

دانشگاه تربیت معلم

دانشکده علوم - گروه شیمی

پایان نامه :

برای دریافت کارشناسی ارشد

موضوع :

تعیین غلظت سلنیم، آلومینیم و کادمیم و برخی عناصر ضروری در
دانه ، ریشه و اندامهای هوایی گیاه سویا

استاد راهنما : دکتر مرضیه چالوسی

نگارش : مسعود جلالی



شهریور ماه ۱۳۷۲

۲۹۱

۱۷۲۰۹

بسم الله ... الرحمن الرحيم

برای انجام کارهای تحقیقاتی رساله‌ها در دستگاه جذب اتمی شعله‌ای آزمایشگاه تحقیقاتی دانشگاه تربیت معلم و دستگاه نشر اتمی با منبع ICP موجود در آزمایشگاه سوخت سازمان انرژی اتمی ایران و دستگاه های جذب اتمی کوره‌ای و جذب اتمی شعله‌ای با کمک تکنیک تولید هیدرید مستقر در آزمایشگاه تجزیه دستگاهی گروه زمین شناسی دانشگاه شهید بهشتی استفاده شد.

لازم میدانم در ارتباط با انجام این رساله از نظارت و زحمات و راهنمایی‌های مداوم و بی دریغ استاد راهنمای پروژه سرکار خانم دکتر مرضیه چالوسی نهایت تشکر را ابراز دارم.

همینطور از جناب آقای دکتر محمدقنادی معاونت سازمان انرژی اتمی ایران برای ایجاد تسهیلات در استفاده از امکانات سازمان و جناب آقای دکتر معصومی به خاطر در اختیار قرار دادن آزمایشگاه تجزیه دستگاهی گروه زمین شناسی دانشگاه شهید بهشتی و بخصوص از همکاری و مساعدت صمیمانه خانم حمیرا ابراهیمزاده مسئول آن آزمایشگاه و سرکار خانم دکتر قربانلی (از اساتید گروه زیست‌شناسی دانشگاه تربیت معلم) برای تهیه و در اختیار قرار دادن نمونه‌های گیاه سویا تشکر میکنم.

ضمناً از مدیران محترم گروه در طی انجام این پروژه جناب آقای دکتر شریفی و جناب آقای دکتر شکروی به خاطر در اختیار قرار دادن امکانات و ایجاد تسهیلات لازم و رفع موانع موجود سپاسگزار می‌کنم.

تقدیم بہ:

روح پاک مرحوم پدرم ،

بہ مادر عزیز و فداکارم ،

بہ ہمسر صبور و مہربانم ،

و بہ پسر عزیزم امیر محمد .

چکیده طرح:

کارهای تحقیقاتی رساله حاضر بر روی گیاه سویا در دو زمینه انجام شد، ابتدا ارائه روش مناسب هضم نمونه‌های اندام‌های مختلف گیاه سویا از نظر کاهش زمان و کامل بودن هضم، و تهیه محلول‌هایی از نمونه که حداقل مزاحمت را در روش‌های مختلف جذب و نشر اتمی داشته باشد. دوم اندازه‌گیری عناصر روی، مس، آهن، منگنز و منیزیم با روش جذب اتمی شعله‌ای در نمونه‌های ریشه و اندام هوایی گیاه سویا جهت بررسی اثر کادمیم روی جذب این عناصر در گیاه مذکور با استفاده از محلول‌های تهیه شده و اندازه‌گیری آلومینیم با روش‌های نشر اتمی با منبع ICP و جذب اتمی کوره‌ای و همچنین طوراً اندازه‌گیری سلنیم با روش‌های نشر اتمی با منبع ICP و جذب اتمی شعله‌ای با کمک تکنیک تولید هیدرید. در زمینه اول نسبت مناسبی از مخلوط اسید نیتریک و اسید کلریدریک برای نمونه‌های ریشه و اندام هوایی (۱:۷) و دانه سویا (۱:۹) ارائه شد و محلول‌های تهیه شده به خوبی در روش‌های مذکور مورد استفاده قرار گرفت. اندازه‌گیری کادمیم روی و مس و آهن و منگنز و منیزیم در نمونه‌های ریشه، اندام هوایی و دانه گیاه سویا به روش جذب اتمی شعله‌ای انجام گردید و صحت روش‌ها با نمونه‌های SRM به خوبی تایید شد و اثر حضور کادمیم در میزان جذب عناصر فوق در ریشه اندام هوایی گیاه سویا بررسی گردید. در روش جذب اتمی کوره‌ای برای اندازه‌گیری آلومینیم بعنوان یک عنصر کم مقدار در دانه سویا نتایج بسیار خوبی بدست آمد و صحت نتایج در این مورد نیز به کمک نمونه‌های SRM تایید گردید. در اندازه‌گیری سلنیم با روش نسبتاً جدید جذب اتمی شعله‌ای به کمک تکنیک تولید هیدرید نیز نتایج بسیار مطلوب بود و صحت آن نیز با نمونه SRM تایید شد.

