

## کاربرد استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال جفت‌شده با دستگاه جذب اتمی جهت پیش‌تغلیظ و تعیین مقادیر اندک یون‌های سرب (II) در نمونه‌های آب آشامیدنی شهر بندرعباس

راضیه خراسانی، کاووس دیندارلو، امید رحمانیان\*، بابک گودرزی، محسن حیدری

گروه بهداشت محیط، دانشکده بهداشت، دانشگاه علوم پزشکی هرمزگان، بندرعباس، ایران

تاریخ پذیرش: ۹۵/۰۸/۲۱

تاریخ تصحیح: ۹۵/۰۷/۲۶

تاریخ دریافت: ۹۵/۰۴/۲۶

### چکیده

در این پژوهش، روش استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال (SA-DSPE) ترکیب شده با دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی، برای پیش‌تغلیظ و تعیین غلظت سرب (II) در نمونه‌های آبی مورد بررسی قرار گرفت. در این روش مقدار مناسبی از ماده جاذب و حلال پخشی به سرعت توسط سرنگ درون محلول آبی پخش شد که به موجب آن، محلول ابری شکلی تشکیل گردید که حالت ابری نتیجه‌ی پخش ذرات ریز جاذب در محلول آبی است. سپس محلول ابری سانتریفیوژ شد و ذرات ریز در ته لوله‌ی مخروطی ته‌نشین گردید. فاز ته‌نشینی در اتانول حل شد و با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی مورد آنالیز قرار گرفت. فاکتورهای موثر بر روش استخراج مانند اثر pH، غلظت عامل کمپلکس‌دهنده، نوع و مقدار ماده جاذب، نوع و حجم حلال پخشی و تاثیر نمک مورد مطالعه و بهینه‌سازی قرار گرفت. تحت شرایط بهینه، منحنی کالیبراسیون در محدوده‌ی  $20-400 \mu\text{g/L}$  خطی و ضریب خطی آن  $0.9981$  بود. حد تشخیص  $12/6 \mu\text{g/L}$  برای یون سرب (II) بدست آمد. انحراف استاندارد نسبی (RSD) برای غلظت  $50 \mu\text{g/L}$  سرب با شش تکرار متوالی  $3/5\%$  بدست آمد. در انتها نیز این روش با موفقیت برای تعیین غلظت سرب در نمونه‌های آب آشامیدنی بندرعباس مورد استفاده قرار گرفت.

واژه‌های کلیدی: سرب، استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال، اسپکتروفتومتر جذب اتمی، نمونه‌های آبی

### ۱- مقدمه

آب آشامیدنی سالم پایه و اساس سلامتی بشر می‌باشد که می‌تواند توسط بعضی از عناصر آلوده شود [۱]. افزایش شهرنشینی و صنعتی شدن باعث افزایش سطح فلزات به ویژه فلزات سنگین در آبراهه‌ها شده است [۲]. فلزات سنگین یکی از مهمترین عوامل برای تعیین کیفیت آب قابل شرب می‌باشند [۳]. فلزات سنگین، پایدار در محیط زیست و غیرقابل تجزیه و سمی برای موجودات زنده می‌باشند و تمایل به تجمع‌پذیری در گیاهان و حیوانات دارند که می‌توانند باعث اثرات مزمنی برای سلامتی بشر شوند [۴]. بعضی از فلزات مانند مس، کبالت و روی برای رشد بدن و فعالیت موجودات زنده ضروری هستند درحالی که

غلظت‌های بالای فلزات دیگر مانند کادمیوم، کروم، منگنز و سرب بطور قابل توجهی برای بشر و آبزیان سمی می‌باشد [۵]. سرب، از جمله فلزات سنگین خطرناک برای سلامتی انسان‌ها می‌باشد [۱]. سرب سمیت بالایی دارد و فلزی سرطان‌زا بوده که می‌تواند باعث بیماری‌های مزمنی مانند سردرد، تحریک‌پذیری، درد شکم، صدمات عصبی، آسیب کلیه، فشارخون، سرطان ریه و معده و غیره شود [۵]. سرب توانایی جایگزین شدن با کلسیم در استخوان را در دراز مدت دارد [۲]. امروزه آلودگی آب‌های طبیعی مختلف با فلزات سنگین به دلیل اثرات سمی بر روی زندگی موجودات زنده به یک نگرانی بزرگ تبدیل شده است. با توجه به بحران آب، جلوگیری از آلوده شدن منابع آب، بسیار اهمیت دارد [۶]. بنابراین میزان این فلزات باید در منابع مختلف آب آشامیدنی مورد سنجش و بررسی قرار گیرد. اندازه‌گیری معمول فلزات در حد میکروگرم توسط دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی ممکن نیست. بنابراین برای حل این مشکل، تکنیک‌های پیش‌تغلیظ مختلفی به منظور جداسازی و استخراج مقادیر کم یون‌های فلزی توسعه پیدا کرده‌اند که استفاده از این روش‌های پیش‌تغلیظ، راهی برای دستیابی به حد تشخیص پایین فلزات می‌باشد [۷]. برخی از این تکنیک‌ها از قبیل میکرواستخراج مایع-مایع پخشی [۸-۱۳]، ترسیب [۱۴-۱۶]، و روش‌های الکتروشیمیایی [۱۷]، استخراج فاز جامد [۱۸-۲۲]، استخراج فاز جامد ترکیب شده با میکرواستخراج فاز جامد پخشی [۲۳] می‌باشند. شایان ذکر است که برخی از این تکنیک‌ها به مقدار زیادی از نمونه و یا حلال‌های آلی- که مخرب محیط زیست هستند- نیاز دارد و متحمل صرف هزینه و زمان زیادی است و فاکتور تغلیظ رضایت‌بخشی را هم فراهم نمی‌آورد [۲۴]. استخراج فاز جامد ترکیب شده با میکرواستخراج فاز جامد پخشی، تحت عنوان استخراج فاز جامد پخشی، به طور کلی بازیافت بهتری را بدون نیاز به استفاده از حلال‌های آلی خطرناک ایجاد می‌کند. این تکنیک بر اساس پخش جاذب (ماده آلی که استخراج‌کننده‌ی آنالیت می‌باشد) در محلول آبی است. استخراج فاز جامد پخشی به طور قابل توجهی روشی ساده، سریع، ایمن و موثر می‌باشد [۲۵]. استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال، بر اساس متدولوژی استخراج فاز جامد می‌باشد با این تفاوت که پخش جاذب در محلول آبی توسط تزریق سریع مخلوط مناسبی از ماده‌ی جاذب و حلال پخشی در حجم محلول آبی صورت می‌گیرد [۲۶، ۲۷]. این روش به مقدار کمتری از جاذب در مقایسه با دیگر روش‌ها نیاز دارد و سادگی عملیات، سرعت بالا، حجم نمونه کم، هزینه‌ی پایین، بازیافت خوب و فاکتور تغلیظ بالا از مزایای آن می‌باشد [۲۸]. در این روش مقدار مناسبی از ماده‌ی جاذب و حلال پخشی به سرعت توسط سرنگ درون محلول آبی پخش می‌شود که به موجب آن، محلول ابری شکل، تشکیل می‌شود حالت ابری نتیجه‌ی پخش ذرات ریز جاذب در حجم محلول آبی است. بنابراین محلول ابری سانتیفریژ می‌شود و ذرات ریز در ته لوله‌ی مخروطی ته‌نشین می‌شوند. سپس فاز ته‌نشینی در اتانول حل می‌شود و با استفاده از دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی مورد آنالیز قرار می‌گیرد. سرب از فلزات سمی می‌باشند که به علت غلظت پایین آن در نمونه‌ها، نیاز به پیش‌تغلیظ و جداسازی برای تعیین مقدار دارد [۲۹].

