

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشگاه کردستان

دانشکده علوم

گروه شیمی

عنوان:

توسعه تکنیک میکرواستخراج مایع-مایع پخشی در استخراج کاتیون‌های
فلزی و آنالیز با روش‌های دستگاهی

پژوهشگر:

رضیه ذاکریان

استاد راهنما:

دکتر سلیمان بهار

استاد مشاور:

دکتر غلامرضا خیاطیان

پایان نامه کارشناسی ارشد رشته شیمی گرایش تجزیه

اسفند ماه 1389

کلیه حقوق مادی و معنوی مترتب بر نتایج مطالعات،

ابتکارات و نوآوری های ناشی از تحقیق موضوع

این پایان نامه (رساله) متعلق به دانشگاه کردستان است.

*** تعهد نامه ***

اینجانب رضیه ذاکریان دانشجوی کارشناسی ارشد رشته شیمی گرایش تجزیه دانشگاه کردستان، دانشکده علوم گروه شیمی تعهد می نمایم که محتوای این پایان نامه نتیجه تلاش و تحقیقات خود بوده و از جایی کپی برداری نشده و به پایان رسانیدن آن نتیجه تلاش و مطالعات مستمر اینجانب و راهنمایی و مشاوره اساتید بوده است.

با تقدیم احترام

رضیه ذاکریان

1389 /12 /07

تقدیرم بہ

استاد کرامت درم دکتر سلیہ مان بہار

تقدیرم بہ

ہی ریاترین گل ہستی

نابتہ بن ہدیہ خداوند

مادرم

تقدیرم بہ

عزیزان زندگ کہ ہم ہرادران ہر بازم

نمال را باران باید؛ بلبخند ویدغبانندشته میگما، ایش رو میرا، ایش کند از آب حیات، و آفتاب باید؛ تا تابانند میرو
را احکام کند شاخه های تازه رویدها.

به نام مادر و سه ای باید زد؛

درست بی را که من شو و اعتبار خستگی روزگار را و میرا بمن کند روح تشنه را.

درست بی را که من تابانند میرو احکام من کند توستواری پایه نمانی ریدن را.

از مادر مهر بازم صبریه مانه رسا سک زارم که ساها به پای فرزندانش روخت و شاد شد ما و زوال خود بود او که فروغ
که گامی شکلش و روشنی رویش بر مایه های جاودانه زندگی من ارسنند برادران عزیزم که هر وارفتو ق من
بودند رسا سک زارم و تمام عمرم دیون زحمات این عزیزانم خواهم بود.

تسکرو ویژه دارم از ارتاد بزرگوارم جناب آقای دکتر سلیه مان بهار که در طول این دوره در وزانه مرا راهنمای
اکرام فلدار جرمندم جناب آقای دکتر خیا طیمان که مشاوره این پایان نامه را به همدشقتل نهایت تسکرو را
از اساتید بزرگوارم جناب آقای دکتر سلیه و جناب آقای دکتر قوامی که افتخار سا کردی ایشان را داشته ام به
پاس زحماتشان بسیار تسکروم.

از کلیه دوستان و همکارهای عزیزم هژم ما و آقایان یه خاررو انهمیه خنخه میراثنگر رحمن شیوخفا طره
کلمه می ایران سله مانه و چهاره دور بهرام، شاداب نهاشقا بق رحادق چهاره بابا میری الهام ناصری آه و زوا بی
همدی ناشنر شاد رحن پوریکلاه و خمیرینین و هم عزیزانی که در این مدت با من همراه بودند و مرا یاری
رسانند با کلامی؛ با دعایی؛ به پاس همراهی و هدایتشان رسا سک زارم.

چکیده

بخش اول

یک روش میکرواستخراج مایع-مایع پخشی (DLLME) همراه با طیف سنجی جذب اتمی شعله برای تعیین مقادیر ناچیز یون‌های جیوه (II) با استفاده از معرف دی فنیل تیوکاربازون (دی تیزون) به عنوان عامل کمپلکس کننده، ارائه شده است. عوامل مختلفی که بر روی کارایی استخراج یون‌های جیوه تأثیرگذار هستند از جمله pH، نوع و حجم حلال‌های پخش کننده و استخراجی، غلظت لیگاند و زمان استخراج مورد بررسی قرار گرفتند و شرایط تجربی بهینه برای روش بدست آمد. پس از استخراج، فاکتور تغلیظ، حد تشخیص و درصد انحراف استاندارد نسبی برای هشت مرتبه اندازه‌گیری (در غلظت 2 میلی‌گرم بر لیتر) به ترتیب برابر با 45.68، 45 نانوگرم بر میلی‌لیتر و 1/7 % بودند. روش برای اندازه‌گیری یون‌های جیوه در نمونه‌های آب محیطی مانند آب آشامیدنی شیر، آب چاه و آب دریاچه خزر بکار گرفته شد و صحت آن با آزمایش‌های بازیافت تأیید گردید.

