

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

الحمد لله الذي هدانا لهذا الذي كنا لنهتدي لولا أن هدانا الله

والصلاة والسلام على من لا نبي بعده

وآل بيته الطيبين الطاهرين

أجمعين

فلا



**دانشگاه آزاد اسلامی
واحد تهران مرکزی**

دانشکده علوم پایه ، گروه شیمی

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد (M.Sc)

گرایش: شیمی تجزیه

عنوان:

استخراج و اندازه گیری Cu(II) با روش ریز استخراج قطره منفرد و

اسپکتروسکوپی در نمونه های آبی

استاد راهنما:

دکتر علیرضا فیض بخش

استاد مشاور:

دکتر حکیم فرجی

پژوهشگر:

مأنده پرویزیان

تابستان ۱۳۹۱

تقدیم به :

پدر و مادر بزرگوام که وجود سبزشان بزرگترین سرمایه و دعای خیرشان مطمئن ترین پشتوانه ام بود.

و خواهر عزیزم که همواره از دلسوزی و محبت بی دریغ اش برخوردار بوده ام.

تشکر و قدردانی:

برخود لازم می دانم از استاد راهنمای عزیزم، جناب آقای دکتر علیرضا فیض بخش که همواره علاوه بر یک استاد مانند برادری بزرگ تر و دوستی صمیمی از راهنمایی های ارزنده ایشان بهره مند شدم، نهایت تشکر قدردانی را بنمایم.

از جناب آقای دکتر حکیم فرجی که همواره حامی و راهنمای اینجانب بوده اند و از محبت های بی دریغ ایشان صمیمانه سپاسگزارم.

از مسئولین محترم کتابخانه و کادر خدمات آزمایشگاه شیمی تجزیه قدردانی و سپاسگزاری می نمایم.

چکیده پایان نامه :

مس یکی از سمی ترین فلزاتی است که در کره زمین یافت می شود. اثرات زیان بار این عنصر باعث شده است که آژانس حفاظت محیط زیست آمریکا مقادیر کمتر از ۱ میلی گرم بر لیتر از این فلز را در آب آشامیدنی مجاز بشمارد. در سال های اخیر ریز استخراج با حلال به عنوان روشی ساده ، ارزان ، سریع و دوست دار محیط زیست برای استخراج و پیش تغلیظ نمونه مورد توجه قرار گرفته است. در این پروژه فلز مس با تکنیک ریز استخراج باتتراکلرید کربن از نمونه های آبی استخراج گردید. ۱- (۲- پیریدیل آزو) - ۲- نفتول (PAN) به عنوان عامل کمپلکس کننده به کار رفته است. اندازه گیری مس استخراج شده توسط دستگاه اسپکتروفتومتر نانودراپ انجام شد. پارامترهای تجربی استخراج نظیر نوع حلال ، حجم حلال ، نوع لیگاند، غلظت لیگاند ۱- (۲- پیریدیل آزو) - ۲- نفتل ، زمان استخراج pH و قدرت یونی محلول بر روی عملکرد استخراج مورد مطالعه قرار گرفتند. دقت روش توسط هفت اندازه گیری مکرر برابر با ۶,۷ درصد به دست آمد محدوده خطی در ناحیه ۱- ۰,۰۱ میکرو گرم بر لیتر قرار گرفت حد تشخیص روش برابر با ۰,۰۰۳ میکرو گرم بر لیتر و فاکتور غنی سازی برابر با ۱۱۰ به دست آمد.

واژگان کلیدی : استخراج، ریز استخراج قطره منفرد ، پارامتر، اسپکتروفتومتر نانودراپ

فهرست مطالب

صفحه

عنوان

فصل اول/ کلیات طرح

۲	۱-۱ مقدمه.....
۴	۱-۲ آلاینده های معدنی و اثرات مخرب زیست محیطی.....
۶	۱-۳ تاریخچه.....
۶	۴-۱ خواص مس.....
۷	۵-۱ مصارف و تماس های صنعتی.....
۸	۶-۱ ترکیبات مس.....
۸	۱-۶-۱ مس (II) هیدروکسید (Cu(OH)_2).....
۸	۲-۶-۱ مس (II) کربنات (CuCO_3).....
۸	۳-۶-۱ مس (II) اکسید (CuO).....
۹	۴-۶-۱ مس (I) اکسید (Cu_2O).....
۹	۵-۶-۱ مس (II) سولفات پنج آبه ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).....
۹	۶-۶-۱ مس (II) کلرید (CuCl_2).....
۹	۷-۱ خاصیت سمی بودن مس.....
۹	۱-۷-۱ عوارض مسمومیت.....

