

پیش‌تغلیظ و تعیین آلومینیوم، روی، مس و منگنز در نمونه‌های آبی با استفاده از استخراج نقطه ابری و روش‌های کمومتریکس

صدیقه عبادی، الهام باهر*⁺، پونه ابراهیمی

گروه شیمی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه گلستان، گرگان، ایران

چکیده: روش استخراج نقطه ابری، بر پایه جداسازی در محیط مایسلی است که از آن برای پیش‌تغلیظ آلومینیوم، روی، مس و منگنز پیش از اندازه‌گیری با روش UV/Vis استفاده شد. در این روش، استخراج فلزها پس از کمپلکس شدن با لیگاند آن - بنزوییل - ان فنیل هیدروکسیل آمین، توسط دو سورفکتانت تریتون ایکس - ۱۰۰ و سدیم دودسیل سولفات صورت گرفت. هر فلز به طور جداگانه در محیط مایسلی استخراج شد. اثر سه متغیر یعنی غلظت سورفکتانت تریتون ایکس - ۱۰۰ و سدیم دودسیل سولفات (SDS) و قدرت یونی محیط بر راندمان استخراج، با استفاده از روش طرح آزمایشی باکس بنکن بررسی و پس از جستجوی نقطه به نقطه، شرایط بهینه مشخص شد. در شرایط بهینه، حد تشخیص برای آلومینیوم، منگنز، روی و مس به ترتیب ۳/۶۴، ۳/۰۸، ۲/۶۷ و ۲/۲۲ میکروگرم بر لیتر و انحراف استاندارد نسبی روش، برای شش بار اندازه‌گیری برای غلظت ۳۰۰ میکروگرم بر لیتر از روی و مس به ترتیب ۳/۰۲ و ۳/۱۲ درصد و برای ۵۰۰ میکروگرم بر لیتر از نمونه آلومینیوم و منگنز ۳/۳۹ و ۴/۰۰ درصد بود. فاکتور پیش‌تغلیظ برای یون‌های آلومینیوم، منگنز، روی و مس به ترتیب ۳/۶، ۴/۳، ۴/۵ و ۵/۰ بود. سپس در شرایط بهینه اندازه‌گیری این فلزها در دو نمونه حقیقی آب با موفقیت به کار گرفته شد.

واژه‌های کلیدی: استخراج نقطه ابری؛ طرح آزمایشی باکس بنکن؛ تریتون ایکس - ۱۰۰؛ سدیم دودسیل سولفات؛ لیگاند آن - بنزوییل - ان فنیل هیدروکسیل آمین.

KEYWORDS: Cloud point extraction; Box-Behnken experimental design; Triton X-100; Sodium dodecyl sulphate; N-benzoyl-N-phenyl hydroxyl amine ligand.

مقدمه

پارکینسون و آلزایمر می‌شود و ارتباط احتمالی بین میزان بالای آن در بافت و مسئله‌هایی چون پوکی استخوان و بیماری تخریب عصبی وجود دارد. در نتیجه نیاز مبرم به اندازه‌گیری‌های حساس آلومینیوم در نمونه‌های گوناگون از جنبه سلامتی وجود دارد [۳]. منگنز برای عملکرد درست چندین آنزیم لازم است و یک عنصر میکرومغذی برای عملکرد مغز، سامانه عصبی و استخوان است. جذب زیاد منگنز سبب سردرد، رفتارهای جنون آمیز می‌شود. غلظت آن در آب‌های تازه

روی، عنصری ضروری برای رشد انواع میکروارگانیسم‌ها شامل گیاهان و جانوران است و نقش اساسی در سامانه ایمنی بازی می‌کند. غلظت روی در آب‌های طبیعی غیر آلوده پایین است و حساسیت فناوری تجزیه‌ای برای اندازه‌گیری آن کافی نیست [۱]. آلومینیوم در مقادیر کمی در آب آشامیدنی یافت می‌شود و مقدار مجاز آن در آب کم‌تر از ۲۰۰ میکروگرم بر لیتر گزارش شده است [۲]. مقادیر بالای آلومینیوم در خون، باعث بیماری‌هایی مانند

*E-mail: e.baher@gu.ac.ir

*عهده دار مکاتبات

تریتون ایکس - ۱۱۴ با استفاده از روش اسپکترومتری جذب اتمی شعله‌ای [۱۳] و نیز توسط لیگاند ۲ - [۲] - (۶ - متیل - بنزوتیازولیل آزو) - [۴] - برومو فنل و ماده فعال سطحی تریتون ایکس - ۱۱۴ [۱۴] مطالعه شده است. شکراللهی و همکاران، استخراج نقطه ابری روی را با روش اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای در نتیجه کمپلکس شدن آن با ۴ - (۲ - پیریدیلازو - رزورسینول) در محیط مایسلی دارای ماده فعال سطحی تریتون ایکس - ۱۱۴ مطالعه کرده‌اند [۱]. استخراج نقطه ابری آلومینیوم با ۱ - فنیل - ۳ - متیل - ۴ - بنزوییل - ۵ - پیرازولون در محیط مایسلی تریتون ایکس - ۱۰۰ [۱۵] و نیز با همین ماده فعال سطحی و لیگاند مورین و روش فلوریمتری [۳] گزارش شده است.

در این مطالعه، پیش‌تغلیظ و جداسازی چهار یون مس، منگنز، آلومینیوم و روی از محیط آبی به‌طور جداگانه با روش استخراج نقطه ابری توسط مخلوط مایسل تریتون ایکس - ۱۰۰ و سدیم دو دسیل سولفات (SDS) بر اساس طرح آزمایشی باکس بنکن با روش اسپکتروفتومتری فرابنفش - مرئی بررسی شده است. برای این منظور اثر سه متغیر شامل غلظت دو سورفاکتانت و قدرت یونی محیط بر راندمان استخراج بر اساس طرح آزمایشی، مطالعه شد. سپس، به منظور بررسی چگونگی اثر متغیرها بر روی پاسخ، مدل‌های MLR مربوطه توسعه و شرایط بهینه استخراج با استفاده از روش جستجوی شبکه ای تعیین شد. پس از بررسی و تعیین شرایط بهینه روش مورد نظر برای اندازه‌گیری این عناصر در نمونه‌های آب به عنوان یک نمونه حقیقی مورد ارزیابی قرار گرفت.