کلمات کلیدی: میکرواستخراج مایع-مایع پخشی؛ طیف سنجی جذب اتمی شعله؛ جیوه (II)؛ آب‌های محیطی

بخش دوم

یک روش میکرواستخراج مایع-مایع پخشی بر اساس منجمدسازی قطره آلی شناور (DLLME-SFO) برای جداسازی و پیش تغلیظ مقادیر ناچیز یون‌های مس (II) و تعیین آن بوسیله طیف سنجی جذب اتمی شعله بکار گرفته شد. در این روش از لیگاند 8-هیدروکسی کینولین (اکسین) به عنوان معرف کمپلکس کننده استفاده گردید. عوامل مهم تأثیرگذار بر روی تشکیل کمپلکس و نیز استخراج به روش DLLME-SFO بهینه سازی شدند. تحت شرایط بهینه، حجم نمونه 20 میلی‌لیتر، حجم حلال استخراجی (1-آندکانول) 100 میکرولیتر و حجم حلال پخش کننده (اتانول) 0/5 میلی‌لیتر بدست آمد. فاکتور تقویت روش برابر 28 و حد تشخیص روش برابر با 3/6 میکروگرم بر لیتر محاسبه گردید. درصد انحراف استاندارد نسبی برای ده مرتبه اندازه‌گیری (در غلظت 100 میکروگرم بر لیتر) برابر با 0/7 % بود. منحنی کالیبراسیون مس بوسیله این روش در محدوده 5 تا 200 میکروگرم بر لیتر با ضریب همبستگی 0/999 خطی بود. این روش بطور موفقیت آمیزی در تعیین مقدار مس در گوجه فرنگی، موز و نمونه‌های مو و چای مورد استفاده قرار گرفت.

کلمات کلیدی: میکرواستخراج مایع-مایع پخشی بر اساس منجمدسازی قطره آلی شناور؛ مس (II)؛ 1-آندکانول؛ طیف سنجی جذب اتمی شعله

بخش سوم

یک روش میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ساده و سریع، با استفاده از مایعات یونی (IL-DLLME) برای تعیین گزینشی یون‌های پالادیم بوسیله طیف سنجی جذب اتمی شعله، ارائه شده است. پالادیم ابتدا با معرف 1- (2-پیریدیل‌آزو) 2- نفتول (PAN) در pH=3 تشکیل کمپلکس داد. سپس روش IL-DLLME با استفاده از 100 میکرولیتر مایع یونی 1- هگزیل-3-متیل ایمیدازولیوم هگزا فلئوئورو فسفات ([C6mim][PF6]) به عنوان حلال استخراجی و 1 میلی‌لیتر اتانول به عنوان حلال پخش کننده اجرا شد. پس از فرایند استخراج، فاز مایع یونی غنی از پالادیم در 0/5 میلی‌لیتر اتانول حل شده و مستقیماً به دستگاه جذب اتمی شعله تزریق گردید. تأثیر متغیرهای مختلف بر روی تشکیل کمپلکس Pd-PAN، فرایند استخراج با مایع یونی و آشکارسازی آنالیت با طیف سنجی جذب اتمی شعله، مورد مطالعه و بررسی قرار گرفتند. تحت شرایط بهینه با حجم نمونه 5 میلی‌لیتر، فاکتور تقویت برابر با 16/2 بدست آمد. حد تشخیص بدست آمده برای روش برابر 3/2 نانوگرم بر میلی‌لیتر بود و درصد انحراف استاندارد نسبی

برای ده مرتبه اندازه‌گیری برابر با 1/22 % بدست آمد. این روش بخوبی برای تعیین پالادیم در نمونه‌های آب، خاک و سبزیجات مورد استفاده قرار گرفت.