بنابراین با توجه به بحران شدید آب در شهر بندرعباس و لزوم سلامت آن برای شهروندان و نظر به اینکه روش استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال، روشی کارآمد در پایین آوردن حدتشخیص و سنجش میزان فلزات است لذا تحقیق حاضر با هدف اندازه‌گیری سرب در منابع آب آشامیدنی شهر بندرعباس با استفاده از این روش انجام شده است.

## ۲- مواد و روش‌ها

### ۲-۱- مواد شیمیایی و محلول‌ها

کلید حلال‌ها و معرف‌های شیمیایی به کار گرفته شده در این پژوهش، فرآورده‌ی شرکت مرک آلمان و بدون آماده‌سازی بعدی به کار گرفته شدند. محلول مادر سرب (II) ( $500 \text{ mg/L}$ ) از حل کردن مقدار مناسبی از نیترات سرب در آب دیونیزه تهیه شد و محلول‌های کار، روزانه از رقیق‌سازی محلول مادر سرب آماده شدند. آب دیونیزه با هدایت‌الکتریکی  $0.05 \mu\text{S/cm}$  نیز توسط دستگاه تقطیر Millipore مدل Direct-Q تهیه گردید. از آمونیوم پیرولیدین دی‌تیوکاربامات به عنوان عامل کمپلکس‌دهنده استفاده شد و محلول  $500 \text{ mg/L}$ ، از حل کردن مقدار معینی از آن در متانول حاصل گردید. اسیدکلریدریک و هیدروکسیدسدیم ۲ مولار برای تنظیم pH، با حل کردن مقادیر مناسب آن‌ها در آب دیونیزه تهیه شد. بنزوفنون، ۱-۴-دی‌کلروبنزن، نفتالن، استون، اتانول و متانول همگی از مرک تهیه و مورد استفاده قرار گرفتند. نمونه‌های آب از مراکز بهداشتی-درمانی شهر بندرعباس جمع‌آوری شدند.

### ۲-۲- دستگاه‌ها و ابزار

برای اندازه‌گیری میزان جذب محلول‌ها از دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی YOUNGLIN مدل AAS 8020 استفاده شد. برای توزین از یک ترازوی تجزیه‌ای Sartorius مدل PRACTUM با دقت  $0.0001$  استفاده شد. جداسازی فاز استخراج توسط سانتریفوژ بهداد در  $4000$  دور بر دقیقه انجام شد. مقدار pH با استفاده از pH متر AMTAST مدل AMT12 ساخت کشور آمریکا اندازه‌گیری شد.

### ۲-۳- آماده‌سازی نمونه‌های آب

در این مطالعه توصیفی، به روش سرشماری و جهت اطمینان از پوشش شهر برای نمونه‌برداری، ۱۷ نمونه‌ی آب از شیر برداشت آب لوله‌کشی مراکز بهداشتی-درمانی و همچنین ۲ نمونه‌ی آب از مخزن واقع در مکان داماهی که محل توزیع آب می‌باشد گرفته شد (با توجه به اینکه انجام این مطالعه بر روی بهینه‌سازی روش استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال متمرکز شده، این تعداد نمونه انتخاب شده است [۲۵،۲۶]). از بطری‌های پلی‌اتیلنی جهت نمونه‌برداری آب استفاده شد. قبل از نمونه‌برداری بطری‌ها به ترتیب با دترجنت، آب، اسیدنیتریک  $1.5\%$ ، آب و آب دیونیزه به خوبی شست‌وشو داده شدند. نمونه‌برداری به صورتی

انجام گرفت که هیچ گونه هوایی در قسمت بالای بطری وجود نداشته باشد. نمونه‌های آب با استفاده از اسیدنیتریک ۲ مولار اسیدی شدند تا از رسوب احتمالی کاتیون‌ها و افزایش pH و رشد میکروارگانیسم‌ها جلوگیری شود و در نهایت از فیلتر با منفذ  $0.45 \mu\text{m}$  عبور داده شدند.