بخش تجربی

مواد و تجهیزات

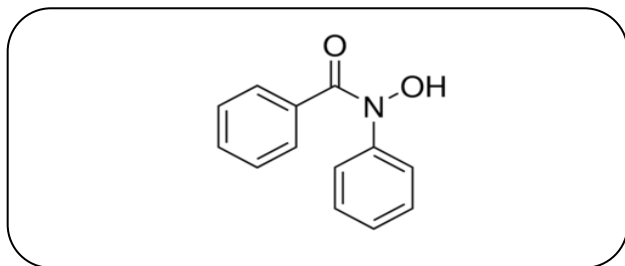
اندازه‌گیری جذب توسط دستگاه اسپکترومتر فرابنفش - مرئی (PG Instrument, UK) انجام شد. برای دستیابی به نقطه ابری محلول مایسل از حمام بخار مدل Schutzart کشور آلمان استفاده شد. ترازوی دیجیتالی مورد استفاده با دقت یک ده هزارم (سارتوریوس، آلمان) و برای تنظیم pH نیز از pH متر مدل رادلر ساخت کشور ایران استفاده شد. محلول ذخیره ای یون های فلزی با غلظت ۱۰۰۰ میکروگرم برلیتر با حل کردن مقدار مناسبی از نمک نترات هر یک از آنها (Merck, Germany) در آب مقطر تهیه و سپس محلول های استاندارد روزانه از رقیق سازی آنها توسط آب مقطر تهیه شد. سورفاکتانت تریتون ایکس - ۱۰۰ و SDS از شرکت Chem Lab (بلژیک) خریداری شد و برای استفاده در فرایند استخراج، با غلظت مشخصی بر طبق جدول طرح آزمایشی در آب

۲۰۰-۱ میکروگرم برلیتر و مقدار مجاز آن در آب های آشامیدنی بین ۱۰۰-۵۰ میکروگرم برلیتر می‌باشد (WHO ۲۰۰۳). بنابراین اندازه‌گیری آن نیازمند روش با حد تشخیص پایین است [۴].

مس در انسان برای تولید هموگلوبین نیاز است و عنصری مهم در صنعت و سامانه‌های زیستی می‌باشد. این عنصر برای گیاهان و جانوران ضروری و مغذی است و در خون جانوران به عنوان یک کوفاکتور در آنزیم‌های گوناگون یافت می‌شود. مقدار مورد نیاز این عنصر برای انجام متابولیسم طبیعی بسیاری از موجودهای زنده، در حد ۴۰ نانوگرم بر میلی‌لیتر می‌باشد و در غلظت های بیش از یک میلی‌گرم بر لیتر برای گیاهان آبی و برخی ماهیان سمی است [۵، ۶]. بنابراین، توسعه روش‌های جدید برای جداسازی انتخابی و اندازه‌گیری هر یک از این عناصر، در سطح‌های زیر میکرو در نمونه‌های گوناگون صنعتی، دارویی و زیست محیطی دارای اهمیت فراوان است [۷].

روش استخراج نقطه ابری در شیمی تجزیه به‌طور گسترده برای جداسازی و پیش‌تغلیظ یون های فلزی در فرم کمپلکس‌های آب‌گریز و ترکیب‌های آلی در محیط های گوناگون [۸] و حتی جداسازی پروتئین‌ها [۹] به کار برده شده است که در آن از سامانه‌های مایسلی در فرایند استخراج استفاده شده و در سال‌های اخیر جایگزین مناسبی برای سامانه‌های استخراج معمول می‌باشد. استفاده از این روش فایده ای مانند حجم کم سورفاکتانت، اجازه طراحی سامانه‌های استخراجی کم‌هزینه، ساده با سرعت بالا، ایمن، کارآمد، با فاکتور پیش‌تغلیظ بالا و راندمان استخراج مناسب برای تغلیظ انواع گوناگونی از آنالیت‌ها و عدم نیاز به حلال های آلی سمی را داراست [۱۰]. کاربرد این فناوری در مورد اندازه گیری کاتیون‌های فلزی شامل ایجاد کیلیت‌های نامحلول یا کم‌محلول در آب است که این کیلیت‌ها، به همراه فلز در حجم کم فاز غنی از ماده فعال سطحی پیش‌تغلیظ می‌شوند [۳].

نورای و همکاران در سال ۲۰۰۸ میلادی، برای اندازه‌گیری و پیش‌تغلیظ فلز مس با استفاده از استخراج نقطه ابری، از لیگاند (۲و۱ - دی هیدروکسی هیدروکینون سولفونیک اسید و سورفاکتانت تریتون ایکس - ۱۰۰ با استفاده از روش اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای استفاده کردند [۱۱]. در مطالعه ای دیگر، برای تعیین مس از لیگاند ۴- آمینو - ۲،۳ - دی متیل - ۱ - فنیل - ۳ - پیرازولین - ۵ - یک و نیز لیگاند آن - بنزوییل - آن - فنیل هیدروکسیل آمین در محیط مایسلی تریتون ایکس - ۱۱۴ استفاده شد [۱۲]. استخراج نقطه ابری منگنز نیز توسط لیگاند ۸ - هیدروکسی کینولین با ماده فعال سطحی



شکل ۱- ساختمان لیگاند ان - بنزوئیل - ان - فنیل هیدروکسیل آمین.

سپس فاز گرانو جدا شده و پس از رقیق‌سازی با متانول دارای نیتریک اسید ۰/۱ مولار تا حجم کل ۴ میلی لیتر توسط دستگاه UV/Vis اسکن و جذب در طول موج بیشینه مربوطه ثبت شد. شایان ذکر است که محلول شاهد نیز طبق روش بالا، بدون حضور فلز تهیه شد.

نتیجه‌ها و بحث

در این مطالعه، استخراج ۴ یون فلزی مس، منگنز، آلومینیوم و روی به‌طور جداگانه از طریق کمپلکس شدن با لیگاند ان - بنزوئیل - ان - فنیل هیدروکسیل آمین در محیط مایسل مخلوط شامل دو سورفاکتانت تریتون ایکس-۱۰۰ و SDS با قدرت یونی معین انجام‌گرفت. شکل ۱ ساختار لیگاند مورد استفاده را نشان می‌دهد.

