

## جداسازی و پیش تغلیظ مقادیر کم جیوه از نمونه آب های طبیعی با استفاده از استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال و اندازه گیری اسپکتروفتومتری آن

محمد رضا جمالی\*، مائده توکلی

گروه شیمی، دانشگاه پیام نور، تهران، ایران

تاریخ دریافت: ۹۴/۰۴/۲۸ تاریخ تصحیح: ۹۴/۰۹/۰۷ تاریخ پذیرش: ۹۴/۱۰/۰۱

### چکیده

در این تحقیق، روش استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال برای جداسازی، پیش تغلیظ و اندازه گیری اسپکتروفتومتری جیوه در نمونه آب های طبیعی به کار گرفته شده است. از دیتیزون به عنوان عامل کمپلکس دهنده و معرف اسپکتروفتومتری استفاده شد. برخی از فاکتور ها که بر روی کارایی و حساسیت روش استخراجی اثر می گذارند، نظیر نوع جاذب و مقدار آن، نوع و حجم حلال پخش کننده، غلظت سولفوریک اسید، دیتیزون و نمک بررسی و بهینه شدند. در شرایط بهینه، منحنی کالیبراسیون روش در محدوده ۵ تا ۲۵۰ میکروگرم بر لیتر خطی بود و حد تشخیص روش ۱/۵ میکروگرم بر لیتر به دست آمد. فاکتور تغلیظ روش ۱۵ و انحراف استاندارد نسبی برای ده اندازه گیری تکراری جیوه با غلظت ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، ۲/۵ درصد به دست آمد. روش پیشنهادی برای تعیین جیوه در نمونه های آب طبیعی با نتایج رضایت بخشی به کار برده شد.

**واژگان کلیدی:** استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال، جیوه، اندازه گیری اسپکتروفتومتری، نمونه های آبی

### ۱- مقدمه

جیوه به عنوان یکی از سمی ترین فلزات سنگین شناخته می شود. جیوه تجزیه ناپذیر است و پس از ورود به بدن موجودات زنده در بافت های آنها تجمع می یابد. اگرچه بطور معمول مقدار جیوه در طبیعت بسیار کم است، اما به علت فعالیت های صنعتی و کشاورزی توزیع آن در محیط زیست رو به افزایش است. جیوه از راه تنفس، گوارش و نیز از طریق پوست قابل جذب می باشد، بخار جیوه بر دستگاه اعصاب مرکزی اثر می گذارد، اما تاثیرگذاری اصلی آن بر روی کلیه ها و کبد است [۱-۴]. یکی از راه های ورود جیوه به بدن موجودات زنده مصرف آب آشامیدنی می باشد. سازمان بهداشت جهانی<sup>†</sup> (WHO) حد مجاز جیوه در آب آشامیدنی را ۶ میکروگرم در لیتر تعیین کرده است [۵]. در نتیجه توجه ویژه ای به اندازه گیری جیوه در نمونه های آبی شده است [۱-۴]. تکنیک های متعددی از قبیل اسپکتروفتومتری مرئی-فرابنفش [۶]، اسپکتروسکوپی جذب اتمی بخار سرد [۷]، اسپکتروسکوپی جذب اتمی الکتروترمال [۸] و اسپکتروسکوپی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی [۹]

mr\_jamali@ymail.com

\* نویسنده مسوول: استادیار شیمی تجزیه، دانشگاه پیام نور، تهران، ایران

† World Health Organization

برای اندازه گیری مقادیر کم جیوه مورد استفاده قرار گرفته اند، اما به علت غلظت پایین جیوه در نمونه های آبی و پیچیدگی بافت این نمونه ها، استفاده از یک روش جداسازی و پیش تغلیظ قبل از اندازه گیری ضروری می باشد. برای این منظور روش های مختلفی از قبیل استخراج مایع-مایع [۱۰]، شناورسازی [۱۱]، استخراج نقطه ابری [۱۲] و استخراج فاز جامد [۱۳] برای جداسازی و پیش تغلیظ جیوه در نمونه های آبی مورد استفاده قرار گرفته اند. از بین این روش ها استخراج فاز جامد به علت مصرف کم حلال آلی، سادگی، سرعت بالا و فاکتور تغلیظ مناسب از توجه بیشتری برخوردار است [۱۴ و ۱۵]. استخراج فاز جامد به طور مؤثری وابستگی مستقیم با اندازه ذرات و سطح تماس جاذب دارد [۱۶]. اخیراً تلاش های زیادی به منظور توسعه روش استخراج فاز جامد شده است. استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال \* (SADSPE)، یک تکنیک استخراجی جدید با عملکرد بالا می باشد. این روش در سال ۲۰۱۳ توسط گروه تحقیقاتی ما ارائه گردید [۱۷]. در این روش مخلوط جاذب و حلال پخش کننده، به سرعت به داخل نمونه آبی، توسط یک سرنگ تزریق می شود، در نتیجه یک محلول ابری تشکیل می شود. حالت ابری نتیجه پخش شدن ذرات ریز جاذب در توده نمونه آبی است. سپس این محلول ابری سانتریفیوژ می شود، به دنبال آن ذرات ریز جاذب در ته لوله آزمایش مخروطی ته نشین می شود و سپس تعیین آنالیت در فاز ته نشینی، توسط ابزارهای تجزیه ای انجام می شود. سادگی عملکرد، سرعت بالا، هزینه پایین، بازده بالا، و فاکتور غنی سازی بالا از امتیازات روش SADSPE می باشد [۱۷].

