

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشگاه بیرجند  
دانشکده علوم

پایان نامه کارشناسی ارشد شیمی تجزیه

عنوان:

جداسازی و تغلیظ اورانیل توسط سیلیکاژل‌های  
اصلاح شده با مورکسید و سولفاسالازین

استاد راهنما:

دکتر سوسن صادقی

کتابخانه دانشگاه بیرجند  
تاسیس ۱۳۵۲

۱۳۸۸/۱۲/۲۷

نگارش:

الهام شیخزاده

بهمن ۸۵

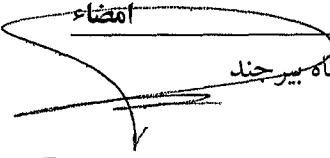
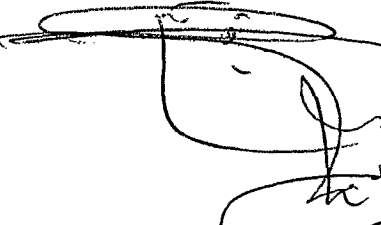

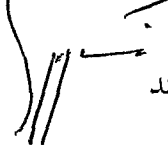
۱۳۳۸۱۴

باسمه تعالی

تائیدیه اعضای هیئت داوران حاضر در جلسه دفاع از پایان نامه تحصیلی دوره کارشناسی ارشد

اعضای هیئت داوران نسخه نهایی پایان نامه خانم الهام شیخ زاده

تحت عنوان: جداسازی و تغلیظ اورانیل توسط سیلیکاژل اصلاح شده با مورکسید و سولفاسالازین  
از نظر فرم و محتوی بررسی و درجه کارشناسی ارشد عالی را به ایشان اعطا نمود.

عضو هیأت داوران	نام و نام خانوادگی	رتبه علمی	امضاء
۱- استاد راهنما	دکتر سوسن صادقی	دانشیار دانشگاه بیرجند	
۲- استاد مدعو	دکتر ابراهیم قیامتی یزدی	دانشیار دانشگاه بیرجند	
۳- استاد مدعو	دکتر کاظم سبحان منش	استادیار دانشگاه بیرجند	
۴- نماینده تحصیلات تکمیلی دکتر علی نیک اختر		استادیار دانشگاه بیرجند	

کلیه مزایا اعم از چاپ تکثیر، نسخه برداری، ترجمه، اقتباس و... از پایان نامه  
کارشناسی ارشد برای دانشگاه بیرجند محفوظ می باشد.  
نقل مطالب با ذکر منبع بلامانع است.

خدایا تو آنی

که دوست دارم

مرا آن گونه رهنمون باش

که دوست دارم.

تنها در بیکرانگی عشق و ایثار پدر و مادر ممکن بود.

و با سپاس فراوان از استاد بسیار ارجمند  
سرکار خانم دکتر سوسن صادقی

آقایان دکتر سبحان منش و دکتر قیامتی ، که  
زحمت مطالعه و داوری پایان نامه را پذیرفتند.

استاد بزرگوار آقای دکتر حسینی

خواهر مهربانم فروغ و برادرانم احسان و محمد.

همه دوستان عزیزم، هم اتاقی‌های بسیار خوبم  
و همکاران محترم آزمایشگاه

در قسمت اول این پژوهش سیلیکاژل اصلاح شده توسط ترکیب مورکسید تهیه و توسط آن استخراج و تغلیظ یون اورانیل به دو روش ناپیوسته و ستونی از محیط آبی انجام شد. مقادیر بهینه برای سیلیکاژل اصلاح شده با مورکسید در روش ناپیوسته به ترتیب وزن جاذب: ۱۰۰ mg، حجم نمونه: ۱۰۰ ml، pH = ۶، زمان تماس: ۱۵ دقیقه، محلول شوینده: ۵ ml محلول ۰/۵ M HCl و در روش ستونی به ترتیب وزن جاذب: ۱۰۰ mg، حجم نمونه: ۱۰۰۰ ml، pH = ۶، سرعت عبور:  $۱۰ \text{ ml min}^{-1}$ ، محلول شوینده: ۵ ml محلول ۰/۱ M HCl با سرعت واجذب  $۰/۵ \text{ ml min}^{-1}$  بدست آمد. فاکتور تغلیظ اورانیل توسط بستر پیشنهادی در روش ناپیوسته و پیوسته به ترتیب ۴۰ و ۴۰۰ ظرفیت جاذب  $۱/۱۲ \text{ mmol g}^{-1}$  بوده است.