طرح آزمایشی باکس بنکن، یکی از رایج‌ترین طراحی‌های رویه پاسخ است و به‌طور معمول برای مطالعه اثرهای مربوط به برهم کنش‌های بین فاکتوری و همچنین توان دوم فاکتورها استفاده می‌شود [۱۶]. از این طرح آزمایشی برای توسعه مدل MLR و به دست آوردن شرایط بهینه استخراج هر یون فلزی استفاده شد. در این طرح، سه متغیر آزمایشی یعنی غلظت سورفاکتانت تریتون ایکس - ۱۰۰ (X_1)، غلظت SDS (X_2) و قدرت یونی محیط (X_3) در سه سطح و سه بار تکرار در نقطه مرکزی در نظر گرفته شدند. سطح‌های متغیرها در این طرح به صورت +۱، ۰، -۱ کدگذاری شدند که به ترتیب بیانگر بالاترین، حد وسط و پایین‌ترین مقدارهای در نظر گرفته شده برای هر متغیر است. حد بالا و پایین متغیرها بر اساس یک سری آزمایش‌های مقدماتی و نیز مرور مطالعه‌های سایر پژوهشگران به دست آمد. در جدول ۱ نام متغیرهای تجربی مطالعه شده و مقدارهای آن‌ها بیان شده است.

نتیجه‌های آزمایش‌های مقدماتی در مورد غلظت تریتون ایکس - ۱۰۰ نشان داد که کاهش غلظت این ماده فعال سطحی در زیر ۰/۵ درصد سبب کاهش بازیابی و راندمان استخراج کمپلکس یون‌های فلزی می‌شود.

مقطر تهیه شدند. لیگاند ان - بنزوئیل - ان - فنیل هیدروکسیل آمین خریداری شده از شرکت Merck نیز در غلظت مناسب در حلال متانول حل شد. برای تنظیم قدرت یونی محیط از محلول بافر استات (شرکت Chem Lab، بلژیک) در غلظت‌های گوناگون بر اساس طرح آزمایشی مربوطه توسط سدیم استات و استیک اسید تهیه شد. همچنین، برای رقیق کردن فاز غنی از ماده فعال سطحی، از متانول دارای نیتریک اسید ۰/۱ مولار استفاده شد.

آماده سازی نمونه حقیقی

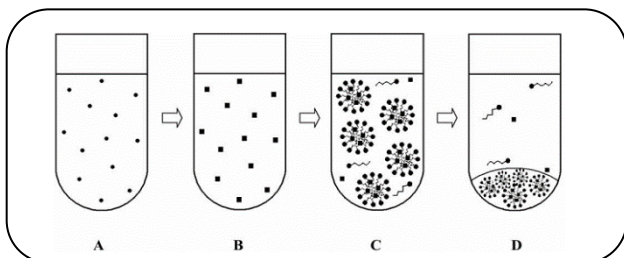
از نتیجه‌های به دست آمده از شرایط بهینه، برای اندازه‌گیری یون‌های چهار فلز آلومینیوم، مس، روی و منگنز در دو نمونه حقیقی یعنی آب رودخانه قره سو شهرستان بندرترکمن و یک نوع آب پساب صنعتی به دست آمده از نیروگاه نکا به کار برده شد. به ۴۰۰ میلی لیتر از این آب‌ها پس از صاف شدن توسط صافی‌هایی با قطر منافذ ۰/۴۵ میکرومتر، ۴ میلی لیتر نیتریک اسید ۳۷ درصد و یک میلی لیتر هیدروژن پراکسید ۳۵ درصد برای حذف گونه‌های آلی افزوده شد. سپس محلول بالا گرما داده شد تا حجم کل آن به ۲۰ میلی لیتر برسد. محلول به دست آمده در ظروف شیشه‌ای تاریک در یخچال تا پیش از آنالیز نگهداری شد.

روش کار

برای هر یون به‌طور جداگانه، ۱۷ استخراج بر طبق طرح آزمایشی باکس بنکن انجام شد. برای استخراج در نقطه ابری مایسل مخلوط، نخست در لوله‌های فالکون ۱۵ میلی لیتری، محلولی شامل یون موردنظر به غلظت ۴۰۰ میکروگرم بر لیتر، لیگاند ان - بنزوئیل - ان - فنیل هیدروکسیل آمین با غلظت ۲/۰ میلی مولار، سدیم کلرید ۱۰ درصد، سورفاکتانت تریتون ایکس - ۱۰۰ در بازه‌ی ۳/۰-۵/۵ درصد حجمی - حجمی، ماده فعال سطحی SDS در بازه‌ی ۰/۷-۱/۰ میلی مولار و بافر استات با قدرت یونی در بازه‌ی ۱-۰/۱ مولار افزوده شد و سپس pH در حدود ۶/۰ تنظیم شد. لوله‌ها به مدت پنج دقیقه، روی شیکر قرار گرفتند. و سپس در حمام آب در دمای ۴۳°C به مدت ۱۵ دقیقه ثابت نگاه داشته شدند تا حالت ابری پیدا نمودند. در این لحظه، دوفاز یکی غنی از ماده فعال سطحی و دیگری فاز آبی با غلظت کم سورفاکتانت تشکیل شد. جدایی فاز با سانتریفوژ کردن به مدت ۱ دقیقه در سرعت ۳۵۰۰ دور در دقیقه اتفاق افتاد و برای ویسکوز شدن فاز غنی از سورفاکتانت، لوله‌آزمایش در حمام یخ دارای نمک به مدت ۳ دقیقه قرار داده شد.

جدول ۱- متغیرهای مطالعه شده و مقادیرهای مورد استفاده در طرح آزمایشی باکس بنکن.

نام متغیر	علامت اختصاری متغیر	سطوح کدگذاری شده		
		-۱	۰	+۱
غلظت تریتون ایکس-۱۰۰ (v/v%)	X ₁	۰/۵	۱/۷۵	۳
غلظت SDS (میلی مولار)	X ₂	۰/۱	۰/۴	۰/۷
قدرت یونی (مولار)	X ₃	۰/۱	۰/۵۵	۱



شکل ۲- پیش تغلیظ کمپلکس یون فلز در یک فرایند استخراج نقطه ابری. (A) محلول اولیه یون فلز در غلظت کم، (B) کمپلکس فلز که با افزایش لیگاند به محلول حاصل شده است، (C) افزایش ماده فعال سطحی به محلول و نفوذ کبلیت فلزی به داخل مایسل، (D) جدا شدن فاز مایسلی پس از گرما در نقطه ابری شدن و جداسازی پس از سانتریفوژ.