کلمات کلیدی: میکرواستخراج مایع- مایع پخشی ساده و سریع، با استفاده از مایعات یونی؛ 1- هگزیل-3- متیل ایمیدازولیوم هگزا فلوئورو فسفات؛ پالادیم؛ طیف سنجی جذب اتمی شعله

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
1	فصل اول (مقدمه)
2	1-1- اهمیت آنالیز عناصر در نمونه‌های طبیعی
3	2-1- روش‌های آماده سازی نمونه در آنالیز شیمیایی
6	3-1- روش میکرواستخراج فاز مایع
7	4-1- میکرو استخراج تک قطره (SDME)
7	1-4-1- میکرواستخراج تک قطره به روش مستقیم (DI-SDME)
8	2-4-1- میکرواستخراج تک قطره در فضای بالای نمونه (HS- SDME)
9	3-4-1- میکرواستخراج تک قطره سه فازی (LLLME)
10	4-4-1- میکرواستخراج با جریان پیوسته (CFME)
11	5-1- میکرواستخراج فاز مایع با فیبر تو خالی (HF-LPME)
12	6-1- استخراج نقطه ابری (CPE)
14	7-1- میکرواستخراج فاز مایع همراه با منجمد سازی قطره آلی شناور (LPME-SFO)
15	8-1- میکرواستخراج مایع - مایع پخشی (DLLME)
18	1-8-1- روابط تئوری در میکرواستخراج مایع - مایع پخشی
20	2-8-1- ویژگی‌های حلال استخراج کننده و حلال پخش کننده در میکرواستخراج مایع - مایع پخشی
20	3-8-1- نمونه‌های قابل استخراج به روش میکرو استخراج مایع - مایع پخشی
21	4-8-1- سازگاری روش میکرواستخراج مایع - مایع پخشی با روش‌های دستگاهی
21	5-8-1- مقایسه روش میکرواستخراج مایع - مایع پخشی با روش‌های مشابه
23	6-8-1- کاربردهای میکرواستخراج مایع - مایع پخشی
23	1-6-8-1- استفاده از میکرواستخراج مایع - مایع پخشی همراه با کروماتوگرافی گازی (DLLME-GC)
23	2-6-8-1- استفاده از میکرواستخراج مایع - مایع پخشی همراه با کروماتوگرافی مایع با عملکرد بالا (DLLME- HPLC)
23	3-6-8-1- استفاده از میکرو استخراج مایع - مایع پخشی همراه با اسپکتروسکوپی جذب اتمی (DLLME- AAS)
24	4-6-8-1- استفاده از میکرو استخراج مایع - مایع پخشی همراه با سایر دستگاه‌ها
25	7-8-1- کاربرد میکرواستخراج مایع - مایع پخشی برای ماتریس‌های دیگر نظیر نمونه‌های غذایی و بیولوژیکی

- 8-8-1- ترکیب روش میکرواستخراج مایع - مایع پخشی با دیگر تکنیک‌های استخراج 26
- 8-8-1-1- ترکیب میکرو استخراج مایع- مایع پخشی با استخراج فاز جامد (SPE-DLLME) 26
- ۸-۸-۱-۲- ترکیب میکرو استخراج مایع - مایع پخشی با منجمد سازی قطره آلی شناور
..... ۲۸ (DLLME-SFO)
- 8-8-1-3- ترکیب میکرواستخراج مایع - مایع پخشی با استخراج با سیال فوق بحرانی (SFE-DLLME) 29
- 9-8-1- پیشرفت‌های اخیر در میکرواستخراج مایع - مایع پخشی 30
- 8-9-1-1- کاربرد مایعات یونی (ILs) در میکرواستخراج مایع- مایع پخشی 30
- 8-9-1-2- میکرواستخراج مایع - مایع پخشی جزءبندی شده (PDLLME) 35
- 8-9-1-3- میکرواستخراج مایع - مایع پخشی همراه با استخراج برگشت نیمه اتوماتیک در سرنگ 36
- 8-9-1-4- میکرواستخراج مایع - مایع پخشی با استفاده از مایعات یونی بصورت تک مرحله در سرنگ 36
- 8-9-1-5- میکرواستخراج امولسیون سازی به کمک امواج فراصوت (UAEME) 38

39..... فصل دوم (پیشینه و تاریخچه تحقیق)

