



دانشگاه سمنان

دانشکده علوم پایه

گروه شیمی تجزیه

پایان نامه کارشناسی ارشد

استخراج و پیش تغلیظ فلزات سنگین توسط روش استخراج فاز جامد
با استفاده از نانولوله‌های کربنی تک دیواره و نانوسیلیکاژل بطور
شیمیایی عامل دار شده و کربن فعال اصلاح شده.

توسط

سمیه ارغوانی بیدختی

استاد راهنما

دکتر علیرضا اصغری

استاد مشاور

دکتر سید حسن زوار موسوی

بهمن ۱۳۹۰

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

تقدیم به

همسر عزیز و مهربانم

تشکر و قدردانی...

از همسر خوب و مهربانم به خاطر تمام محبت‌ها، حمایت‌ها و همراهی‌هایتان در تمام مسیر و از همه مهمتر به خاطر اینکه همیشه آرام‌بخشم بود، سپاسگذارم. از پدر و مادر عزیزم به خاطر تمام محبت‌هایی که نثارم کردید، متشکرم.

از استاد راهنمای ارجمندم، آقای دکتر اصغری، به خاطر تمام حمایت‌ها، همراهی‌ها و تشویق‌هایشان در این عرصه سپاسگذارم. امیدوارم بتوانم این راهی که به من نشان داده‌اید به شایستگی به پایان برسانم.

از آقای دکتر موسوی به خاطر تمام مشاوره‌ها و همراهی‌هایشان در مسیر انجام پروژه سپاسگذارم.

از آقای دکتر بهزاد به خاطر سنتز لیگاند و راهنمایی‌هایشان در انجام این پروژه تشکر می‌کنم.

از خانم دکتر رجبی و آقای دکتر بهزاد که زحمت داوری این پایان‌نامه را به عهده گرفتید، تشکر می‌کنم.

از هم کلاسی‌های خوبم به دلیل کمک‌ها و همراهی‌هایشان سپاسگذارم.

چکیده

در قسمت اول این پروژه، از کربن فعال اصلاح شده با لیگاند N_4N - بیس (۵- برموسالسیلیدین) ۲،۲-دی‌متیل-۳،۱- پروپان دی آمین به عنوان استخراج‌کننده‌ی فاز جامد، برای پیش‌تخلیظ همزمان عناصر مس، سرب و آهن با روش اسپکتروفوتومتری جذب اتمی شعله‌ای استفاده شده است. شرایط آزمایشگاهی برای جذب کارا و موثر مقادیر کم یون‌های مس، سرب و آهن با استفاده از روش‌های ناپیوسته و ستونی بهینه شدند. مقدار pH بهینه برای جداسازی یون‌های فلزی بطور همزمان بر سطح جاذب برابر با ۵ بود و یون‌های فلزی جذب شده بطور کامل با استفاده از ۶ میلی‌لیتر از نیتریک اسید ۴ مولار شسته شدند. اغلب یون‌های مزاحم، مزاحمتی برای جداسازی و اندازه‌گیری یون‌های فلزی موردنظر نداشتند. حدتشخیص روش به ترتیب ۱/۴۷، ۳/۱۰ و ۲/۶۵ میکروگرم بر لیتر برای مس، سرب و آهن به دست آمد. انحراف استاندارد نسبی روش کمتر از ۴٪ محاسبه شد. این روش با موفقیت برای پیش‌تخلیظ مقادیر کم مس، سرب و آهن در نمونه‌های طبیعی و خاص با نتایج قابل قبولی به کار رفت.

در قسمت دوم این پروژه، یک ترکیب جدید در استخراج فاز جامد یون‌ها با استفاده از نانوسیلیکاژل اصلاح شده با پیوند شیمیایی با لیگاند تهیه شد و با TG و SEM شناسایی و برای جداسازی و پیش‌تخلیظ یون‌های مس، روی و نیکل و اندازه‌گیری به روش اسپکتروفوتومتری جذب اتمی شعله‌ای به کار رفت. سرعت عبور نمونه و شوینده، pH، محلول شوینده، نوع، غلظت و حداقل مقدار شوینده برای واجدبندی یون‌ها بهینه شدند. همچنین حجم نمونه و اثر مزاحمت‌های گوناگون بر جذب یون‌ها بررسی شدند. انحراف استاندارد نسبی روش به ترتیب برابر ۲/۴۶، ۳/۶، ۳/۱ به ترتیب برای یون‌های مس، روی و نیکل و حدتشخیص روش به ترتیب ۱/۸، ۲/۲، ۲/۶ میکروگرم بر لیتر برای یون‌های مس، روی و نیکل به طور نسبی به دست آمدند. فاکتور پیش‌تخلیظ به ترتیب ۲۰۰، ۱۵۰ و ۱۵۰ برای مس، روی و نیکل حاصل شد. این استخراج‌کننده‌ی فاز جامد جدید برای پیش‌تخلیظ مقادیر کم یون‌ها در آب و نمونه‌های گیاهی با درصد بازیابی بالا استفاده شد.