پس از به دست آوردن نتیجه‌های جذب در طول موج ۲۹۶ نانومتر، بهترین معادله‌های MLR مربوطه برای هر کمپلکس فلزی به‌طور جداگانه توسط نرم افزار آماری SPSS توسعه داده شد. مقدارهای جذب مربوط به هر کمپلکس فلزی به عنوان متغیر وابسته و هر یک از متغیرهای X₁، X₂، X₃ که در جدول ۱ معرفی شده اند، متغیر مستقل می‌باشند. نتیجه‌ها نشان دادند که معادله‌های به دست آمده، همگی از مرتبه دوم بودند. جدول ۳ معادله‌ها مربوط به هر فلز را با آماره‌های مربوطه نشان می‌دهد.

در نرم افزار آماری SPSS از بین مدل‌های پیشنهادی، مدلی به عنوان بهترین مدل انتخاب می‌شود که دارای ضریب همبستگی (R² و R²_{adj}) و آماره نسبت فیشر بالا (F) بالا و خطای استاندارد تخمین پایینی باشد. همان‌گونه که دیده می‌شود برای هر چهار مدل مقدارهای ضریب همبستگی بالاتر از ۰/۹ و خطای استاندارد تخمین نیز زیر ۰/۱ به دست آمده که بیانگر کیفیت خوب و موفقیت مدل به دست آمده در پیش بینی شرایط آزمایشی، در گستره سطح‌های انتخاب شده برای هر متغیر می‌باشد.

$$R^2 = 1 - SS_{Reg}/SST$$

$$R^2 - adj = 1 - MS_{Reg}/MS_T$$

$$MS = SS/D.F$$

همچنین افزایش غلظت این ماده فعال سطحی در بالای ۳ درصد نیز منجر به کاهش بازایی کمپلکس تشکیل شده می‌شود. دلیل این امر، افزایش چشمگیر در حجم فاز غنی از ماده فعال سطحی و نیز افزایش گرانی این فاز می‌باشد [۱۰] که سبب کاهش حساسیت به هنگام اندازه گیری جذب در UV می‌شود. بنابراین گستره غلظت این متغیر در مطالعه بهینه سازی فرایند استخراج بین این دو حد در نظر گرفته شد.

وجود مقدارهای بسیار کم از سورفاکتانت آنیونی SDS در زیر غلظت بحرانی آن، در مخلوط با تجمع‌های مایسلی غیر یونی تریتون ایکس - ۱۰۰ می‌تواند سبب بهبود در راندمان استخراج کمپلکس‌های تشکیل شده شود، اما به دلیل افزایش بار سطحی مایسل منجر به ایجاد دافعه بین آن‌ها می‌شوند. بدین ترتیب، دمای نقطه ابری مایسل را افزایش داده و از ابری شدن آن‌ها در دمای پایین تر جلوگیری می‌کند [۱۷]. برای اصلاح این امر، لازم است قدرت یونی محیط نیز تغییر و تنظیم شود. در مطالعه حاضر، دمای نقطه ابری تریتون ایکس - ۱۰۰ حدود ۶۵°C بود که بسته به غلظت SDS افزوده شده، به علت افزایش در ویژگی‌های هیدروفیلی فاز مایسلی که ناشی از افزایش بار سطحی آن است، می‌تواند بین ۲۵ تا ۷۵ درجه سلسیوس افزایش یابد. دمای نقطه ابری محلول پس از افزایش سدیم کلرید ۱۰ درصد و تنظیم قدرت یونی بیش تر توسط بافر استات به حدود ۴۰°C رسید. شکل ۲ مکانیسم استخراج نقطه ابری مایسل را برای یک کمپلکس فلزی نشان می‌دهد.

در طرح آزمایشی باکس بنکن تعداد آزمایش‌های لازم برای سه متغیر ۱۷ می‌باشد که در جدول ۲، آزمایش‌های مربوطه ارائه شده است. به منظور به کمینه کردن اثر متغیرهای کنترل نشده، همه آزمایش‌ها به صورت تصادفی انجام شدند. پس از انجام رویش طول موج در ناحیه UV و ثبت طول موج بیشینه برای هر شرایط آزمایشی، نتیجه‌های به دست آمده از جذب کمپلکس‌های هر فلز برای هر آزمایش در λ_{max} مربوطه خوانده شد و در جدول ۲ آورده است.

جدول ۲- آزمایش‌های به دست آمده از طرح باکس بنکن و نتیجه‌های به دست آمده از جذب کمپلکس‌های فلزی در λ_{max} مربوطه (۲۹۶ nm).

شماره آزمایش	تریتون ایکس-۱۰۰	SDS	قدرت یونی	جذب کمپلکس مس	جذب کمپلکس آلومینیوم	جذب کمپلکس منگنز	جذب کمپلکس روی
۱	+	+	+	-/۸۲۹	-/۰۳۷	۰/۱۶۲	۰/۱۹۳
۲	+	+	-	-/۵۴۴	-/۰۲۱	۰/۲۳۳	۰/۱۴۰
۳	+	-	+	-/۳۵۳	-/۳۱۱	۰/۰۴۰	۰/۰۱۴
۴	-	+	+	-/۶۶۰	-/۰۵۲	۰/۰۱۴	۰/۵۴۴
۵	+	-	-	-/۹۵۹	-/۱۷۴	۰/۰۵۲	۰/۰۱۱
۶	-	-	+	-/۲۷۹	-/۰۳۹	۰/۴۳۷	۰/۶۵۸
۷	-	+	-	-/۰۸۵	۰/۵۷۶	۰/۰۵۶	۰/۲۳۹
۸	-	-	-	-/۳۱۱	-/۱۵۲	۰/۶۲۴	۰/۱۰۱
۹	+	.	.	-/۳۵۸	-/۱۹۳	۰/۳۷۶	۰/۳۷۸
۱۰	.	+	.	-/۰۶۰	-/۳۰۴	۰/۲۶۷	۰/۴۹۶
۱۱	.	.	+	-/۹۵۴	-/۲۲۵	۰/۴۲۵	۰/۵۷۵
۱۲	-	.	.	-/۱۹۳	-/۱۶۴	۰/۵۷۶	۰/۸۲۹
۱۳	.	-	.	-/۰۵۲	-/۳۰۰	۰/۲۳۳	۰/۲۲۹
۱۴	.	.	-	-/۹۷۰	-/۰۲۳	۰/۵۴۴	۰/۴۱۰
۱۵	.	.	.	-/۵۲۰	-/۳۱۳	۰/۴۵۴	۰/۶۰۰
۱۶	.	.	.	-/۵۲۱	-/۳۱۰	۰/۴۵۹	۰/۶۰۴
۱۷	.	.	.	-/۵۲۴	-/۳۱۵	۰/۴۵۴	۰/۶۰۷

در معادله‌های مربوط به مس و آلومینیوم دیده نمی‌شود، اما به صورت برهمکنش با غلظت تریتون ایکس - ۱۰۰ و قدرت یونی در معادله آلومینیوم و به صورت توان دوم و برهمکنش با قدرت یونی در معادله مس ظاهر شده است. درحالی که این متغیر به صورت اثر اصلی، برهمکنش مرتبه اول و حتی به صورت توان دوم بر فرایند استخراج منگنز و روی تأثیر دارد. همچنین، همان‌گونه که در مورد متغیر قدرت یونی دیده می‌شود، می‌توان گفت که این متغیر نه تنها به صورت اثر اصلی (مرتبه اول)، بلکه به صورت برهمکنش با دو متغیر دیگر و نیز توان دوم بر روی پاسخ یون‌ها (به جز در مورد مس که تنها اثر برهمکنش با سایر متغیرها و توان دوم دیده می‌شود) مؤثر است.