- 1-2- مروری بر کارهای انجام شده در مورد جیوه 40
- 2-2- مروری بر کارهای انجام شده در مورد مس 46
- 3-2- مروری بر کارهای انجام شده در مورد پالادیم 51

57..... فصل سوم (روش کار و نتایج و بحث)

بخش اول: توسعه و کاربرد روش میکرو استخراج مایع-مایع پخشی برای پیش تغلیظ و جداسازی مقادیر

- کم جیوه از نمونه‌های آبی و اندازه‌گیری آن به وسیله اسپکترومتر جذب اتمی شعله 58
- 3-1-1- خواص و اهمیت اندازه‌گیری جیوه 58
- 3-1-2- خلاصه 59
- 3-1-3- مواد و دستگاه‌های مورد نیاز 60
- 3-1-3-1- تهیه محلول‌ها و استانداردها 60
- 3-1-3-2- وسایل موردنیاز 60
- 3-1-3-3- دستگاه‌ها 61
- 3-1-4- روش کار میکرواستخراج مایع- مایع پخشی 62
- 3-1-5- بررسی عوامل مؤثر بر استخراج 62
- 3-1-5-1- بررسی اثر نوع حلال‌های پخش‌کننده و استخراج‌کننده 62
- 3-1-5-2- بررسی اثر حجم حلال پخش‌کننده 65

- 67.....3-5-1-3- بررسی اثر حجم حلال استخراج کننده
- 69.....3-5-1-4- بررسی اثر pH
- 71.....3-5-1-5- بررسی اثر غلظت لیگاند (دی تیزون)
- 72.....3-5-1-6- بررسی اثر زمان واکنش
- 73.....3-5-1-7- بررسی اثر زمان استخراج
- 74.....3-5-1-8- بررسی اثر قدرت یونی محیط
- 75.....3-5-1-9- بررسی اثر زمان و سرعت سانتریفیوژ
- 76.....3-5-1-10- بررسی مزاحمت‌ها
- 78.....3-1-6- ارقام شایستگی
- 78.....الف- محدوده خطی
- 79.....ب- حد تشخیص
- 79.....ج- دقت روش
- 80.....د- فاکتور تغلیظ
- 81.....3-1-7- اندازه‌گیری جیوه در نمونه‌های حقیقی

بخش دوم: توسعه و کاربرد روش میکرواستخراج مایع- مایع پخشی همراه با منجمدسازی قطره آلی

شناور (DLLME-SFO) برای پیش‌تغلیظ و جداسازی مقادیر کم مس در نمونه‌های حقیقی و اندازه‌گیری

- 83.....آن به وسیله اسپکترومتر جذب اتمی شعله
- 83.....3-2-1- خواص و اهمیت اندازه‌گیری مس
- 84.....3-2-2- خلاصه
- 85.....3-2-3- مواد و دستگاه‌های موردنیاز
- 85.....3-2-3-1- تهیه محلول‌ها و استانداردها
- 86.....3-2-3-2- وسایل مورد نیاز
- 86.....3-2-3-3- دستگاه‌ها
- 87.....3-2-4- روش کار میکرواستخراج مایع- مایع پخشی همراه با منجمدسازی قطره آلی شناور (DLLME-SFO)
- 88.....3-2-5- بررسی عوامل مؤثر بر استخراج
- 88.....3-2-5-1- انتخاب نوع حلال‌های پخش‌کننده و استخراجی
- 89.....3-2-5-2- بررسی اثر حجم حلال استخراجی
- 90.....3-2-5-3- بررسی اثر حجم حلال پخش‌کننده
- 91.....3-2-5-4- بررسی اثر pH

- 92..... 3-2-5-5- بررسی اثر غلظت لیگاند
- 93..... 3-2-5-6- بررسی اثر زمان استخراج
- 94..... 3-2-5-7- بررسی اثر نمک
- 95..... 3-2-5-8- بررسی اثر مزاحمت‌ها
- 96..... 3-2-6- ارقام شایستگی
- 97..... الف- محدوده خطی
- 97..... ب- حد تشخیص
- 97..... ج- دقت روش
- 98..... د- فاکتور تقویت (افزایشی)
- 99..... 3-2-7- اندازه‌گیری مس در نمونه‌های حقیقی

بخش سوم: توسعه و کاربرد روش میکرواستخراج مایع- مایع پخشی با استفاده از مایعات یونی در پیش-