در قسمت سوم این پروژه، یک نوع از نانولوله‌های کربنی تک دیواره اصلاح شده شیمیایی به عنوان یک فاز جامد جدید، پایدار و با تهیه‌ی آسان برای پیش‌تخلیظ مقادیر کم یون‌های مس، روی، نیکل و آهن در محلول‌های آبی ارائه شد. فاکتورهای موثر بر بازدهی استخراج از جمله pH محلول نمونه، مقدار جاذب، نوع و حجم شوینده، غلظت شوینده، سرعت عبور نمونه و شوینده و حجم نمونه بررسی و بهینه شدند. تحت شرایط بهینه و پیش‌تخلیظ با ۶ میلی‌لیتر از نیتریک اسید، فاکتور پیش‌تخلیظ به ترتیب ۱۶۶/۶، ۱۶۶/۶، ۱۲۵ و ۱۲۵ برای مس، روی، نیکل و آهن محاسبه شدند. نمودار کالیبراسیون در محدوده‌ی غلظتی ۵-۶۰۰ میکروگرم بر لیتر برای مس و روی و ۵-۸۰۰ میکروگرم بر لیتر برای نیکل و آهن خطی بوده و حدتشخیص برابر با ۲/۱، ۲/۹۷، ۱/۵۵ و ۳/۵۳ میکروگرم بر لیتر برای مس، روی، نیکل و آهن به دست آمد.

فهرست

۱	فصل اول: تئوری.....
۱-۱-۱	مقدمه.....
۲-۱	آماده‌سازی نمونه.....
۱-۲-۱	نمونه‌های مایع.....
۱-۲-۱-۱	آب‌های طبیعی.....
۲-۱-۲-۱	آب دریا.....
۳-۱-۲-۱	پساب.....
۴-۱-۲-۱	سیالات زیستی.....
۵-۱-۲-۱	مواد آشامیدنی.....
۲-۲-۱	نمونه‌های جامد.....
۱-۲-۲-۱	نمونه‌های خاک.....
۲-۲-۲-۱	نمونه‌های کشاورزی.....
۳-۲-۲-۱	مواد خوراکی.....
۴-۲-۲-۱	پزشکی قانونی.....
۳-۲-۱	نمونه‌های گازی.....
۳-۱	جداسازی.....
۱-۳-۱	انواع روش‌های جداسازی.....
۲-۳-۱	استخراج.....
۴-۱	استخراج فاز جامد.....
۱-۴-۱	مقدمه.....
۲-۴-۱	تاریخچه استخراج فاز جامد.....
۳-۴-۱	تکنیک‌های استخراج فاز جامد.....
۴-۴-۱	مکانیسم‌های بازداری در SPE.....
۵-۴-۱	مراحل استخراج فاز جامد.....
۱-۵-۴-۱	ایجاد شرایط.....
۲-۵-۴-۱	جذب سطحی و بازداری آنالیت‌ها.....
۳-۵-۴-۱	شستشو.....
۴-۵-۴-۱	شویش.....

۱۶ مکانیسم جذب و نگهداری عناصر روی جاذب..... ۶-۴-۱
۱۶ جذب سطحی..... ۱-۶-۴-۱
۱۹ تشکیل کمپلکس..... ۲-۶-۴-۱
۲۴ مکانیسم جفت یونی..... ۳-۶-۴-۱
۲۴ مکانیسم تبادل یونی..... ۴-۶-۴-۱
۲۵ فرمت‌های مختلف جاذب در تکنیک SPE..... ۷-۴-۱
۲۵ میکروستون‌ها..... ۱-۷-۴-۱
۲۵ کارتریج‌ها و سرنگ‌ها..... ۲-۷-۴-۱
۲۶ دیسک‌ها..... ۳-۷-۴-۱
۲۸ خواص مطلوب ذرات مورد استفاده در استخراج فاز جامد..... ۸-۴-۱
۲۹ مزایای استخراج فاز جامد..... ۹-۴-۱
۳۱ اتوماسیون و استخراج فاز جامد تجزیه‌ای..... ۱۰-۴-۱
۳۲ استخراج با فاز جامد نیمه اتوماتیک..... ۱-۱۰-۴-۱
۳۲ استخراج با فاز جامد کارگاه..... ۲-۱-۴-۱
۳۳ استخراج با فاز جامد آزمایشگاه کوچک..... ۳-۱-۴-۱
۳۴ کربن فعال..... ۵-۱-۵-۱
۳۴ تاریخچه..... ۱-۵-۱-۱
۳۴ کربن فعال..... ۲-۵-۱-۱
۳۵ ویژگی‌های کربن فعال..... ۳-۵-۱-۱
۳۵ مساحت سطح کلی..... ۱-۳-۵-۱-۱
۳۶ ظرفیت جذب..... ۲-۳-۵-۱-۱
۳۶ توزیع اندازه ذرات..... ۳-۳-۵-۱-۱
۳۶ طبقه بندی کربن‌های فعال..... ۴-۵-۱-۱
۳۶ براساس اندازه خلل و فرج‌ها..... ۱-۴-۵-۱-۱
۳۷ بر اساس شکل ظاهری..... ۲-۴-۵-۱-۱
۳۸ مراحل تولید کربن فعال..... ۵-۵-۱-۱
۳۸ مواد خام..... ۱-۵-۵-۱-۱
۳۸ کربونیزاسیون..... ۲-۵-۵-۱-۱
۳۹ فعال سازی..... ۳-۵-۵-۱-۱
۴۲ مزایا و معایب حذف با کربن فعال..... ۶-۵-۱-۱
۴۲ اصلاح خواص کربن فعال..... ۷-۵-۱-۱