ABSTRACT

Research of this Present thesis , performed on the soya in two field: first, Presentation of suitable Method for digestion of Samples of diferent member of soya plant from stand point of time and complete digestion and preparation of solution of Samples that can have less interference in Methods of measurement

Second, measurement of zn,Cu,Fe,Mn and Mg in root and shoot and grain of soya plant for investigation of effect of cd on transfer of this elements in soya , by Flame , A.A.S method and measurement of Al by ICP - OES and Flameless A.A,S and measurement of Se by ICP - OES and HG,A,A.S.

In first field , presented suitable ratios of HNO_3 : HCL for digestion of root and shoot (7:1) and grain of soya plant (9:1), and prepared solutions that used in methods of present work satisfactorily.

Accuracy of all of the mentioned methods , Investigated with SRM Samples and are Very Satisfactory.

Specially electrothermal(Et-AAS) method for Determination of Al and HG.A.A.S method for Determination of Se , as trace elements in Soyabean , was very suitable.

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
	۱- مقدمه
۱	۱-۱- مفهوم عناصر کرم مقدار
۲	۱-۲- مهمترین منابع خطا در تجزیه مقادیر کرم عناصر
۲	۱-۳- عناصر کرم مقدار و محیط
۳	۱-۳-۱- نقش دوگانه عناصر کرم مقدار بر روی موجودات زنده
۵	۱-۴-۱- شرایط ایده آل یک روش تجزیه ای در تجزیه عناصر بر پایه مقادیر کرم
۵	۱-۴-۲- روشهای متداول در تجزیه عناصر کرم مقدار
۸	۱-۴-۳- عوامل مؤثر در انتخاب روش
۸	۱-۵- ضرورت کار انجام شده
	۲- شرح کار عملی و محاسبات آماری
۹	۲-۱- مواد مورد استفاده
۹	۲-۲- دستگاہهای مورد استفاده
۱۰	۲-۳- روش تهیه محلولهای استاندارد
۱۲	۲-۴- معادلات بکار رفته در محاسبات نتایج
۱۴	۲-۵- نمونه مورد مطالعه
۱۵	۲-۶-۱- علت انتخاب سویا
۱۶	۲-۶-۲- روش هضم نمونههای ریشه و ساقه و برگ سویا
۱۸	۲-۷- اندازه گیری عناصر مورد نظر در ریشه و ساقه و برگ سویا
۱۸	۲-۷-۱- اندازه گیری کادمیم
۲۰	۲-۷-۲- اندازه گیری روی
۲۲	۲-۷-۳- اندازه گیریهای مس
۲۳	۲-۷-۴- اندازه گیریهای آهن