تغلیظ و جداسازی مقادیر کم پالادیم و اندازه‌گیری آن به وسیله اسپکترومتر جذب اتمی شعله 102

102..... 3-3-1- خواص و کاربردهای پالادیم

103..... 3-3-2- خلاصه

104..... 3-3-3- مواد و دستگاه‌های مورد نیاز

104..... 3-3-3-1- تهیه محلولها و استانداردها

105..... 3-3-3-2- وسایل موردنیاز

105..... 3-3-3-3- دستگاه‌ها

105..... 3-3-4- روش کار میکرواستخراج مایع- مایع پخشی با استفاده از مایعات یونی

106..... 3-3-5- بررسی عوامل مؤثر بر استخراج

106..... 3-3-5-1- بررسی اثر نوع حلال رقیق‌کننده

107..... 3-3-5-2- بررسی اثر حجم مایع یونی

108..... 3-3-5-3- بررسی اثر pH

109..... 3-3-5-4- بررسی اثر غلظت لیگاند PAN

110..... 3-3-5-5- اثر نوع و حجم حلال پخش‌کننده

111..... 3-3-5-6- بررسی اثر نمک

112..... 3-3-5-7- بررسی مدت زمان سانتریفیوژ

112..... 3-3-5-8- بررسی اثر مزاحمت‌ها

114..... 3-3-6- ارقام شایستگی

114..... الف- محدوده خطی

115	ب- حد تشخیص
115	ج- دقت روش
115	د- فاکتور تقویت (افزایشی)
117	7-3-3- اندازه‌گیری پالادیم در نمونه‌های حقیقی
119	4-3- نتیجه‌گیری
120	منابع

فهرست جدول‌ها

عنوان	صفحه
جدول 1-1- خواص فیزیکی مایعات یونی در علم جداسازی	31
جدول 1-2- برخی از کاربردهای مایعات یونی در روش میکرواستخراج مایع- مایع پخشی	34
جدول 1-3- درصد استخراج و فاکتور تغلیظ محاسبه شده برای مجموعه‌های ترکیبی از حلال‌های پخش-کننده و استخراجی در استخراج یون جیوه (II)	64
جدول 3-2- اثر تغییر حجم اتانول بر روی میزان استخراج یون جیوه (II)	66
جدول 3-3- اثر تغییر حجم کلروفرم بر روی میزان استخراج یون جیوه (II)	68
جدول 3-4- اثر pH بر روی میزان استخراج یون جیوه (II)	70
جدول 3-5- اثر افزودن نمک (قدرت یونی محیط) بر استخراج یون‌های Hg^{2+}	74
جدول 3-6- اثر سرعت سانتریفیوژ بر میزان استخراج یون جیوه (زمان سانتریفیوژ = 5 دقیقه)	76
جدول 3-7- اثر یون‌های مزاحم بر روی استخراج یون‌های Hg^{2+} به روش DLLME	77
جدول 3-8- پارامترهای تجزیه‌ای محاسبه شده برای روش DLLME در استخراج یون جیوه	78
جدول 3-9- مقایسه روش DLLME با برخی روش‌های گزارش شده برای اندازه‌گیری یون جیوه	81
جدول 3-10- اندازه‌گیری میزان جیوه در نمونه‌های مختلف آب به روش DLLME	82
جدول 3-11- اثر مزاحمت یون‌های مختلف بر روی استخراج یون‌های مس	95
جدول 3-12- پارامترهای تجزیه‌ای برای تعیین یون‌های مس به روش DLLME-SFO	96
جدول 3-13- مقایسه برخی پارامترهای تجزیه‌ای در روش DLLME-SFO با برخی روش‌های گزارش شده در اندازه‌گیری مس	99
جدول 3-14- اندازه‌گیری مس در نمونه‌های مختلف به روش DLLME-SFO	101
جدول 3-15- اثر انواع حلال‌های رقیق‌کننده بر روی میزان استخراج یون پالادیم	107
جدول 3-16- اثر نوع حلال پخش‌کننده بر میزان استخراج یون پالادیم	110
جدول 3-17- اثر مزاحمت یون‌های مختلف بر روی استخراج یون Pd^{2+} با غلظت 0/5 میلی‌گرم بر لیتر	113
جدول 3-18- برخی از پارامترهای تجزیه‌ای محاسبه شده برای روش IL-DLLME در اندازه‌گیری Pd^{2+}	114
جدول 3-19- مقایسه روش IL-DLLME با روش‌های دیگر پیش تغلیظ در اندازه‌گیری پالادیم	116
جدول 3-20- اندازه‌گیری مقدار پالادیم در نمونه‌های حقیقی	118