۴۲۱-۷-۵-۱- اصلاح خواص شیمیایی
۴۴۲-۷-۵-۱- اصلاح خواص فیزیکی
۴۴۸-۵-۱- کاربردهای کربن فعال
۴۴۱-۸-۵-۱- تصفیه آب
۴۵۲-۸-۵-۱- ساخت الکتروود
۴۵۳-۸-۵-۱- صنعت تولید مواد غذایی
۴۵۴-۸-۵-۱- خالص سازی گازهای خروجی از آگزوز و دودکش کارخانه‌ها
۴۵۵-۸-۵-۱- بازیابی حلال‌های آلی از گازهای هدررفته
۴۶۶-۸-۵-۱- کربن فعال غنی شده با ترکیبات دیگر برای محافظت دستگاه تنفسی
۴۶۷-۸-۵-۱- کاربرد کربن فعال در صنایع شیمیایی و داروسازی
۴۶۸-۸-۵-۱- استفاده از خواص مبادله‌ای یون کربن فعال
۴۷۹-۸-۵-۱- سایر کاربردهای کربن فعال
۴۷۹-۵-۱- چگونگی بازیابی کربن فعال
۴۷۱-۹-۵-۱- بازیابی حرارتی کربن فعال
۴۸۲-۹-۵-۱- بازیابی شیمیایی کربن فعال
۴۸۳-۹-۵-۱- بازیابی با سیال فوق بحرانی
۴۸۶-۱- نانو مواد
۴۸۱-۶-۱- دسته بندی نانو مواد
۴۹۲-۶-۱- انواع نانو ذرات فلزی
۴۹۱-۲-۶-۱- نانو ذرات تک فلزی
۵۰۲-۲-۶-۱- نانو ذرات آلیاژی
۵۰۳-۲-۶-۱- نانو ذرات هسته- پوسته
۵۰۳-۶-۱- روش‌های سنتز نانو ذرات
۵۰۱-۳-۶-۱- روش از بالا به پایین
۵۱۲-۳-۶-۱- روش از پایین به بالا
۵۲۴-۶-۱- خصوصیات ویژه نانو ذرات
۵۲۱-۴-۶-۱- افزایش نسبت سطح به حجم
۵۲۲-۴-۶-۱- تغییرات ساختار سطح
۵۳۵-۶-۱- نانوتیوب‌ها
۵۳۱-۵-۶-۱- تاریخچه نانوتیوب‌های کربنی
۵۳۲-۵-۶-۱- ساختار نانوتیوب‌ها

۵۵۱-۶-۵-۳- خصوصیات فیزیکی و شیمیایی نانوتیوب‌ها
۵۶۱-۶-۵-۴- روش‌های تولید
۵۹۱-۶-۵-۵- کاربردهای نانوتیوب‌ها
۶۱۱-۶-۶-۶- جاذب‌های بر پایه سیلیکاژل
۶۱۱-۶-۶-۱- تعریف سیلیکاژل
۶۲۱-۶-۶-۲- شیمی سطح و تعیین ساختمان سطح سیلیکاژل
۶۴۱-۶-۶-۳- بررسی روش‌های فیزیکی تعیین ویژگی‌های سطح سیلیکاژل
۶۴۱-۶-۶-۴- تغییر و تبدیل سطح سیلیکاژل
۶۵۱-۷-۷- تعادل جذب، ایزوترم‌های جذب و معادلات مربوطه
۶۶۱-۷-۱- ایزوترم لانگمویر
۶۸۱-۷-۲- ایزوترم فرندلیچ
۶۹۱-۷-۳- ایزوترم تمکین
۷۰۱-۷-۴- ایزوترم دوبینین-رادوشکویچ
۷۱۱-۷-۵- ایزوترم جذب هارکینز-جورا
۷۲۱-۸-۸- مطالعات سینتیکی و ترمودینامیکی
۷۲۱-۸-۱- سینتیک‌های جذبی
۷۲۱-۸-۱-۱- دینامیک جذب سطحی، توده مدل‌های انتقال و پارامترهای سینتیکی جذب
۷۴۱-۸-۱-۲- مدل سینتیکی الویچ
۷۴۱-۸-۱-۳- مدل انتشار (نفوذ) درون ذره‌ای (مدل موریس و وبر)
۷۵۱-۸-۱-۴- مدل سینتیکی بوید (برای تشخیص میان نفوذ به فیلم یا نفوذ به ذره)
۷۵۱-۸-۲- پارامترهای ترمودینامیکی
۷۶۱-۹-۹- ضرورت اندازه‌گیری و مروری بر کارهای انجام شده در استخراج فلزات سنگین
۷۶۱-۹-۱- مقدمه
۷۷۱-۹-۲- فلز مس
۷۷۱-۹-۲-۱- مس
۷۸۱-۹-۲-۲- کاربردهای مس
۷۹۱-۹-۲-۳- مس و تاثیرات آن بر سلامتی
۷۹۱-۹-۲-۴- مس و تاثیرات آن بر محیط زیست
۷۹۱-۹-۲-۵- آستانه بهداشتی و حد تماس مجاز مس
۸۰۱-۹-۳- فلز سرب
۸۰۱-۹-۳-۱- سرب

