

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

دانشگاه تهران

دانشکده علوم

۱۳۸۰ / ۱۰ / ۳۰

جداسازی و پیش تغلیظ مقادیر بسیار کم مس و سرب توسط
دیسکهای اکتادسیل سیلیکای اصلاح شده و اندازه گیری آنها به روش
اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای

015908

نگارش

فاطمه بصیری پور

استاد راهنما : دکتر محمدرضا گنجعلی

استاد مشاور: دکتر فرزانه شمیرانی

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

در

رشته شیمی تجزیه

دی ماه ۱۳۸۰

۲۹۱۲۲



جمهوری اسلامی ایران

دانشگاه تهران

دانشکده علوم

« بسمه تعالی »

اداره تحصیلات تکمیلی دانشگاه

احتراما باطلاع می رساند که جلسه دفاع از پایان نامه دوره کارشناسی ارشد خانم فاطمه بصیری پور تحت عنوان: جداسازی و پیش تغلیظ مقادیر بسیار کم مس و سرب توسط دیسکهای اکتادسیل سیلیکای اصلاح شده و اندازه گیری آن توسط روش جذب اتمی در تاریخ ۸۰/۱۰/۱۱ در محل دانشکده علوم دانشگاه تهران برگزار گردید.

هیأت داوران براساس کیفیت پایان نامه، استماع دفاعیه و نحوه پاسخ به سئوالات، پایان نامه ایشان را برای دریافت درجه کارشناسی ارشد در رشته شیمی تجزیه معادل با ۸ واحد بانمره ۱۹ بادرجه ۵/۷۰ مورد تأیید قرار داد.

هیأت داوران

سمت	نام و نام خانوادگی	مرتبۀ دانشگاهی - دانشگاه	امضاء
۱- استاد راهنما :	دکتر محمدرضا گنجعلی	استادیار	تهران
۲- استاد مشاور :	دکتر فرزانه شمیرانی	استادیار	تهران
۳- استاد مدعو :	دکتر پرویز نوروزی	استادیار	تهران
۴- نماینده تحصیلات تکمیلی گروه :	دکتر فرزانه شمیرانی	استادیار	تهران

سرپرست تحصیلات تکمیلی دانشکده

دکتر رسول الحزوی

مدیر گروه شیمی

دانشگاه تهران

گروه شیمی

سرپرست تحصیلات تکمیلی گروه

دکتر ناصر قاسمی

تقدیم به

پدر و مادر عزیزم

که روح صبر و استقامت را در وجود من بارور کرده

و در تمام مراحل زندگی یار و یاور من بوده‌اند

و تقدیم

به همه عزیزانی که از آنها چیزی آموختم

و یا به من چیزی آموختند

چکیده

جداسازی و پیش تغلیظ مقادیر بسیار کم سرب و مس در نمونه های آبی و بیولوژیکی توسط دیسکهای غشایی اکتادسیل سیلیکای اصلاح شده و اندازه گیری آنها توسط روش اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای .

تعیین سرب و مس در نمونه های آبی و بیولوژیکی در یک محدوده غلظتی بین مقدار ضروری و مقدار سمی مورد توجه قرار گرفته اند. به دلیل ارزش حیاتی مس و سرب در سیستم های بیولوژیکی و بعنوان یونهای آلاینده محیط زیست، اندازه گیری مقادیر بسیار کم آنها بسیار مهم می باشد.

معمول ترین تکنیکها برای تعیین سرب و مس عبارتند از : اسپکترومتری جذب اتمی

شعله ای، کوره گرافیتی، اسپکتروفتومتری، آنالیز عاری سازی جریان ثابت و پتانسیومتری، اما حساسیت این روشها معمولاً برای غلظتهای بسیار کم، کافی نیست. در نتیجه یک مرحله پیش-تغلیظ برای مقادیر بسیار کم سرب و مس لازم می باشد.