بدین ترتیب، می‌توان با توجه به چگونگی اثر متغیرها بر روی راندمان استخراج لزوم استفاده از روش‌های کمومتریکس را برای

(SSReg: مجموع مربع‌های خطای رگرسیون، SST: مجموع مربع‌های خطای کل و D.F: درجه‌های آزادی)

در معادله رگرسیون خطی به دست آمده، قدر مطلق ضریب‌ها، میزان تأثیر متغیرهای موجود در مدل را روی پاسخ نشان می‌دهد. ضریب‌های مثبت نشان می‌دهد که افزایش مقدار آن جمله، بر پاسخ تأثیر مستقیم دارد و ضریب‌های منفی مشخص می‌کند که افزایش جمله مورد نظر بر پاسخ تأثیر وارون دارد. با نگاه کلی به هر چهار مدل می‌توان گفت؛ افزایش غلظت تریتون ایکس - ۱۰۰ باعث کاهش راندمان استخراج یون‌های آلومینیوم، منگنز و روی می‌شود، در حالی که در مس اثر معکوس داشته و باعث افزایش راندمان استخراج می‌شود. مقدار اثر غلظت تریتون ایکس - ۱۰۰ بر یون‌های منگنز و مس بیش‌تر از آلومینیوم و روی می‌باشد. همان‌گونه که نتیجه‌های مدل MLR نشان می‌دهد، اثر اصلی متغیر غلظت SDS

جدول ۳ - مدل‌های MLR به دست آمده برای کاتیون‌های فلزی با استفاده از داده‌های جدول ۲.

یون	معادله برازش	خطای استاندارد تخمین	R^2_{adj} ^a	R^2 ^b	F^c
Al	$Y = 0/303 - 0/025 X_1 - 0/056 X_3 - 0/0108 X_1 X_2 + 0/099 X_1 X_3 - 0/066 X_2 X_3 - 0/111 X_1^2 - 0/026 X_3^2$	۰/۰۴۲۰	۰/۹۱۱	۰/۹۵۰	۲۴
Zn	$Y = 0/605 - 0/166 X_1 + 0/057 X_2 + 0/111 X_3 + 0/039 X_1 X_2 - 0/104 X_1 X_3 - 0/029 X_2 X_3 - 0/247 X_2^2 - 0/117 X_3^2$	۰/۰۶۹۸	۰/۹۲۳	۰/۹۶۲	۲۵
Mn	$Y = 0/470 - 0/084 X_1 - 0/065 X_2 - 0/043 X_3 + 0/162 X_1 X_2 - 0/258 X_2^2$	۰/۰۵۳۸	۰/۹۲۸	۰/۹۵۱	۴۲
Cu	$Y = 0/454 + 0/151 X_1 - 0/108 X_1 X_3 + 0/187 X_2 X_3 - 0/147 X_1^2 - 0/366 X_2^2 + 0/540 X_3^2$	۰/۰۷۹۵	۰/۹۴۱	۰/۹۶۴	۴۴

(a) ضریب همبستگی تنظیم شده (adjusted R-squared) همان ضریب همبستگی اصلاح شده است که برای تعدادی از توصیف کننده‌ها در مدل تنظیم می‌شود. اگر ورود متغیر جدید در مدل به صورت شانس سبب بهبود کیفیت مدل نشوند، مقدار آن افزایش می‌یابد. (b) ضریب همبستگی. (c) آماره نسبت فیش

جدول ۴ - شرایط بهینه سه متغیر تجربی برای استخراج چهار فلز آلومینیوم، مس، منگنز و روی.

قدرت یونی (مولار)		غلظت تریتون ایکس-۱۰۰ (درصد حجمی-حجمی)	غلظت SDS (میلی مولار)
Al	۰/۱	۰/۵	۰/۷
Zn	۰/۷	۰/۵	۰/۵
Mn	۰/۴	۰/۵	۰/۲
Cu	۰/۱	۳	۰/۲

در شرایط بهینه برای هر فلز، میزان جذب سه فلز دیگر نیز بررسی شد که دوباره توافق خوبی بین نتیجه‌های تجربی و پیش بینی شده دیده شد که این امر بیانگر کارآمدی و توانایی بالای پیش بینی مدل‌های به دست آمده می‌باشد. این نتیجه‌ها در جدول ۵ تا ۷ ارائه شده است. شرایط آزمایش برای جدول ۵: ۱۵ میلی لیتر محلول دارای: غلظت فلزهای ۴۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر، لیگاند BPA با غلظت ۲/۰ میلی مولار، TritonX-100 با غلظت ۰/۵ درصد حجمی - حجمی، SDS با غلظت ۰/۷ میلی مولار، قدرت یونی ۰/۱ مولار، NaCl ده درصد، مدت زمان سانتریفیوژ یک دقیقه با دور ۳۵۰۰ دور در دقیقه. شرایط آزمایش برای جدول ۶: ۱۵ میلی لیتر محلول دارای: غلظت فلزهای ۴۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر، لیگاند BPA با غلظت ۲/۰ میلی مولار، TritonX-100 با غلظت ۳/۰ درصد حجمی - حجمی، SDS با غلظت ۰/۲ میلی مولار، قدرت یونی ۰/۱ مولار، NaCl ده درصد، مدت زمان سانتریفیوژ یک دقیقه با دور ۳۵۰۰ دور در دقیقه. شرایط آزمایش برای جدول ۷: ۱۵ میلی لیتر محلول دارای: غلظت فلزهای ۴۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر، لیگاند BPA با غلظت ۲/۰ میلی مولار، TritonX-100 با غلظت ۰/۵ درصد حجمی - حجمی،