فهرست شکل‌ها

عنوان	صفحه
شکل 1-1-1- روش‌های استخراج در SBSE (a) فرورفتن در نمونه (b) نمونه‌برداری از فضای بالای نمونه	5.....
شکل 1-2-1- شمایی از (A) میکرواستخراج تک قطره به روش مستقیم (B) میکرواستخراج تک قطره از فضای بالای نمونه (C) میکرواستخراج تک قطره مایع - مایع - مایع	10.....
شکل 1-3-1- (A) میکرواستخراج با جریان پیوسته (B) میکرواستخراج با جریان چرخه ای	11.....
شکل 1-4-1- (A) میکرواستخراج فاز مایع با فیبر توخالی (نمونه برداری دوفازی) (B) میکرواستخراج مایع - مایع - مایع با فیبر توخالی (نمونه برداری سه فازی)	12.....
شکل 1-5-1- نمایش شماتیک تفکیک فازی در محیط مایسلی (استخراج نقطه ابری)	13.....
شکل 1-6-1- شکل شماتیک از یک سیستم LPME-SFO	15.....
شکل 1-7-1- نمایش شماتیک روش میکرواستخراج مایع - مایع پخشی	17.....
شکل 1-8-1- نمایش شماتیک روش میکرواستخراج مایع - مایع پخشی با استفاده از مایعات یونی بصورت تک مرحله در سرنگ	37.....
شکل 1-9-1- نمایش شماتیک USAEME با استفاده از حلال‌های با دانسیته پایین	38.....
شکل 3-1- ساختار معرف دی فنیل تیوکاربازون (HDZ)	60.....
شکل 3-2- اثر نوع حلال‌های پخش‌کننده و استخراجی بر روی فاکتور تغلیظ و درصد استخراج Hg^{2+}	65...
شکل 3-3- اثر حجم اتانول بر روی فاکتور تغلیظ و درصد استخراج Hg^{2+}	66.....
شکل 3-4- اثر حجم کلروفرم بر روی درصد استخراج Hg^{2+}	68.....
شکل 3-5- بررسی اثر pH بر روی استخراج یون‌های جیوه	71.....
شکل 3-6- اثر غلظت لیگاند بر روی درصد استخراج Hg^{2+}	72.....
شکل 3-7- اثر زمان واکنش بر روی بازده استخراج Hg^{2+}	72.....

- شکل 3-8- اثر زمان استخراج بر روی درصد استخراج Hg^{2+} 73
- شکل 3-9- اثر افزودن نمک بر استخراج یون های جیوه 75
- شکل 3-10- اثر مدت زمان سانتریفیوژ بر روی درصد استخراج یون های جیوه 75
- شکل 3-11- ساختار لیگاند 8- هیدروکسی کینولین (اکسین)..... 86
- شکل 3-12- اثر نوع حلال های پخش کننده و استخراجی بر روی میزان استخراج یون های Cu^{2+} 89
- شکل 3-13- اثر تغییر حجم 1-آندکانول بر روی میزان استخراج یون های مس 90
- شکل 3-14- اثر تغییرات حجم حلال پخش کننده (اتانول) بر روی میزان استخراج Cu^{2+} 91
- شکل 3-15- اثر pH محلول بر روی میزان استخراج یون های مس 92
- شکل 3-16- اثر غلظت لیگاند بر روی میزان استخراج یون های مس 93
- شکل 3-17- اثر زمان استخراج بر میزان استخراج یون های مس 94
- شکل 3-18- اثر افزایش نمک بر روی میزان استخراج یون های مس 94
- شکل 3-19- ساختار 1- (2- پیریدیل آزو) 2- نفتول (PAN)..... 104
- شکل 3-20- اثر حجم مایع یونی بر روی میزان استخراج Pd^{2+} 108
- شکل 3-21- اثر pH بر روی میزان استخراج یون های پالادیم 109
- شکل 3-22- اثر غلظت لیگاند بر روی میزان استخراج یون های پالادیم 109
- شکل 3-23- اثر حجم اتانول بر روی زمان استخراج یون های پالادیم 111
- شکل 3-24- اثر افزایش نمک بر میزان استخراج یون های پالادیم 111
- شکل 3-25- اثر مدت زمان سانتریفیوژ بر میزان استخراج Pd^{2+} 112