در قسمت دوم سیلیکاژل اصلاح شده توسط ترکیب سولفاسالازین تهیه و توسط آن استخراج و تغلیظ یون اورانیل به دو روش ناپیوسته و ستونی از محیط آبی انجام شد. مقادیر بهینه برای سیلیکاژل اصلاح شده با سولفاسالازین در روش ناپیوسته به ترتیب وزن جاذب: ۱۰۰ mg، حجم نمونه: ۱۰۰ ml، pH = ۵/۵، زمان تماس: ۴۵ دقیقه، محلول شوینده: ۵ ml محلول ۰/۵ M HCl و در روش ستونی به ترتیب وزن جاذب: ۱۰۰ mg، حجم نمونه: ۱۰۰۰ ml، pH = ۵/۵، سرعت عبور:  $۱۰ \text{ ml min}^{-1}$ ، محلول شوینده: ۵ ml محلول ۰/۱ M HCl با سرعت واجذب  $۰/۵ \text{ ml min}^{-1}$  بدست آمد. فاکتور تغلیظ اورانیل توسط بستر پیشنهادی در روش ناپیوسته و پیوسته به ترتیب ۴۰ و ۴۰۰ و ظرفیت جاذب  $۱/۱۵ \text{ mmol g}^{-1}$  بوده است. هر دو جاذب قادر به تغلیظ کمی اورانیل در دو نمونه حقیقی آب زیر زمینی (قنات بجد) و آب ستتری دریا بودند. در بررسی مزاحمت ها، به جز یون های توریم و زیرکونیم سایر یون ها مزاحمتی در تغلیظ اورانیل نداشتند.

کلید واژگان: استخراج فاز جامد، سیلیکاژل اصلاح شده، مورکسید، سولفاسالازین، اورانیل



## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۲	۱-۱ مقدمه .....
۳	۲-۱ استخراج فاز جامد .....
۳	۱-۲-۱ استخراج فاز جامد عناصر .....
۵	۳-۱ اصول روش .....
۵	۱-۳-۱ آماده سازی .....
۶	۱-۳-۲ بارگیری .....
۶	۱-۳-۳ شستشو .....
۶	۱-۳-۴ واجذب .....
۶	۱-۴ بازداري عناصر روی جاذب .....
۷	۱-۴-۱ جذب سطحی .....
۷	۱-۴-۲ کمپلکس شدن .....
۸	۱-۴-۳ زوج یون .....
۹	۱-۴-۴ تبادل یون .....
۹	۱-۵ واجذب عناصر از جاذب .....
۱۰	۱-۶ انتخاب جاذب مناسب .....
۱۰	۱-۶-۱ جاذب های آلی .....

- ۱۱.....۱-۶-۱ پلی (استایرن دی (co) وینیل بنزن) (PS-DVB)
- ۱۲.....۲-۱-۶-۱ کوپلیمردی وینیل بنزن - وینیل پیرولیدن (DVB-VP)
- ۱۲.....۳-۱-۶-۱ پلی اکریلات
- ۱۲.....۴-۱-۶-۱ پلی اورتان
- ۱۳.....۵-۱-۶-۱ پلی اتیلن
- ۱۳.....۶-۱-۶-۱ پلی استایرن
- ۱۳.....۷-۱-۶-۱ رزین های ایمینودی استات
- ۱۴.....۸-۱-۶-۱ پلی آمید
- ۱۴.....۲-۶-۱ جاذب های کربن فعال
- ۱۵.....۳-۶-۱ جاذب های معدنی
- ۱۶.....۱-۳-۶-۱ اصلاح سطح سیلیکاژل توسط گروههای عاملی
- ۱۷.....۱-۱-۳-۶-۱ اصلاح از طریق بارورسازی
- ۱۸.....۲-۱-۳-۶-۱ اصلاح از طریق پیوند شیمیایی
- ۲۱.....۳-۱-۳-۶-۱ اصلاح از طریق روش سل ژل
- ۲۱.....۴-۱-۳-۶-۱ سایر روش های اصلاح سطح
- ۲۳.....۲-۳-۶-۱ سایر جاذب های معدنی
- ۲۳.....۷-۱ انواع ستون های فاز جامد
- ۲۳.....۱-۷-۱ ستونهای میکرو
- ۲۳.....۲-۷-۱ سرنگ و کارتريج
- ۲۳.....۳-۷-۱ دیسکها