#### ۲-۴- روش کار استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال

استخراج سرب، توسط روش استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال، در محلول آبی انجام شد. بعد از تعیین شرایط بهینه، نمونه‌های آب آشامیدنی با استفاده از اسیدکلریدریک و هیدروکسیدسدیم، pH آن بر روی ۴ تنظیم گردید و سپس ۱۰ mL از آن، در درون لوله پلاستیکی درب‌دار، با انتهای مخروطی شکل قرار گرفت. ۰/۵ mL متانول (حلال پخشی) محتوی بنزوفنون ۲ درصد (ماده‌ی استخراج‌کننده) با استفاده از سرنگ ۲/۵ mL به سرعت درون نمونه تزریق و محلول ابری متشکل از آب، متانول و بنزوفنون درون لوله تشکیل شد. در ادامه مخلوط موجود درون لوله، به مدت ۱۵ دقیقه در ۴۰۰۰ دور بر دقیقه سانتریفیوژ شده و ذرات کوچک بنزوفنون محتوی سرب، در انتهای لوله مخروطی ته‌نشین گشت. سپس فاز ته‌نشینی توسط اتانول رقیق شده و میزان سرب آن توسط دستگاه جذب اتمی مورد سنجش قرار گرفت. تمامی مراحل فرآیند و عمل در شکل شماره ۱ نمایش داده شده است.



شکل ۱: تصاویر مراحل مختلف آزمایش. الف) محلول نمونه ب) در حین تزریق ماده جاذب به همراه حلال پخشی ج) تشکیل حالت ابری شکل در

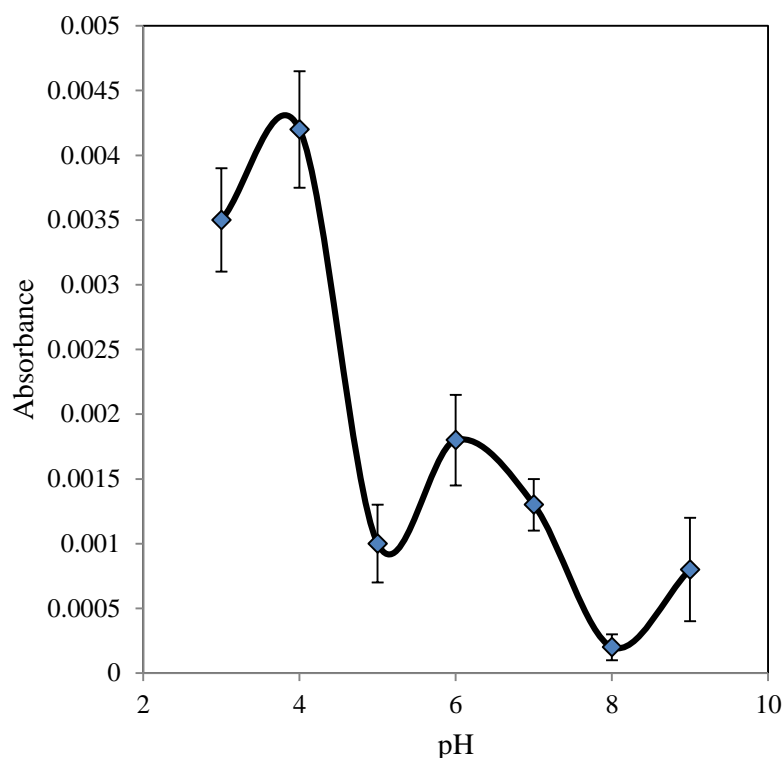
محلول نمونه د) ته‌نشینی جاذب استخراج شده پس از سانتریفیوژ

### ۳- بحث و نتیجه گیری

استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال، درواقع شاخه‌ای از استخراج فاز جامد می‌باشد که به عنوان روشی سریع، آسان، ارزان، موثر، قدرتمند و ایمن جهت جداسازی و پیش‌تغلیظ فلزات به کار می‌رود. در این مطالعه، از روش استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال، جهت پیش‌تغلیظ یون‌های سرب در نمونه‌های آبی و به دنبال آن، آنالیز آن‌ها توسط دستگاه اسپکتروفتومتر جذب اتمی به کار گرفته شد. فاکتورهای موثر بر روش استخراج، مانند اثر pH، غلظت عامل کمپلکس‌دهنده، نوع و مقدار ماده‌ی جاذب، نوع و حجم حلال پخشی و تاثیر نمک مورد مطالعه و بهینه‌سازی قرار گرفت.

#### ۳-۱- تاثیر pH

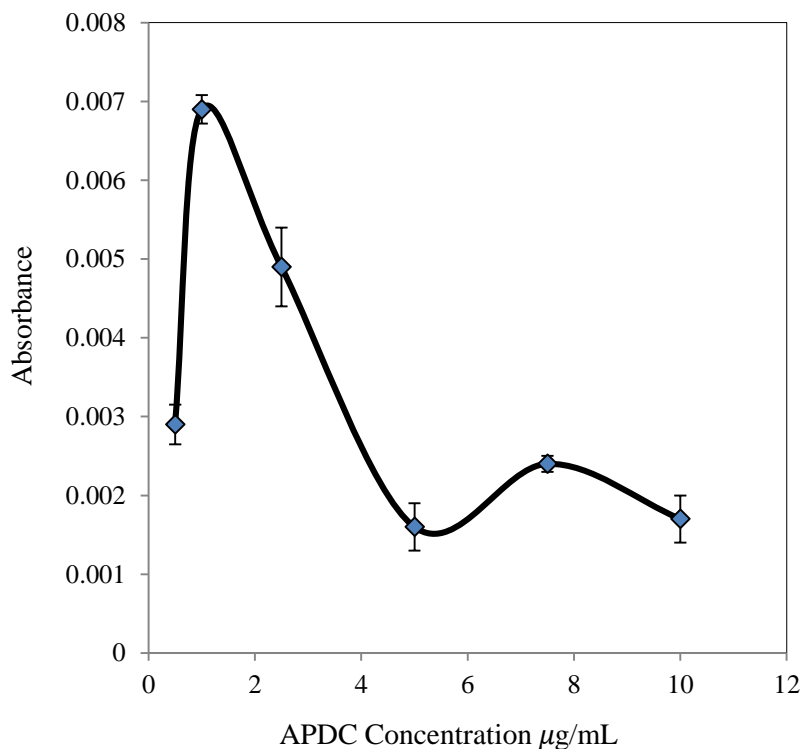
در استخراج یون‌های فلزی، ضریب استخراج کمپلکس فلزی تا حد زیادی به pH سیستم بستگی دارد [۳۰]. بنابراین به منظور بدست آوردن بازیافت بالا، اثر pH بر روی استخراج و پیش‌تغلیظ یون‌های فلزی سرب، با غلظت  $50 \mu\text{g/L}$  و آمونیوم پیرولیدین دی‌تیوکاربامات با غلظت  $2/5 \text{ mg/L}$  در دامنه‌ی pH ۳-۹، با  $0/5 \text{ mL}$  متانول محتوی ۶ درصد بنزوفنون بررسی گردید. همان‌طور که در شکل شماره ۲ مشاهده می‌شود بیشترین جذب مربوط به  $\text{pH} = 4$  می‌باشد و با افزایش pH مقدار جذب دستگاه کاهش می‌یابد. علت کاهش جذب با افزایش pH، می‌تواند به دلیل تشکیل هیدروکسید سرب باشد که استخراج آنالیت را کاهش می‌دهد یا به عبارتی دیگر، مقداری از یونهای سرب به شکل هیدروکسید از سیستم خارج شده و دور از فرایند عمل قرار می‌گیرند که همین امر موجب کاهش راندمان استخراج می‌گردد.