- ۸۰-۱-۳-۲- کاربردهای سرب ۸۰
- ۸۱-۱-۳-۳- سرب و تاثیرات آن بر سلامتی ۸۱
- ۸۱-۱-۳-۴- سرب در محیط زیست ۸۱
- ۸۲-۱-۳-۵- آستانه بهداشتی و تماس حد مجاز سرب: ۸۲
- ۸۲-۱-۴-۴- فلز روی ۸۲
- ۸۲-۱-۴-۱- روی ۸۲
- ۸۲-۱-۴-۲- کاربردهای روی ۸۲
- ۸۴-۱-۴-۳- اثرات روی بر سلامتی ۸۴
- ۸۴-۱-۴-۴- روی و تاثیرات آن بر محیط زیست ۸۴
- ۸۴-۱-۴-۵- استانداردهای بهداشتی و تماس حد مجاز روی ۸۴
- ۸۵-۱-۵-۹- نیکل ۸۵
- ۸۵-۱-۵-۱- نیکل ۸۵
- ۸۵-۱-۵-۲- کاربرد نیکل ۸۵
- ۸۶-۱-۵-۳- تاثیرات نیکل بر سلامتی ۸۶
- ۸۶-۱-۵-۴- تاثیرات نیکل بر روی محیط زیست ۸۶
- ۸۶-۱-۵-۵- اثرات نیکل ۸۶
- ۸۷-۱-۶-۹- آهن ۸۷
- ۸۷-۱-۶-۱- آهن ۸۷
- ۸۷-۱-۶-۲- کاربردها ۸۷
- ۸۸-۱-۶-۳- وظایف آهن در بدن ۸۸
- ۸۸-۱-۶-۴- مسمومیت با آهن ۸۸
- ۸۹-۱-۷-۹- مروری بر تحقیقات انجام شده برای استخراج کاتیون‌ها با جاذب کربن فعال ۸۹
- ۹۵-۱-۸-۹- مروری بر تحقیقات انجام شده برای استخراج کاتیون‌ها با جاذب نانوسیلیکاژل: ۹۵
- ۱۰۱-۱-۹-۹- مروری بر تحقیقات انجام شده برای استخراج کاتیون‌ها با جاذب نانولوله‌ی کربنی تک دیواره ۱۰۱
- فصل دوم: پیش تغلیظ و استخراج کاتیون‌های مس، سرب و آهن بر روی جاذب کربن فعال اصلاح شده با روش استخراج فاز جامد تجزیه‌ای و جداسازی و اندازه‌گیری بوسیله دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی شعله‌ای ۱۰۶
- ۱-۲-۱- خلاصه ۱۰۷
- ۲-۲- مواد و دستگاه‌های موردنیاز ۱۰۷
- ۱-۲-۲- تهیه محلول‌ها و استانداردها ۱۰۷
- ۲-۲-۲- دستگاه‌ها ۱۰۸

۳-۲- اصلاح نمودن سطح کربن فعال با لیگاند N_3N - بیس (۵- برموسالسیلیدین) ۲،۲- دی متیل ۳،۱ پروپان دی آمین	۱۰۹
۲-۳-۱- مش بندی کربن فعال با استفاده از الکهای استاندارد	۱۰۹
۲-۳-۲- فعال سازی سطح کربن فعال جهت استفاده در استخراج فاز جامد	۱۰۹
۲-۳-۳- ساختار و انتخاب حلال مناسب لیگاند	۱۰۹
۲-۳-۴- بررسی پارامترهای موثر بر تهیه کربن فعال اصلاح شده با لیگاند	۱۱۰
۲-۳-۴-۱- اثر pH بر جذب لیگاند	۱۱۰
۲-۳-۴-۲- اثر مقدار لیگاند	۱۱۱
۲-۳-۴-۳- اثر زمان تماس کربن فعال با لیگاند	۱۱۲
۲-۳-۵- آماده سازی کربن فعال اصلاح شده با لیگاند	۱۱۳
۲-۴- اصول کلی استخراج فاز جامد تجزیهای با استفاده از جاذب کربن فعال اصلاح شده با لیگاند	۱۱۳
۲-۵- بررسی عوامل مؤثر بر کارایی استخراج	۱۱۴
۲-۵-۱- بررسی اثر pH بر جذب کاتیونهای مس، سرب و آهن	۱۱۴
۲-۵-۲- بررسی اثر مقدار لیگاند جذب شده بر سطح کربن فعال	۱۱۵
۲-۵-۳- اثر مقدار کربن فعال بر جذب کاتیونهای مس، سرب و آهن	۱۱۶
۲-۵-۴- اثر نوع و غلظت حلال شوینده بر جذب کاتیونهای مس، سرب و آهن	۱۱۸
۲-۵-۵- اثر حجم نیتریک اسید	۱۲۰
۲-۵-۶- اثر سرعت عبور نمونه	۱۲۱
۲-۵-۷- اثر سرعت عبور حلال شوینده	۱۲۲
۲-۵-۸- اثر حجم محلول و محاسبه ضریب تغلیظ	۱۲۳
۲-۵-۹- بررسی اثر مزاحمت سایر یونها در اندازه گیری کاتیونهای مس، سرب و آهن	۱۲۴
۲-۶- ارقام شایستگی روش	۱۲۶
۲-۶-۱- محدوده خطی روش	۱۲۶
۲-۶-۲- حد تشخیص روش	۱۲۶
۲-۶-۳- بررسی تکرار پذیری و دقت روش	۱۲۷
۲-۷- اندازه گیری کاتیونهای مس، سرب و آهن در نمونه های حقیقی	۱۳۰
۲-۸- ایزوترم جذبی و تجزیه و تحلیل داده های ایزوترمی	۱۳۵
۲-۹- مطالعات سینتیکی و ترمودینامیکی	۱۴۳
۲-۹-۱- سینتیک جذب	۱۴۳
۲-۹-۲- پارامترهای ترمودینامیکی	۱۴۸
۲-۱۰- نتیجه گیری	۱۴۹
۲-۱۱- پیشنهادات جهت ادامه تحقیقات	۱۵۰

