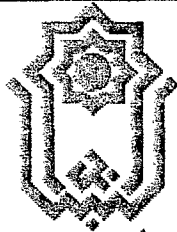


سلامی

۱۳۹۸/۱۰



دانشگاه گیلان

دانشکده شیمی

پایان نامه

برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

در رشته شیمی (گرایش تجزیه)

عنوان:

اندازه گیری مقادیر کم مولیبدن (VI) و قلع (IV) پس از

پیش تغلیظ به روش استخراج نقطه ابری

استاد راهنما

دکتر طیبه مدرکیان

۱۳۸۸/۱۱/۱۵

استاد مشاور

پروفسور عباس افخمی

مرکز اطلاعات دروس علمی و پژوهشی
تسبیح

پژوهشگر

فربیا قاضی زاده

اسفند ۸۶

۱۳۱۴۹۸

همه امتیازهای این پایان نامه به دانشگاه بوعلی سینا تعلق دارد. در صورت استفاده از تمام یا بخشی از مطالب این پایان نامه در مجلات، کنفرانس ها و یا سخنرانی ها، باید نام دانشگاه بوعلی سینا یا اساتید راهنمای پایان نامه و نام دانشجو با ذکر ماخذ و ضمن کسب مجوز کتبی از دفتر تحصیلات تکمیلی دانشگاه ثبت شود. در غیر این صورت مورد پیگرد قانونی قرار خواهد گرفت.



دانشگاه گیلان

دانشکده شیمی

پایان نامه کارشناسی ارشد

شیمی تجزیه

عنوان:

اندازه گیری مقادیر کم مولیبدن (VI) و قلع (IV) پس از
پیش تغلیظ به روش استخراج نقطه ابری

استاد راهنما

دکتر طیبه مدرکیان

استاد مشاور

پروفسور عباس افخمی

پژوهشگر

فریبا قاضی زاده

۱۳۸۸/۱۱/۱۵

کمیته ارزیابی پایان نامه:

دانشیار شیمی تجزیه

۱- استاد راهنما: دکتر طیبه مدرکیان (رئیس کمیته)

استاد شیمی تجزیه

۲- استاد مشاور: پروفسور عباس افخمی

استاد شیمی تجزیه

۳- استاد مدعو: پروفسور داود نعمت‌الهی

استاد شیمی فیزیک

۴- استاد مدعو: پروفسور حسین ایلوخانی

استادیار شیمی تجزیه

۵- استاد مدعو: دکتر مهدی هاشمی



دانشگاه گیلان

دانشکده شیمی

جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد
فربیا قاضی زاده در رشته شیمی (گرایش تجزیه)

با عنوان:

اندازه گیری مقادیر کم مولیبدن (VI) و قلع (IV) پس از
پیش تغلیظ به روش استخراج نقطه ابری

به ارزش ۸ واحد در روز سه شنبه ۱۳۸۶/۱۲/۱۴ ساعت ۱۰ صبح در سالن
آمفی تئاتر ۲ دانشکده شیمی و با حضور اعضای هیأت داوران زیر برگزار گردید و
با نمره ۱۹/۹۸ و درجه عالی به تصویب رسید.

کمیته ارزیابی پایان نامه:

۱- استاد راهنما: دکتر طیبه مدرکیان (رئیس کمیته) دانشیار شیمی تجزیه

۲- استاد مشاور: پروفسور عباس افخمی استاد شیمی تجزیه

۳- استاد مدعو: پروفسور داود نعمت‌الهی استاد شیمی تجزیه

۴- استاد مدعو: پروفسور حسین ایلوخوانی استاد شیمی فیزیک

۵- استاد مدعو: دکتر مهدی هاشمی استادیار شیمی تجزیه

خدایا...

مارا به خویش خوان در هویدا و نهان و از روشنای ذکر ت بر ما

بتابان، در صبح و شامگاهان.

و از زلال خاطر هرات مارا بنوشان، در آشکار و پنهان.

و نسیم یادت را بر دلهای ما بوزان، در بهار و خزان.

تقدیم به پدرم

بزرگ استاد زندگیم، آنکه به من درس چگونه زیستن آموخت. تکیه گاهی محکم، استوار، روح
بلندی که همواره راهنمایی های حکیمانه اش زندگی را بر ایمن پر معنا و موفقیت ما را دست یاقینی
می سازد.