شکل ۲: بهینه‌سازی pH. بنزوفنون ۶ درصد، ۰/۵ mL متانول و آمونیوم دی‌تیوکاربامات ۲/۵  $\mu\text{g/mL}$

### ۳-۲- اثر غلظت عامل کمپلکس دهنده

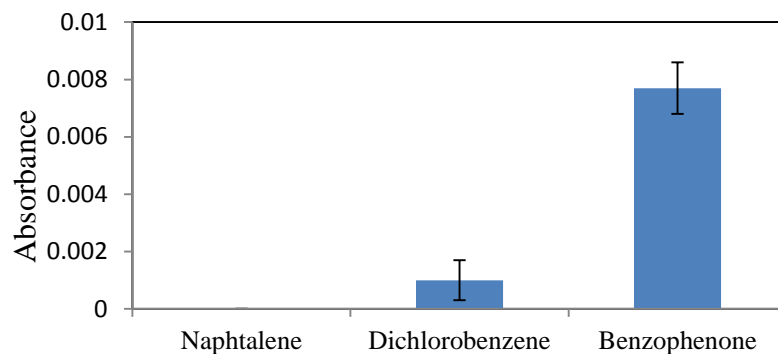
غلظت آمونیوم پیرولیدین دی‌تیوکاربامات (APDC) در محدوده‌ی ۰/۵ - ۱۰ mg/L در استخراج یون‌های فلزی سرب در pH برابر با ۴، با ۰/۵ mL متانول محتوی بنزوفنون ۶ درصد مورد بررسی قرار گرفت. همان‌گونه که شکل شماره ۳ نشان می‌دهد بیشترین جذب در غلظت ۱ mg/L اتفاق افتاده است و با افزایش غلظت APDC مقدار جذب کاهش یافته است. به نظر می‌رسد که این امر به دلیل استخراج خود آمونیوم پیرولیدین دی‌تیوکاربامات در غلظت‌های زیاد باشد که باعث اشباع ذرات بنزوفنون و کاهش استخراج آنالیت می‌شود و در نتیجه بازدهی فرایند را پایین می‌آورد. همچنین علت پایین بودن راندمان استخراج در غلظت‌های کم کمپلکس، کافی نبودن مقدار آن جهت تشکیل کمپلکس با یون‌های سرب موجود در محلول می‌باشد. بنابراین غلظت ۱ mg/L به عنوان غلظت بهینه‌ی آمونیوم پیرولیدین دی‌تیوکاربامات در تشکیل کمپلکس با سرب انتخاب گردید.



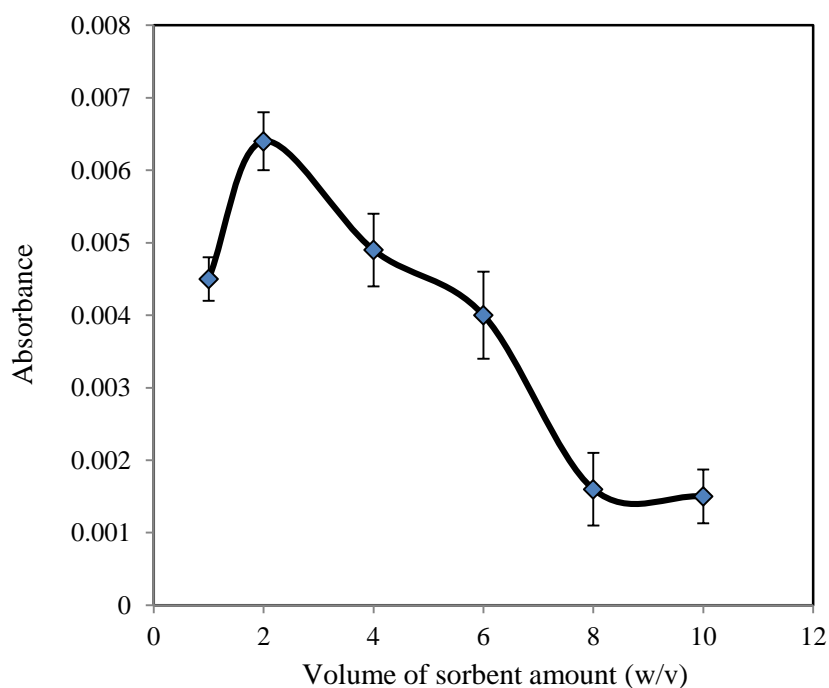
شکل ۳: بهینه‌سازی غلظت عامل کمپلکس‌دهنده . بنزوفنون ۶ درصد و ۰/۵ mL متانول در pH برابر با ۴

### ۳-۳- اثر نوع و حجم ماده‌ی جاذب

انتخاب جاذب مناسب، پارامتری مهم در فرآیند استخراج فاز جامد پخشی است. این ماده باید دو شرط مهم را داشته باشد: اول اینکه قابلیت انحلال‌پذیری خوبی در حلال پخشی داشته باشد و حلالیت آن در آب کم باشد و دوم اینکه، باید توانایی استخراج ترکیبات مربوطه را داشته باشد [۲۵]. بنزوفنون، ۱-۴-دی‌کلروبنزن و نفتالن به عنوان ماده‌ی جاذب، برای استخراج سرب (II) مورد بررسی قرار گرفت. بنزوفنون محلول ابری پایدارتر و جذب بیشتری را نسبت به سایر مواد داشت که می‌تواند به علت همسانی و تشابه ساختار بنزوفنون و کمپلکس آمونیوم پیرولیدین دی‌تیوکاربامات با یون‌های سرب و واکنش مناسب آنها با یکدیگر باشد. بنابراین به عنوان ماده‌ی جاذب مناسب جهت استخراج سرب انتخاب شد.