فصل سوم: پیش تغلیظ و استخراج کاتیون‌های مس، روی و نیکل بر روی جاذب نانوسیلیکاژل عامل دار شده با روش استخراج فاز جامد تجزیه‌ای و جداسازی و اندازه‌گیری بوسیله دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی شعله‌ای.....	۱۵۱
۱-۳- خلاصه	۱۵۲
۲-۳- مواد و دستگاه‌های موردنیاز.....	۱۵۲
۱-۲-۳- تهیه محلول‌ها و استانداردها	۱۵۲
۲-۲-۳- روش سنتز جاذب نانوسیلیکاژل عامل دار شده	۱۵۳
۴-۲-۳- دستگاه‌ها.....	۱۵۵
۳-۳- اصول کلی استخراج فاز جامد تجزیه‌ای با استفاده از نانوسیلیکاژل عامل دار شده	۱۵۶
۴-۳- بررسی عوامل مؤثر بر کارایی استخراج.....	۱۵۶
۱-۴-۳- بررسی اثر pH بر جذب کاتیون‌های مس، روی و نیکل	۱۵۶
۲-۴-۳- بررسی اثر مقدار جاذب بر جذب کاتیون‌های مس، روی و نیکل.....	۱۵۷
۳-۴-۳- بررسی اثر نوع و غلظت عامل شوینده بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی و نیکل	۱۵۹
۴-۴-۳- بررسی اثر حجم نیتریک اسید بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی و نیکل	۱۶۱
۵-۴-۳- بررسی اثر سرعت عبور نمونه بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی و نیکل	۱۶۲
۶-۴-۳- بررسی اثر سرعت عبور حلال شوینده بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی و نیکل	۱۶۳
۷-۴-۳- بررسی اثر حجم محلول و محاسبه فاکتور تغلیظ کاتیون‌های مس، روی و نیکل	۱۶۴
۸-۴-۳- بررسی اثر مزاحمت سایر یون‌ها در اندازه‌گیری کاتیون‌های مس، روی و نیکل	۱۶۵
۵-۳- ارقام شایستگی روش	۱۶۶
۱-۵-۳- محدوده خطی روش.....	۱۶۶
۲-۵-۳- حد تشخیص روش.....	۱۶۷
۳-۵-۳- دقت روش.....	۱۶۸
۶-۳- اندازه‌گیری کاتیون‌های مس، روی و نیکل در نمونه‌های حقیقی.....	۱۷۱
۷-۳- ایزوترم‌های جذبی و تجزیه و تحلیل داده‌های ایزوترمی.....	۱۷۳
۸-۳- مطالعات سینتیکی و ترمودینامیکی	۱۸۲
۱-۸-۳- سینتیک‌های جذبی.....	۱۸۲
۲-۸-۳- ترمودینامیک جذب.....	۱۸۵
۹-۳- نتیجه‌گیری.....	۱۸۷
۱۰-۳- پیشنهادات جهت ادامه تحقیقات.....	۱۸۸
فصل چهارم: پیش تغلیظ و استخراج کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن بر روی جاذب نانولوله کربنی تک‌دیواره به طور شیمیایی عامل دار شده به روش استخراج فاز جامد تجزیه‌ای و جداسازی و اندازه‌گیری بوسیله دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی شعله‌ای.....	۱۸۹

