



نشریه علمی پژوهشی

علوم و فناوری کامپوزیت

http://jstc.iust.ac.ir



تهیه نانوکامپوزیت مغناطیسی پلی آنیلین و بررسی کاربرد آن در حذف دی بنزوتیوفن

الهام اتحادی¹، داریوش افزالی^{2*}، منصوره بهزادی³

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، شیمی تجزیه، دانشگاه تحصیلات تکمیلی صنعتی و فناوری پیشرفته، کرمان

2- دانشیار، شیمی تجزیه، دانشگاه تحصیلات تکمیلی صنعتی و فناوری پیشرفته، کرمان

3- استادیار، شیمی تجزیه، دانشگاه تحصیلات تکمیلی صنعتی و فناوری پیشرفته، کرمان

* کرمان، 117-76315، d.afzali@kgut.ac.ir

چکیده

اطلاعات مقاله

دریافت: 97/05/04

پذیرش: 97/10/15

کلیدواژگان:

نانوکامپوزیت مغناطیسی

حذف دی بنزوتیوفن

جاذب

وجود ترکیبات آلی سولفوردارمانند دی بنزوتیوفن (DBT) در سوخت های حمل و نقل نه تنها یک منبع عمده باران اسیدی است، بلکه دلیل بسیاری از بیماری های جدی سیستم تنفسی انسان مانند سرطان ریه است. بر این اساس، حذف مؤثر DBT بسیار مهم است. در این پژوهش، نانو ذرات مغناطیسی به روش هم رسوبی سنتز شدند و سپس این نانو ذرات طی فرآیند پلیمریزاسیون اکسایش شیمیایی در محیط مایسلی با استفاده از سدیم دو سولفات به عنوان سورفکتانت به وسیله لایه نازکی از پلی آنیلین پوشش داده شدند. محصول سنتزی با استفاده از روش های میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، پراش اشعه ایکس (XRD) و طیفسنجی تبدیل فوری مادون قرمز (FTIR) شناسایی شد. مدل های ایزوترم لانگمویر و فروندلیچ برای مطابقت داده های تعادلی برای نانوکامپوزیت مغناطیسی استفاده شدند. فرآیند جذب به خوبی توسط مدل لانگمویر (0.9899) توصیف می شود. جاذب مغناطیسی بیشینه ظرفیت جذب 118.42 میلی گرم بر گرم را در شرایط بهینه (مقدار جاذب؛ 0.01 گرم، زمان تماس؛ 15 دقیقه؛ pH 9.3) فراهم کرد.

Preparation of magnetic polyaniline nanocomposite and study its application for the removal of dibenzothiophene

Elham Etehad, Daryoush Afzali*, Mansoureh Behzadi

Department Chemistry, Graduate University of Advanced Technology, Kerman, Iran

* P.O.Box 76315-117, keramn, iran, d.afzali@kgut.ac.ir

Keywords

Magnetic nanocomposite
Dibenzothiophene removal
Sorbent

Abstract

The existence of organosulfur compounds such as dibenzothiophene (DBT) in transportation fuels is not only a major source of acid rain, but also the reason many serious diseases of human respiratory system, such as lung cancer. Accordingly, efficient removal of DBT is very important. In the present work, magnetic nanoparticles were synthesis by co-precipitation method and then, these nanoparticles were covered with thin layer of polyaniline by chemical oxidation polymerization method in micellar medium using sodium dodecyl sulfate as surfactant. The synthetic product was characterized by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). Langmuir and Freundlich isotherm models were used to fit equilibrium data for magnetic nanocomposite. Adsorption process could be well described by the Langmuir model (0.9899). The magnetic adsorbent afforded a maximum adsorption capacity of 118.42 mg g⁻¹ at the optimized conditions (adsorbent dose, 0.01g; contact time, 15 min; pH, 9.3)..

Please cite this article using:

Etehad, E., Afzali, D., Behzadi, M., "Preparation of magnetic polyaniline nanocomposite and study its application for the removal of dibenzothiophene". In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 6, No. 2, pp. 294-299, 2019.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

1- مقدمه

فراوان ترین هترو اتم موجود در سوخت‌های فسیلی سولفور است که به صورت ترکیبات آروماتیکی و آلیفاتیکی می‌باشند. سولفورهای آروماتیکی ابزاری برای ارزشیابی نفت به شمار می‌روند و فعال تر از سولفورهای آلیفاتیکی هستند. مقدار سولفور در بنزین 350 میلی گرم بر لیتر و در سوخت دیزلی 500 میلی گرم بر لیتر می‌باشد. ترکیبات سولفور در حین احتراق به اکسید گوگرد تبدیل شده، وارد جو می‌شوند و منشأ باران اسیدی هستند که منجر به خوردگی لوله های انتقال، از بین رفتن مواد موجود در خاک، گرم شدن زمین، نابودی درختان و کاهش جمعیت ماهی‌ها می‌شوند. همچنین اکسید گوگرد باعث سردرد، تنگی نفس، عفونت ریه، خوردگی پوست، سوزش چشم، بیماری‌های قلبی، سرطان کبد، کلیه، مثانه، حلق، حنجره، معده، پوست و پروستات شده و نیز باعث کاهش توان جسمی، کاهش طول عمر و سقط جنین می‌شود. دی بنزوتیوفن بیشترین درصد سولفور را در سوخت دارد و در مجاورت تترائیل سرب باعث کاهش عدد اکتان و افت بهسوزی در سوخت شده و آلودگی‌ها را افزایش می‌دهد [1]. بنابراین حذف دی بنزوتیوفن از سوخت ضروری به نظر می‌رسد.