این روش یک روش ساده و سریع برای استخراج و پیش تغلیظ مقادیر بسیار کم مس و

سرب توسط دیسکهای اکتادسیل سیلیکای اصلاح شده با بازهای شیف و اندازه گیری آنها توسط

روش اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای می باشد استخراج با فاز جامد نسبت به روشهای

کلاسیک با استفاده از حلال ، قیمت و زمان استخراج نمونه را کاهش می دهد. اثر سرعت جریان عبور نمونه ، pH ، نوع ، غلظت ، و مینیمم مقدار اسید بازیابی کننده در بازده استخراج مورد بررسی قرار گرفت. ماکزیمم ظرفیت دیسک غشایی اصلاح شده با ۵ میلی گرم لیگاند SDO برای مس ۵۸۵ میلی گرم و برای سرب ۶۴۵ میلی گرم بدست آمد. حد تشخیص روش برای مس ۰/۰۵ نانو گرم بر میلی لیتر و برای سرب ۰/۲۵ نانو گرم بر میلی لیتر بدست آمد. این روش برای استخراج یونهای سرب و مس در نمونه های آبی ، چای و آلیاژهای آلومینیم بکار برده شد.

بدینوسیله از زحمات بی‌دریغ استاد ارجمند

جناب آقای دکتر گنجعلی

که در تمام مراحل تمصیل مرا یاری نموده و باعث دلگرمی من
بوده‌اند، صمیمانه تشکر می‌نمایم.

همچنین از اساتید محترم جناب آقای دکتر نوروزی و جناب
آقای دکتر نبات که راهنمایی‌های خود را از من دریغ نکردند؛
تشکر می‌نمایم.

از استاد گرامی سرکار خانم دکتر شمیرانی که امر مشاوره
پایان‌نامه را بر عهده داشتند و از راهنمایی‌های ایشان استفاده
نموده‌ام، قدردانی می‌نمایم.

و نیز از تمامی دوستان عزیزی که در این مرحله مرا یاری
نموده‌اند کمال تشکر را دارم.

صفحه	عنوان
۱	فصل اول: مس ، سرب ، روشهای اندازه گیری و جداسازی آنها
۲	۱-۱- مس : مقدمه
۲	۱-۱-۱- خواص مس
۳	۱-۱-۲- منابع و طرز تهیه مس
۴	۱-۱-۳- اثرات مس
۴	۱-۱-۳-۱- اثرات فیزیولوژیکی مس
۵	۱-۱-۳-۲- عوارض مسمومیت
۵	۱-۱-۳-۳- اثرات حاد
۵	۱-۱-۳-۴- اثرات مزمن
۶	۱-۱-۳-۵- متابولیسم
۷	۱-۱-۵- استانداردهای بهداشتی و تماس مجاز مس
۷	۱-۲- سرب : مقدمه
۸	۱-۲-۱- منابع سرب
۸	۱-۲-۱-۱- سرب در طبیعت
۹	۱-۲-۲- خواص سرب
۹	۱-۲-۳- علائم و آثار مسمومیت سرب
۱۱	۱-۲-۴- حداکثر تراکم مجاز سرب

وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
 مرکز تحقیقات و آموزش تخصصی سرب

- ۱۲ -۳-۱- روشهای اندازه گیری مس و سرب
- ۱۳ -۱-۳-۱- روشهای اسپکتروفتومتری
- ۱۳ -۱-۱-۳-۱- روشهای اسپکتروفتومتری برای اندازه گیری مس
- ۱۴ -۲-۱-۳-۱- روشهای اسپکتروفتومتری برای اندازه گیری سرب
- ۱۵ -۲-۳-۱- روشهای اسپکترومتری جذب اتمی شعله
- ۱۵ -۱-۲-۳-۱- روشهای اسپکترومتری جذب اتمی برای اندازه گیری مس
- ۱۶ -۲-۲-۳-۱- روشهای اسپکترومتری جذب اتمی برای اندازه گیری سرب
- ۱۷ -۳-۳-۱- اسپکترومتری جذب اتمی با کوره گرافیتی
- ۱۸ -۱-۳-۳-۱- اسپکترومتری جذب اتمی با کوره گرافیتی برای اندازه گیری مس
- ۱۹ -۲-۳-۳-۱- اسپکترومتری جذب اتمی با کوره گرافیتی برای اندازه گیری سرب
- ۱۹ -۴-۳-۱- روشهای الکتروشیمیایی
- ۲۰ -۱-۴-۳-۱- روشهای الکتروشیمیایی برای اندازه گیری مس
- ۲۲ -۲-۴-۳-۱- روشهای الکتروشیمیایی برای اندازه گیری سرب
- ۲۲ -۵-۳-۱- روشهای دیگری برای اندازه گیری سرب و مس
- ۲۳ -۴-۱- روشهای جداسازی و پیش تغلیظ برای سرب و مس
- ۲۳ -۱-۴-۱- روش هم رسوبی
- ۲۴ -۲-۴-۱- روش استخراج با حلال (استخراج مایع - مایع)
- ۲۵ -۳-۴-۱- ترسیب الکتروشیمیایی
- ۲۶ -۴-۴-۱- استفاده از مبادله کننده های یونی