بهینه سازی شرایط استخراج این کاتیون‌ها درک کرد. همچنین از متفاوت بودن چگونگی اثر متغیرها بر روی پاسخ هر کاتیون، می‌توان در اختصاصی کردن جداسازی این یون‌های فلزی با توجه به تنظیم شرایط تجربی استفاده کرد. به منظور تعیین شرایط بهینه از روش جستجوی شبکه‌ای (توسط نرم‌افزار اکسل) درون سطوح انتخاب شده و در سایر نقطه‌هایی که در مدل سازی وارد نشده بودند، استفاده شد. بر این اساس ۵۳۹ شرایط آزمایشی دیگر درون سطوح انتخاب شده توسط مدل‌های موردنظر مورد پیش بینی قرار گرفتند. شرایط بهینه شرایطی در نظر گرفته شد که در آن بالاترین راندمان استخراج برای هر کاتیون پیش بینی شد. شایان ذکر است که راندمان استخراج با میزان جذب کمپلکس ارتباط مستقیم دارد. جدول ۴ شرایط بهینه پیش بینی شده را برای هر سه متغیر نشان می‌دهد. شایان ذکر است که در انتخاب بهترین شرایط (در جدول جستجوی شبکه‌ای)، نقاطی مدنظر قرار گرفتند که در آن میزان جذب برای سه فلز دیگر کم‌تر باشد. آزمایش به‌طور تجربی در نقطه‌های بهینه پیش بینی شده برای هر فلز انجام شدند که در آن توافق خوبی بین مقدارهای تجربی و پیش بینی شده دیده شد. همچنین،

جدول ۵ - نتیجه‌های مقادارهای جذب تجربی و پیش بینی شده توسط مدل برای آلومینیوم و سه فلز دیگر در شرایط بهینه استخراج آلومینیوم.

جذب مس در نقطه بهینه آلومینیوم		جذب روی در نقطه بهینه آلومینیوم		جذب منگنز در نقطه بهینه آلومینیوم		جذب آلومینیوم در نقطه بهینه	
پیش بینی شده	تجربی	پیش بینی شده	تجربی	پیش بینی شده	تجربی	پیش بینی شده	تجربی
۰/۱۲۲	۰/۱۲۷	۰/۲۳۸	۰/۲۴۰	۰/۲۲	۰/۲۳	۰/۴۶۵	۰/۴۵۹

شرایط آزمایش: ۱۵ میلی‌لیتر محلول حاوی: غلظت فلزات ۴۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر، لیگاند BPA با غلظت ۲/۰ میلی‌مولار، TritonX-100 با غلظت ۰/۵ درصد حجمی-حجمی، SDS با غلظت ۰/۷ میلی‌مولار، قدرت یونی ۰/۱ مولار، NaCl ده درصد، مدت زمان سانتریفوژ یک دقیقه با دور ۳۵۰۰ دور در دقیقه

جدول ۶ - نتیجه‌های مقادارهای جذب تجربی و پیش بینی شده توسط مدل برای مس و سه فلز دیگر در شرایط بهینه استخراج مس.

جذب مس در نقطه بهینه مس		جذب روی در نقطه بهینه مس		جذب منگنز در نقطه بهینه مس		جذب مس در نقطه بهینه	
پیش بینی شده	تجربی	پیش بینی شده	تجربی	پیش بینی شده	تجربی	پیش بینی شده	تجربی
۰/۱۷۴	۰/۱۶۶	۰/۱۲۳	۰/۱۲۶	۰/۲۴۹	۰/۲۲۷	۱/۱۲۵	۰/۹۵۸

شرایط آزمایش: ۱۵ میلی‌لیتر محلول حاوی: غلظت فلزات ۴۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر، لیگاند BPA با غلظت ۲/۰ میلی‌مولار، TritonX-100 با غلظت ۳/۰ درصد حجمی-حجمی، SDS با غلظت ۰/۲ میلی‌مولار، قدرت یونی ۰/۱ مولار، NaCl ده درصد، مدت زمان سانتریفوژ یک دقیقه با دور ۳۵۰۰ دور در دقیقه

جدول ۷ - نتیجه‌های مقادارهای جذب تجربی و پیش بینی شده توسط مدل برای منگنز و سه فلز دیگر در شرایط بهینه استخراج منگنز.

جذب مس در نقاط بهینه منگنز		جذب روی در نقاط بهینه منگنز		جذب آلومینیوم در نقاط بهینه منگنز		جذب منگنز در نقاط بهینه	
محاسباتی	تجربی	محاسباتی	تجربی	محاسباتی	تجربی	محاسباتی	تجربی
۰/۰۵۶	۰/۰۵۹	۰/۵۱۶	۰/۵۲۵	۰/۱۶۶	۰/۱۶۰	۰/۶۰۴	۰/۶۲۴

شرایط آزمایش: ۱۵ میلی‌لیتر محلول حاوی: غلظت فلزات ۴۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر، لیگاند BPA با غلظت ۲/۰ میلی‌مولار، TritonX-100 با غلظت ۰/۵ درصد حجمی-حجمی، SDS با غلظت ۰/۲ میلی‌مولار، قدرت یونی ۰/۴ مولار، NaCl ده درصد، مدت زمان سانتریفوژ یک دقیقه با دور ۳۵۰۰ دور در دقیقه

نتیجه‌های همانندی در استخراج فلز روی و اثر مزاحمت‌های سه کاتیون دیگر به دست آمد. داده‌های جدول ۸ نشان می‌دهند که دو فلز مس و آلومینیوم دارای کم‌ترین مزاحمت در استخراج روی بوده در حالی که منگنز می‌تواند مزاحمتی در حد ۵۰ درصد داشته باشد.