صفحه	عنوان
۲۴	۲-۷-۵. اندازه‌گیری منگنز
۲۵	۲-۷-۶. اندازه‌گیری منیزیم
۲۷	۲-۸-۸. اندازه‌گیری روی ، مس ، آهن ، منگنز و منیزیم در دانه سویا
۲۷	۲-۸-۱۰. روش کار
۲۸	۲-۸-۲. روش هضم شیمیایی پودر دانه سویا
۲۸	۲-۸-۳. اندازه‌گیری روی در دانه
۲۹	۲-۸-۴. اندازه‌گیری مس در دانه
۳۰	۲-۸-۵. اندازه‌گیری آهن در دانه
۳۱	۲-۸-۶. اندازه‌گیری منگنز در دانه
۳۱	۲-۸-۷. اندازه‌گیری منیزیم در دانه
۳۲	۲-۹-۱. اندازه‌گیری آلومینیم در دانه سویا با روش Flame.A.A.S.
۳۳	۲-۹-۲. اندازه‌گیری آلومینیم در دانه سویا به روش ICP-OES
۳۴	۲-۹-۳. اندازه‌گیری آلومینیم در دانه سویا به روش ET-A.A.S
۳۴	۲-۹-۴. دستگاه مورد استفاده در این اندازه‌گیری
۳۵	۲-۹-۵. شرایط دستگاه جذب اتمی کوره‌ای
۳۶	۲-۹-۶. اندازه‌گیری عملی آلومینیم با این روش
۳۸	۲-۱۰-۱. اندازه‌گیری سلنیم در پودر دانه سویا به روش Flame.A.A.S
۳۸	۲-۱۰-۲. اندازه‌گیری سلنیم در پودر دانه سویا به روش ICP-OES
۳۹	۲-۱۰-۳. اندازه‌گیری سلنیم در پودر دانه سویا به روش HG-A.A.S
۳۹	۲-۱۰-۴. دستگاه مورد استفاده در این اندازه‌گیری
۳۹	۲-۱۰-۵. شرایط دستگاه
۴۰	۲-۱۰-۶. اندازه‌گیری عملی سلنیم
۴۳	۲-۱۱. محاسبه مقادیر و عدم قطعیت برای عناصر کادمیم، روی، مس، آهن، منگنز و منیزیم در ریشه و اندامهای هوایی گیاه سویا

صفحه	عنوان
۴۳	۱-۱۱-۲ . کادمیم
۴۶	۰۲-۱۱-۲ روی
۵۱	۰۳-۱۱-۲ مس
۵۵	۰۴-۱۱-۲ آهن
۵۹	۰۵-۱۱-۲ منگنز
۶۳	۰۶-۱۱-۲ منیزیم
۶۷	۱۲-۲ . محاسبه مقدار و عدم قطعیت برای عناصر روی، مس، آهن، منگنز و منیزیم در دانه سویا
۶۷	۱-۱۲-۲ . مقدار روی، مس، آهن، منگنز و منیزیم در دانه سویا
۷۱	۰۲-۱۲-۲ مقدار آلومینیم در دانه
۷۳	۰۳-۱۲-۲ مقدار سلنیم در دانه
	۳- بحث و نتیجه گیری
۷۴	۰۱-۳ هضم شیمیایی نمونه ها
۷۴	۰۲-۳ عناصر مورد اندازه گیری در ریشه، ساقه و برگ و دانه سویا
۷۵	۰۱-۲-۳ عنصر روی
۷۶	۰۲-۲-۳ عنصر مس
۷۸	۰۳-۲-۳ عنصر آهن
۷۹	۰۴-۲-۳ عنصر منگنز
۸۰	۰۵-۲-۳ عنصر منیزیم
۸۲	۰۶-۲-۳ عنصر کادمیم
۸۳	۰۳-۳ اندازه گیری آلومینیم با دستگاه جذب اتمی کوره ای
۸۳	۰۱-۳-۳ مزایای این روش
۸۴	۰۲-۳-۳ مشکلات این روش