شکل ۴: بهینه‌سازی نوع ماده جاذب. ۰/۵ mL متانول و آمونیوم دی‌تیوکاربامات  $1 \mu\text{g/mL}$  در pH برابر با ۴



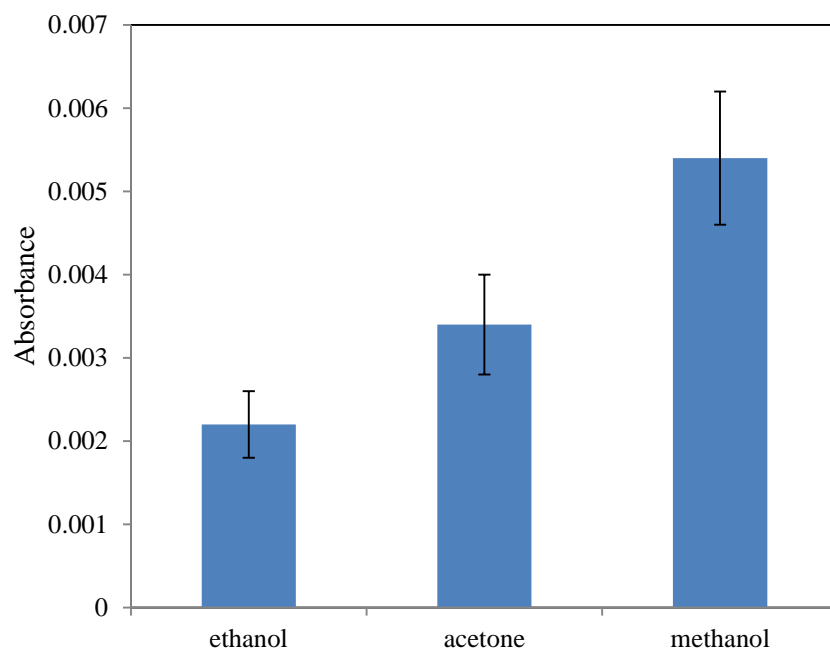
شکل ۵: بهینه‌سازی مقدار ماده جاذب. ۰/۵ mL متانول و آمونیوم دی‌تیوکاربامات  $1 \mu\text{g/mL}$  در pH برابر با ۴

همچنین مقدار بنزوفنون بر روی استخراج سرب تأثیر زیادی دارد. در این بررسی اثر مقدار بنزوفنون در دامنه‌ی ۱-۱۰ درصد (w/v%) بر روی راندمان استخراج سرب مورد مطالعه قرار گرفت. مقدار جذب از ۱ تا ۲ درصد افزایش یافته و پس از آن، افزایش مقدار بنزوفنون تا ۱۰ درصد باعث کاهش بر روی مقدار جذب گردید که این امر می‌تواند به علت گرفتگی لوله مه‌پاش دستگاه جذب اتمی، توسط ذرات اضافی بنزوفنون فاقد آنالیت باشد که باعث کاهش حساسیت دستگاه می‌شود. بنابراین ۲ درصد به عنوان مقدار بهینه‌ی بنزوفنون انتخاب گردید. شکل‌های ۴ و ۵ نتایج مربوط به این بهینه‌سازی‌ها را نشان می‌دهد.