تقدیم به مادرم

که از سیاهی مهربانش همواره آفتاب امید طلوع می کند و موفقیت خود را مهربون محبت های
بی دریغ و حمایت های بی تکلف او می دانم، وجودی که زندگی با حضور او زیبا و خواستنی است.

تقدیم به خواهر و برادر عزیزم

فهمیه و علی رضا

که مشوق و پشتیبان من بوده و هستند و دلشاد از شادایشان و دلگرم از دیدار وجودشان، هستم.

پروردگارا:

به پیشگاه پاک و مقدس تقدیم می‌دارم، که بندگان فقط و فقط تو را سزود، آنچه داده‌ای، بیشتر از شایستگی من است، گرچه در خور شکرندگی تو است. از پدر و مادر عزیزم به خاطر تمام محبت‌های بی‌دینشان سپاسگزارم، هرآنچه که در زندگی دارم حاصل تلاش و مهربانی پیمان این دو عزیزترین است و از هم‌ایمان، همیشگی لحظه‌های شادی و اندوهم خواهر و برادر عزیزم سپاسگزارم.

از استاد راهبانی بزرگوارم، سرکار خانم دکتر دریکان، به خاطر تمام محبت‌ها، راهنمایی‌های ارزنده و سعه صدرشان و زحمات فراوانی که برای من کشیدند و به خاطر هرآنچه که از ایشان یاد گرفته‌ام بینهایت سپاسگزارم.

از استاد مشاور بزرگوارم، جناب آقای پروفور افخمی به خاطر راهنمایی‌ها و محبت‌هایشان سپاسگزارم.

از استاد عزیزم، جناب آقای پروفور نعمت‌اللهی به خاطر تمام زحمت‌هایشان چه در مقام استادی و چه در داوری در مورد پیمان نامه ام شکر می‌کنم. از استاد دکتر انقدر، جناب آقای دکتر باشمی به خاطر تمام زحمت‌ها و داوری پیمان نامه ام ممنونم. از جناب آقای پروفور ایلو خانی که زحمت داوری این پیمان نامه را بر عهده داشتند، شکر می‌نمایم. از سرکار خانم دکتر حسنی به خاطر زحمت‌هایشان در مقام استادی سپاسگزارم. از سرکار خانم دکتر کرمانپور مسئول تحصیلات تکمیلی که در جلسه حضور یافتند، سپاسگزارم.

از خانواده محترم خانم حاجی‌های بینهایت ممنونم. سلامتی ایشان و خانواده محترمشان را از خداوند بزرگ خواستارم.

و با سپاس از: خانمها دکتر خلفی، عباسی، محمدزاد، بزرگ‌زاده، کریمی و آقاییان دکتر تماری، دکتر رفیعی، نوروزی، گلبدانغی، خوابجوی، بیات، ملکی و شبانی.

خانمها فاطمه ابوالقاسمی، میترا حاجی‌های، مینوش روحانی، رویا اسماعیلی، فیمیدور مقانی، فرشته امامی، شلیرنگلویی، زهرا نظری، کرباسی، امامانی، دهبشتیان، معین، موسوی، فرجی، بهپور، قلنی‌زاده، امیدی، احمدی، ولی‌پور، نادرپور، حیدری، حجتی، محمدی بهزاد، سلطانی، زارع، ضرغامی، فرجی مقدم، اسدیگی، ایردخواه، محمدی و سعادت. آقاییان سیری، آل‌سید، دیناورد، حبیبی، عبدالملکی، اجاقی، قربانی، خوش‌سفر و موسوی.