صفحه	عنوان
۸۵	۳-۳-۳. مشکلات عملی
۸۵	۴-۳-۳. مشکل خاص آلومینیم
۸۷	۴-۳. اندازه‌گیری سلنیم با جذب اتمی شعله‌ای با کمک تکنیک تولید هیدرید
۸۸	۱-۴-۳. اندازه‌گیری عملی سلنیم
۸۸	۲-۴-۳. شرح مکانیسم عمل NaBH_4 و رفع مزاحمت اکسیدهای نیتروژن
۹۰	۵-۳. نتیجه‌گیری نهایی
۹۰	۱-۵-۳. اثر کادمیم در جذب عناصر روی، مس آهن، منگنز و منیزیم در ریشه و اندامهای هوایی سویا
۹۰	۲-۵-۳. عناصر در دانه سویا
۹۳	۳-۵-۳. خلاصه نتایج اندازه‌گیریهای بعمل آمده
۹۵	۴-۵-۳. پیشنهادات
۹۶	مراجع
	ضمیمه

مقدمه

.....

۱-۱. عناصر ر کم مقدار:

اولین بار فکر مطالعه عناصر با مقادیر بسیار کم (Trace Element)، با مطالعات کلود برنارد در زمین بیولوژی، که منجر به کشف متالوآنزیمها و نقش کاتالیزوری عناصر کم مقدار در سیستم بدن گردید، متولد شد. ابتدا اصطلاح Trace به عنصری که دارای غلظتی نا کافی برای اندازه گیری کمی بود گفته میشد. این تعریف وابسته به روش اندازه گیری، دوام خیلی زیادی نداشت. با توسعه روشهای تجزیه ای و به ویژه پیشرفت درزمینه دستگای این تعریف به "عنصری با غلظت خیلی کوچک ولی قابل اندازه گیری کمی" تغییر کرد و تجزیه عناصر کم مقدار به یکی از مهمترین زمینه های شیمی تجزیه تبدیل شد (۱).

در واقع آغاز شد تجزیه Trace با روشن شدن نقش عناصر در حد Trace بر روی گیاهان و حیوانات و انسان صورت گرفت. امروزه با پیشرفت روشهای تجزیه ای و دستگای تجزیه، محدوده غلظتی عناصر کم مقدار در تقسیم بندیهای کوچکتری شده است، نظیر

$$\text{Trace } (10^{-3} - 10^{-1})\%$$

$$\text{Micro Trace } (10^{-6} - 10^{-4})\%$$

$$\text{Ultra Micro Trace } (10^{-9} - 10^{-7})\%$$

$$\text{Sub Micro Trace } (10^{-12} - 10^{-10})\%.$$

مهمترین علوم بهره مندا از تجزیه عناصر کم مقدار که خود متقا بلا^ی انگیزه ای برای رشد این زمینه تجزیه ای بوده اند عبارتند از:

فیزیک و تکنولوژی مواد فوق خالص - مواد مورد استفاده در راکتورهای هسته ای، نیمه ها دیها و مواد فرومگنتیک - ژئوشیمی - بیولوژی گیاهی - و جانوری، اکولوژی (آب - خاک - هوا) (۱ و ۲).

۲-۱. مهمترین منابع خطا در تجزیه مقادیر کم عناصر:

مهمترین منابع خطا، بنا به نظر اکثر محققین در این محدوده غلظتی، آلودگیهای ناشی از منابع مختلف درگیر در کار تجزیه است مثل هوا، لوازم آزمایشگاهی ظروف (که از طریق خیسباندن، جذب یا وا جذب سبب کاهش یا افزایش مقادیر واقعی عنصر مورد اندازه گیری میشود)، آب، محلولها و معرفهای بکار برده شده. علاوه بر اینها اتلاف عناصر از طریق تبخیر در حین آماده سازی نمونه نیز از موارد قابل ذکر مولد خطا میباشد (۳ و ۴). البته بسته به نوع عنصر مورد تجزیه و روش بکار گرفته شده یکی از عوامل آلودگی ممکن است اهمیت بیشتری پیدا کند.

