Archive of SID

دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهر
فصلنامه‌ی کاربرد شیمی در محیط زیست

سال پنجم، شماره‌ی ۱۷
زمستان ۱۳۹۲، صفحات ٤-۱

تهیه فیبر از نانولوله‌های کربنی عامل‌دار و استفاده از آن برای استخراج PAHها به روش HS-SPME - GC

بهرام حاتم لوی

گروه شیمی، واحد تبریز، دانشگاه آزاد اسلامی، تبریز، ایران

ملیحه امیرذهنی

گروه شیمی، واحد تبریز، دانشگاه آزاد اسلامی، تبریز، ایران

Email: maliheamirzehni@yahoo.com

چکیده

در این پژوهش، کارآیی عامل‌دار کردن نانو لوله‌های کربنی و اصلاح سطح آن‌ها برای ساخت فیبر در روش میکرو استخراج فاز جامد با کروماتوگرافی گازی، برای استخراج و تعیین ۷ نوع هیدروکربن پلی سیکلیک آروماتیک، مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور، ابتدا نانولوله‌های کربنی توسط معرف‌های اسید نیتریک و اسید سولفوریک عامل‌دار شدند و از سدیم دودسیل سولفات برای اصلاح سطح نانولوله‌های عامل‌دار استفاده شد. یک سیم مسی به عنوان فیبر انتخاب و روی آن با استفاده از نانو لوله‌های کربنی عامل‌دار و پلی وینیل کلراید پوشش داده شد. برای بررسی تاثیر عامل‌دار کردن یک فیبر دیگر با استفاده از نانولوله‌های بدون عامل تهیه شد. نتایج نشان می‌دهد که نانولوله‌های عامل‌دار اصلاح سطح شده برای تهیه فایبر، خوش رفتارتر از نانولوله‌های کربنی بدون عامل می‌باشند و با استفاده از آن‌ها می توان فیبرهایی با سطح یکنواخت‌تر و قدرت تکرار پذیری بالاتر ساخت. برخی پارامترهای موثر در استخراج از جمله ترکیب درصد فیبر، دمای استخراج، زمان استخراج، اثر نمک‌زنی، دمای واجذب، زمان واجذب و سرعت هم‌زدن بهینه‌سازی شدند. تحت شرایط بهینه برای فیبرهای ساخته شده با نانو لوله های عامل‌دار اصلاح شده، دقت (RSD%) در محدوده‌ی٪ (۳-۱) و محدوده خطی ۵۰-۲۵۰۰۰ ng/mL به دست آمد. بررسی‌ها نشان داد که این روش برای آنالیز نمونه های حقیقی نتایج رضایت بخشی به‌دست می‌دهد

کلید واژه: نانو لوله‌های کربنی عامل‌دار، میکرو استخراج فاز جامد، هیدروکربن‌های چند حلقه ای آروماتیک، کروماتوگرافی گازی

www.SID.ir

Archive of SID

مقدمه

استخراج یک گونه‌ی شیمیایی از نمونه‌های طبیعی یا آزمایشگاهی به منظور آنالیز یا کاربرد دارویی، خوراکی و صنعتی آن‌ها مستلزم حذف سایر گونه‌های شیمیایی همراه در داخل نمونه است. به بیان دیگر همواره لازم است که گونه‌ی شیمیایی مورد نیاز، خالص‌سازی شده سپس برای اهداف نام برده مورد استفاده قرار گیرد[۱]. کلیه‌ی اعمال و فرآیندهای فیزیکی یا شیمیایی که در این راستا به‌کار می-روند، تحت عنوان روش‌های جداسازی نامیده می‌شوند. از روش‌های جداسازی می‌توان ته‌نشینی، نوبلورسازی، انجماد، تبخیر، تقطیر، استخراج مایع- مایع، استخراج فاز جامد، استخراج قطره‌ای، میکرو استخراج با فاز جامد، استخراج با گاز، مبادله‌ی یونی، جذب سطحی، کروماتوگرافی، الکتروکروماتوگرافی، الکترودیالیز، دیالیز و ... را نام برد[۲]

.