در این تحقیق از روش استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال برای جداسازی و پیش تغلیظ مقادیر کم جیوه از نمونه آب های طبیعی استفاده شده است و اثر عوامل مؤثر بر استخراج از قبیل اسیدیته، غلظت عامل کمپلکس دهنده، نوع و حجم حلال پخش کننده، مقدار جاذب و... مورد بررسی قرار گرفته و بهینه سازی شده اند.

## ۲- مواد و روش ها

### ۲-۱- مواد شیمیایی و محلول ها

تمام مواد شیمیایی استفاده شده دارای درجه تجزیه ای بوده و از آب یون زدایی شده برای تهیه محلول ها استفاده شد. محلول استاندارد ۱۰۰۰ میلی گرم بر لیتر جیوه با حل کردن مقدار مناسب از نمک نیترات جیوه (II) (خریداری شده از شرکت مرک آلمان) در اسید نیتریک ۰/۱ مول بر لیتر تهیه شد. سایر محلول های مورد نیاز از رقیق سازی این محلول با آب یون زدایی شده به دست آمد. محلول ۰/۰۱ مول بر لیتر دیتیزون (خریداری شده از شرکت مرک آلمان) با انحلال مقدار مناسب آن در استون تهیه گردید.

\* Solvent-assisted dispersive solid phase extraction

## ۲-۲- دستگاه ها

برای اندازه گیری جذب کمپلکس جیوه-دیتیزون از دستگاه اسپکتروفتومتر مرئی- فرابنفش دوپرتوی Perkin-Elmer (آمریکا) مدل Lambda 35 استفاده شد. مقادیر pH محلول ها با استفاده از دستگاه pH متر شرکت Metrohm مدل ۸۲۷ اندازه گیری شد. جهت تسریع در جدایی فازها از سانتریفوژ ساخت شرکت Hettich (آلمان)، مدل UNIVERSAL 320R استفاده گردید.

## ۲-۳- استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال

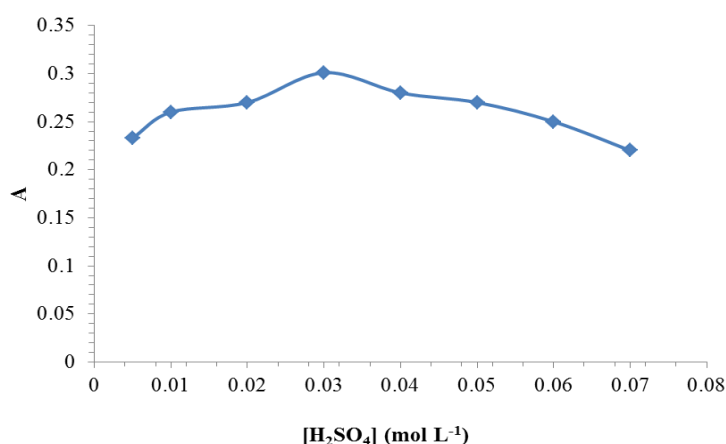
در یک لوله آزمایش درب دار ته مخروطی، ۱۵ میلی لیتر محلول آبی حاوی جیوه (II) با غلظت ۱۰۰ میکرو گرم بر لیتر ریخته شد. سپس ۰/۱ میلی لیتر از محلول ۰/۰۰۱ مول بر لیتر از لیگاند دیتیزون و ۰/۳ میلی لیتر محلول ۱/۰ مول بر لیتر سولفوریک اسید به آن اضافه گردید. جهت یکنواخت شدن محلول، لوله آزمایش تکان داده شد. سپس ۵۰۰ میکرو لیتر از محلول ۲٪ بنزوفنون در استونیتریل به وسیله یک سرنگ یک میلی لیتری به محلول درون لوله آزمایش تزریق شد. این عمل منجر به ابری شدن محلول گردید. این مخلوط به مدت ۵ دقیقه با سرعت ۵۰۰۰ دور در دقیقه در سانتریفوژ قرار داده شد. سپس محلول رویی با سرنگ میکرو لیتری برداشته و دور ریخته شد و رسوب ته نشین شده در لوله آزمایش در یک میلی لیتر استون حل گردید. مقدار مناسبی از این محلول به داخل سل دستگاه اسپکتروفتومتر منتقل گردید و مقدار جذب کمپلکس جیوه-دیتیزون در طول موج ماکسیمم آن ( $\lambda_{max} = 493$ ) اندازه گیری شد.