۳-۱. عناصر کم مقدار و محیط:

بعنوان یک کار تجزیه ای در زمینه TE* اولین بار در ۱۹۲۹ حضور
 Zn و Ti - Si - P - Mn - K - Fe - Cu - Al - Ag بطور سیستماتیک
 در بدن و حضور اتفاقی Sr, Ni - Pb - Cr - Co در خون انسان تشخیص
 داده شد (۵). علیرغم اینکه پوسته زمین بعنوان منبع اصلی TE باقی
 خواهد ماند، فعالیتهای خانگی، صنعتی و کشاورزی انسان چرخه طبیعی
 این عناصر را دچار تغییر میکند. آلودگی هوا که امروزه مشکلات بحرانی کمره
 زمین محسوب میشود از طریق تنفس و نشست غبار را تمسفری روی آبها، خاک
 ورستنیها به گونه های مختلف، تعادل بیولوژیکی اکوسیستمها را برهم میزند (۱).

*Trace Elements

– اثرات متفاوت و گاهی متضاد در محدوده های غلظتی متفاوت در یک گونه ظاهری میسرند.

– در گونه های مختلف (مثل اعداد اکسیداسیون مختلف یک عنصر) اثرات متفاوتی نشان می دهند.

– بر روی گونه های فلزی همزیست از نظر سمیت یا میزان جذب اثرات متقابل می گذارند (۱ و ۴).

جدول (۱-۱) مثالهایی از اثر چند عنصر را در بدن انسان نشان میدهد. توجه به این مثالها موارد فوق را روشن تر میسازد. سمیت عناصر معمولاً در غلظت های بالاتر ظاهر میگردد.

عنصر	نقش ضروری	سمیت
Cu	شرکت در ساختن آنزیمها	اثر همولیتیک در خون
Zn	شرکت در ساختن آنزیمها معالجدهیما ریهای پوستی	عوارضی مثل سرگیجه - اسهال واستفراغ
Se	جلوگیری از سرطان خون وسیستم عصبی	تحریک مخاط بینی - چشم - گلو وششها - تخریب بافت های کبد و کلیه ها - سرطانزایی
Cr	شرکت در ساختن B - گلوبولین ها و متابولیسیم قند در شکل Cr (III)	نا راحتی های تنفسی و سرطان ششها و پوست در شکل Cr (IV)
Cd	_____	نقش موثر در ۲۵ نوع بیماری
Hg	_____	تبدیل Hg^{2+} به Hg^+ توسط بافتها و آسیب به مراکز عصبی - تجمع در بافتها
Be	_____	سمی برای پوست و سرطانزایی برای ریه و استخوانها

۱-۴-۱ . شرایط ایده آل یک روش تجزیه‌ای در تجزیه TE:

بطور کلی یک روش تجزیه‌ای در اندازه‌گیری TE باید دارای شرایطی باشد تا نتیجه ایده آل بدست آید این شرایط عبارتند از:

- ۱- حد تشخیص و سرعت مناسب کافی .
- ۲- هزینه کم .
- ۳- عملی بودن در محدوده‌ای وسیع از نمونه‌ها .
- ۴- اختصاصی بودن روش .
- ۵- عدم نیاز به تجهیزات و وسائل خاص .
- ۶- منحنی کار (کالیبراسیون) با ناحیه خطی وسیع .
- ۷- امکان اندازه‌گیری همزمان چند عنصری .
- ۸- صحت خوب (۱ و ۲) .

۱-۴-۲ . روشهای متداول در تجزیه TE:

براین اساس روشهای مختلف تجزیه‌ای، مورد استفاده و بررسی قرار گرفته‌اند که متداولترین آنها عبارتند از:

۱- اسپکتروسکوپی جذبی مولکولی (Colorimetry): که سالها روشی برگزیده بوده ولی روش جذباتمی به دلیل سادگی و اختصاصی بودن جایگزین آن شده است (۱) .

۲- روشهای الکتریکی: پلاروگرافی و ولتامتری آنودی در زمره حساسترین روشها هستند ولی هنوز مراحل توسعه روش و دستگاهوری را میگذرانند و یون سنجی با الکترودهای ویژه هنوز تکنیکی جوان محسوب میشود . همچنین پلاروگرافی به شدت وابسته به PH پلاروگراف و ترکیب ماتریکس نمونه است و از این نظر محدودیت کاربرد دارد (۱ و ۲۲ و ۲۳) .