تا به حال روش‌های مختلفی جهت حذف دی بنزوتیوفن به کار رفته است. از جمله این روش‌ها می‌توان به هیدروسولفورزدایی [2]، سولفورزدایی با استخراج [3]، کراکینگ کاتالیستی سیال [4]، سولفورزدایی اکسایشی [5]، سولفورزدایی جذبی [6] و فرایند تراوش تبخیری اشاره کرد [7].

بیشترین سولفورزدایی از سوخت به وسیله جذب صورت گرفته و از طریق کمپلکس π برهمکنش الکتروستاتیک، واندروالسی و جذب شیمیایی به وسیله جاذب جامد انجام می‌گیرد [6]. جذب در دما و فشار محیط منجر به پیشرفت های زیادی در زمینه پالایش نفت شده است. انواع گوناگون زئولیت ها [6]، کربن فعال [8]، سیلیکا [9]، آلومینا [10] و شبکه های ارگانوفلزی [11] از جمله جاذب‌هایی هستند که تا کنون در روش جذبی مورد استفاده قرار گرفته است.

استفاده از نانوذرات مغناطیسی به عنوان جاذب به دلیل سطح زیاد و راندمان بالای جذب، سادگی فرآیند، هزینه پایین و سرعت بالا منجر به گسترش این روش شده است [12]. اما این نانو ذرات بدون پوشش از لحاظ شیمیایی خیلی فعال بوده و به آسانی در هوا اکسیده شده و عموماً منجر به از بین رفتن خاصیت مغناطیسی و پراکندگی می‌شوند. علاوه بر این، نگهداری طولانی مدت این ذرات باعث توده‌ای شدن آن‌ها می‌شود. بنابراین حفاظت و عامل‌دار کردن آن‌ها بسیار مورد توجه قرار گرفته است. از طرفی این عوامل در بسیاری از مواقع می‌توانند راندمان جذب را نیز افزایش دهند. از عوامل قرار گرفته بر روی نانوذرات مغناطیسی می‌توان به سیلیکا، انواع پلیمرها و پوشش های کربنی [13] اشاره کرد.

اضافه شدن نانو مواد مختلف باعث بهبود خواص مکانیکی و سطحی پلیمرها و کامپوزیت‌ها مختلف شده است [14 و 15]. هم چنین نانو کامپوزیت‌های پلی آنیلین-نانو ذرات اکسید فلز با روش‌های مختلف ساخته شده‌اند و خواص آن‌ها مورد بررسی قرار گرفته است [16].

در تحقیق حاضر نانوکامپوزیت مغناطیسی پلی آنیلین طی فرآیند پلیمریزاسیون اکسایش شیمیایی در محیط مایسلی تهیه شد و پتانسیل این نانو کامپوزیت در جذب و حذف دی بنزوتیوفن برای اولین بار مورد بررسی قرار گرفته است.

2- بخش تجربی

2-1- روش و مراحل تحقیق

تمامی مواد استفاده شده در این کار ساخت شرکت مرک هستند. برای سنتز نانوذرات مغناطیسی از کلریدهای آهن دو و سه ظرفیتی، محلول آمونیاک 25٪ و اسید اولئیک استفاده شد. جهت ایجاد پوشش بر روی نانوذرات منومر آنیلین، سورفاکتانت سدیم دو دسیل بنزن سولفونات و اکسند آمونیوم پرسولفات مورد استفاده قرار گرفت. دی بنزوتیوفن با خلوص بالا به عنوان آنالیت، متانول و استونیتریل به عنوان حلال واجذبی، همچنین از اسید کلریدریک و هیدروسید سدیم نیز استفاده شد.

در این پژوهش، نانو ذرات مغناطیسی به روش هم رسوبی در محلول آبی تهیه شده‌اند. در ابتدا 0.89 گرم از کلرید آهن (II) و 0.55 گرم از کلرید آهن (III) در آب مقطر حل شده و محلول تحت شرایط هم زدن یکنواخت و آهسته با اعمال جو نیتروژن به مدت یک ساعت در دمای 80°C قرار داده شد. سپس 40 میلی لیتر محلول آمونیاک به سرعت در مدت زمان 20 ثانیه به محلول اضافه شد و pH به مقدار 12.5 رسید. بعد از گذشت زمان 30 دقیقه 7 میلی لیتر اسید اولئیک جهت جلوگیری از تراکم ذرات مغناطیسی به محلول اضافه گردید و محلول با حفظ همان شرایط به مدت 30 دقیقه نگه داشته شد. سپس نانو ذرات سیاه رنگ تولید شده به وسیله یک آهن ربا جدا شدند. به منظور حذف ناخالصی‌ها از نانوذرات سنتز شده، 3 مرتبه با متانول و سپس با آب مقطر شستشو داده شدند. در نهایت ذرات به مدت 24 ساعت در دمای 70°C در آون خشک شدند.