۲۷	۱-۴-۵- تشکیل کمپلکس و جذب سطحی
۲۹	فصل دوم: استخراج با فاز جامد
۳۰	۱-۲ مقدمه
۳۱	۲-۲- تاریخچه استخراج با فاز جامد
۳۵	۳-۲- اصول استخراج با فاز جامد
۳۶	۴-۲- ستونها و دستگاههای مورد استفاده جهت استخراج با فاز جامد
۴۱	۵-۲- چگونگی انجام فرایند استخراج با فاز جامد
۴۱	۲-۵-۱- استخراج گزینش پذیر
۴۱	۲-۵-۲- شستشوی گزینش پذیر
۴۱	۲-۵-۳- شوینده گزینش پذیر
۴۳	۲-۶-۱- مراحل انجام استخراج با فاز جامد
۴۳	۲-۶-۱- انتخاب نوع استخراج با فاز جامد
۴۶	۲-۶-۲- آماده سازی دیسک یا تیوب
۴۷	۲-۶-۳- انتقال نمونه به درون سیستم
۴۸	۲-۶-۴- شستشوی گونه های مزاحم از ستون
۴۸	۲-۶-۵- شستشوی آنالیت از جاذب
۴۹	۲-۷- انواع جاذبها و کاربردهای آنها
۵۳	۲-۸- تئوری استخراج با فاز جامد با فازهای مختلف
۵۳	۲-۸-۱- فاز معکوس

۵۴	۲-۸-۲- فاز نرمال
۵۵	۲-۸-۳- تبادل یونی
۵۶	۲-۸-۴- مکانیسم های ترکیبی
۵۷	۲-۹-۹- شویش جاذبها در استخراج با فاز جامد
۵۷	۲-۹-۱- جاذب فاز معکوس
۵۹	۲-۹-۲- جاذب فاز نرمال
۶۰	۲-۱۰-۱- دیسکهای استخراج با فاز جامد
۶۱	۲-۱۰-۱- دیسکهای آزاد
۶۱	۲-۱۰-۱-۱- Empore دیسکهای
۶۴	۲-۱۰-۱-۲- SPEC دیسکها
۶۴	۲-۱۰-۱-۳- SPEE DISK
۶۵	۲-۱۰-۱-۴- Novo-Clean disk
۶۶	۲-۱۰-۱-۵- دیسکها در فرمت سرنگ
۶۷	۲-۱۱- نحوه استفاده از یک دیسک استخراج با فاز جامد
۷۱	۲-۱۲- تئوری عملکرد دیسکها
۷۳	۲-۱۳- دیسکها و تکنولوژیهای جدید
۷۳	۲-۱۳-۱- مشتق سازی در دیسکها
۷۴	۲-۱۳-۲- نگهداری نمونه بر روی دیسک
۷۵	۲-۱۴- تکنولوژی جدید استخراج با فاز جامد

۷۵	۱-۱۴-۲- میکرو استخراج با فاز جامد
۷۵	۱-۱-۴-۲- میکرو استخراج با فاز جامد مستقیم
۷۵	۲-۱-۱۴-۲- میکرو استخراج با فاز جامد فوقانی
۷۶	۲-۱۴-۲- پراکنندگی ماتریس در فاز جامد
۷۸	Restricted- Access SPE -۳-۱۴-۲
۸۰	Affinity Solid Phase Extraction -۴-۱۴-۲
۸۱	۵-۱۴-۲- مشتق سازی بر روی جاذبه‌های استخراج با فاز جامد
۸۲	۶-۱۴-۲- سیستم غشای نیمه تراوا
۸۴	۷-۱۴-۲- استخراج با فاز جامد تشخیص مولکولی (MRT)
۸۶	فصل سوم: بخش تجربی
۸۷	۱-۳- مقدمه
۸۸	۲-۳- بازهای شیف
۹۰	۳-۳- کاربردهای بازهای شیف و کمپلکس های فلزی آن
۹۲	۱-۴-۳- دستگاہ‌های مورد استفاده
۹۳	۲-۴-۳- مواد شیمیایی مورد استفاده
۹۵	۳-۴-۳- مراحل استخراج کاتیونها با دیسکهای اکتادسیل سیلیکا
۹۵	۱-۳-۴-۳- آماده سازی محلولها
۹۶	۲-۳-۴-۳- آماده سازی و اصلاح دیسک
۹۶	۳-۳-۴-۳- عبور نمونه