ارقام شایستگی

به منظور بررسی دقت روش، در شرایط بهینه، محلول با غلظت ۵۰۰ میکروگرم بر لیتر از یون آلومینیوم و منگنز و ۳۰۰ میکروگرم بر لیتر از روی و مس بر طبق روش، آنالیز شد. در نهایت برای محاسبه تکرار پذیری روش، انحراف استاندارد نسبی اندازه‌گیری شد. فاکتور پیش تغلیظ از تقسیم شیب نمودار واسنجی روش به شیب نمودار واسنجی بدون پیش تغلیظ محاسبه می‌شود. زمانی که انتقال آنالیت به درون فاز مایسلی کمی نباشد، مقدار فاکتور پیش تغلیظ توانایی فاز مایسلی را برای استخراج آنالیت‌های گوناگون ارزیابی می‌کند. فاکتور غلظت، پارامتر معنی‌داری است که به طور نظری توانایی سامانه‌های مایسلی را برای استخراج ترکیب‌های گوناگون ارزیابی می‌کند و برای به دست آوردن فاکتور غلظت، حجم بستر

SDS با غلظت ۰/۲ میلی‌مولار، قدرت یونی ۰/۴ مولار، NaCl ده درصد، مدت زمان سانتریفوژ یک دقیقه با دور ۳۵۰۰ دور در دقیقه. براساس نتیجه‌های جدول ۵، منگنز و مس دارای کم‌ترین همپوشانی و مزاحمت برای فلز آلومینیوم می‌باشند در حالی که با توجه به میزان جذب روی میزان این مزاحمت برای فلز آلومینیوم به تقریب ۵۰ درصد است. جدول ۶ نشان می‌دهد که در شرایط بهینه استخراج فلز مس، مزاحمت سه فلز دیگر بسیار کم است به طوری که داده‌های جذبی برای سه فلز دیگر در حد ۰/۱ الی ۰/۲ می‌باشد. داده‌های جدول ۷ مقادارهای جذب را در شرایط بهینه استخراج فلز منگنز به طور تجربی و تئوری بیان می‌دارد. این نتیجه‌ها نشان می‌دهند که تحت این شرایط آلومینیوم و مس دارای کم‌ترین مزاحمت در استخراج منگنز می‌باشند. ولی روی می‌تواند مزاحم جدی در این شرایط برای منگنز در نظر گرفته شود.

شکل ۳ نمونه‌ای از طیف UV مربوط به کمپلکس فلز روی را پس از استخراج تحت شرایط بهینه استخراج فلز منگنز نشان می‌دهد. همان‌گونه که دیده می‌شود میزان جذب این ترکیب ۰/۵۲۵ در ۲۹۶ نانومتر می‌باشد.

جدول ۸ - نتیجه‌های مقدارهای جذب تجربی و پیش بینی شده توسط مدل برای روی و سه فلز دیگر در شرایط بهینه استخراج روی.

جذب مس در نقاط بهینه روی		جذب منگنز در نقاط بهینه روی		جذب آلومینیوم در نقاط بهینه روی		جذب روی در نقاط بهینه	
محاسباتی	تجربی	محاسباتی	تجربی	محاسباتی	تجربی	محاسباتی	تجربی
۰/۲۳۸	۰/۲۴۵	۰/۴۳۵	۰/۴۴۱	۰/۱۵۸	۰/۱۵۷	۰/۸۰۸	۰/۸۱۹

شرایط آزمایش: ۱۵ میلی‌لیتر محلول حاوی: غلظت فلزات ۴۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر، لیگاند BPA با غلظت ۲/۰ میلی مولار، TritonX-100 با غلظت ۰/۵ درصد حجمی-حجمی، SDS با غلظت ۰/۵ میلی مولار، قدرت یونی ۰/۷ مولار، NaCl ده درصد، مدت زمان سانتیفریژ یک دقیقه با دور ۳۵۰۰ دور در دقیقه.

جدول ۹ - ارقام شایستگی.

حد کمّی (میکروگرم بر لیتر)	حد تشخیص (میکروگرم بر لیتر)	فاکتور پیش تغلیظ	فاکتور غلظت	انحراف استاندارد نسبی (درصد)	یون
۷/۲۰	۳/۶۴	۳/۶	۷/۵	۳/۳۹	آلومینیوم
۳/۱۵	۲/۲۲	۴/۵	۷/۰	۳/۰۲	مس
۴/۵۰	۲/۶۷	۵/۰	۷/۵	۳/۱۲	روی
۵/۶۰	۳/۰۸	۴/۳	۷/۵	۴/۰۰	منگنز

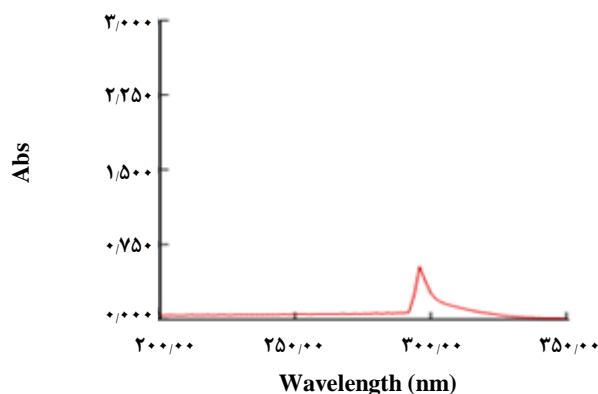
محاسبه حد کمّی از ده برابر انحراف استاندارد بلانک و معادله واسنجی استفاده شد. ارقام شایستگی در جدول ۹ آمده است.

تکرارپذیری روش

به منظور بررسی دقت روش یا تکرارپذیری روش، در شرایط بهینه، محلول با غلظت ۵۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر از یون آلومینیوم و منگنز و ۳۰۰/۰ میکروگرم بر لیتر از روی و مس بر طبق روش و در شرایط بهینه برای شش بار آنالیز شد. سرانجام برای محاسبه تکرارپذیری روش، انحراف استاندارد نسبی اندازه گیری شد. نتیجه‌های به دست آمده در جدول ۱۰ دیده می‌شود.

کاربرد روش در اندازه‌گیری نمونه‌های حقیقی

پژوهش حاضر برای اندازه‌گیری یون‌های فلزی آلومینیوم، مس، روی و منگنز در دو نوع نمونه آب بکاربرده شد. روش اندازه‌گیری مبتنی بر آلوده کردن نمونه حقیقی به استانداردهایی با غلظت معلوم (روش افزایش استاندارد) بود. برای این کار مقدارهای ۵۰، ۱۰۰، ۳۰۰ و ۵۰۰ میکروگرم بر لیتر از هر یون فلز در حجم معینی از نمونه حقیقی آب نظر گرفته شد. حجم کل نمونه‌های استاندارد در ۲ میلی‌لیتر تنظیم شد. مقدارهای یافت شده یون‌های فلزی در هر یک از نمونه‌های آب در جدول ۱۱ گزارش شده است. با استفاده از معادله واسنجی مربوطه، درصد بازیابی (Re) هر یک از یون‌های فلزی، محاسبه شد. با داشتن مقدار یون فلز



شکل ۳ - نمونه ای از طیف UV مربوط به کمپلکس فلز روی پس از استخراج در شرایط بهینه استخراج فلز منگنز.