در سنتز نانوکامپوزیت مغناطیسی پلی آنیلین به شیوه امولسیون، نانو ذرات با توزیع اندازه محدود و ویژگی فیزیکی یکنواخت تولید می‌شوند. در ابتدا برای قرار گرفتن مایسل روی نانوذرات، میزان 3.0 گرم از سدیم دو دسیل سولفات را در 40 میلی لیتر آب مقطر در حمام مافوق صوت قرار داده تا سورفاکتانت در غلظت بحرانی خود حل شود و مایسل تولید شود. به منظور پایداری مایسل، محلول فوق به مدت ده دقیقه در حمام التراسونیک همزده شد. در حین هم زدن محلول سورفاکتانت، محلول حاوی نانوذره مغناطیسی به آن اضافه شده و به این ترتیب مایسل مغناطیسی تولید می‌شود. سپس محلول حاصل روی همزن مغناطیسی و تحت جو نیتروژن قرار گرفته و به وسیله یک سرنگ، منومر آنیلین به صورت قطرات ریز به محلول به مدت 2 ساعت اضافه شد. در مرحله بعد، محلول را تا دمای 60°C گرما داده و در این دما عامل اکسند آمونیوم پرسولفات در اسید هیدروکلریدریک به محلول به سرعت اضافه شد. مشاهده رنگ سبز روشن دلیل بر شروع پلیمریزاسیون می‌باشد. مکانسیم تشکیل پلی آنیلین در شکل 1 نشان داده شده است [17]. بعد از تغییر رنگ در محلول و رسیدن به رنگ سبز تیره، گرما دادن متوقف شده و محلول در دمای محیط به مدت 2 ساعت هم زده می‌شود. در نهایت نانوکامپوزیت تولید شده، چندین مرتبه با متانول و آب شسته و در دمای 50°C در آون خشک شد.

جهت استخراج دی بنزوتیوفن با نانوکامپوزیت سنتز شده، ابتدا 20 میلی لیتر از محلول آبی حاوی 0.2 میلی گرم بر لیتر از دی بنزوتیوفن به ظرف استخراج اضافه شد و pH محلول برابر 9.3 به وسیله سود 0.1 نرمال تنظیم شد. سپس، مقدار 10 میلی گرم از نانوکامپوزیت مغناطیسی به محلول اضافه شده و به مدت 15 دقیقه محلول در این شرایط و در دمای محیط، تحت همزدن یکنواخت قرار گرفت. در این حالت دی بنزوتیوفن بر روی جاذب مغناطیسی جذب می‌شود. سپس با استفاده از آهن‌ربا عمل جداسازی انجام