## ۳- نتایج

## ۳-۱- اثر اسیدیته

جداسازی و پیش تغلیظ یون های فلزی به روش استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال مستلزم تشکیل یک کمپلکس با آگریزی مناسب و جذب مناسب آن بر روی جاذب می باشد. تشکیل کمپلکس جیوه با دیتیزون در محیط اسیدی انجام می شود [۱۸]. بر این اساس، اثر اسیدیته بر تشکیل کمپلکس و استخراج جیوه، مورد بررسی قرار گرفت. ابتدا نوع اسید مورد بررسی قرار گرفت، برای این منظور سولفوریک اسید، نیتریک اسید و کلریدریک اسید مورد آزمایش قرار گرفتند، مقدار ۱۵ میلی لیتر از محلول حاوی جیوه با غلظت ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر به درون لوله آزمایش ریخته شد و ۰/۱ میلی لیتر از لیگاند دیتیزون با غلظت ۰/۰۰۱ مول بر لیتر به آن اضافه گردید. سپس مقدار ۰/۵ میلی لیتر از اسیدهای

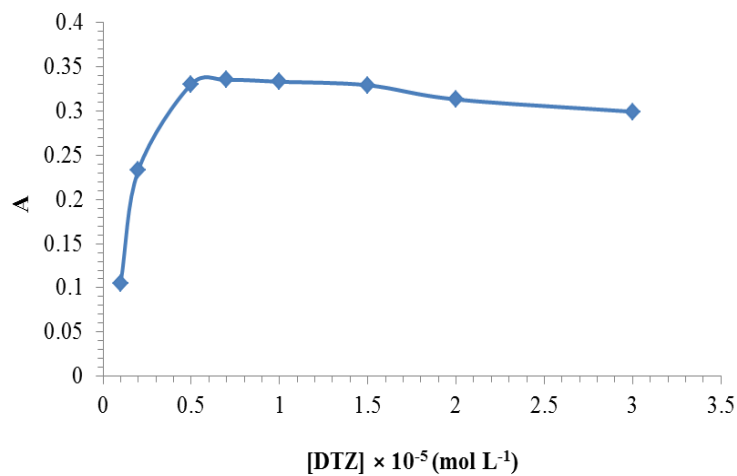
مذکور با غلظت ۱/۰ مول بر لیتر را به آن اضافه شد و سایر مراحل آزمایش مطابق دستور کار انجام شد. نتایج نشان داد که بیشترین جذب در زمان استفاده از سولفوریک اسید بدست می آید. سپس اثر غلظت سولفوریک اسید در درون محلول در محدوده ۰/۰۰۵ تا ۰/۰۷ مول بر لیتر بررسی شد و همان طور که در شکل ۱ نشان داده شده است بیشترین جذب در غلظت ۰/۰۳ مول بر لیتر به دست آمد. بنابراین غلظت ۰/۰۳ مول بر لیتر سولفوریک اسید در آزمایش های بعدی مورد استفاده قرار گرفت.



شکل ۱. اثر غلظت سولفوریک اسید بر کارایی استخراج. حجم نمونه ۱۵ میلی لیتر، جیوه ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، دیتیزون  $1 \times 10^{-5}$  مول بر لیتر، بنزوفنون ۲٪ (حجمی/وزنی)، استونیتریل ۵۰۰ میکرولیتر

### ۳-۲- اثر غلظت لیگاند

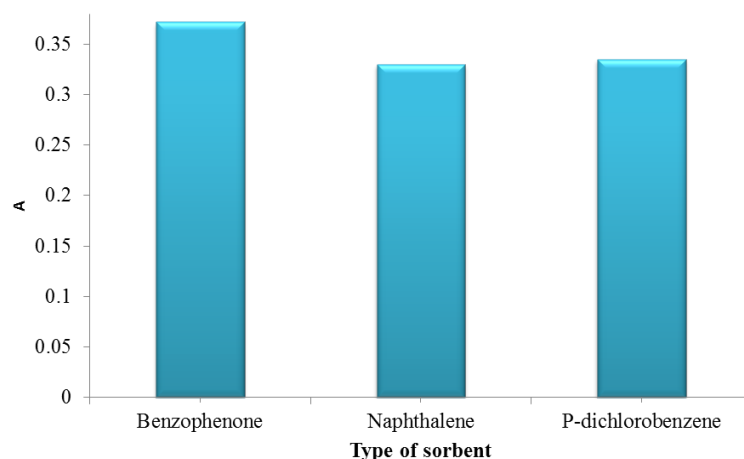
برای بررسی اثر غلظت دیتیزون بر کارایی استخراج جیوه، غلظت های متفاوت آن در محدوده  $1 \times 10^{-6}$  تا  $3 \times 10^{-5}$  مول بر لیتر به ۱۵ میلی لیتر نمونه های حاوی یون جیوه با غلظت ۱۰۰ میکرو گرم بر لیتر، اضافه گردید و سایر مراحل استخراج مطابق دستور کار پیگیری شد و در نهایت جذب محلول نهایی اندازه گیری شد. نتایج ارائه شده در شکل ۲ نشان می دهد که راندمان استخراج با افزایش غلظت لیگاند تا  $0.5 \times 10^{-5}$  مول بر لیتر افزایش یافته، سپس ثابت می ماند و در غلظت های بالای لیگاند، کمی کاهش می یابد. کاهش جذب در غلظت های بالای لیگاند به دلیل جذب لیگاند مازاد موجود در محلول بر روی جاذب و اشباع شدن جاذب است. همچنین علت پایین بودن راندمان استخراج در غلظت های کم لیگاند، کافی نبودن مقدار لیگاند جهت تشکیل کمپلکس با یون های جیوه موجود در محلول می باشد. بنابراین غلظت  $1 \times 10^{-5}$  مول بر لیتر دیتیزون به عنوان غلظت بهینه انتخاب گردید.