فصل اول

مقدمه

مقدمه

1-1- اهمیت آنالیز عناصر در نمونه‌های طبیعی

بسیاری از عناصر در چنان سطح غلظتی پایینی قرار دارند که با روش‌های تجزیه دستگاهی که در قرن نوزدهم توسعه پیدا کردند قابل تشخیص نیستند، از اینرو به نام عناصر ناچیز¹ نامیده شدند. اندازه‌گیری صحیح و دقیق عناصر با غلظت‌های پایین در نمونه‌های محیطی بسیار حائز اهمیت می‌باشد. در چند دهه اخیر افزایش استفاده از فلزات سنگین² در صنعت منجر به آلودگی‌های محیطی بسیار جدی از طریق فاضلاب‌ها و پساب‌ها شده است. تحت شرایط محیطی معین، فلزات سنگین ممکن است در غلظتی که باعث سمیت آن‌ها می‌گردد، انباشته شده و آسیب‌های اکولوژیکی متعددی را ایجاد کنند. فلزات سنگین به خاطر سمیت آن‌ها و توانایی انباشتگی در اکوسیستم‌های آبی بسیار مورد توجه هستند. سالانه قوانین بسیاری در جهت کاهش آزاد سازی آلاینده‌ها حتی در مقادیر بسیار ناچیز، به تصویب می‌رسد و تکنیک‌های جدید با قابلیت‌های تجزیه‌ای پیشرفته برای اندازه‌گیری دقیق و صحیح این آلاینده‌ها (خصوصاً فلزات سنگین و هیدروکربن‌های آروماتیک چند حلقه‌ای) توسعه

¹ Trace elements

² Heavy metals

یافته‌اند. این اندازه‌گیری‌ها، اغلب با استانداردهای اولیه¹ و مواد مرجع مشخص² تایید می‌شوند. از سوی دیگر بسیاری از این عناصر نقش بیولوژیکی مهمی را در بافت‌های زنده از جمله بدن انسان ایفا می‌کنند؛ لذا اندازه‌گیری مقادیر ناچیز آن‌ها در بسیاری مواقع ضروری می‌باشد. در بسیاری موارد، آنالیز فلزات سنگین در نمونه‌های محیطی به خاطر مقدار کم آن‌ها در نمونه و نیز پیچیدگی بافت نمونه³ بسیار مشکل است، بنابراین یک مرحله جداسازی قبل از آنالیز آن‌ها مورد نیاز است تا فلز از بافت نمونه جدا شده و در یک سطح غلظتی مناسب تغلیظ شود.

1-2- روش‌های آماده‌سازی نمونه⁴ در آنالیز شیمیایی

آماده‌سازی نمونه یک مرحله بحرانی در آنالیزهای شیمیایی می‌باشد. اگر چه پیشرفت‌های زیادی در زمینه توسعه دستگاه‌های تجزیه‌ای برای تعیین نقطه پایان در انواع آنالیت‌های بیولوژیکی و محیطی و محصولات دارویی صورت گرفته است اما مرحله آماده‌سازی نمونه به منظور استخراج ترکیبات مورد نظر از ماتریس‌های پیچیده و تغلیظ آن‌ها معمولاً لازم است زیرا بیشتر دستگاه‌های تجزیه‌ای نمی‌توانند به‌طور مستقیم برای ماتریس‌های پیچیده به‌کار روند. سالهاست که روش‌های سنتی شامل استخراج مایع - مایع⁵ (LLE)، استخراج سوکسله⁶، کروماتوگرافی، تقطیر و جذب برای آماده‌سازی نمونه‌ها به‌کار می‌روند اما با توجه به اینکه این روش‌ها عمدتاً وقت‌گیر و طاقت فرسا هستند و مقدار حلال‌های آلی سمی که در آن‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد زیاد است لذا امروزه توجه تمام دانشمندان روی روش‌هایی متمرکز شده است که کوتاه‌تر و موثرتر باشند و استفاده از حلال‌های آلی را کاهش یا کاملاً حذف نمایند [1].

¹ Primary standards

² Certified reference materials

³ Matrix

⁴ Sample preparation

⁵ Liquid liquid extraction

⁶ Soxhlet extraction