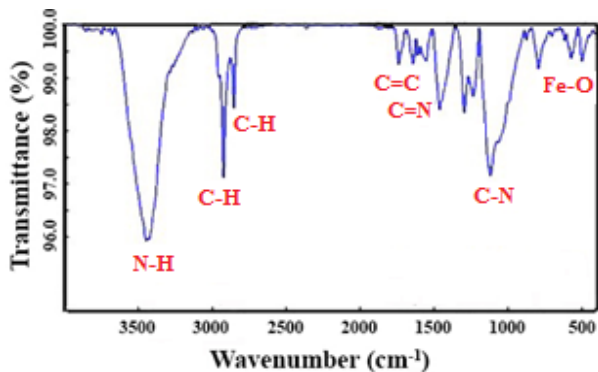


Fig. 2 FTIR spectrum of the magnetic nanocomposite

شکل 2 طیف FTIR مربوط به نانوکامپوزیت مغناطیسی

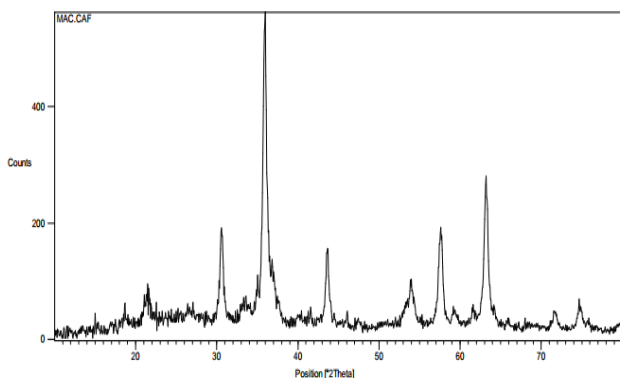


Fig. 3 XRD patterns of the magnetic nanocomposite

شکل 3 الگوی XRD مربوط به نانوکامپوزیت مغناطیسی

pH محلول نمونه نقش مهمی در روش استخراج فاز جامد مغناطیسی دارد. به منظور تعیین pH بهینه، اثر pH در گستره 3.0 تا 11.0 در حالی که سایر پارامترها ثابت نگه داشته شده بودند، مورد مطالعه قرار گرفت. همان طور که در شکل 4 مشاهده می‌شود، درصد بازیابی DBT در محدوده 3.0 pH تا تقریباً 9.0 افزایش می‌یابد. بهترین pH برای مرحله استخراج 9.3 می‌باشد که برای مطالعات بعدی از این pH استفاده شده است. اثر زمان هم‌خوردن در مقدار جذب DBT بر روی سطح جاذب مورد بررسی قرار گرفت و نتایج در شکل 5 نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود، فرآیند جذب از طریق یک فرآیند دو مرحله‌ای پیش می‌رود. در مرحله اول جذب سریع DBT بر روی سطح جاذب رخ می‌دهد و در مرحله دوم سرعت جذب بسیار کندتر می‌شود. این پدیده نشانگر این است که بیشتر DBT در عرض زمان 15 دقیقه حذف می‌شود، به طوری که تقریباً جذب DBT با افزایش زمان تماس بدون تغییر باقی می‌ماند. سرعت بالای حذف اولیه احتمالاً به دلیل نفوذ سریع DBT از محلول بر روی سطح خارجی جاذب می‌باشد. و در نهایت این سایت-های در دسترس به تدریج اشغال می‌شوند و به این ترتیب سرعت نفوذ کم شده و باعث کند شدن سرعت جذب DBT می‌شود. بر این اساس در تمام آزمایش‌ها زمان تماس 15 دقیقه مورد استفاده قرار گرفت. همچنین، اثر مقدار جاذب بر میزان جذب DBT جذب شده با جاذب مغناطیسی در دمای اتاق مورد بررسی قرار گرفت. که در ابتدا با افزایش میزان جاذب به دلیل اینکه مساحت سطح بیشتر و در نتیجه سایت‌های جذب بیشتری در اختیار است جذب افزایش پیدا می‌کند. اما این میزان از یک حد به بعد (10 میلی‌گرم) روند ثابتی پیدا می‌کند که می‌توان آن را به عنوان مقدار بهینه جذب در نظر گرفت. بنابراین مقدار 10 میلی‌گرم جاذب در آزمایشات بعدی مورد استفاده قرار گرفت. و جهت واجذب دی بنزوتیوفن جذب شده، 2 میلی لیتر محلول

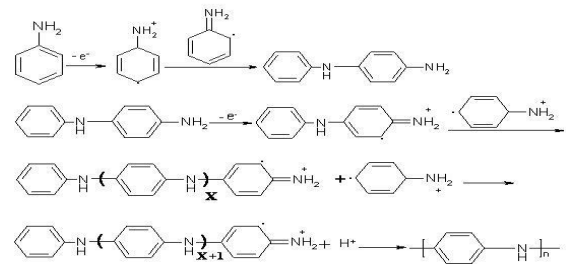


Fig. 1 The suggested mechanism of polyaniline formation

شکل 1 مکانیسم پیشنهادی تشکیل پلی آنیلین

گرفت. جهت واجذب آنالیت، 2 میلی لیتر محلول متانول و استونیتریل به نسبت حجمی 30:70 استفاده شد. مخلوط حاصل به مدت 10 دقیقه تحت هم‌زدن یکنواخت قرار گرفت تا واجذب انجام شود. در نهایت نانوذرات مغناطیسی را به وسیله آهن ربا جدا کرده و محلول حاصل را به سل دستگاه طیف بینی مرئی- ماوراء بنفش منتقل و اندازه‌گیری در طول موج 310 نانومتر انجام شد.

3- نتایج و بحث

3-1- بررسی نانوکامپوزیت مغناطیسی پلی آنیلین

به منظور تأیید ترکیب نانوکامپوزیت تهیه شده، از طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه استفاده شد (شکل 2). پیک مشاهده شده در عدد موجی 3446 cm^{-1} به ارتعاشات کششی گروه N-H مربوط است. همچنین پیک‌های موجود در 2923 cm^{-1} و 2633 cm^{-1} به ترتیب مربوط به ارتعاشات کششی پیوند C-H آروماتیکی و ارتعاشات کششی C-H وینیلی است. پیک‌های مشاهده شده در ناحیه 1740 cm^{-1} و 1642 cm^{-1} به ترتیب مربوط به ارتعاشات کششی C=C آروماتیکی و ارتعاشات کششی C=N است. همه پیک‌هایی که در اعداد موجی 1562 cm^{-1} ، 1120.97 cm^{-1} و 795 cm^{-1} مشاهده می‌شوند مربوط به ارتعاشات خمشی N-H است. پیک موجود در 1296 cm^{-1} مربوط به ارتعاشات کششی پیوند C=N می‌باشد. پیکی که در 1263 cm^{-1} وجود دارد به ارتعاشات خمشی C=C آروماتیکی نسبت می‌دهند. پیک مشاهده شده در 572 cm^{-1} مربوط به ارتعاشات کششی گروه Fe-O می‌باشد. همچنین، شکل 3 الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به نانوذرات Fe_3O_4 را نشان می‌دهد. پیک‌های مربوط به نانو ذرات اکسید آهن در زوایای $(220) 46.30^\circ$ ، $(311) 84.35^\circ$ ، $(400) 61.43^\circ$ ، $(422) 09.54^\circ$ ، $(511) 59.57^\circ$ و $(440) 99.62^\circ$ قابل مشاهده هستند که نشان‌دهنده سنتز موفقیت آمیز نانوذرات Fe_3O_4 می‌باشد (مطابق با JCPDS 75-0449).