نام خانوادگی: قاضی زاده		نام: فریبا
عنوان پایان نامه: اندازه‌گیری مقادیر کم مولیبدن (VI) و قلع (IV) پس از پیش تغلیظ به روش استخراج نقطه ابری		
استاد راهنما: دکتر طیبه مدرکیان		استاد مشاور: پروفیسور عباس افخمی
مقطع تحصیلی: کارشناسی ارشد	رشته: شیمی	گرایش: تجزیه
دانشگاه: بوعلی سینا همدان	دانشکده: شیمی	تعداد صفحه: ۸۱
تاریخ دفاع: ۸۶/۱۲/۱۴		
واژه‌های کلیدی: استخراج نقطه ابری، پیش تغلیظ، مولیبدن (VI)، برموپیروگالول رد (BPR)، قلع (IV)، پیروکتکول و ایولت (PCV)، اسپکتروفوتومتری		
چکیده		
<p>فرایند استخراج نقطه ابری با بکارگیری مایسل سورفکتانت کاتیونی CTAB برای استخراج Mo(VI) از محلول‌های آبی بررسی شد. روش بر اساس واکنش رنگی مولیبدن با برموپیروگالول رد در حضور پتاسیم یدید در محیط بافری با pH ۱/۰ گلایسین/HCl و استخراج محیط مایسلی کمپلکس بود. شرایط بهینه استخراج و واکنش (برای مثال، غلظت سورفکتانت، غلظت واکنشگر و تاثیر زمان) مطالعه شدند و شاخص‌های تجزیه‌ای روش (برای مثال، حد تشخیص، گستره خطی، فاکتورهای پیش تغلیظ و بهبود) بدست آورده شدند. خطی بودن در گستره $0.3-320.0 \text{ ng mL}^{-1}$ از یون مولیبدن (VI)، بدست آورده شد و حد تشخیص روش 0.1 ng mL^{-1} بود. به ترتیب انحراف استاندارد نسبی (R.S.D) و خطای نسبی برای ۵ بار اندازه‌گیری 65.0 ng mL^{-1} از Mo(VI)، ۱/۱٪ و ۱/۹٪ بودند. همچنین تاثیر مزاحمت برخی آنیون‌ها و کاتیون‌ها آزمایش شد. روش برای اندازه‌گیری مولیبدن (VI) در آلیاژها و آب شیر و آب چاه و فرآورده‌های لبنیاتی بکار برده شد.</p> <p>همچنین، مقادیر بسیار کم از قلع (IV) بعد از تشکیل کمپلکس با پیروکتکول و ایولت (PCV) و CTAB در بافر گلایسین/HCl، pH=۳/۰ در حضور یدید پتاسیم و پس از روش استخراج نقطه ابری، با استفاده از روش اسپکتروفوتومتری اندازه‌گیری شد. فاکتورهای موثر بر تشکیل کمپلکس و استخراج به منظور بدست آوردن شرایط بهینه، مطالعه شد. گستره خطی کالیبراسیون و حد تشخیص روش پیشنهادی، به ترتیب، $0.30-175.00$ و 0.16 ng mL^{-1} بود. از این روش برای اندازه‌گیری قلع در مواد غذایی کنسرو شده، جگر و نمونه‌های آب استفاده شد. همچنین تاثیر مزاحمت آنیون‌ها و کاتیون‌های مختلف بر اندازه‌گیری Sn(IV) آزمایش شد.</p>		

فہرست

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
.....	مقدمه
فصل اول: مقدمه و مروری بر کارهای انجام شده	
۲ - ۱ - ۱	مقدمه
۳ - ۲ - ۱	استخراج محیط مایسلی: تئوری و مفاهیم
۳ - ۲ - ۱ - ۱	سورفکتانت ها و تشکیل مایسل
۶ - ۲ - ۲ - ۱	استخراج نقطه ابری
۷ - ۲ - ۳ - ۱	پارامترهای موثر بر استخراج نقطه ابری
۹ - ۳ - ۱	مزایای روش استخراج با نقطه ابری
۹ - ۴ - ۱	مولیبدن
۹ - ۴ - ۱ - ۱	شیمی مولیبدن
۱۰ - ۴ - ۲ - ۱	مروری بر کارهای انجام شده
۱۴ - ۵ - ۱	قلع
۱۴ - ۵ - ۱ - ۱	شیمی قلع
۱۴ - ۵ - ۲ - ۱	کاربردها و مصارف قلع
۱۵ - ۵ - ۳ - ۱	مروری بر کارهای انجام شده
فصل دوم: تهیه محلول ها، مواد و وسایل مورد نیاز و آماده سازی نمونه های حقیقی	
۲۰ - ۲ - ۱	مواد شیمیایی
۲۲ - ۲ - ۲	دستگاههای مورد استفاده
۲۲ - ۲ - ۳	تهیه محلول های مادر