۱۸۹	۱-۴- خلاصه
۱۹۰	۲-۴- مواد و دستگاه‌های مورد نیاز
۱۹۰	۱-۲-۴- تهیه محلول‌ها و استانداردها
۱۹۱	۲-۲-۴- روش سنتز جاذب نانولوله‌ی کربنی تک‌دیواره عامل‌دار شده
۱۹۳	۴-۲-۴- دستگاه‌ها
۱۹۳	۳-۴- اصول کلی استخراج فاز جامد با استفاده از نانولوله کربنی تک دیواره به طور شیمیایی عامل دار شده
۱۹۴	۴-۴- بررسی عوامل مؤثر بر کارایی استخراج
۱۹۴	۱-۴-۴- بررسی اثر pH بر جذب ی کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن
۱۹۵	۲-۴-۴- بررسی اثر مقدار نانولوله کربنی تک‌دیواره به طور شیمیایی عامل دار شده
۱۹۷	۳-۴-۴- بررسی اثر نوع و غلظت عامل شوینده بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن
۱۹۹	۴-۴-۴- بررسی اثر حجم نیتریک اسید بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن
۲۰۰	۵-۴-۴- بررسی اثر سرعت عبور نمونه بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن
۲۰۱	۶-۴-۴- بررسی اثر سرعت عبور حلال شوینده بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن
۲۰۲	۷-۴-۴- بررسی اثر حجم محلول و محاسبه ضریب تغلیظ کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن
۲۰۳	۸-۴-۴- بررسی اثر مزاحمت سایر یون‌ها در اندازه‌گیری کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن
۲۰۵	۵-۴- ارقام شایستگی روش
۲۰۵	۱-۵-۴- محدوده خطی روش
۲۰۶	۲-۵-۴- حد تشخیص روش
۲۰۶	۳-۵-۴- دقت روش
۲۱۱	۶-۴- اندازه‌گیری کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن در نمونه‌های حقیقی
۲۱۳	۷-۴- نتیجه‌گیری
۲۱۳	۸-۴- پیشنهادات جهت ادامه تحقیقات
۲۱۵	فهرست منابع

فهرست شکل‌ها

- شکل ۱-۱: مراحل یک فرایند اندازه‌گیری ۲
- شکل ۲-۱: مراحل ممکن برای آماده‌سازی نمونه ۳
- شکل ۳-۱: ستون استخراج با فاز جامد ۱۲
- شکل ۴-۱: مراحل آماده‌سازی فاز جامد ۱۶
- شکل ۵-۱: ساختار نخستین کمپلکس باز شیف سنتز شده ۲۲
- شکل ۶-۱: نانو ذرات پایدار شده با پایداری الکترواستاتیکی ۵۱
- شکل ۷-۱: نانو ذرات پایدار شده با پایداری فضایی ۵۲
- شکل ۸-۱: تصویر TEM از نانو لوله‌ی کربنی ۵۴
- شکل ۱-۲: ساختار لیگاند N,N - بیس (۵- برموسالسیلیدین) ۲,۲- دی متیل ۳,۱ پروپان دی آمین ۱۰۹
- شکل ۲-۲: اثر pH بر جذب لیگاند N,N - بیس (۵- برموسالسیلیدین) ۲,۲- دی متیل ۳,۱ پروپان دی آمین ۱۱۱
- شکل ۳-۲: اثر گرم لیگاند N,N - بیس (۵- برموسالسیلیدین) ۲,۲- دی متیل ۳,۱ پروپان دی آمین ۱۱۲
- شکل ۴-۲: اثر زمان تماس لیگاند N,N - بیس (۵- برموسالسیلیدین) ۲,۲- دی متیل ۳,۱ پروپان دی آمین ۱۱۳
- شکل ۵-۲: اثر pH بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، سرب و آهن ۱۱۵
- شکل ۶-۲: بررسی اثر مقدار لیگاند جذب شده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، سرب و آهن ۱۱۶
- شکل ۷-۲: اثر مقدار کربن فعال بر روی بازیابی استخراج یون‌های مس، سرب و آهن ۱۱۷
- شکل ۸-۲: اثر نوع اسید شوینده ستون بر بازیابی یون‌های مس، سرب و آهن ۱۱۹
- شکل ۹-۲: اثر غلظت شوینده ستون بر بازیابی یون‌های مس، سرب و روی ۱۱۹
- شکل ۱۰-۲: اثر حجم محلول شوینده بر بازیابی یون‌های مس، سرب و آهن ۱۲۰
- شکل ۱۱-۲: اثر سرعت عبور نمونه از ستون بر بازیابی یون‌ها ۱۲۲
- شکل ۱۲-۲: اثر سرعت عبور حلال شوینده از ستون بر بازیابی یون‌ها ۱۲۳
- شکل ۱۳-۲: اثر حجم محلول عبوری بر روی بازیابی یون‌ها ۱۲۴
- شکل ۱۴-۲: منحنی کالیبراسیون مس در شرایط بهینه ۱۲۸
- شکل ۱۵-۲: منحنی کالیبراسیون سرب در شرایط بهینه ۱۲۸
- شکل ۱۶-۲: منحنی کالیبراسیون آهن در شرایط بهینه ۱۲۹
- شکل ۱۷-۲: نمودار ایزوترم لانگمویر مس ۱۳۷