مورفولوژی و اندازه ذرات نانوکامپوزیت مغناطیسی، به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی تعیین شد. نانوکامپوزیت دارای مورفولوژی کروی می‌باشد و اندازه متوسط ذرات 70 نانومتر است.

3-2- بهینه سازی شرایط استخراج

استخراج مستلزم استفاده از شرایطی است که بیشترین درصد بازیابی را امکان پذیر سازد. لذا، در کار حاضر پارامترهای متعددی مورد بررسی و بهینه‌سازی قرار گرفت، که شامل دو گروه کلی پارامترهای جذب و واجذب می‌باشند. روش بهینه‌سازی که در این کار مورد استفاده قرار گرفت، روش مرسوم یک عامل در یک زمان می‌باشد که در این روش، در هر مرحله تنها اثر یک پارامتر مورد بررسی قرار می‌گیرد و بقیه پارامترهای مؤثر ثابت نگه داشته می‌شوند. در جدول 1 این پارامترها مشخص شده است.

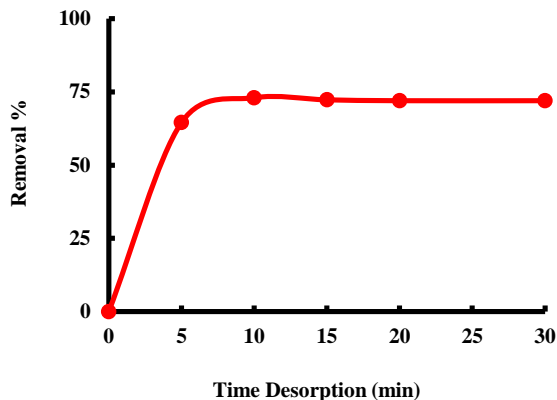


Fig. 6 Effect of desorption time on de-benzotyophene removal

شکل 6 تأثیر زمان واجذب بر میزان حذف دی بنزوتیوفن

3-3- ایزوترم‌های جذب و تأثیر غلظت اولیه DBT

ظرفیت جذب یک فاکتور مهم جهت ارزیابی جاذب می‌باشد. به منظور تعیین این فاکتور، مقدار مشخصی از نانوکامپوزیت تهیه شده تحت استخراج با محلول‌هایی با غلظت‌های متفاوت از دی بنزوتیوفن قرار گرفت. همان‌طور که در شکل 7 مشاهده می‌شود با افزایش غلظت اولیه DBT، ابتدا میزان جذب به سرعت افزایش پیدا می‌کند، پس از آن سرعت جذب کند شده تا اینکه در نهایت جاذب اشباع می‌شود و میزان جذب ثابت باقی می‌ماند. جذب سطحی معمولاً از طریق ایزوترم شرح داده می‌شود، ایزوترم‌های لانگمویر و فرنللیچ بطور وسیعی برای توصیف فرآیند جذب در حد فاصل جامد-مایع مورد استفاده قرار می‌گیرند. رابطه لانگمویر از معادله (1) بدست می‌آید.

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{max} K_L} + \frac{C_e}{q_{max}} \quad (1)$$

در فرمول فوق، C_e غلظت تعادلی دی بنزوتیوفن در محلول بر حسب میلی‌گرم بر لیتر، q_e مقدار جذب شده به ازای واحد وزن جاذب بر حسب میلی‌گرم بر گرم، K_L ثابت لانگمویر بر حسب لیتر بر میلی‌گرم و q_{max} ظرفیت جذب بیشینه تئوری می‌باشد.

جهت بدست آوردن ثابت‌های لانگمویر نمودار C_e/q_e بر حسب C_e رسم و نتایج در شکل 8 گزارش شده است.

با استفاده از رابطه لانگمویر حداکثر مقدار جذب 118.42 میلی‌گرم بر گرم بدست آمد.

و ایزوترم فرنللیچ از رابطه (2) پیروی می‌کند.

$$\ln q_e = \ln K_F + \frac{1}{n} \ln C_e \quad (2)$$

که K_F و n ثابت‌های فرنللیچ هستند که به ترتیب، ظرفیت جذب بر حسب میلی‌گرم بر گرم و شدت جذب بر حسب لیتر بر میلی‌گرم را نشان می‌دهند.

جهت بدست آوردن ثابت‌های فرنللیچ نمودار $\ln q_e$ بر حسب $\ln C_e$ رسم، و نتایج در شکل 9 گزارش شده است.

همان‌طور که مشاهده می‌شود ضریب همبستگی به دست آمده برای مدل لانگمویر و فرنللیچ به ترتیب 0.9899 و 0.9651 می‌باشد، که نشان‌دهنده این واقعیت است که جذب مولکول DBT به خوبی از مدل پیشنهادی لانگمویر پیروی می‌کند.

متانول و استونیتریل به نسبت حجمی 30:70 به عنوان حلال واجذبی در مدت زمان بهینه 10 دقیقه استفاده شد (شکل 6) و در این شرایط میزان واجذب دی بنزوتیوفن بیشتر از 73 درصد تعیین شد.