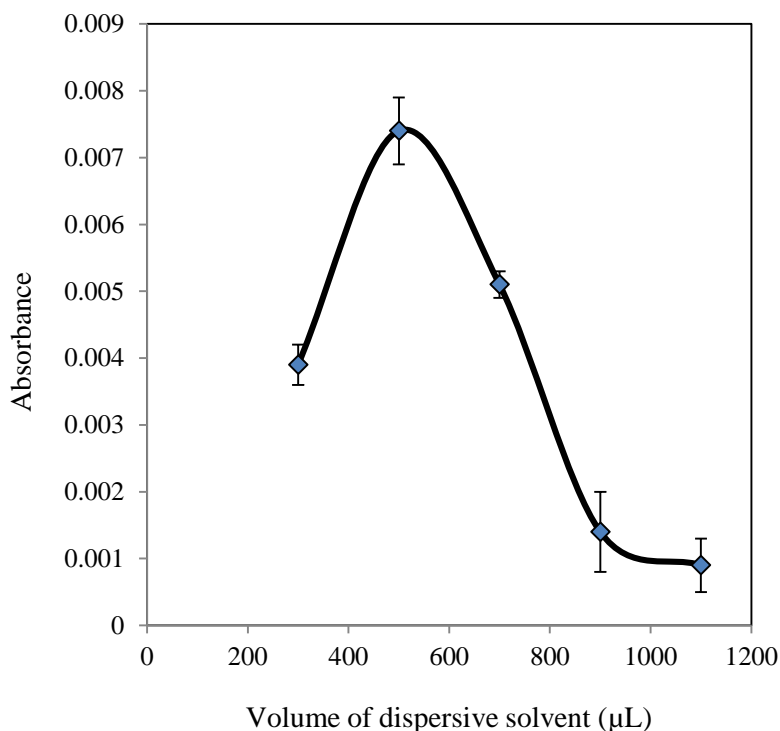


## ۳-۴- اثر نوع و حجم حلال پخشی

حلال پخشی باید با آب و ماده‌ی جاذب قابل امتزاج باشد. این مهمترین شرط برای انتخاب حلال پخشی است [۲۶]. در این مرحله استون، اتانول و متانول به عنوان حلال‌های پخشی مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به شکل شماره ۶، متانول جذب بیشتری نسبت به سایر حلال‌ها دارد. بنابراین متانول به عنوان حلال پخشی مناسب انتخاب گردید. اثر حجم حلال پخشی، در دامنه‌ی  $1100-300 \mu\text{L}$  بر روی راندمان استخراج سرب مورد مطالعه قرار گرفت. همان‌طور که شکل شماره ۷ نشان می‌دهد مقدار جذب دستگاه در  $0.5 \text{ mL}$  از حلال پخشی، بیشترین مقدار بود. بنابراین  $0.5 \text{ mL}$  به عنوان حجم بهینه‌ی حلال پخشی در استخراج یون‌های سرب انتخاب شد. به نظر می‌رسد که با کاهش حجم متانول از این مقدار، بنزوفنون به خوبی توسط متانول پخش نمی‌شود و محلول ابری شکل به طور کامل تشکیل نشده و در نتیجه کارایی استخراج پایین می‌آید و با افزایش حجم متانول از  $0.5 \text{ mL}$ ، حلالیت کمپلکس در آب زیاد می‌شود و در نتیجه امکان استخراج کامل آن فراهم نمی‌گردد.



شکل ۶: بهینه‌سازی نوع حلال پخشی. بنزوفنون ۲ درصد و آمونیوم دی‌تیوکاربامات  $1 \mu\text{g/mL}$  در pH برابر با ۴



شکل ۷: بهینه‌سازی حجم حلال پخشی. بنزوفنون ۲ درصد و آمونیوم دی‌تیوکاربامات  $1 \mu\text{g/mL}$  در pH برابر با ۴

### ۳-۵- قدرت یونی

افزایش قدرت یونی محلول می‌تواند باعث کاهش سرعت پخش یون‌های هدف به درون جاذب شود. برای این منظور، اثر قدرت یونی در فرآیند استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال نیز مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور غلظت کلرید سدیم در محدوده ۱-۵٪ (w/v) تغییر یافت و نتایج حاصله نشان داد که قدرت یونی تأثیر چندانی بر روی جذب کمپلکس نشان نمی‌دهد.

جدول شماره ۱ - عوامل مزاحم در فرآیند استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال

نسبت غلظت عامل مزاحم به سرب (II)	عامل مزاحم	درصد بازیافت
۲۰۰	$\text{K}^+$	۹۷/۲
۲۰۰	$\text{Na}^+$	۹۷/۵
۲۰۰	$\text{Mg}^+$	۹۶/۳
۲۰۰	$\text{Ca}^{2+}$	۹۵/۵
۱۰۰	$\text{Fe}^{3+}$	۹۵/۲
۱۰۰	$\text{Ag}^+$	۹۵/۰

### ۳-۶- تداخل‌ها

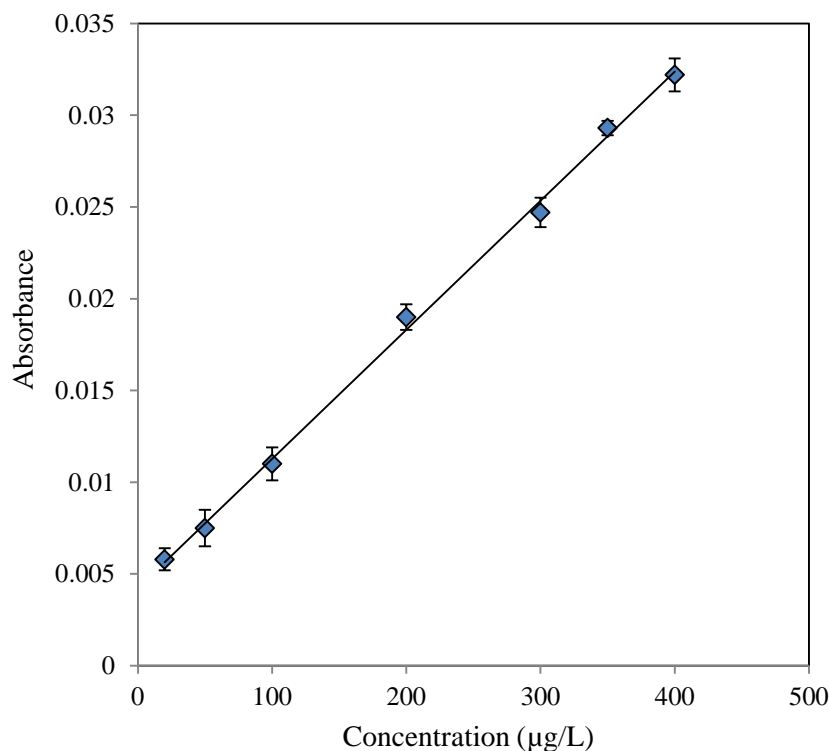
تأثیر برخی یون‌های مداخله‌گر که در محیط واقعی وجود دارد بر روی جذب کمپلکس سرب مورد بررسی قرار گرفت. یونی مداخله‌گر شناخته می‌شود که منجر به تغییر جذب در محدوده  $\pm 5\%$  شود [۲۵]. برای این مرحله، محلولی از سرب با غلظت

۵۰  $\mu\text{g/L}$ ، همراه با یون‌های مداخله‌گر-تحت شرایط بهینه- مورد بررسی قرار گرفت. جدول شماره ۱ حد تداخل این یون‌ها را نشان می‌دهد. همان‌گونه که در جدول ذیل مشاهده می‌گردد یون‌های موجود تداخلی در اندازه‌گیری سرب ایجاد نمی‌کنند.

### ۳-۷- ارقام شایستگی

پارامترهای تجزیه‌ای تحت شرایط بهینه اندازه‌گیری شد. منحنی کالیبراسیون برای سرب (II) که در شکل شماره ۸ مشاهده می‌گردد در محدوده ۲۰-۴۰۰  $\mu\text{g/L}$  کاملاً خطی بوده و معادله منحنی کالیبراسیون  $y = 0.00007x + 0.0042$  و ضریب خطی آن  $0.9981$  به دست آمد که در معادله،  $y$  برابر با جذب و  $x$  برابر با غلظت محلول سرب می‌باشد.