- شکل ۲-۱۸: نمودار ایزوترم لانگمویر سرب ۱۳۸
- شکل ۲-۱۹: نمودار ایزوترم لانگمویر آهن ۱۳۸
- شکل ۲-۲۰: نمودار ایزوترم فروندلیچ مس ۱۳۹
- شکل ۲-۲۱: نمودار ایزوترم فروندلیچ سرب ۱۳۹
- شکل ۲-۲۲: نمودار ایزوترم فروندلیچ آهن ۱۴۰
- شکل ۲-۲۳: نمودار ایزوترم تمکین مس ۱۴۰
- شکل ۲-۲۴: نمودار ایزوترم تمکین سرب ۱۴۱
- شکل ۲-۲۵: نمودار ایزوترم تمکین آهن ۱۴۱
- شکل ۲-۲۶: نمودار جذب کاتیون‌های مس، سرب و آهن نسبت به زمان ۱۴۴
- شکل ۲-۲۷: نمودار سینتیک شبه درجه اول ۱۴۵
- شکل ۲-۲۸: نمودار سینتیک شبه درجه ۲ ۱۴۵
- شکل ۲-۲۹: نمودار سینتیک نفوذ درون ذره‌ای ۱۴۶
- شکل ۲-۳۰: نمودار سینتیک مدل الویچ ۱۴۶
- شکل ۲-۳۱: نمودار ترمودینامیک کاتیون‌های مس، سرب و آهن ۱۴۹
- شکل ۳-۱: مراحل آماده سازی فاز جامد ۲-(۳- سایلیل پروپیل ایمینو) متیل فنول ۱۵۳
- شکل ۳-۲: طیف FT-IR ۱۵۴
- شکل ۳-۳: تصاویر SEM مربوط به نانوسیلیکاژل عامل دار شده ۱۵۵
- شکل ۳-۴: اثر pH بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۵۷
- شکل ۳-۵: اثر مقدار جاذب بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۵۸
- شکل ۳-۶: اثر نوع شوینده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۵۹
- شکل ۳-۷: اثر غلظت شوینده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۶۰
- شکل ۳-۸: اثر حجم شوینده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۶۱
- شکل ۳-۹: اثر سرعت عبور نمونه بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۶۳
- شکل ۳-۱۰: اثر سرعت عبور شوینده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۶۴
- شکل ۳-۱۱: اثر حجم محلول عبوری بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۶۵
- شکل ۳-۱۲: منحنی کالیبراسیون مس در شرایط بهینه ۱۶۸
- شکل ۳-۱۳: منحنی کالیبراسیون روی در شرایط بهینه ۱۶۹

- شکل ۳-۱۴: منحنی کالیبراسیون نیکل در شرایط بهینه ۱۶۹
- شکل ۳-۱۵: نمودار ایزوترم لانگمویر مس ۱۷۶
- شکل ۳-۱۶: نمودار ایزوترم لانگمویر سرب ۱۷۶
- شکل ۳-۱۷: نمودار ایزوترم لانگمویر آهن ۱۷۷
- شکل ۳-۱۸: نمودار ایزوترم فروندلیچ مس ۱۷۷
- شکل ۳-۱۹: نمودار ایزوترم فروندلیچ سرب ۱۷۸
- شکل ۳-۲۰: نمودار ایزوترم فروندلیچ آهن ۱۷۸
- شکل ۳-۲۱: نمودار ایزوترم تمکین مس ۱۷۹
- شکل ۳-۲۲: نمودار ایزوترم تمکین سرب ۱۷۹
- شکل ۳-۲۳: نمودار ایزوترم تمکین آهن ۱۸۰
- شکل ۳-۲۴: نمودار جذب کاتیون‌های مس، روی و نیکل نسبت به زمان ۱۸۲
- شکل ۳-۲۵: نمودار سینتیک شبه درجه اول کاتیون‌های مس، روی و نیکل نسبت به زمان ۱۸۳
- شکل ۳-۲۶: نمودار سینتیک شبه درجه ۲ کاتیون‌های مس، روی و نیکل نسبت به زمان ۱۸۳
- شکل ۳-۲۷: نمودار سینتیک مدل الویچ کاتیون‌های مس، روی و نیکل نسبت به زمان ۱۸۴
- شکل ۳-۲۸: نمودار سینتیک نفوذ درون ذره‌ای کاتیون‌های مس، روی و نیکل نسبت به زمان ۱۸۴
- شکل ۳-۲۹: نمودار ترمودینامیک کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۸۶
- شکل ۴-۱: مراحل آماده سازی فاز جامد ۲-(۳- سایلیل پروپیل ایمینو) متیل فنول ۱۹۱
- شکل ۴-۲: طیف FT-IR ۱۹۲
- شکل ۴-۳: تصاویر SEM مربوط به نانولوله‌های کربنی تک‌دیواره عامل‌دار شده با لیگاند ۱۹۳
- شکل ۴-۴: اثر pH بر بازیابی استخراج یون‌های کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن ۱۹۵
- شکل ۴-۵: اثر مقدار جاذب بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن ۱۹۶
- شکل ۴-۶: اثر نوع شوینده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن ۱۹۷
- شکل ۴-۷: اثر غلظت شوینده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن ۱۹۸
- شکل ۴-۸: اثر حجم شوینده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن ۱۹۹
- شکل ۴-۹: اثر سرعت عبور نمونه بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن ۲۰۱
- شکل ۴-۱۰: اثر سرعت عبور شوینده بر بازیابی استخراج کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن ۲۰۲
- شکل ۴-۱۱: اثر حجم محلول عبوری بر روی بازیابی کاتیون‌های مس، روی، نیکل و آهن ۲۰۳