شکل ۲. اثر غلظت دیتیزون بر کارایی استخراج. حجم نمونه ۱۵ میلی لیتر، جیوه ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، سولفوریک اسید ۰/۰۳ مول بر لیتر، بنزوفنون ۲٪ (حجمی/وزنی)، استونیتریل ۵۰۰ میکرولیتر

### ۳-۳- اثر نوع جاذب

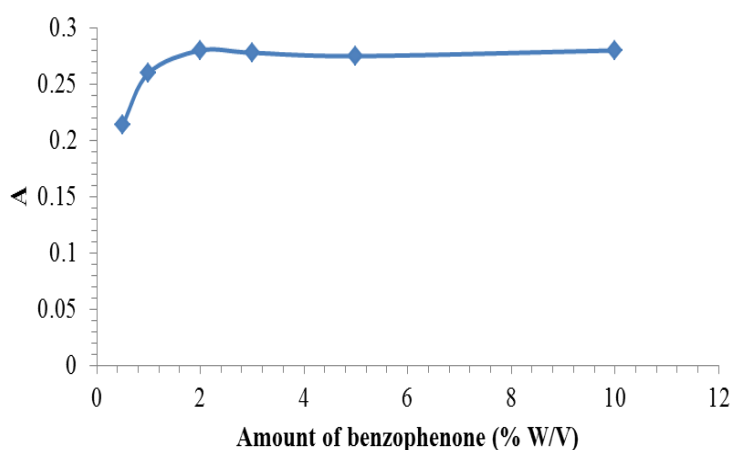
جاذب مورد استفاده در روش استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال باید دارای قابلیت انحلال پذیری بالا در حلال پخش کننده و انحلال پذیری پایین در آب باشد و همچنین امکان برهمکنش مناسب با آنالیت و جذب سطحی آن را داشته باشد. برای این منظور جاذب های بنزوفنون، نفتالن و پارا دی کلروبنزن، مورد ارزیابی قرار گرفتند. شکل ۳ نتایج حاصل از بررسی اثر نوع جاذب بر کارایی استخراج جیوه را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود، بالاترین جذب با استفاده از بنزوفنون بدست آمده است. بنابراین بنزوفنون به عنوان جاذب مناسب برای آزمایش های بعدی انتخاب شد.



شکل ۳. اثر نوع جاذب بر کارایی استخراج. حجم نمونه ۱۵ میلی لیتر، جیوه ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، دیتیزون  $1 \times 10^{-5}$  مول بر لیتر، سولفوریک اسید ۰/۰۳ مول بر لیتر، مقدار جاذب ۲٪ (حجمی/وزنی)، استونیتریل ۵۰۰ میکرولیتر

## ۳-۴- اثر مقدار جاذب

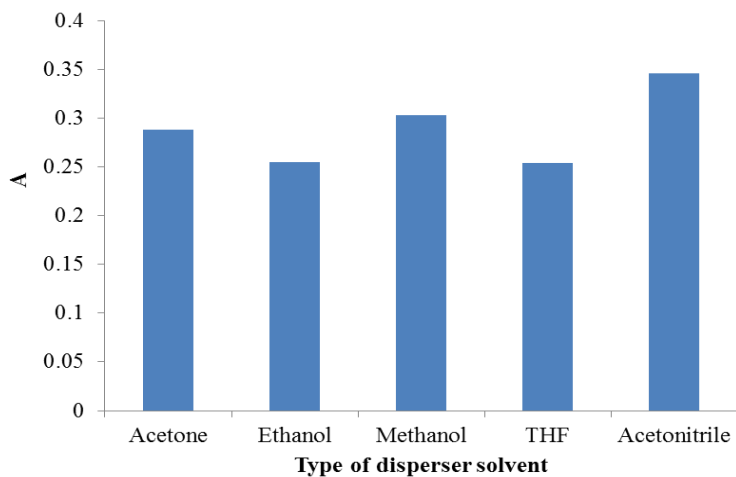
برای انتخاب مقدار مناسب بنزوفنون، درصد های مختلفی از آن ( ۰/۵ تا ۱۰ درصد )، در حلال پخش کننده استونیتریل تهیه شد و مقدار ۰/۵ میلی لیتر از محلول های فوق، با ثابت نگه داشتن سایر شرایط استخراج، به نمونه ها تزریق شد. نتایج حاصل از بررسی اثر مقدار جاذب بر کارایی استخراج جیوه در شکل ۴ ارائه شده است. همان طور که مشاهده می شود، جذب از ۰/۵ تا ۲٪ افزایش یافته و پس از آن، افزایش مقدار بنزوفنون تا ۱۰٪ تأثیری بر روی مقدار جذب ندارد، بنابراین مقدار ۲٪ بنزوفنون به عنوان مقدار بهینه جاذب انتخاب گردید.