فهرست مطالب

عنوان	صفحه
۲-۴- آماده‌سازی نمونه‌های حقیقی	۲۴
۲-۴-۱- نمونه آلیاژ استاندارد	۲۴
۲-۴-۲- نمونه فرآورده‌های لبنیاتی	۲۵
۲-۴-۲-۱- نمونه شیر و شیر کاکائو	۲۵
۲-۴-۲-۲- نمونه ماست	۲۵
۲-۴-۳- نمونه آب میوه	۲۶
۲-۴-۴- نمونه جگر	۲۶
فصل سوم: اندازه‌گیری مولیبدن (VI) و قلع (IV) پس از پیش تغلیظ به روش استخراج نقطه ابری	
۳-۱- مقدمه	۲۸
۳-۲- اندازه‌گیری مقادیر بسیار کم مولیبدن Mo(VI) بعد از استخراج نقطه ابری توسط سورفکتانت یونی CTAB	۲۹
۳-۲-۱- روش کار	۲۹
۳-۲-۱-۱- محیط آبی	۲۹
۳-۲-۱-۲- استخراج توسط نقطه ابری	۳۰
۳-۲-۲- بحث و نتیجه‌گیری	۳۱
۳-۲-۲-۱- مطالعات طیفی	۳۱
۳-۲-۲-۲- بررسی واکنش و نحوه استخراج کمپلکس	۳۱
۳-۲-۳- بررسی اثر متغیرها و بهینه‌سازی شرایط آزمایش	۳۲
۳-۲-۳-۱- اثر pH	۳۲

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۳۳	۳-۲-۳-۲- اثر غلظت برموپيروگالول رد (BPR)
۳۴	۳-۲-۳-۳- اثر غلظت CTAB
۳۶	۳-۲-۳-۴- انتخاب نمک معدنی
۳۶	۳-۲-۳-۵- اثر غلظت KI
۳۷	۳-۲-۳-۶- اثر زمان بر تشکیل کمپلکس و وسانتریفیوژ
۳۷	۳-۲-۳-۷- انتخاب حلال مناسب برای فاز غنی از سورفکتانت
۳۹	۳-۲-۴- مشخصات تجزیه‌ای
۳۹	۳-۲-۴-۱- منحنی کالیبراسیون
۴۰	۳-۲-۴-۲- حد تشخیص
۴۱	۳-۲-۴-۳- صحت و دقت روش پیشنهادی
۴۳	۳-۲-۴-۴- فاکتور پیش تغلیظ و فاکتور بهبود
۴۵	۳-۲-۵- بررسی اثر مزاحمت ها
۴۶	۳-۲-۶- کاربرد روش در تجزیه نمونه های حقیقی
۴۶	۳-۲-۶-۱- کاربرد در نمونه های آب
۴۷	۳-۲-۶-۲- اندازه گیری مولیدن در یک نمونه آلیاژ استاندارد
۴۷	۳-۲-۶-۳- اندازه گیری مولیدن در نمونه فرآورده های لبنیاتی
۴۷	۳-۲-۶-۱- نمونه شیر
۴۸	۳-۲-۶-۲- نمونه شیر کاکائو
۴۹	۳-۲-۶-۳- نمونه ماست
۵۱	۳-۲-۷- نتیجه گیری

فهرست مطالب

عنوان	صفحه
۳ - ۳ - اندازه‌گیری مقادیر بسیار کم Sn(IV) بعد از استخراج نقطه ابری توسط سورفکتانت یونی CTAB.....	۵۲
۳ - ۳ - ۱ - روش کار	۵۲
۳ - ۳ - ۱ - ۱ - محیط آبی	۵۲
۳ - ۳ - ۱ - ۲ - استخراج توسط نقطه ابری	۵۳
۳ - ۳ - ۲ - بحث و نتیجه‌گیری	۵۴
۳ - ۳ - ۲ - ۱ - مطالعات طیفی	۵۴
۳ - ۳ - ۲ - ۲ - بررسی واکنش انجام گرفته	۵۴
۳ - ۳ - ۲ - ۳ - نحوه استخراج کمچلکس	۵۵
۳ - ۳ - ۳ - بررسی اثر متغیرها و بهینه‌سازی شرایط آزمایش	۵۶
۳ - ۳ - ۳ - ۱ - اثر pH	۵۶
۳ - ۳ - ۳ - ۲ - اثر غلظت پیروکتکول وایولت (PCV)	۵۶
۳ - ۳ - ۳ - ۳ - اثر غلظت CTAB	۵۸
۳ - ۳ - ۳ - ۴ - نمک معدنی	۵۹
۳ - ۳ - ۳ - ۵ - اثر غلظت KI	۵۹
۳ - ۳ - ۳ - ۶ - اثر زمان بر واکنش و وسانتریفیوژ	۶۱
۳ - ۳ - ۳ - ۷ - انتخاب حلال مناسب برای فاز غنی از سورفکتانت	۶۱
۳ - ۳ - ۴ - مشخصات تجزیه‌ای	۶۲
۳ - ۳ - ۴ - ۱ - منحنی کالیبراسیون	۶۲