- شکل ۴-۱۲: منحنی کالیبراسیون مس در شرایط بهینه..... ۲۰۷
- شکل ۴-۱۳: منحنی کالیبراسیون روی در شرایط بهینه..... ۲۰۸
- شکل ۴-۱۴: منحنی کالیبراسیون نیکل در شرایط بهینه..... ۲۰۹
- شکل ۴-۱۵: منحنی کالیبراسیون آهن در شرایط بهینه..... ۲۱۰

فهرست جدول‌ها

- جدول ۱-۲: بررسی تأثیر حضور سایر یون‌ها بر بازده استخراج یون‌های مورد بررسی ۱۲۵
- جدول ۲-۲: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری مس ۱۲۹
- جدول ۳-۲: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری سرب ۱۳۰
- جدول ۴-۲: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری آهن ۱۳۰
- جدول ۵-۲: اندازه‌گیری مس در نمونه‌های حقیقی ۱۳۲
- جدول ۶-۲: اندازه‌گیری سرب در نمونه‌های حقیقی ۱۳۳
- جدول ۷-۲: اندازه‌گیری آهن در نمونه‌های حقیقی ۱۳۴
- جدول ۸-۲: داده‌های مربوط به ایزوترم لانگمویر، فروندلیچ و تمکین مس ۱۴۲
- جدول ۹-۲: داده‌های مربوط به ایزوترم‌های لانگمویر، فروندلیچ و تمکین سرب ۱۴۲
- جدول ۱۰-۲: داده‌های مربوط به ایزوترم‌های لانگمویر، فروندلیچ و تمکین آهن ۱۴۳
- جدول ۱۱-۲: داده‌های مربوط به مدل‌های سینتیکی کاتیون‌های مس، سرب و آهن ۱۴۷
- جدول ۱۲-۲: پارامترهای ترمودینامیکی کاتیون‌های مس، سرب و آهن ۱۵۰
- جدول ۱-۳: بررسی تأثیر حضور سایر یون‌ها بر بازده استخراج یون‌های مورد بررسی ۱۶۷
- جدول ۲-۳: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری مس ۱۷۰
- جدول ۳-۳: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری روی ۱۷۰
- جدول ۴-۳: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری نیکل ۱۷۱
- جدول ۵-۳: اندازه‌گیری مس در نمونه‌های حقیقی ۱۷۲
- جدول ۶-۳: اندازه‌گیری روی در نمونه‌های حقیقی ۱۷۲
- جدول ۷-۳: اندازه‌گیری نیکل در نمونه‌های حقیقی ۱۷۳
- جدول ۸-۳: داده‌های مربوط به ایزوترم لانگمویر، فروندلیچ و تمکین مس ۱۸۰
- جدول ۹-۳: داده‌های مربوط به ایزوترم لانگمویر، فروندلیچ و تمکین روی ۱۸۱
- جدول ۱۰-۳: داده‌های مربوط به ایزوترم لانگمویر، فروندلیچ و تمکین نیکل ۱۸۱
- جدول ۱۱-۳: داده‌های مربوط به مدل‌های سینتیکی کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۸۵
- جدول ۱۲-۳: پارامترهای ترمودینامیکی کاتیون‌های مس، روی و نیکل ۱۸۷
- جدول ۱-۴: بررسی تأثیر حضور سایر یون‌ها بر کارایی استخراج یون‌های مورد بررسی ۲۰۵
- جدول ۲-۴: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری مس ۲۰۷

- جدول ۳-۴: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری روی..... ۲۰۸
- جدول ۴-۴: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری نیکل..... ۲۰۹
- جدول ۵-۴: برخی پارامترهای تجزیه‌ای در اندازه‌گیری آهن..... ۲۱۰
- جدول ۶-۴: اندازه‌گیری مس در نمونه‌های حقیقی..... ۲۱۱
- جدول ۷-۴: اندازه‌گیری روی در نمونه‌های حقیقی..... ۲۱۲
- جدول ۸-۴: اندازه‌گیری نیکل در نمونه‌های حقیقی..... ۲۱۲
- جدول ۹-۴: اندازه‌گیری آهن در نمونه‌های حقیقی..... ۲۱۳

فصل اول

تئوری

۱-۱- مقدمه

نقش شیمی تجزیه در اندازه گیری نمونه‌های مختلف، روشن و واضح می‌باشد. بنابراین نیاز به وسایل و تجهیزات برای اندازه گیری مواد مختلف باعث شده تا پیشرفت شگرفی در زمینه تکنولوژی ساخت وسایل اندازه گیری و روش‌های تجزیه‌ای حاصل شود.

روش‌های تجزیه‌ای سنتی و قدیمی عمدتاً وقت‌گیر و پرهزینه بوده و از دقت پایینی برخوردار می‌باشند. به طوری که امروزه بسیاری از روش‌های مدرن و دستگامی که از مزایایی چون صرفه جویی در وقت و هزینه و دقت بالایی برخوردارند، جایگزین روش‌های قدیمی شده اند.