شکل ۴. اثر مقدار بنزوفنون بر کارایی استخراج. حجم نمونه ۱۵ میلی لیتر، جیوه ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، دیتیزون  $10^{-5} \times 1$  مول بر لیتر، سولفوریک اسید ۰/۰۳ مول بر لیتر، استونیتریل ۵۰۰ میکرولیتر

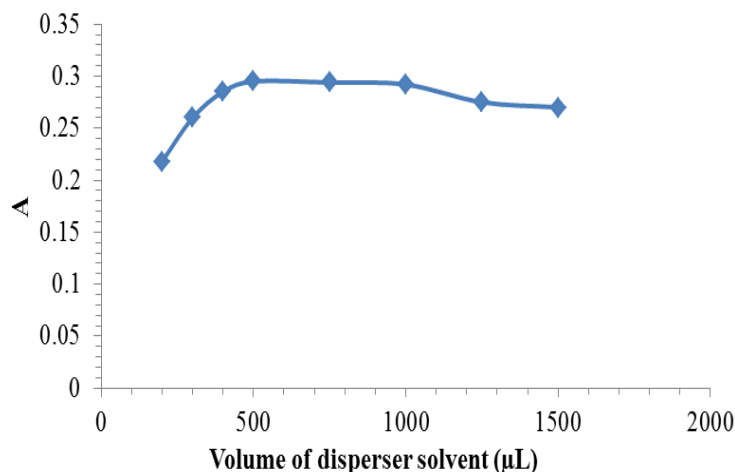
## ۳-۵- اثر نوع و حجم حلال پخش کننده

حلال پخش کننده دارای نقش کلیدی در روش استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال می باشد، زیرا کارایی روش تحت تاثیر پخش مناسب جاذب در درون محلول است. بنابراین حلال های مختلفی مانند: اتانول، متانول، استونیتریل، استون و تتراهیدروفوران مورد بررسی قرار گرفتند. نتایج بدست آمده (شکل ۵) نشان می دهد که استفاده از استونیتریل به عنوان حلال پخش کننده باعث افزایش کارایی استخراج و جذب بیشتر می شود. بنابراین استونیتریل به عنوان حلال پخش کننده در آزمایش های بعدی انتخاب گردید.



شکل ۵. اثر نوع حلال پخش کننده بر کارایی استخراج. حجم نمونه ۱۵ میلی لیتر، جیوه ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، دیتیزون  $1 \times 10^{-5}$  مول بر لیتر، سولفوریک اسید ۰/۰۳ مول بر لیتر، بنزوفنون ۲٪ (حجمی/وزنی)، حجم حلال پخش کننده ۵۰۰ میکرولیتر

برای بررسی اثر حجم حلال پخش کننده بر روی استخراج جیوه، حجم های مختلفی از استونیتریل به عنوان حلال پخش کننده (۲۰۰، ۳۰۰، ۴۰۰، ۵۰۰، ۷۵۰، ۱۰۰۰، ۱۲۵۰ و ۱۵۰۰ میکرولیتر) حاوی مقدار ثابت از جاذب بنزوفنون (۱۰ میلی گرم) به محلول های نمونه تزریق گردید و سپس سایر مراحل استخراج همانند دستور کار پیگیری شد. نتایج حاصل از این بررسی در شکل ۶ ارائه شده است. همانطور که مشاهده می شود، با افزایش حجم حلال پخش کننده تا ۵۰۰ میکرولیتر سیگنال جذبی افزایش یافته است و سپس تا حجم ۱۰۰۰ میکرولیتر ثابت باقی می ماند و پس از آن اندکی کاهش می یابد. در حجم های کم، استونیتریل به خوبی نمی تواند بنزوفنون را در محلول پخش کند و محلول کاملاً ابری نمی شود و بنابراین کارایی استخراج مناسب نخواهد بود. در حجم های بالا، حلالیت کمپلکس در آب با افزایش حجم استونیتریل زیاد می شود و در نتیجه امکان استخراج کامل آن فراهم نمی گردد. بنابراین حجم ۵۰۰ میکرولیتر از استونیتریل به عنوان مقدار بهینه انتخاب شد.

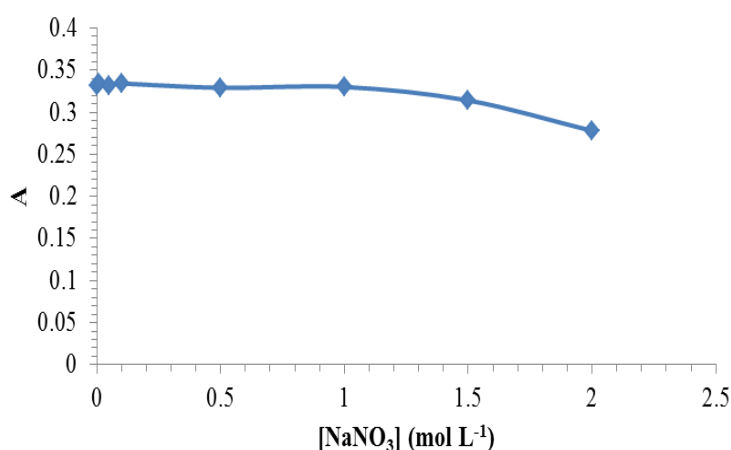


شکل ۶. اثر حجم حلال پخش کننده بر کارایی استخراج. حجم نمونه ۱۵ میلی لیتر، جیوه ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، دیتیزون  $10^{-5} \times 1$  مول بر لیتر، سولفوریک اسید ۰/۰۳ مول بر لیتر، بنزوفنون ۲٪ (حجمی/وزنی)، حلال پخش کننده استونیتریل