جدول 1 مقادیر پارامترها و مقادیر بررسی شده در مرحله بهینه سازی

Table 1 The amount of the parameters and values investigated in the optimization condition

مقدار	پارامتر
3, 5, 8.5, 9.3, 11	pH
5, 10, 15, 20, 30	زمان جذب (دقیقه)
6, 8, 10, 12	مقدار جاذب (میلی گرم)
0, 1, 2, 4, 5	درصد نمک (وزنی-حجمی)
متانول، استونیتریل، مخلوط	نوع حلال واجذبی
متانول-استونیتریل	حجم حلال واجذبی (میلی لیتر)
0.5, 1, 2, 3, 4	زمان واجذبی (دقیقه)
5, 10, 15, 20, 30	

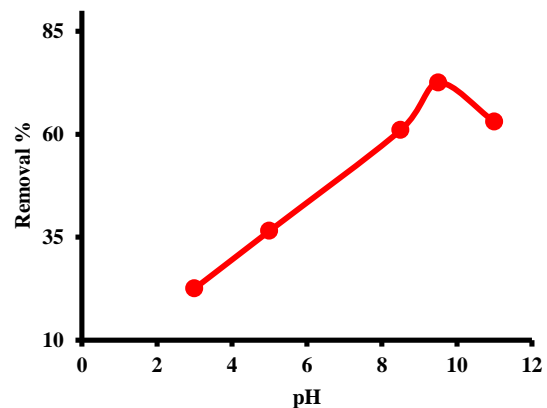


Fig. 4 Effect of pH of solution on the amount of de-benzotyophen removal

شکل 4 تأثیر pH محلول بر میزان حذف دی بنزوتیوفن

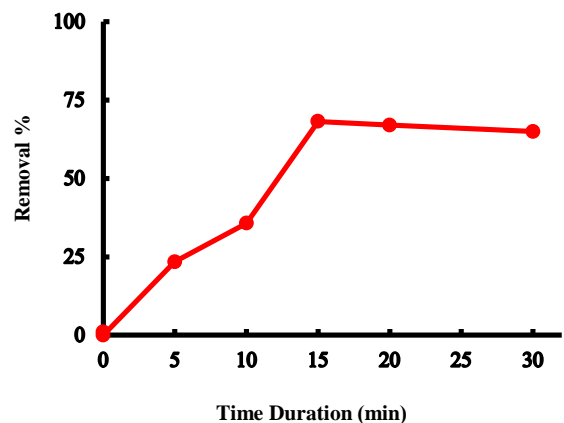


Fig. 5 Effect of adsorption time on the amount of de-benzotyophen removal

شکل 5 تأثیر زمان جذب بر میزان حذف دی بنزوتیوفن

4-3- منحنی درجه بندی

برای تعیین گستره خطی روش، محلول‌هایی حاوی دی بنزوتیوفن با غلظت های 0.1 تا 10 میکروگرم بر میلی لیتر تهیه شد و تحت شرایط بهینه استخراج صورت گرفت. معادله رگرسیون خطی $y = 0.004x + 0.400$ و ضریب همبستگی 0.9810 به دست آمد. نتایج حاصل نشان می‌دهد که در غلظت های بالاتر، منحنی درجه‌بندی از ناحیه خطی خارج می‌گردد، همچنین حلالیت آنالیت در آب در غلظت‌های بالاتر کاهش می‌یابد.

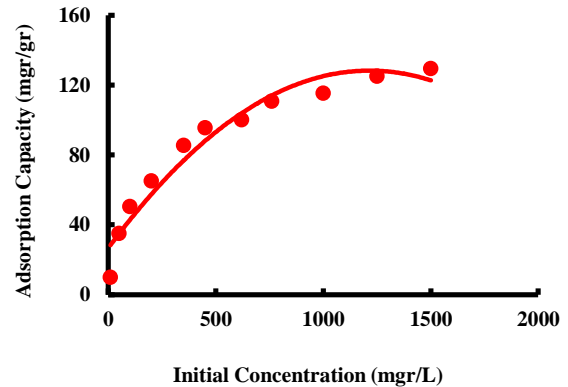


Fig. 7 Effect of initial concentration on the amount of de-benzotypic removal

شکل 7 تاثیر غلظت اولیه بر میزان حذف دی بنزوتیوفن

5-3- تکرارپذیری روش

تکرارپذیری یک روش نشان دهنده میزان دقت در یک سری مشاهدات یا نتایج به دست آمده در اندازه‌گیری‌های تکراری می‌باشد. پارامتری که برای تعیین تکرارپذیری به کار می‌رود، انحراف استاندارد است که به صورت زیر می‌باشد.

$$RSD = S/X \times 100$$

S انحراف معیار و x میانگین این اندازه‌گیری‌ها است. به منظور بررسی تکرارپذیری روش، 5 محلول 0.4 میکروگرم بر میلی لیتر از آنالیت تهیه و بر طبق شرایط بهینه استخراج صورت گرفت و مقدار آنالیت به وسیله اسپکتروفتومتری مرئی- ماوراء بنفش اندازه‌گیری شد. بر اساس محاسبات انجام شده تکرارپذیری 4.7% به دست آمد.