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۶۳	۳-۳-۴-۲ - حد تشخیص
۶۳	۳-۳-۴-۳ - صحت و دقت روش پیشنهادی
۶۴	۳-۳-۴-۴ - فاکتور پیش تغلیظ و فاکتور بهبود
۶۶	۳-۳-۵ - بررسی اثر مزاحمت ها
۶۷	۳-۳-۶ - کاربرد روش در تجزیه نمونه های حقیقی
۶۷	۳-۳-۶-۱ - نمونه آب میوه
۶۸	۳-۳-۶-۲ - نمونه های آب
۶۹	۳-۳-۶-۳ - نمونه جگر گوسفند
۷۰	۳-۳-۷ - نتیجه گیری
۷۲	منابع

فهرست شکل‌ها

عنوان	صفحه
شکل (۱-۲): ساختار شیمیایی واکنشگر BPR	۲۰
شکل (۲-۲): ساختار شیمیایی PCV	۲۱
شکل (۱-۳): طیف جذبی محلول شاهد (a)، کمپلکس مولیبدن (VI) با برموپروگالول رد و CTAB (b) در محیط آبی. شرایط: $0.5 \mu\text{g mL}^{-1}$ مولیبدن (VI)، $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از BPR، CTAB با غلظت 3 mL از بافر گلیسین / HCl ($\text{pH}=1.0 \pm 0.2$) $3.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$	۲۹
شکل (۲-۳): طیف جذبی محلول شاهد (a)، کمپلکس مولیبدن (VI) با برموپروگالول رد در محیط مایسلی CTAB بعد از استخراج نقطه ابری (b). شرایط: $0.2 \mu\text{g mL}^{-1}$ مولیبدن (VI)، BPR با غلظت $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ ، CTAB با غلظت $3.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ ، KI از 3 mL ، بافر گلیسین / HCl ($\text{pH}=1.0 \pm 0.2$) و با استفاده از حلال DMF	۳۰
شکل (۳-۳): رسم منحنی تغییرات جذب در pH های مختلف. شرایط: $0.5 \mu\text{g mL}^{-1}$ مولیبدن (VI)، $8.0 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ از BPR، $1.2 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از CTAB	۳۳
شکل (۴-۳): منحنی تغییرات جذب در غلظت های مختلف BPR. نمودار شاهد (◆)، نمونه (■) و اختلاف آنها (▲). شرایط: $0.2 \mu\text{g mL}^{-1}$ مولیبدن (VI)، $3.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از CTAB، KI با غلظت $3.0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ و بافر گلیسین / HCl در $\text{pH}=1.0 \pm 0.2$	۳۴
شکل (۵-۳): منحنی تغییرات جذب در غلظت های مختلف CTAB. نمودار شاهد (◆)، نمونه (■) و اختلاف آنها (▲). شرایط: $0.2 \mu\text{g mL}^{-1}$ مولیبدن (VI)، $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از BPR، KI با غلظت $1.0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ و بافر گلیسین / HCl در $\text{pH}=1.0 \pm 0.2$	۳۵
شکل (۶-۳): منحنی تغییرات جذب در غلظت های مختلف KI. نمودار شاهد (◆)، نمونه (■) و اختلاف آنها (▲). شرایط: $0.2 \mu\text{g mL}^{-1}$ مولیبدن (VI)، $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از BPR، $3.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از CTAB و بافر گلیسین / HCl در $\text{pH}=1.0 \pm 0.2$	۳۷