### ۳-۶- اثر قدرت یونی محلول

اثر افزایش نمک بر استخراج جیوه مورد بررسی قرار گرفت. برای این منظور به نمونه های آبی حاوی آنالیت مقادیر مختلف نمک نیترات سدیم (۰ تا ۲ مول بر لیتر) اضافه شد و استخراج با ثابت نگه داشتن سایر پارامترها انجام شد. نتایج بدست آمده (شکل ۷) نشان می دهد که قدرت یونی تا غلظت ۱ مول بر لیتر نمک اثر محسوسی بر روی استخراج ندارد. در غلظت های بالای نمک به علت افزایش دانسیته آب، فرآیند ته نشینی جاذب با مشکل مواجه می شود و بنابراین سیگنال جذبی

می یابد.



شکل ۷. اثر افزایش نمک بر کارایی استخراج. حجم نمونه ۱۵ میلی لیتر، جیوه ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، دیتیزون  $10^{-5} \times 1$  مول بر لیتر، اسید سولفوریک اسید ۰/۰۳ مول بر لیتر، بنزوفنون ۲٪ (حجمی/وزنی)، استونیتریل ۵۰۰ میکرولیتر

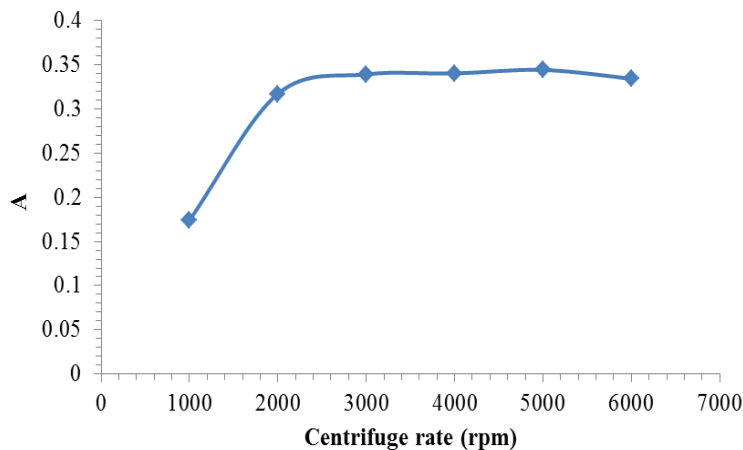
### ۳-۷- اثر زمان استخراج

طبق تعریف، زمان استخراج در استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال، به فاصله زمانی بین تزریق محلول جاذب به درون محلول نمونه تا قبل از سانتریفیوژ، گفته می شود [۱۵]. برای بررسی اثر زمان استخراج بر کارایی روش، زمان های ۱۰ ثانیه تا ۱۰ دقیقه مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از این بررسی نشان داد که زمان استخراج تأثیری در کارایی استخراج جیوه ندارد و این به دلیل تماس بالای جاذب پخش شده در محلول و در نتیجه جذب سریع کمپلکس جیوه-دیتیزون بر روی جاذب می باشد.

### ۳-۸- اثر سرعت و زمان سانتریفیوژ



در این روش به منظور تسریع در ته نشینی فاز جامد پخش شده، از سانتریفیوژ استفاده می شود. اثر سرعت سانتریفیوژ در محدوده ۶۰۰۰-۱۰۰۰ دور بر دقیقه و زمان ۱۰ دقیقه مورد بررسی قرار گرفت. همانطور که در شکل ۸ مشاهده می شود، راندمان استخراج جیوه تا ۴۰۰۰ دور بر دقیقه افزایش یافته و به ماکزیمم مقدار خود رسیده و سپس ثابت می ماند. راندمان استخراج کم در سرعت های پایین به این علت است که جدایی فازها و ته نشینی جاذب به طور کامل صورت نمی گیرد. با توجه به نتایج، سرعت ۵۰۰۰ دور بر دقیقه جهت جدایی کامل فازها به عنوان سرعت بهینه سانتریفیوژ انتخاب گردید. جهت تعیین مدت زمان بهینه انجام سانتریفیوژ، اثر مدت زمان انجام سانتریفیوژ در سرعت ثابت ۵۰۰۰ دور بر دقیقه مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان داد که، مدت زمان ۵ دقیقه جهت جدایی کامل فازها مناسب می باشد.