6-3- مقایسه با دیگر روش‌ها

در جدول 2، روش پیشنهادی با دیگر روش‌های منتشر شده در مقالات برای حذف مولکول DBT، مقایسه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود کار حاضر نسبت به اکثر روش‌ها دارای ظرفیت جذب بیشتری است. علاوه بر این به علت خاصیت مغناطیسی جاذب مورد استفاده در این کار، حذف جاذب از محیط واکنش راحت می‌باشد. همچنین زمان حذف در مقایسه با روش‌های دیگر کوتاه‌تر است.

4- نتیجه گیری

در این مطالعه نانوذرات مغناطیسی با استفاده از روش رسوب شیمیایی بدون نیاز به تجهیزات گران‌قیمت و مواد آلی سمی در دمای اتاق ساخته شد، و سپس با استفاده از آنیلین به عنوان مونومر و آمونیوم پرسولفات به عنوان اکسند، بر روی این نانوذرات پوشش پلیمری پلی آنیلین به روش امولسیون قرار گرفت. طیف FTIR و الگوی XRD تأیید کننده این امر می‌باشد. این نانوکامپوزیت ارزان عملکرد مطلوبی برای حذف ترکیب دی بنزوتیوفن ارائه می‌دهد. اثر پارامترهای مختلف واکنش؛ مانند غلظت اولیه آنالیت، زمان جذب، pH و مقدار جاذب در حذف ترکیب DBT با استفاده از روش استخراج فاز جامد مغناطیسی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج ارائه شده نشان می‌دهد که

جدول 2 مقایسه جاذب‌های مختلف برای حذف DBT

Table 2 Comparison of Various Adsorbents for DBT Removal

مراجعه	زمان جذب (دقیقه)	مقدار جاذب (گرم)	ظرفیت جذب (میلی‌گرم بر گرم)	جاذب
[18]	1080	0.75	10.2	Activated carbon loaded with cerium
[19]	60	0.05	62	Magnetic mesoporous carbon
[20]	40	0.08	38	Activated carbon/ γ -Fe ₂ O ₃ nanocomposite
[21]	96	0.16	15.1	Carbon aerogels
[22]	2880	0.1	13.954	Mesoporous carbon-silica
تحقیق حاضر	15	0.01	1118.42	Magnetic polyaniline nanocomposite