مواد و روش

روش کار برای عامل‌دار کردن و اصلاح سطح نانولوله‌های کربنی

برای عامل‌دار کردن نانولوله‌های کربنی از روش رفلاکس استفاده شد، بدین صورت که ابتدا ۱ گرم از نانولوله کربنی چند دیواره در مخلوطی از ۱۰۰ میلی‌لیتر اسید سولفوریک و اسید نیتریک غلیظ در بالن ژوژه ریخته و به مدت ۳۰ دقیقه در دستگاه اولتراسونیک قرار داده شد. پس از دیسپرس شدن مخلوط یاد شده به مدت ۳۶ ساعت تحت دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد در حمام روغن سیلیکون تحت رفلاکس قرار گرفت. سپس محلول رفلاکس شده با آب دیونیزه جهت خنثی سازی حالت اسیدی آن تا pH=۵ شستشو داده شد بعد برای خشک شدن آب موجود در آن، درون آون با دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد قرارداده شد. سپس نانولوله‌های به دست آمده جمع آوری شد و برای ادامه کار مورد استفاده قرار گرفت.

مقدار ۰/۵ گرم سدیم دودسیل سولفات و ۱ گرم نانولوله کربنی عامل‌دار در ۳۰ میلی‌لیتر از بافر فسفات ریخته شد و به مدت ۶۰ دقیقه به وسیله‌ی هم‌زن مغناطیسی بزرگ به شدت هم‌زده شد پس از فیلتراسیون در آون در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد خشک شد.

تهیه فیبر

مقدار مناسبی از نانو لوله توزین شد. مقدار مناسبی از پلی وینیل کلراید توزین و در حلال تترا هیدروفوران حل شد. نانولوله توزین شده به درون این محلول دیسپرس شد و هم-زده شد تا زمانی که تترا هیدروفوران تبخیر شده و یک محلول ویسکوز سیاه رنگ به‌دست آید. سیم مسی دو سانتی‌متری که با استون شسته شده بود، درون این محلول ویسکوز فرو برده شد تا یک لایه بر روی بستر مسی ایجاد شود. این کار سه بار تکرار شد و با گاز نیتروژن در زیر هود خشک گردید. بعد از تهیه، فیبر مورد نظر در آون در دمای ۵۰ درجه به مدت ۲۴ ساعت قرار گرفت تا حلال‌های آن تبخیر شود. قبل از استفاده از فیبر در دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد در دریچه تزریق شوک حرارتی داده شد. یک فیبر دیگر با استفاده از روش ذکر شده از نانو لوله های عامل‌دار اصلاح سطح شده تهیه شد.

www.SID.ir

Archive of SID

روش میکرواستخراج با فاز جامد

در یک ظرف نمونه (ویال) ۵ میلی‌لیتری به اندازه ۵ میلی-لیتر آب مقطر حاوی ۲۰ میکروگرم بر لیتر از استانداردهای PAHs ریخته شد. درب آن محکم بسته شد تا از نشت استانداردها به بیرون ممانعت شود. به درون ویال مگنتی گذاشته و روی هم‌زن مغناطیسی قرار گرفت و فیبری که به سرنگ میکرو استخراج متصل شده است از قسمت درپوش ویال وارد فضای فوقانی شد و به مدت زمان ۱۰ دقیقه (زمان استخراج بهینه) هم زده شد. بعد سرنگ میکرواستخراج فوراً به دریچه تزریق GC منتقل و تزریق گردید. این کار برای هر دو نوع فیبر انجام شد.