شکل ۸. اثر سرعت سانتریفیوژ بر کارایی استخراج. حجم نمونه ۱۵ میلی لیتر، جیوه ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، دیتیزون  $1 \times 10^{-5}$  مول بر لیتر، اسید سولفوریک اسید ۰/۰۳ مول بر لیتر، بنزوفنون ۲٪ (حجمی/وزنی)، استونیتریل ۵۰۰ میکرولیتر

### ۳-۹- اثر مزاحمت سایر یون ها

از آن جایی که در نمونه آب های طبیعی، کاتیون ها و آنیون های زیادی با غلظت های متفاوت وجود دارند و می توانند در استخراج یون های فلزی تأثیر گذار باشند و باعث ایجاد خطای منفی (و یا مثبت) در اندازه گیری شوند، بررسی اثر یون های مزاحم بسیار مهم و حساس است. در این تحقیق، استخراج جیوه از نمونه های آبی حاوی ۱۰۰ میکرو گرم بر لیتر از آن در حضور کاتیون ها و آنیون های مختلف با غلظت های معین انجام گرفت و حد مزاحمت این یون ها تعیین شد. در این بررسی یون مزاحم به یونی اطلاق می شود که باعث تغییری بیش از ۵٪ در سیگنال جذبی آنالیت شود. نتایج حاصل از این بررسی در جدول ۱ ارائه شده است. نتایج بدست آمده نشان داد که اکثر یون های بررسی شده مزاحمت قابل توجهی برای استخراج و اندازه گیری یون جیوه ندارند و فقط یون های  $\text{Cu}^{2+}$ ،  $\text{Pb}^{2+}$  و  $\text{Ag}^+$  که می توانند حتی در محیط اسیدی کمپلکس پایدار یا دیتیزون تشکیل دهند، ایجاد مزاحمت می نمایند. برای برطرف کردن مزاحمت یون های  $\text{Cu}^{2+}$  و  $\text{Pb}^{2+}$  از یون فسفات

با غلظت ۰/۰۱ مول بر لیتر و برای برطرف کردن مزاحمت یون  $Ag^+$ ، از یون تیوسیانات با غلظت ۰/۰۱ مول بر لیتر استفاده شد.

جدول ۱- حد مزاحمت برای یون های مختلف در اندازه گیری جیوه

یون	یون/جیوه (w/w)
$Cl^-$ , $SCN^-$ , $ClO_4^-$ , $CO_3^{2-}$ , $PO_4^{3-}$ , $Li^+$ , $K^+$ , $Ba^{2+}$ , $Mg^{2+}$ , $Ca^{2+}$ , $Mn^{2+}$ , $Al^{3+}$ , $Ni^{2+}$ , $Fe^{2+}$ , $Co^{2+}$	۱۰۰۰
$Fe^{3+}$ , $Ag^{+*}$ , $Pb^{2+**}$ , $Cu^{2+**}$	۵۰۰
$Cd^{2+}$ , $Zn^{2+}$	۱۰۰

\*در حضور ۰/۰۱ مول بر لیتر تیوسیانات پتاسیم

\*\*در حضور ۰/۰۱ مول بر لیتر فسفات سدیم

### ۳-۱۰- ارقام شایستگی روش

برای تعیین محدوده خطی روش و رسم منحنی کالیبراسیون، محلول هایی با غلظت های مختلف یون جیوه و به حجم ۱۵ میلی لیتر تهیه شد و سپس در شرایط بهینه مورد استخراج و اندازه گیری قرار گرفتند. بر اساس نتایج به دست آمده، نمودار کالیبراسیون اندازه گیری یون جیوه در محدوده ۵ تا ۲۵۰ میکرو گرم بر لیتر خطی بوده و از قانون بیر-لامبرت پیروی می کند. حد تشخیص از رابطه  $(3S_b/m)$  محاسبه شد که در آن  $S_b$  انحراف استاندارد شاهد و  $m$  شیب منحنی کالیبراسیون می باشد. حد تشخیص روش ۱/۵ میکرو گرم بر لیتر به دست آمد. انحراف استاندارد نسبی برای ده اندازه گیری تکراری جیوه با غلظت ۱۰۰ میکروگرم بر لیتر، ۲/۵٪ به دست آمد. پارامترهای تجزیه ای روش در جدول ۲ خلاصه شده است.

جدول ۲- پارامترهای تجزیه ای روش پیشنهادی برای اندازه گیری جیوه

پارامتر	مقدار تجزیه ای
محدوده خطی (میکرو گرم بر لیتر)	۵-۲۵۰
حد تشخیص (میکروگرم بر لیتر)	۱/۵
انحراف استاندارد نسبی (٪)	۲/۵
فاکتور تغلیظ	۱۵

### ۳-۱۱- اندازه گیری جیوه در نمونه آب های طبیعی

به منظور ارزیابی توانایی روش برای استفاده در نمونه های حقیقی با بافت های مختلف، این روش برای جداسازی، پیش تغلیظ و اندازه گیری یون جیوه از نمونه آب های مختلف شامل آب رودخانه، آب معدنی، آب دریا و آب شهر مورد استفاده قرار

گرفت. مطابق روش ذکر شده، فرایند پیش تغلیظ و استخراج از ۱۵ میلی لیتر از نمونه های آبی در سه اندازه گیری تکراری در شرایط بهینه به دست آمده، صورت گرفت. سپس با افزودن ۵۰ و ۱۰۰ میکرو گرم بر لیتر جیوه به نمونه های آبی و استخراج و اندازه گیری جیوه در آن، مقدار بازیابی جیوه تعیین شد. نتایج حاصل از کاربرد روش SADSPE برای استخراج و اندازه گیری جیوه در نمونه های حقیقی در جدول ۳ ارائه شده است. نتایج به دست آمده نشان می دهد که این روش جهت به کارگیری در نمونه های حقیقی مناسب می باشد.