حدتشخیص بواسطه‌ی رابطه‌ی  $C_{\text{LOD}} = 3 \times S_b/m$  محاسبه شد ( $C_{\text{LOD}}$ ,  $S_b$ ,  $m$  بترتیب حدتشخیص، انحراف استاندارد و شیب منحنی کالیبراسیون است) [۷] و مقدار  $12/6 \mu\text{g/L}$  برای یون سرب (II) بدست آمد که نشان‌دهنده‌ی حساسیت بالای روش در اندازه‌گیری یون‌های سرب می‌باشد. انحراف استاندارد نسبی (RSD) برای غلظت  $50 \mu\text{g/L}$  سرب با شش تکرار متوالی  $3/5\%$  بدست آمد.



شکل ۸: منحنی کالیبراسیون سرب در شرایط بهینه

## ۳-۸- مقایسه کار حاضر با کارهای گزارش شده قبلی

یک مقایسه بین کار انجام شده با روش‌های قبلی در جدول ۲ نشان داده شده است. همان‌طوری که مشاهده می‌کنید کار انجام شده به غیر از کار بهبهانی و همکاران [۷] دارای حد تشخیص بهتری می‌باشد هرچند که دامنه خطی در کار حاضر بسیار وسیع‌تر از کار بهبهانی و همکاران است.

جدول شماره ۲- مقایسه کار حاضر با کارهای گزارش شده‌ی قبلی

منابع	حد تشخیص μg/L	محدوده خطی μg/L	دستگاه اندازه‌گیری	روش پیش‌تغلیظ
[۳۱]	۳۰۰	—	جذب اتمی	استخراج فاز جامد
[۱۴]	۱۶	—	جذب اتمی	ترسیب
[۳۲]	۴۸	۵۰۰-۸۰۰۰	جذب اتمی	استخراج فاز جامد
[۳۳]	۱۶/۷	—	جذب اتمی	استخراج فاز جامد
[۳۴]	۲۲/۵	۴-۱۰۰	جذب اتمی	استخراج فاز جامد
[۷]	۱/۲	۰/۵-۱۱۰	جذب اتمی	استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال
این کار	۱۲/۶	۲۰-۴۰۰	جذب اتمی	استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال

## ۳-۹- آنالیز نمونه‌های حقیقی

روش حاضر با موفقیت برای تعیین غلظت سرب (II) در نمونه‌های آب لوله‌کشی شهری، از ۱۹ نقطه‌ی شهر (مراکز بهداشتی‌درمانی شهر بندرعباس و مخزن داماهی) مورد استفاده قرار گرفت. برای این منظور ۱۰ میلی لیتر از هر نمونه تحت فرآیند استخراج قرار گرفت. در کنار تمامی نمونه‌های اصلی، نمونه‌ی تلقیح شده‌ی سرب که به آن‌ها ۵۰ μg/L سرب اضافه شده بود، نیز مورد بررسی قرار گرفت. همان‌گونه که در جدول ۳ مشاهده می‌گردد، نتایج نشان داد که بافت نمونه حقیقی تأثیری در فرآیند استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال، برای اندازه‌گیری یون سرب ندارد و در هیچ‌یک از نمونه‌های آب آشامیدنی مراکز بهداشتی-درمانی سربی مشاهده نگردید.

## ۴- نتیجه گیری

فرآیند استخراج فاز جامد پختی به کمک حلال، به طور موفقیت آمیزی جهت پیش تغلیظ سرب از نمونه‌های آب مورد استفاده قرار گرفت. آنالیز نهایی با دستگاه جذب اتمی شعله انجام گرفت. در روش حاضر، یون‌های سرب سریعاً توسط مقدار اندک جاذب بنزوفنون استخراج شد. این روش دوستدار محیط زیست و مقاوم در برابر غلظت‌های نمک می‌باشد و به راحتی می‌تواند جهت جداسازی و سنجش مقادیر کم فلزات در نمونه‌های آب آشامیدنی به کار گرفته شود. از جمله مزایای این روش مصرف کم جاذب در حد میکروگرم، راندمان بالا، زمان استخراج کوتاه و فاکتور پیش تغلیظ بالا می‌باشد. بنابراین آلودگی محیط زیست این روش به دلیل مصرف کم حلال‌های سمی، بسیار کم است. نوع و حجم حلال‌های پختی و جاذب، pH و غلظت کمپلکس دهنده تأثیر بسزایی در راندمان استخراج دارد بنابراین به منظور به دست آوردن بهترین راندمان، باید این عوامل بهینه گردند. تحت شرایط بهینه، منحنی کالیبراسیون در دامنه  $20-400 \mu\text{g/L}$  خطی بوده و حد تشخیص روش  $12/6 \mu\text{g/L}$  است. نمونه‌های آب آشامیدنی از مناطق مختلف با روش پیشنهادی تحت شرایط بهینه مورد تجزیه قرار گرفت که نتایج نشان داد که در هیچ‌یک از نمونه‌های مراکز درمانی شهر بندرعباس سرب وجود ندارد. به عنوان یک نتیجه کلی، این روش قابلیت خوبی در تعیین مقدار بسیار ناچیز سرب در نمونه‌های آب دارد. همچنین این روش می‌تواند برای تعیین دیگر فلزات سنگین با استفاده از کمپلکس-دهنده‌های دیگر به کار رود.