- ۸-۱ پارامترهای موثر در بهینه سازی استخراج فاز جامد ..... ۲۴
- ۱-۸-۱ آماده سازی ..... ۲۴
- ۲-۸-۱ پارامترهای بارگیری ..... ۲۵
- ۱-۲-۸-۱ حجم نمونه ..... ۲۵
- ۲-۲-۸-۱ سرعت عبور ماده ..... ۲۵
- ۳-۲-۸-۱ pH نمونه ..... ۲۵
- ۳-۸-۱ پارامترهای واجذب ..... ۲۶
- ۱-۳-۸-۱ طبیعت شوینده ..... ۲۶
- ۲-۳-۸-۱ pH شوینده ..... ۲۷
- ۳-۳-۸-۱ سرعت شوینده ..... ۲۷
- ۴-۳-۸-۱ حجم شوینده ..... ۲۷

### فصل دوم : اورانیوم و روش های تغلیظ آن

- ۱-۲ شیمی اورانیوم ..... ۳۰
- ۲-۲ تغلیظ اورانیوم ..... ۳۲
- ۱-۲-۲ روشهای تغلیظ ناپیوسته ..... ۳۳
- ۱-۱-۲-۲ استخراج مایع- مایع ..... ۳۴
- ۲-۱-۲-۲ غشاء مایع ..... ۳۴
- ۳-۱-۲-۲ تبادل یونی ..... ۳۵
- ۴-۱-۲-۲ استخراج کروماتوگرافی ..... ۳۵
- ۵-۱-۲-۲ فلوتاسیون ..... ۳۶

- ۳۷..... ۶-۱-۲-۲ تجمع سطحی
- ۳۸..... ۷-۱-۲-۲ استخراج نقطه ابری
- ۳۹..... ۸-۱-۲-۲ استخراج فاز جامد
- ۳۹..... ۱-۸-۱-۲-۲ فوم پلی اورتان
- ۴۰..... ۲-۸-۱-۲-۲ رزین های آمبرلیت XAD
- ۴۱..... ۳-۸-۱-۲-۲ سایر رزین های اتصال دهنده
- ۴۲..... ۴-۸-۱-۲-۲ سیلیکاژل
- ۴۳..... ۵-۸-۱-۲-۲ کربن فعال
- ۴۳..... ۶-۸-۱-۲-۲ پلیمرحک شده یونی
- ۴۴..... ۲-۲-۲ روش های تغلیظ پیوسته

### فصل سوم : تهیه سیلیکاژل اصلاح شده با مورکسید

- ۴۶..... ۱-۳ معرفی پایان نامه
- ۴۷..... ۲-۳ دستگاهها و لوازم مورد استفاده
- ۴۷..... ۳-۳ مواد و معرفهای مورد استفاده
- ۴۸..... ۴-۳ تهیه سیلیکاژل اصلاح شده
- ۴۹..... ۵-۳ روش اندازه گیری اورانیل
- ۵۱..... ۶-۳ بررسی کمپلکس اورانیل مورکسید
- ۵۲..... ۱-۶-۳ تعیین ثابت تشکیل کمپلکس اورانیل مورکسید
- ۵۴..... ۷-۳ تغلیظ اورانیل روی بستر اصلاح شده با مورکسید
- ۵۴..... ۱-۷-۳ روش ناپیوسته

- ۵۵.....pH اثر ۱-۱-۷-۳
- ۵۵..... اثر زمان تماس ۲-۱-۷-۳
- ۵۶..... اثر وزن جاذب ۳-۱-۷-۳
- ۵۷..... اثر حجم محلول نمونه ۴-۱-۷-۳
- ۵۷..... اثر غلظت شوینده ۵-۱-۷-۳
- ۵۸..... اثر حجم شوینده ۶-۱-۷-۳
- ۵۹..... روش ستونی ۲-۷-۳
- ۵۹..... اثر سرعت عبور نمونه ۱-۲-۷-۳
- ۶۰..... اثر حجم نمونه ۲-۲-۷-۳
- ۶۱..... اثر غلظت شوینده ۳-۲-۷-۳
- ۶۱..... اثر سرعت واجذب ۴-۲-۷-۳
- ۶۲..... اثر حجم شوینده ۵-۲-۷-۳
- ۶۳..... ۸-۳ ایزوترم جذبی ، ظرفیت جاذب و ثابت اتصال جاذب
- ۶۴..... ۹-۳ پایداری جاذب در pH های متفاوت
- ۶۵..... ۱۰-۳ بررسی اثر مزاحمت ها
- ۶۶..... ۱۱-۳ ارقام شایستگی روش پیشنهادی
- ۶۶..... ۱۲-۳ نمونه حقیقی
- ۶۸..... ۱۳-۳ بحث و نتیجه گیری
- فصل چهارم : تهیه سیلیکاژل اصلاح شده با سولفاسالازین
- ۷۳..... ۱-۴ مقدمه

