج شده از ۱۰ میلی لیتر نمونه گزارش شده است. حد تشخیص روش نیز ۰/۳۸ میکروگرم بر لیتر گزارش شده است [۴].

در سال ۲۰۰۶ جورج. ال. دناتی<sup>۱۱</sup> و همکارانش از روش استخراج نقطه ابری و اسپکترومتری جذب اتمی برای پیش تغلیظ و تعیین مقادیر کم کبالت در نمونه های بیولوژیکی استفاده نمودند. بهترین حساسیت با بکار بردن آمونیوم پیرولیدین دی تیو کاربامات (APDC) و تریتون X-۱۱۴ به عنوان سورفاکتانت، بدست آمده است. حد تشخیص بدست آمده ۲/۲ میکروگرم بر لیتر و انحراف استاندارد ۵/۸٪ با تعداد ۱۰ اندازه گیری گزارش شده است [۵].

در سال ۲۰۰۷، جمالی و همکارانش یک روش استخراج مایع- مایع همگن برای تعیین تعدادی از فلزات از جمله کبالت در نمونه های آب با استفاده از تشکیل کمپلکس با ۴- بنزیل بی پیریدیل دی سیتو کربومات پتاسیم (K-4BPDC) ارائه دادند. در این روش آب، یون تترا بوتیل آمونیوم و کلروفرم به عنوان یک سیستم سه تایی استفاده شده است. پدیده ی جداسازی فاز با تشکیل زوج یون جدید (TBA<sup>+</sup>) و یون پرکلرات صورت گرفته است. بعد از بهینه کردن شرایط، فاکتور تغلیظ ۲۰۰ برای ۱۰ میلی لیتر نمونه و گستره خطی ۱۵۰۰-۲۰ میکروگرم بر لیتر وحد تشخیص ۱۰ میکروگرم بر لیتر بدست آمده است [۶].

<sup>1</sup> George L. Donati