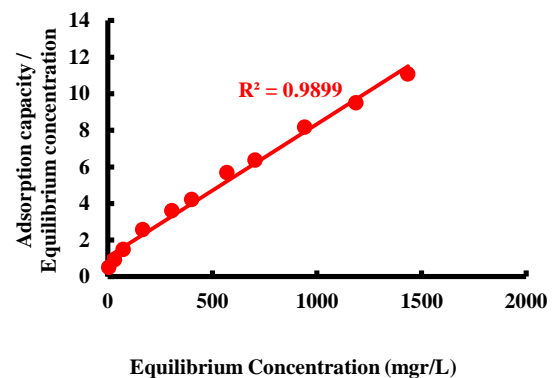


Fig. 8 Langmuir isotherm, DBT adsorption on adsorbent

شکل 8 ایزوترم لانگمویر، جذب DBT روی جاذب

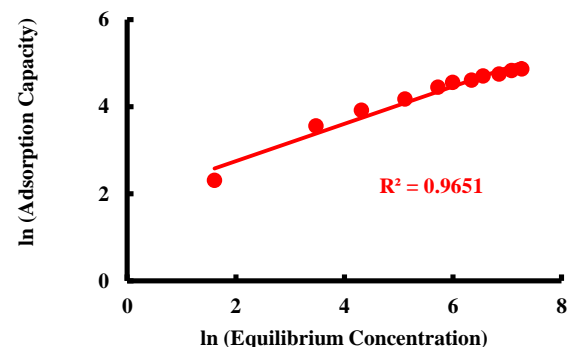


Fig. 9 Freundlich isotherm, DBT adsorption on the adsorbent

شکل 9 ایزوترم فرندلیچ، جذب DBT روی جاذب

- towards electronic applications", *Journal of Materials Chemistry C*, Vol. 1, pp. 5101-5109, 2013.
- [18] Xiong, L. Chen, F.-X. Yan, X.-M. Mei, P. J. "The adsorption of dibenzothiophene using activated carbon loaded with cerium", *Journal of Porous Materials*, Vol. 19, pp. 713-719, 2012.
- [19] Farzin Nejad, N. Shams, E. Amini, M. K. Bennett, J. C. "Synthesis of magnetic mesoporous carbon and its application for adsorption of dibenzothiophene", *Fuel Processing Technology*, Vol. 106, pp. 376-384, 2013.
- [20] Fayazi, M. Taher, M. A. Afzali D. and Mostafavi, A. "Removal of Dibenzothiophene Using Activated Carbon/ γ -Fe₂O₃ Nano-Composite: Kinetic and Thermodynamic Investigation of the Removal Process", *Analytical and Bioanalytical Chemistry Research*, Vol. 2, pp. 72-83, 2015.
- [21] Haji, S. Erkey, C. "Removal of Dibenzothiophene from Model Diesel by Adsorption on Carbon Aerogels for Fuel Cell Applications", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, Vol. 42, pp. 6933-6937, 2003.
- [22] Cheng, J. Jin, S. Zhang, R. Shao, X. Jin, M. "Enhanced adsorption selectivity of dibenzothiophene on ordered mesoporous carbon-silica nanocomposites via copper modification", *Microporous and Mesoporous Materials*, Vol. 212, pp. 137-145, 2015.
- ترکیب گوگردی DBT می‌تواند توسط 0.01 گرم از جاذب مورد نظر در pH=9.3 در زمان 15 دقیقه بطور مؤثری حذف شود. همچنین این جاذب می‌تواند به راحتی از محلول با کمک یک میدان مغناطیسی خارجی جداسازی گردد. از مزیت‌های این روش می‌توان به سادگی و کاهش زمان اشاره نمود.
- 5- مراجع:**
- [1] Srivastava, V. C., "An evaluation of desulfurization technologies for sulfur removal from liquid fuels", *RSC Advances*, Vol. 2, pp. 759-783, 2012.
- [2] Sun, F. Wu, W. Wu, Z. Guo, J. Wei, Z. Yang, Y. Jiang, Z. Tian, F. and Li, C., "Dibenzothiophene hydrodesulfurization activity and surface sites of silica-supported MoP, Ni₂P, and Ni-Mo-P catalysts", *Journal of Catalysis*, Vol. 228, pp. 298-310, 2004.
- [3] Li, F. Liu, R. Wen, J. Zhao, D. Sun, Z. and Liu, Y., "Desulfurization of dibenzothiophene by chemical oxidation and solvent extraction with Me₃NCH₂C₆H₅Cl₂ZnCl₂ ionic liquid", *Green Chemistry*, Vol. 11, pp. 883-888, 2009.
- [4] Eber, J. Wasserscheid, P. and Jess, A., "Deep desulfurization of oil refinery streams by extraction with ionic liquids", *Green Chemistry*, Vol. 6, pp. 316-322, 2004.
- [5] Li, J. Liu, X. Cao, C. Guo, J. and Pan, Z., "Silica-gel supported V complexes: preparation, characterization and catalytic oxidative desulfurization", *Chinese Journal of Chemical Engineering*, Vol. 21, pp. 860-866, 2013.
- [6] Hernández-Maldonado, A. J. Yang, F. H. Qi, G. and Yang, R. T. "Desulfurization of transportation fuels by π -complexation sorbents: Cu (I), Ni(II), and Zn(II) zeolites", *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 56, pp. 111-126, 2005.
- [7] Takbiri, M. Mohamadi, T. and Pak, A. "Isolation of sulfur compounds from gasoline by evaporation process" In Persian, *Iranian Chemical Chemistry and Chemical Engineering*, Vol. 31, pp. 71-80, 2012.
- [8] Shi, Y. Liu, G. Wang, L. and Zhang, X., "Efficient adsorptive removal of dibenzothiophene from model fuel over heteroatom doped porous carbon by carbonization of an organic salt", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 259, pp. 771-778, 2015.
- [9] Lim, S. H. Woo, E. J. Lee, H. and Lee, C. H., "Synthesis of magnetite-mesoporous silica composites as adsorbents for desulfurization from natural gas", *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 85, pp. 71-76, 2008.
- [10] Srivastav, A. and Srivastava, V. C., "Adsorptive desulfurization by activated alumina", *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 170, pp. 1133-1140, 2009.
- [11] Saedi, Z. Tangestaninejad, S. Moghadam, M. Mirkhani, V. and Mohammadpoor-Baltork, I., "MIL-101 metal organic framework: a highly efficient heterogeneous catalyst for oxidative cleavage of alkenes with H₂O₂", *Catalysis Communications*, Vol. 17, pp. 18-22, 2012.
- [12] Reddy, L. H. Arias, J. L. Nicolas, J. and Couvreur, P., "Magnetic nanoparticle design and characterization, toxicity and biocompatibility pharmaceutical and biomedical applications", *Chemical Reviews*, Vol. 112, pp. 5818-5887, 2012.
- [13] Tavares, G. F. Xavier, M. R. Neri, D. F. M. and Oliveira, H. P., "Fe₃O₄@polypyrrole core-shell composites applied as nanoenvironment for galacto-oligosaccharides production", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 306, pp. 816-825, 2016.
- [14] Ershad langrodi, A. and Akaf, M. H. "Improvement of Mechanical Properties of Polyester Nanocomposites with Nanosilica Prepared by Sol Gel Method" In Persian, *Iranian Chemical Chemistry and Chemical Engineering*, Vol. 3, pp. 419-428, 2016.
- [15] Ashnai ghasemi, F. Ghasemi, A. and Daneshpaie, S. "Investigation of the effect of titanium oxide nanoparticles on impact strength, tensile strength and elastic modulus of low density polypropylene / polyethylene base compounds" In Persian, *Composite Science and Technology*, Vol. 4, pp. 386-390, 2017.
- [16] Gholami, H. Shakeri, E. and Mosavi, S. H. "Preparation and Evaluation of Properties of Polypropylene Nanoparticles of Zinc Oxide" In Persian, *Composite Science and Technology*, Vol. 2, pp. 7-12, 2015.
- [17] Bocchini, S. Chiolerio, A. Porro, S. Accardo, D. Garino, N. Bejtka, K. Perrone D. and Pirri C. F. "Synthesis of polyaniline-based inks, doping thereof and test device printing