- ۷۴..... ۲-۴ دستگاه ها و لوازم مورد استفاده
- ۷۴..... ۳-۴ مواد و معرف های مورد استفاده
- ۷۵..... ۴-۴ بررسی کمپلکس سولفاسالازین- اورانیل
- ۷۶..... ۴-۵ تهیه سیلیکاژل اصلاح شده
- ۷۷..... ۴-۶ تغلیظ اورانیل روی بستر اصلاح شده با سولفاسالازین
- ۷۸..... ۴-۶-۱ روش ناپیوسته
- ۷۸..... ۴-۶-۱-۱ اثر pH
- ۷۹..... ۴-۶-۱-۲ اثر زمان تماس
- ۷۹..... ۴-۶-۱-۳ اثر وزن جاذب
- ۸۰..... ۴-۶-۱-۴ اثر حجم محلول نمونه
- ۸۱..... ۴-۶-۱-۵ اثر غلظت شوینده
- ۸۱..... ۴-۶-۱-۷ اثر حجم شوینده
- ۸۲..... ۴-۶-۲ روش ستونی
- ۸۲..... ۴-۶-۲-۱ اثر سرعت عبور نمونه
- ۸۳..... ۴-۶-۲-۲ اثر حجم نمونه
- ۸۴..... ۴-۶-۲-۳ اثر غلظت شوینده
- ۸۵..... ۴-۶-۲-۴ اثر حجم شوینده
- ۸۵..... ۴-۶-۲-۵ اثر سرعت واجذب
- ۸۶..... ۴-۷ ایزوترم جذبی، ظرفیت جاذب و ثابت اتصال جاذب
- ۸۷..... ۴-۸ پایداری جاذب در pH های متفاوت

۹-۴ بررسی اثر مزاحمت ها..... ۸۷

۱۰-۴ ارقام شایستگی روش..... ۸۸

۱۱-۴ نمونه حقیقی..... ۸۸

۱۲-۴ بحث و نتیجه گیری..... ۹۰

۱۳-۴ پیشنهادات..... ۹۵

## فهرست اشکال

- شکل ۱-۱ مراحل استخراج فاز جامد ..... ۵
- شکل ۲-۱ شمای گروههای سطح سیلیکا ..... ۱۶
- شکل ۳-۱ شمای سیلیکاژل حاوی گروههای بتا دی کتوآمین ..... ۱۹
- شکل ۴-۱ شمای تهیه سیلیکاژل با سطح اسیدی حاوی گروه ۲و ۴ دی کلروفنوکسی استیک اسید ..... ۱۹
- شکل ۵-۱ شمای اصلاح سطح سیلیکاژل با گروههای عاملی کربوکسی هیدرازون ..... ۲۰
- شکل ۶-۱ شمای اصلاح سطح سیلیکاژل با HMNQ ..... ۲۰
- شکل ۷-۱ شمای اصلاح سطح سیلیکاژل با گروههای هیدرید ..... ۲۲
- شکل ۸-۱ انواع ستون های فاز جامد ..... ۲۴
- شکل ۱-۲ شمای استخراج فاز جامد ناپیوسته ..... ۳۳
- شکل ۲-۲ نمونه ای از مراحل فلوتاسیون به کمک فوم ..... ۳۷
- شکل ۳-۲ شمای تثبیت کینولین ۸- ال بر روی آمبرلیت XAD ..... ۴۰
- شکل ۴-۲ شمای تثبیت سوکسینیک اسید بر روی آمبرلیت XAD ..... ۴۱
- شکل ۵-۲ شمای تهیه رزین عامل دار شده با اسید فسفونیک ..... ۴۲
- شکل ۳-۳ ساختار شیمیایی مورکسید ..... ۴۶
- شکل ۲-۳ شمای تهیه سیلیکاژل اصلاح شده با مورکسید (M) ..... ۴۹
- شکل ۳-۳ تشکیل کمپلکس آرسنازو III با اورانیوم ..... ۵۰
- شکل ۴-۱ ساختار شیمیایی سولفاسالازین ..... ۷۴
- شکل ۴-۲ شمای تهیه سیلیکاژل اصلاح شده با سولفاسالازین (S) ..... ۷۷