- ۱-۷-۲ اثرات حاد ۱۰
- ۱-۷-۳ اثرات مزمن ۱۰
- ۱-۷-۴ اثرات محیطی ۱۱
- ۸-۱ روش های جداسازی و پیش تغلیظ برای یون های فلزی در آب ۱۲
- ۱-۸-۱ استخراج با حلال ۱۲
- ۱-۸-۲ رسوب گیری ۱۳
- ۱-۸-۳ روشهای تبادل یون ۱۴
- ۱-۹ لیگاند ۱- (۲- پیریدیل آزو) - ۲ - نفتول (PAN) ۱۵

فصل دوم/مطالعات نظری

- ۱-۲ مقدمه ۱۷
- ۲-۲ خلاصه تاریخچه پیشرفت میکرو استخراج تک قطره ای ۱۹
- ۲-۳ تئوری SDME ۲۲
- ۱-۳-۲ خلاصه ۲۲
- ۲-۴ میکرو استخراج تک قطره ای (SDME) ۲۳
- ۲-۵ پارامترهای تجربی مؤثر روی DI- SDME و HS-SDME ۳۹
- ۲-۵-۱ خواص آنالیت ۴۰
- ۲-۵-۲ خواص حلال ۴۰
- ۲-۵-۳ خالص بودن حلال استخراج ۴۲

.....	۴-۵-۲ سرنگ	۴۳
.....	۵-۵-۲ حجم قطره	۴۳
.....	۶-۵-۲ همزدن	۴۴
.....	۷-۵-۲ قدرت یونی	۴۵
.....	۸-۵-۲ دما	۴۶
.....	۹-۵-۲ حجم نمونه و حجم فضای فوقانی	۴۷
.....	۱۰-۵-۲ اتوماسیون	۴۷
.....	۶-۲ گرایش و بهبودهای جدید در SDME	۴۸

فصل سوم / روش شناسائی تحقیق (متدولوژی)

.....	۱-۳ مقدمه	۵۴
.....	۲-۳ برانگیختگی الکترونی	۵۴
.....	۳-۳ اصول طیف سنجی جذب بی	۵۵
.....	۴-۳ اجزاء اسپکتروفتومتر	۵۷
.....	۱-۴-۳ منبع تابش	۵۷
.....	۵-۳ دتکتورها	۵۸
.....	۱-۵-۳ دتکتورهای فتولتائی یا لایه سدی	۵۸
.....	۲-۵-۳ فتوتیوپ ها	۵۹
.....	۳-۵-۳ دتکتورهای فوتورسانا	۵۹

- ۳-۵-۴ دکتورهای فوتو تکثیرکننده..... ۶۰
- ۳-۵-۴-۱ فتوکاتد..... ۶۰
- ۳-۵-۴-۲ تکثیرکننده الکترون ها ۶۰
- ۳-۶ خروجی..... ۶۱
- ۳-۷ انواع دیگر اسپکتروفتومتر..... ۶۲
- ۳-۷-۱ نور مرئی..... ۶۲
- ۳-۷-۲ نور ماوراء بنفش..... ۶۲
- ۳-۷-۳ نور مادون قرمز..... ۶۲
- ۳-۸ کاربرد از اسپکتروفتومتر..... ۶۴
- ۳-۹ اسپکتروفتومتر نانودراپ..... ۶۴

فصل چهارم / تجزیه و تحلیل یافته های تحقیق

- ۴-۱ مقدمه..... ۶۷
- ۴-۲ مواد شیمیائی و واکنشگرها..... ۶۷
- ۴-۳ تجهیزات..... ۶۸
- ۴-۵ تهیه محلول ها و استانداردها..... ۷۰
- ۴-۵-۱ تهیه محلول های مادر آنالیت و لیگاند..... ۷۰
- ۴-۵-۲ تهیه بافر فسفات برای انجام استخراج ها..... ۷۰
- ۴-۶ فرآیند ریز استخراج قطره منفرد..... ۷۰

- ۷-۴ بهینه سازی شرایط استخراج..... ۷۱
- ۱-۷-۴ اثر لیگاند..... ۷۲
- ۲-۷-۴ انتخاب حلال استخراج..... ۷۲
- ۳-۷-۴ حجم قطره حلال آلی..... ۷۳
- ۴-۷-۴ اثر حجم فاز آبی دهنده..... ۷۳
- ۵-۷-۴ اثر سرعت هم زدن..... ۷۴
- ۶-۷-۴ اثر pH..... ۷۴
- ۷-۷-۴ اثر زمان بر استخراج..... ۷۴
- ۸-۷-۴ اثر نمک..... ۷۵
- ۹-۷-۴ اثر مزاحمت ها بر استخراج..... ۷۵
- ۸-۴ آنالیز نمونه های حقیقی..... ۷۶
- ۹-۴ فاکتور تغلیظ..... ۷۶
- ۱۰-۴ بررسی تکرارپذیری روش..... ۷۷
- ۱۱-۴ حد تشخیص..... ۷۷