جدول شماره ۳: نتایج مربوط به آنالیز نمونه‌های آب آشامیدنی

نمونه‌های آب آشامیدنی مراکز بهداشتی-درمانی	مقدار واقعی سرب در آب	مقدار افزوده شده $\mu\text{g/L}$	درصد بازیافت %
مرکز شماره ۱	—	۵۰	۹۴/۲
مرکز شماره ۲	—	۵۰	۱۰۰
مرکز شماره ۳	—	۵۰	۱۰۸/۵
مرکز شماره ۴	—	۵۰	۱۰۰
مرکز شماره ۵	—	۵۰	۱۰۸/۵
مرکز شماره ۶	—	۵۰	۱۱۱/۴
مرکز شماره ۷	—	۵۰	۸۸/۵
مرکز شماره ۸	—	۵۰	۹۴/۲
مرکز شماره ۹	—	۵۰	۹۴/۲
مرکز شماره ۱۰	—	۵۰	۱۰۵/۷
مرکز شماره ۱۱	—	۵۰	۸۸/۵
مرکز شماره ۱۲	—	۵۰	۹۴/۲

مرکز شماره ۱۳	—	۵۰	۱۰۰
مرکز شماره ۱۴	—	۵۰	۹۴/۲
مرکز شماره ۱۵	—	۵۰	۱۰۲/۸
مرکز شماره ۱۶	—	۵۰	۱۰۲/۸
مرکز شماره ۱۷	—	۵۰	۹۴/۲
لوله قبل از مخزن داماهی	—	۵۰	۹۱/۴
لوله بعد از مخزن داماهی	—	۵۰	۱۱۱/۴

#### ۵- تشکر و قدردانی

این پژوهش بخشی از پایان نامه کارشناسی ارشد با عنوان "کاربرد استخراج فاز جامد پخشی به کمک حلال جفت شده با دستگاه جذب اتمی، جهت پیش تغلیظ و تعیین مقادیر کم یون‌های سرب (II) در نمونه‌های آب آشامیدنی شهر بندرعباس" با کد طرح ۹۴۱۷۰ در سال ۹۴ می‌باشد. از اساتید محترم راهنما و مشاور که در غنای این تحقیق نقش داشتند و کلیه کسانی که به نحوی ما را مساعدت کردند، تشکر و قدردانی می‌شود.

#### ۶- مراجع

- [1] O. Kaplan, NC .Yildirim, N. Yildirim, N. Tayhan, *Journal of Chemistry*, **8** (2011) 276.
- [2] C. V. Mohod and J. Dhote, *Int J Innov Res Sci Eng Technol*, **2** (2013) 2992.
- [3] A. Albaji, p. ziarati, and R. Shiralipour, *IJFAS*, **2** (2013) 751.
- [4] CV. Bhaskar, K. Nagendrappa, G. Nagendrappa, *Journal of Chemistry*; **7** (2010) 349.
- [5] S. Muhammad, MT. Shah, S. Khan, *Microchemical Journal*; **98** (2011) 334.
- [6] A. Niazi, S. Habibi, M. Ramezani, *Arabian Journal of Chemistry*, **8** (2015) 706.
- [7] M. Behbahani, et al., *Food Chemistry*, **187** (2015) 82.
- [8] C. B. Ojeda and F. S. Rojas, *Sample Preparation*, **2** (2014) 13.
- [9] Q. Zhou, N. Zhao, G. Xie, *Journal of Hazardous Materials*, **189** (2011) 48.
- [10] K. Shrivastava, and N. K. Jaiswal, *Food Chemistry*, **141**(2013): 2263.
- [11] M. Rezaee, Y. Assadi, MR. Hosseini, E. Aghaee, F. Ahmadi, S. Berijani, *Journal of Chromatography A*, **1116** (2006) 1.
- [12] P. Viñas, N. Campillo, I. López-García, M. Hernández-Córdoba, *Analytical and bioanalytical chemistry*, **406** (2014) 2067.
- [13] Rajabi M, Ghazaghi M, *Journal of Applied Chemistry*, **8** (2013) 21.
- [14] G. Doner, and A. Ege, *Analytica Chimica Acta*, **547**(2005): 14.
- [15] Q. Zhang, H. Minami, S. Inoue, I. Atsuya, *Analytica Chimica Acta*, **508** (2004) 99.
- [16] V. Umashankar, R. Radhamani, K. Ramadoss, DS. Murty, *Talanta*, **57**(2002) 1029.
- [17] N. V. Tatyana and E. K. Vladimir, *Procedia Chemistry*, **10** (2014) 43.
- [18] Asghari A, Arghavani-Beydokhti S, Rajabi M, *Journal of Applied Chemistry*, **10** (2016) 111.
- [19] M. Karve, and R. V. Rajgor, *Journal of Hazardous Materials*, **141** (2007) 607.
- [20] M. A. Kassem and A. S. Amin, *Food Chemistry*, **141**(2013) 1941.
- [21] Ö. YALÇINKAYA, OM. Kalfa, AR. Türker, *Turkish Journal of Chemistry*, **34**(2010): 207.
- [22] Y. Liu, X. Cao, Z. Le, M. Luo, W. Xu, G. Huang, *Journal of the Brazilian Chemical Society*, **21**(2010) 533.
- [23] M. Anastassiades, SJ. Lehotay, D. Štajnbaher, FJ. Schenck, *Journal of AOAC international*, **86** (2003) 412.
- [24] D. Kaviani, M. Saghi, M. Sabonian, MH. Bigtan, B. Padidaran, *IJEAT*, **5** (2015) 2249.

- [25] MR. Jamali, A. Firouzjah, R. Rahnama, *Talanta*, **116** (2013) 454.
- [26] R. Rahnama and R. Ghadiri, *Journal of the Brazilian Chemical Society*, **26** (2015) 1642.
- [27] م جمالی، م توکلی، مجله علمی - پژوهشی شیمی کاربردی، **۱۱** (۱۳۹۵) ۶۳.
- [28] Z. Dehghani, S. Dadfarnia, H. Shabani, A. Mohammad, MH. Ehrampoush, *Analytical and Bioanalytical Chemistry Research*, **2** (2015): 13.
- [29] M. Gracas, et al., *Talanta*, **69** (2006) 16.
- [30] H. Zhao, S. Xia, P. Ma , *Journal of chemical technology and biotechnology*, **80** (2005) 1089.
- [31] V. Leepipatpiboon, *Journal of Chromatography A*, **697** (1995) 137.
- [32] M. Soylak, Z. Topalak, *Arabian Journal of Chemistry*, **8** (2015) 720.
- [33] OR. Hashemi, MR. Kargar, F. Raoufi, A. Moghimi, H. Aghabozorg, MR. Ganjali, *Microchemical journal*, **69** (2001) 1.
- [34] W. Ngeontae, W. Aeungmaitrepirom, T. Tuntulani, *Talanta*, **71**(2007) 1075.