## فهرست نمودارها

- نمودار ۳-۱ طیف مرئی تیتراسیون محلول  $2 \times 10^{-2} \text{ molL}^{-1}$  مورکسید با اورانیوم (VI) در حلال DMSO..... ۵۲
- نمودار ۳-۲ تعیین ثابت تشکیل کمپلکس اورانیل - مورکسید..... ۵۴
- نمودار ۳-۳ اثر pH..... ۵۵
- نمودار ۳-۴ اثر زمان تماس..... ۵۶
- نمودار ۳-۵ اثر وزن جاذب..... ۵۶
- نمودار ۳-۶ اثر حجم..... ۵۷
- نمودار ۳-۷ اثر غلظت شوینده..... ۵۸
- نمودار ۳-۸ اثر حجم شوینده..... ۵۸
- نمودار ۳-۹ اثر سرعت عبور نمونه..... ۶۰
- نمودار ۳-۱۰ اثر حجم نمونه..... ۶۰
- نمودار ۳-۱۱ اثر غلظت شوینده..... ۶۱
- نمودار ۳-۱۲ اثر سرعت واجذب..... ۶۲
- نمودار ۳-۱۳ اثر حجم شوینده..... ۶۲
- نمودار ۳-۱۴ فرم خطی ایزوترم جذبی اورانیل توسط سیلیکاژل..... ۶۴
- نمودار ۳-۱۵ پایداری جاذب در pH های متفاوت..... ۶۵
- نمودار ۳-۱۶ طیف IR ۳- آمینو پروپیل تری متوکسی سیلان..... ۶۸
- نمودار ۳-۱۷ طیف IR مورکسید..... ۶۹

- نمودار ۳-۱۸ طیف IR کمپلکس مورکسید و ۳ آمینو پروپیل تری متوکسی سیلان..... ۶۹
- نمودار ۴-۱ طیف UV-Vis اورانیل (۱) ، سولفاسالازین (۲) کمپلکس سولفاسالازین- اورانیل..... ۷۵
- نمودار ۴-۲ اثر pH..... ۷۸
- نمودار ۴-۳ اثر زمان تماس..... ۷۹
- نمودار ۴-۴ اثر وزن جاذب..... ۸۰
- نمودار ۴-۵ اثر حجم..... ۸۰
- نمودار ۴-۶ اثر غلظت شوینده..... ۸۱
- نمودار ۴-۷ اثر حجم شوینده..... ۸۲
- نمودار ۴-۸ اثر سرعت عبور نمونه..... ۸۳
- نمودار ۴-۹ اثر حجم نمونه..... ۸۴
- نمودار ۴-۱۰ اثر غلظت شوینده..... ۸۴
- نمودار ۴-۱۱ اثر حجم شوینده..... ۸۵
- نمودار ۴-۱۲ اثر سرعت واجذب..... ۸۶
- نمودار ۴-۱۳ نمودار خطی ایزو ترم جذبی اورانیل توسط سیلیکاژل..... ۸۶
- نمودار ۴-۱۴ پایداری جاذب در pH های متفاوت..... ۸۷
- نمودار ۴-۱۵ طیف IR ۳- کلرو پروپیل تری متوکسی سیلان..... ۹۰
- نمودار ۴-۱۶ طیف IR سولفاسالازین..... ۹۱
- نمودار ۴-۱۷ طیف IR کمپلکس سولفاسالازین و ۳- کلرو پروپیل تری متوکسی سیلان..... ۹۲

## فهرست جداول

- جدول ۱-۱ مزایا و معایب سیلیکاژل‌های اصلاح شده ..... ۲۸
- جدول ۱-۲ یونهای ساده اورانیم و خواص آنها ..... ۳۱
- جدول ۱-۳ بررسی اثر مزاحمت‌ها روی جذب اورانیل ..... ۶۵
- جدول ۲-۳ ترکیب درصد اجزای آب دریای سنتزی ..... ۶۷
- جدول ۳-۳ آنالیز نمونه حقیقی به کمک بستر اصلاح شده با مورکسید تحت شرایط بهینه ..... ۶۷
- جدول ۱-۴ بررسی اثر مزاحمت‌ها روی جذب اورانیل ..... ۸۸
- جدول ۲-۴ آنالیز نمونه حقیقی به کمک بستر اصلاح شده با سولفاسالازین در شرایط بهینه ..... ۸۹
- جدول ۳-۴ مقایسه مقادیر ظرفیت جاذبهای سیلیکاژل اصلاح شده با مورکسید و سولفاسالازین با چند جاذب دیگر استفاده شده برای جذب اورانیوم ..... ۹۵

فصل اول

استخراج فاز جامد

و

سیلیکاژل‌های اصلاح شده