فصل پنجم/نتیجه گیری و پیشنهادات

- ۱-۵ مقدمه..... ۷۹
- ۲-۵ روش بهینه سازی..... ۷۹

- ۷۹.....انتخاب لیگاند ۱-۲-۵
- ۸۱.....انتخاب حلال آلی استخراج کننده ۲-۲-۵
- ۸۲.....غلظت لیگاند ۳-۲-۵
- ۸۴.....حجم قطره ۴-۲-۵
- ۸۵.....اثر حجم فاز آبی دهنده ۵-۲-۵
- ۸۶.....اثر سرعت هم زدن ۶-۲-۵
- ۸۷.....اثر pH ۷-۲-۵
- ۸۸.....اثر زمان ۸-۲-۵
- ۹۰.....اثر نمک ۹-۲-۵
- ۹۰.....بررسی اثر مزاحمت ها ۱۰-۲-۵
- ۹۱.....ارقام شایستگی ۳-۵
- ۹۲.....رسم منحنی کالیبراسیون پس از استخراج ۴-۵
- ۹۳.....فاکتور تغلیظ ۵-۵
- ۹۳.....بررسی کارائی و صحت روش ۶-۵
- ۹۴.....بحث و نتیجه گیری ۷-۵
- ۹۸.....پیشنهادات ۸-۵
- ۹۹.....منابع

فهرست جداول

٦٨.....	جدول ١-٤
٧٣.....	جدول ٢-٤
٩١.....	جدول ١-٥
٩١.....	جدول ٢-٥
٩٣.....	جدول ٣-٥

فهرست شکل ها

۱۵.....	شکل ۱-۱
۲۵.....	شکل ۱-۲
۲۶.....	شکل ۲-۲
۲۷.....	شکل ۳-۲
۲۹.....	شکل ۴-۲
۳۲.....	شکل ۵-۲
۳۵.....	شکل ۶-۲
۳۶.....	شکل ۷-۲
۳۷.....	شکل ۸-۲
۴۹.....	شکل ۹-۲
۶۵.....	شکل ۱-۳
۶۵.....	شکل ۲-۳
۶۹.....	شکل ۱-۴
۸۱.....	شکل ۱-۵

فهرست نمودارها

۸۰.....	۱-۵ نمودار.....
۸۲.....	۲-۵ نمودار.....
۸۳.....	۳-۵ نمودار.....
۸۴.....	۴-۵ نمودار.....
۸۵.....	۵-۵ نمودار.....
۸۶.....	۶-۵ نمودار.....
۸۸.....	۷-۵ نمودار.....
۸۹.....	۸-۵ نمودار.....
۹۲.....	۹-۵ نمودار.....

فهرست روابط

۷۶	رابطه ۱-۴
۷۶	رابطه ۲-۴
۷۷	رابطه ۳-۴
۷۷	رابطه ۴-۴
۷۷	رابطه ۵-۴

فصل اول

کلیات طرح

۱- مقدمه:

مسئله آلودگی محیط که با پیشرفت تمدن گریبان گیر جوامع بشری می گردد، دقیقاً با عوامل رشد تمدن به ویژه رشد صنعتی آن در ارتباط است تا وقتی جوامع به صورت ابتدائی و یا روستائی برقرار بوده است، اصولاً مسئله ای بنام آلودگی اتمسفر، آبها، مراتع و دفع زباله وجود نداشته و حتی از فضولات دامی و انسانی نیز استفاده می شده است ولی با تحول این جوامع ساده و روستائی به جوامع شهرنشین به مرور زمان مسائلی نو در ارتباط با زدودن آلودگی در جامعه جدید نمایان گشته که شاید مهم ترین آن آبرسانی با اصول بهداشتی به منازل و هدایت فاضلاب ها و انتقال زباله ها از محیط شهر به خارج باشد آب یکی از مهم ترین مواد شیمیائی و مایع حیاتی است که بدون آن زندگی جانداران ممکن نیست برای پی بردن هرچه بیشتر به اهمیت و نقش آب در زندگی، یادآوری نکات زیر لازم به نظر می رسد:

۱ آب حدود ۶۶ تا ۸۵ درصد وزن بدن انسان و همچنین عمده بدن جانداران دیگر و گیاهان را تشکیل می دهد.

۲ ماهی ها و آبزیان مفید دیگری که از آنها به عنوان غذا و... استفاده می کنیم تنها در محیط آبی اقیانوس ها، دریاها، دریاچه ها، رودخانه ها و... می توانند به زندگی خود ادامه دهند.