- ۹۷ ۳-۴-۳-۴-بازیابی
- ۹۸ ۳-۵-جداسازی و پیش تغلیظ مقادیر بسیار کم سرب و مس
- ۹۸ ۳-۵-۱-آزمایشهای اولیه
- ۱۰۰ ۳-۵-۲-بررسی میزان بهینه لیگاند مورد نیاز جهت اصلاح دیسک
- ۱۰۱ ۳-۵-۳-بررسی اثر سرعت عبور نمونه از روی دیسک
- ۱۰۱ ۳-۵-۴-بررسی نوع ، حجم و غلظت بهینه اسید بازیابی کننده
- ۳-۵-۵-بررسی اثر pH محلولهای نمونه در فرایند استخراج سرب و مس
- ۱۰۲
- ۱۰۳ ۳-۵-۶-بررسی اثر سرعت عبور اسید بازیابی کننده
- ۱۰۳ ۳-۵-۷-تعیین ظرفیت دیسک اصلاح شده بری سرب و مس
- ۱۰۴ ۳-۵-۸-بررسی میزان استخراج یونهای مس و سرب در حجمهای مختلف
- ۱۰۵ ۳-۵-۹-بررسی میزان مزاحمت یونهای دیگر در استخراج یونهای سرب و مس
- ۱۰۶ ۳-۵-۱۰-بررسی دقت روش
- ۱۰۷ ۳-۵-۱۱-مطالعه صحت روش
- ۱۰۸ ۳-۵-۱۲-محدوده کالیبراسیون خطی
- ۱۰۹ ۳-۵-۱۳-تعیین حد تشخیص روش
- ۱۱۰ ۳-۵-۱۴-بررسی استخراج مس و سرب در نمونه های سنتزی و طبیعی
- ۱۱۲ ۳-۶-جداسازی و پیش تغلیظ مقادیر بسیار کم سرب و مس
- ۱۱۲ ۳-۶-۱-بررسی میزان بهینه لیگاند مورد نیاز جهت اصلاح دیسک

- ۱۱۳ ۳-۶-۲- بررسی اثر سرعت عبور نمونه از روی دیسک
- ۱۱۴ ۳-۶-۳- بررسی نوع ، حجم و غلظت بهینه اسید بازیابی کننده
- ۱۱۴ ۳-۶-۴- بررسی اثر pH محلولهای نمونه در فرایند استخراج سرب و مس
- ۱۱۵ ۳-۶-۵- بررسی اثر سرعت عبور اسید بازیابی کننده
- ۱۱۵ ۳-۶-۶- تعیین ظرفیت دیسک اصلاح شده بری سرب و مس
- ۱۱۶ ۳-۶-۷- بررسی میزان استخراج یونهای مس و سرب در حجمهای مختلف
- ۱۱۶ ۳-۶-۸- بررسی میزان مزاحمت یونهای دیگر در استخراج یونهای سرب و مس
- ۱۱۷ ۳-۶-۹- بررسی دقت روش
- ۱۱۹ ۳-۶-۱۰- بررسی صحت روش
- ۱۱۹ ۳-۶-۱۱- رسم منحنی کالیبراسیون و تعیین حد تشخیص روش
- ۱۲۱ ۳-۶-۱۲- بررسی استخراج مس و سرب در نمونه های سنتزی و طبیعی
- ۱۲۴ ۳-۷- نتایج
- ۱۲۵ -منابع

فصل اول

مس

سرب

روشهای جداسازی

و اندازه گیری آنها