- شکل (۳-۷): منحنی تغییرات جذب در مقابل طول موج در حلال‌های DMF (a)، استونیتریل (b)، اتانول (c) و DMSO (d). شرایط: $0.2 \mu\text{g mL}^{-1}$ مولیبدن (VI)، $8.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از CTAB، BPR و $1.0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ و $1.0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ KI و بافر گلايسين/HCl در $\text{pH}=1.0 \pm 0.2$ ۳۸
- شکل (۳-۸): منحنی کالیبراسیون پس از پیش تغلیظ توسط استخراج با نقطه ابری ($n = 16$). شرایط: BPR با غلظت $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ ، $3.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ CTAB و $3.0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ KI و بافر گلايسين/HCl در $\text{pH}=1.0 \pm 0.2$ ۳۹
- شکل (۳-۹): منحنی افزایش استاندارد برای نمونه شیر پس از پیش تغلیظ با روش استخراج نقطه ابری. شرایط: غلظت $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از BPR، $3.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ CTAB و $3.0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ KI و $5.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از آسکوربیک اسید و بافر گلايسين/HCl در $\text{pH}=1.0 \pm 0.2$ ۴۸
- شکل (۳-۱۰): منحنی افزایش استاندارد برای نمونه شیر کاکائو پس از پیش تغلیظ با روش استخراج نقطه ابری. شرایط: غلظت $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از BPR، $3.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ CTAB و KI با غلظت $3.0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ و آسکوربیک اسید $5.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ و بافر گلايسين/HCl در $\text{pH}=1.0 \pm 0.2$ ۴۹
- شکل (۳-۱۱): منحنی افزایش استاندارد برای نمونه ماست پس از پیش تغلیظ با روش استخراج نقطه ابری. شرایط: غلظت $1.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از BPR، $3.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ CTAB و $3.0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ KI و آسکوربیک اسید $5.0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ و بافر گلايسين/HCl در $\text{pH}=1.0 \pm 0.2$ ۵۰
- شکل (۳-۱۲): طیف جذبی محلول شاهد (a)، کمپلکس قلع (IV) با پیروکتکول و ایولت و CTAB (b)، در محیط آبی. شرایط: $1.20 \mu\text{g mL}^{-1}$ قلع (IV)، $5.0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از CTAB، PCV با غلظت 2 mL از بافر گلايسين/HCl ($\text{pH}=3.0$) ۵۲

شکل (۳-۱۳): طیف جذبی محلول شاهد (a)، کمپلکس قلع (IV) با پیروکتکول وایولت پس از پیش تغلیظ به روش استخراج نقطه ابری (b). شرایط: $0.1 \mu\text{g mL}^{-1}$ قلع (IV)، $7/7 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از PCV، $1/1 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از CTAB، $8/0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ KI از 2 mL از بافر گلايسين / HCl (pH=3/0) و با استفاده از حلال DMF ۵۳

شکل (۳-۱۴): مقایسه طیف جذبی غلظت $0.1 \mu\text{g mL}^{-1}$ از قلع (IV) در محیط آبی و پس از استخراج با روش نقطه ابری. (a) شاهد، (b) نمونه در محیط آبی، (c) شاهد و (d) نمونه پس از پیش تغلیظ با روش استخراج نقطه ابری ۵۴

شکل (۳-۱۵): بررسی اثر pH بر تشکیل کمپلکس و استخراج قلع (IV). طیف جذبی محلول شاهد (a) در $\text{pH}=1-3$ و کمپلکس قلع (IV) با پیروکتکول وایولت پس از پیش تغلیظ به روش استخراج نقطه ابری در (b) $\text{pH}=1$ ، (c) در $\text{pH}=2$ و (d) $\text{pH}=3$. شرایط: $0.1 \mu\text{g mL}^{-1}$ قلع (IV)، PCV با غلظت $7/8 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ ، $4/9 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از CTAB، $2/0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ KI و با استفاده از حلال DMF ۵۷

شکل (۳-۱۶): منحنی تغییرات جذب در غلظت‌های مختلف PCV. نمودار شاهد (◆)، نمونه (■) و اختلاف آنها (▲). شرایط: $0.1 \mu\text{g mL}^{-1}$ قلع (IV)، $4/9 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از CTAB، $0.1/0.2 \text{ mol L}^{-1}$ از KI و بافر گلايسين / HCl در $\text{pH}=3/0$ ۵۸