۳- گیاهان که بخش مهمی از نیازهای غذایی ما را تامین می کنند، مواد غذایی مورد نیاز برای رشد خود را به صورت حل شده در آب به وسیله ریشه های خود جذب کرده و آن را به دیگر اندامهای خود می رسانند.

۴- نوشیدنی ها، شربت های داروئی، داروهای تزریقی (به صورت محلول در آب) و بسیاری از مواد غذایی دیگر را نیز بیشتر همراه با آب مصرف می کنیم.

۵- هضم و جذب غذا، واکنش های زیست شیمیائی و سوخت و ساز در بدن ما و حیوانات، همگی در محیط آبی انجام می پذیرد.

۶- بسیاری از واکنش های شیمیائی مواد با یکدیگر که برای آموزش دادن در آزمایشگاه ها، در صنایع و زندگی نقش و اهمیت بسیار دارند در محیط آبی انجام می شود.

۷- نقش آب به عنوان یک سیال مناسب برای انتقال گرما، گرم کردن محل کار و زندگی، خنک کردن دستگاه ها و موتور خودروها برکسی پوشیده نیست.

۸- آب به صورت بخار، در ایجاد نیروی محرکه برای به حرکت درآوردن توربین های بخار، بویژه در گذشته در کارهای حمل و نقل مسافر و بار بوسیله کشتی، قطار، راه آهن و نیز امروزه برای راه انداختن نیروگاه های تولید برق و... اهمیت به سزائی دارد.

۹- از نیروی سقوطی آب در مسیرهای سراشیب، برای به حرکت درآوردن توربین های آبی و در گذشته بیشتر برای راه انداختن آسیاب های آبی و امروزه برای تولید نیروی برق استفاده می شود. با توجه به همه این کاربردها و بسیاری از کاربردهای دیگر آب، که در اینجا به آنها اشاره نشده است، از دیرباز، آب مورد توجه ویژه انسان بوده است و برای پاکیزه و دوری جستن از آلودن آن کوشش به عمل آمده است اما رشد روزافزون صنایع گوناگون و ماشینی شدن زندگی، روزبه روز به شمار آلاینده های آب و میزان آلودگی آن افزوده کرده است. یکی از مهم ترین دسته از آلاینده های

آب، کاتیون های فلزات سنگین و سمی می باشند نظریه سمیت بالا و خطرات فراوانی که وجود این کاتیون ها در آب بر سلامت انسان و سایر جانداران دارد، اندازه گیری این کاتیون ها بویژه در مقادیر بسیار جزئی از اهمیت بسیار بالائی برخوردار می باشد. [۱ و ۲]

۱- ۲- آلاینده های معدنی و اثرات مخرب زیست محیطی:

آلودگی عبارت است از هرگونه تغییر در ویژگی های اجزاء متشکل محیط به طوری که استفاده از آنها ناممکن گردد و به طور مستقیم یا غیرمستقیم منافع و حیات موجودات زنده را به مخاطره اندازد. آلودگی به طور کلی به معنای وارد شدن یا وارد کردن مواد زیانبار، سمی یا انرژی (گرمائی یا صوتی) در محیط زیست انسان، حیوان یا گیاه، در اندازه بیش از حد مجاز و بیرون از توان زیستی آنهاست که سبب مخاطره آمیز شدن منابع زیستی و به خطراتادن زندگی و سلامتی جانداران می شود. آلاینده، ماده یا عاملی است که وجود آن به میزان بیشتر از یک حد معین در محیط زیست انسان، حیوان یا گیاه سبب به خطراتادن زندگی و سلامتی آنها می شود آلاینده های مهم آب عبارتند از:

۱- فاضلاب های شهری

۲- پساب های صنعتی

۳- کودهای شیمیائی

۴- پساب های داغ نیروگاهی

۵-حشره کش ها و سموم ضدآفت های گیاهی

۶-مواد نفتی و روغنی

۷-شوینده های ساختگی (ستیزی)

۸-باکتری ها و عوامل بیماریزا

۹-مواد پرتوزا (راديو اکتیو)

۱۰-ذرات معلق و رسوب ها

ماهیت این آلاینده ها عموماً به دو دسته آلی و معدنی تقسیم می شود یکی از مهم ترین دسته از آلاینده های معدنی کاتیون های فلزات سنگین می باشند که سبب آلودگی شدید محیط زیست جانوران، گیاهان و انسان ها می شوند پساب های صنعتی، مهم ترین منبع ترکیبات و نمک های فلزات سنگین و سمی است بسیاری از کاتیون ها و آنیون های فلزات سنگین و فلزات واسطه از راه ریزش پساب های کارخانه های صنعتی در آبهای جاری، سطح زمین و آب های زیرزمینی وارد می شوند و موجب آلودگی شدید آنها می شوند. [۱ و ۳]