جدول ۳- استخراج و اندازه گیری جیوه در نمونه های آبی

نمونه	جیوه اضافه شده (میکرو گرم بر لیتر)	جیوه اندازه گیری شده (میکرو گرم بر لیتر)	بازیابی (%)
آب شهر بهشهر	۰/۰	کمتر از حد تشخیص	-
	۵۰/۰	۵۰/۱±۱/۲*	۱۰۰/۲
	۱۰۰/۰	۹۹/۱±۲/۶	۹۹/۱
آب معدنی دماوند	۰/۰	کمتر از حد تشخیص	-
	۵۰/۰	۴۸/۹±۱/۰	۹۷/۸
	۱۰۰/۰	۹۸/۶±۲/۲	۹۸/۶
آب رودخانه تجن	۰/۰	۶/۲±۰/۲	-
	۵۰/۰	۵۷/۱±۱/۴	۱۰۱/۸
	۱۰۰/۰	۱۰۸/۴±۲/۹	۱۰۲/۲
آب دریای خزر	۰/۰	کمتر از حد تشخیص	-
	۵۰/۰	۵۲/۰±۱/۳	۱۰۴/۰
	۱۰۰/۰	۱۰۳/۵±۲/۸	۱۰۳/۵

\* انحراف استاندارد حاصل از سه اندازه گیری

#### ۴- نتیجه گیری

روش استخراج فاز جامد پخشی کمک شده با حلال (SADSPE) به طور موفقیت آمیزی برای پیش تغلیظ و اندازه گیری یون های جیوه در نمونه آب های طبیعی مورد استفاده قرار گرفت. روش اسپکتروفتومتری پیشنهادی روشی حساس و گزینش پذیر است. از مزایای دیگر این روش، می توان راحتی عملکرد، دقت و صحت خوب، زمان استخراج کوتاه و هزینه کم را نام برد. همچنین این روش جزء روش های دوستدار محیط زیست می باشد.

## ۵-منابع

- [1] H. Seiler, A. Sigel, H. Sigel, *Handbook on metals in clinical and analytical chemistry*, Marcel Decker, New York, 1994.
- [2] E. L. Kothny, *Trace elements in the environmental*, American Chemical Society, Washington DC, 1973.
- [3] J. E. Sanchez-Uria, A. Sanz-Medel, *Talanta*, **47** (1998) 509.
- [4] C. F. Harrington, *Trends Anal. Chem.*, **19** (2000) 167.
- [5] WHO, WHO guidelines for drinking water quality, 2005, WHO/SDE/WSH/05.08/10: website: <http://www.who.int/water-sanitationhealth/dwq/chemicals/mercuryfinal.pdf>.
- [6] N. Rajesh, M. S. Hari, *Spectrochim. Acta A*, **70** (2008) 1104.
- [7] N. Pourreza, H. Parham, A. R. Kiasat, K. Ghanemi, N. Abdollahi, *Talanta*, **78** (2009) 1293.
- [8] P. R. Aranda, R. A. Gil, S. Moyano, I. E. De Vito, L. D. Martinez, *Talanta*, **75** (2008) 307.
- [9] H. Shoaee, M. Roshdi, N. Khanlarzadeh, A. Beiraghi, *Spectrochim. Acta A*, **98** (2012) 70.
- [10] A. L. Bihan, J. Y. Cabon, *Talanta*, **37** (1990) 1119.
- [11] M. S. Hosseini, H. Hashemi-Moghaddam, *Anal. Sci.*, **20** (2004) 1449.
- [12] H. I. Ulusoy, R. Gurkan, S. Ulusoy, *Talanta*, **88** (2012) 516.
- [13] M. K. Rofouei, A. Sabouri, A. Ahmadalinezhad, H. Ferdowsi, *J. Hazard. Mater.*, **192** (2011) 1358.
- [14] م قزاقی، ح زوار موسوی، ح شیرخانلو، ع رشیدی، مجله علمی - پژوهشی شیمی کاربردی - ۳۴ (۱۳۹۴) ۷۳.
- [15] م رجبی، س ارغوانی بیدختی، ع اصغری، م قایدی، مجله علمی - پژوهشی شیمی کاربردی - ۳۰ (۱۳۹۳) ۱۰۳.
- [16] J. S. Fritz, M. Macka, *J. Chromatogr. A*, **902** (2000) 137.
- [۱۷] M. R. Jamali, A. Firouzjah, R. Rahnema, *Talanta*, **116** (2013) 454.
- [۱۸] N. Rajesh, G. Gurulakshmanan, *Spectrochim. Acta A*, **69** (2008) 391.