یافته‌ها

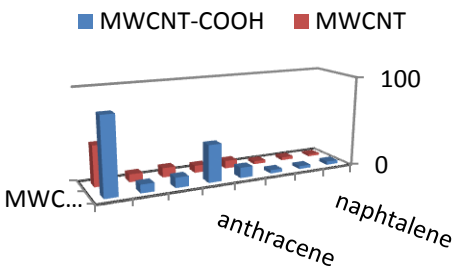
بررسی عوامل موثر در استخراج PAHs به روش میکرواستخراج فاز جامد– فضای فوقانی

پارامترهای مختلفی بر راندمان استخراج آنالیت تاثیر دارند که از جمله‌ی این پارامترها می توان به ترکیب درصد فیبر، دمای استخراج، زمان استخراج، دمای واجذب، زمان واجذب، اثر نمک، سرعت هم زدن اشاره کرد. به منظور به دست آوردن بهترین میزان استخراج، تمام این پارامترها در رنج مطمئنی برای اندازه‌گیری هم‌زمان مخلوط PAHها بهینه‌سازی شدند. نتایج نشان داد که فیبر با ترکیب درصد ۲۵٪ از نانو لوله کربنی عامل‌دار و ۷۵٪ از پلی ونیل کلراید، دمای استخراج ۴۰ درجه سانتی‌گراد، زمان استخراج ۱۰ دقیقه، دمای واجذب ۱۷۵ درجه سانتی‌گراد، زمان واجذب ۶ دقیقه، غلظت غلظت نمک سدیم کلراید تا ۲ مولار و هم زدن با سرعت های بالا، شرایط بهینه می‌باشند و تحت این شرایط استخراج بالاترین راندمان را دارا است.

بررسی کارآیی گروه های عاملی موجود در روی نانولوله‌های کربنی در استخراج PAHها

برای این منظور از دو فیبر، با استفاده از نانو لوله‌های عامل-دار و بدون عامل در شرایط بهینه برای استخراج و اندازه گیری PAHها به روش میکرو استخراج فاز جامد – فضای فوقانی با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی گازی استفاده شد.

بررسی‌ها نشان داد گروه‌های عاملی موجود در روی نانولوله‌های کربنی وجود گروه‌های عاملی در روی نانولوله‌های کربنی به دلیل قطبی بودن می‌تواند باعث جذب بیش‌تر ترکیبات آروماتیک در روی فیبر شده و راندمان عمل را بالا ببرد. هم‌چنین با عامل‌دار کردن و اصلاح سطح نانو لوله‌ها قدرت پراکندگی این مواد در حلال های آلی افزایش یافته و در هنگام تهیه فیبرها می‌توان فیبرهایی با سطوح یکنواخت‌تر با تکرارپذیری بالاتری را تهیه کرد. (نمودار ۱).



www.SID.ir

Archive of SID

اندازه‌گیری PAH ها در خاک های آلوده به مواد نفتی

برای این منظور از خاک‌های منطقه پارس جنوبی استفاده شد. مقدار ۱/۵۴ گرم از خاک توزین شد و داخل ۵ میلی‌لیتر آب مقطر در ویال ریخته شد. در شرایط بهینه شده فیبر در معرض فضای فوقانی آن قرار گرفت و به دستگاه کروماتوگرافی گازی تزریق شد.

بحث و نتیجه‌گیری

نانو لوله‌های کربنی تحت فرآیند رفلاکس عامل‌دار شده و به عنوان یک جاذب بسیار قوی در میکرو استخراج فاز جامد از فضای فوقانی برای استخراج و پیش تغلیظ نمونه‌های حاوی PAHها استفاده شد. با اصلاح سطح نانولوله‌های کربنی با سورفکتانت به یک سوسپانسیون فوق‌العاده پایدار دست پیدا شد، که با استفاده خاصیت پراکندگی نانولوله‌ها می‌توان فیبرهایی با سطح یکنواخت‌تر و با قدرت جذب بالا دست پیدا کرد. روش، برای نمونه‌های حقیقی دارای نتایج رضایت بخش بوده و دارای مشخصات آنالیتیکی خوب از قبیل محدوده خطی وسیع، ضریب همبستگی خوب، انحراف استاندارد نسبی و حد تشخیص پایین برخوردار است.

منابع

[1] Robert, L., and Eugene, F, John Wiley & Sons, Inc, (2004)
[2] Wei, L., Wei-jun, Z., Jian-bo, Ch., and Ming, Y, analytica chimica acta 605, 41–45, (2007)

www.SID.ir