شکل (۳-۱۷): منحنی تغییرات جذب در غلظت‌های مختلف CTAB. نمودار شاهد (◆)، نمونه (■) و اختلاف آنها (▲). شرایط: $0.1 \mu\text{g mL}^{-1}$ قلع (IV)، $7/8 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از PCV، $0.1/0.2 \text{ mol L}^{-1}$ از KI و بافر گلايسين / HCl در $\text{pH}=3/0$ ۵۹

- شکل (۳-۱۸): منحنی تغییرات جذب در غلظت‌های مختلف KI. نمودار شاهد (◆)، نمونه (■) و اختلاف آنها (▲). شرایط: $0.1 \mu\text{g mL}^{-1}$ قلع (IV)، $10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از $7/8 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ PCV، $10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از $1/1 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ CTAB و بافر گلیسین / HCl در $\text{pH}=3/0$ ۶۰
- شکل (۳-۱۹): منحنی کالیبراسیون برای قلع (IV) پس از پیش تغلیظ با روش استخراج نقطه ابری در طول موج ثابت 576 nm ۶۲
- شکل (۳-۲۰): منحنی کالیبراسیون برای قلع (IV) در محیط مایسلی بدون انجام پیش تغلیظ در طول موج 662 nm ۶۵
- شکل (۳-۲۱): منحنی افزایش استاندارد برای نمونه جگر پس از پیش تغلیظ با روش استخراج نقطه ابری. شرایط: غلظت $10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ از $7/8 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ PCV، $10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از $1/1 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ CTAB و $10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ از $8/0 \times 10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$ KI، $10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از $4/2 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ از آسکوربیک اسید و بافر گلیسین / HCl در $\text{pH}=3/0$ ۶۹

فهرست جداول

عنوان

صفحه

- جدول (۱-۳): مشخصات منحنی کالیبراسیون پس از پیش تغلیظ در طول موج ثابت ۵۷۶ nm ۴۰
- جدول (۲-۳): صحت و دقت روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری مولیبدن ۴۲
- جدول (۳-۳): مشخصات منحنی کالیبراسیون برای اندازه‌گیری Mo(VI) در محیط مایسلی بدون پیش تغلیظ در طول موج ثابت ۶۲۵ nm ۴۴
- جدول (۴-۳): بررسی اثر مزاحمت گونه‌های مختلف روی اندازه‌گیری $0.2 \mu\text{g mL}^{-1}$ مولیبدن (VI) ۴۵
- جدول (۵-۳): اندازه‌گیری مولیبدن در نمونه‌های آب با استفاده از روش استخراج نقطه ابری ۴۶
- جدول (۶-۳): اندازه‌گیری مولیبدن (VI) در نمونه آلیاژ استاندارد با روش پیشنهاد شده ۴۷
- جدول (۷-۳): مقایسه برخی روش‌های پیش تغلیظ برای اندازه‌گیری مولیبدن (VI) با روش پیشنهادی ۵۱
- جدول (۸-۳): مشخصات تجزیه‌ای روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری مقادیر کم قلع (IV) ۶۳
- جدول (۹-۳): صحت و دقت روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری قلع (IV) ۶۴
- جدول (۱۰-۳): مشخصات منحنی کالیبراسیون برای اندازه‌گیری قلع (IV) در محیط مایسلی بدون پیش تغلیظ در طول موج ثابت ۶۶۲ nm ۶۵
- جدول (۱۱-۳): بررسی اثر مزاحمت گونه‌های مختلف روی اندازه‌گیری $0.1 \mu\text{g mL}^{-1}$ یون قلع (IV) ۶۶
- جدول (۱۲-۳): اندازه‌گیری قلع (IV) در نمونه آب میوه با روش پیشنهاد شده ۶۷
- جدول (۱۳-۳): اندازه‌گیری قلع در نمونه‌های آب با استفاده از روش استخراج نقطه ابری ۶۸
- جدول (۱۴-۳): مقایسه برخی روش‌های پیش تغلیظ برای اندازه‌گیری قلع (IV) با روش پیشنهادی ۷۰