بر حجم فاز غنی از ماده فعال کننده سطحی رقیق شده تقسیم می‌شود. البته باید گفت زمانی که انتقال آنالیت به فاز مایسلی کمّی باشد؛ فاکتور غلظت راه مناسبی برای ارزیابی فرایند پیش تغلیظ است. حد تشخیص کوچک‌ترین غلظتی است که یک روش می‌تواند با درجه اطمینان مشخصی آن را تشخیص دهد و از رابطه $3S_b/m$ به دست می‌آید که S_b و m به ترتیب انحراف استاندارد بلانک و شیب نمودار واسنجی پس از پیش تغلیظ می‌باشد. برای به دست آوردن انحراف استاندارد بلانک، ده بار استخراج نقطه ابری شاهد انجام شد. حد کمّی شدن یک روش، کوچک‌ترین غلظت آنالیت بوده که می‌توان آن را با عدم قطعیت قابل پذیرشی تعیین نمود. برای

جدول ۱۰ - انحراف استاندارد نسبی یونهای فلزی آلومینیوم، منگنز، مس و روی.

یون فلز	RSD%
آلومینیوم	۱/۴۰
منگنز	۱/۲۴
روی	۱/۴۴
مس	۱/۳۶

جدول ۱۱ - مقادارهای یافت شده یون های فلزی در نمونه های آب.

مقدار یون فلز (میکروگرم بر میلی لیتر)	آب رودخانه	پساب صنعتی
آلومینیوم	۵/۴۵	۷/۹
مس	۶/۲۶	۴/۴
روی	۷/۷۳	۴/۵
منگنز	۱۳/۳۸	۶/۷۶

جدول ۱۲ - مقادارهای بازیابی یون ها در نمونه آب رودخانه با روش افزایش استاندارد.

نوع یون فلز	مقدار کل به دست آمده (میکروگرم بر لیتر)	مقدار موجود در نمونه (میکروگرم بر لیتر)	مقدار اضافه شده به نمونه (میکروگرم بر لیتر)	درصد بازیابی %
Al	۱۱۶/۳۶	۵/۴۵	۱۰۰	۱۱۰
	۲۸۰/۹	۵/۴۵	۳۰۰	۹۱
	۵۲۰	۵/۴۵	۵۰۰	۱۰۴
Cu	۱۰۹/۴۲	۶/۲۶	۱۰۰	۱۰۳
	۳۰۸/۸۹	۶/۲۶	۳۰۰	۱۰۰/۸
	۵۰۸/۳۶	۶/۲۶	۵۰۰	۱۰۰/۴
Zn	۱۰۰/۲۶	۷/۷۳	۱۰۰	۹۱/۵۳
	۲۸۹/۹۳	۷/۷۳	۳۰۰	۹۷/۰۶
	۵۱۲/۹	۷/۷۳	۵۰۰	۱۰۱/۱
Mn	۱۰۱/۲	۱۳/۳۸	۱۰۰	۸۷/۸
	۲۸۶/۶	۱۳/۳۸	۳۰۰	۹۱/۱
	۴۹۴/۳	۱۳/۳۸	۵۰۰	۹۶/۱

حد تشخیص روش پیشنهاد شده کمتر از کارهای همانند بوده که حساسیت بالای روش را نشان می دهد. همچنین استفاده از روش کارآمد طرح آزمایشی به کاهش خطاها بعلاوه هدفمند بودن مسیر آزمایش ها منجر می شود که در بسیاری از کارهای همانند استفاده نشده است. در ادامه می توان گفت که روش استخراج پیشنهادی در کنار روش اسپکتروسکوپی جذبی به عنوان روشی ساده و ارزان نتیجه های قابل پذیرشی را در راستای آنالیز نمونه های حقیقی ارائه می دهد.

نتیجه گیری

هدف از این پژوهش، پیش تغلیظ و استخراج جداگانه یون های آلومینیوم، مس، روی و منگنز با استفاده از لیگاندها

در هر نمونه و نیز مقدار یون فلزی افزوده شده، از معادله $Re = \frac{(C-C_0)}{M} \times 100$ ، درصد بازیابی محاسبه شد. که C مقدار کل فلز در نمونه آلوده شده، C_0 مقدار فلز موجود در خود نمونه و M مقدار فلزی است که به عنوان آلوده کننده به نمونه افزوده شد. مقادارهای بازیابی در جدول ۱۲ و ۱۳ آمده است. مقادارهای بازیابی در بازه ۸۴ تا ۱۱۰ درصد نشان دهنده درستی مناسب در اندازه گیری این کاتیون ها در نمونه های حقیقی با استفاده از استخراج نقطه ابری به همراه اسپکتروفتومتری فرابنفش - مرئی می باشد. بدین ترتیب، می توان گفت که این روش، قابل اعتماد و دارای کارایی بسیار خوبی است. همچنین جدول ۱۴ نتیجه های برخی از کارهای همانند را با پژوهش حاضر نشان می دهد. همان گونه که دیده می شود،

جدول ۱۳- مقادیرهای بازیابی یون‌ها در نمونه پساب با روش افزایش استاندارد.

نوع یون فلز	مقدار اضافه شده به نمونه (میکروگرم بر لیتر)	مقدار موجود در نمونه (میکروگرم بر لیتر)	مقدار کل به دست آمده (میکروگرم بر لیتر)	درصد بازیابی %
Al	۱۰۰	۷/۹	۹۴	۸۶
	۳۰۰	۷/۹	۳۱۰	۱۰۰/۷
	۵۰۰	۷/۹	۵۰۲/۹	۱۰۰/۵
Cu	۱۰۰	۴/۴	۱۰۷	۱۰۲/۶
	۳۰۰	۴/۴	۲۹۴	۹۶
	۵۰۰	۴/۴	۴۸۹/۵۲	۹۷
Zn	۱۰۰	۴/۵	۸۹	۸۴/۵
	۳۰۰	۴/۵	۳۰۰/۵	۹۸/۶
	۵۰۰	۴/۵	۵۲۲	۱۰۳/۶
Mn	۱۰۰	۶/۷۶	۹۰/۹	۸۴/۱
	۳۰۰	۶/۷۶	۲۸۲/۴۶	۹۱/۹
	۵۰۰	۶/۷۶	۴۹۴/۷۶	۹۷/۶

جدول ۱۴- برخی از کارهای همانند انجام شده.

نوع یون فلز	کیلیت	محیط مایسلی	سیستم اندازه گیری	LOD (میکروگرم بر لیتر)	نوع بهینه سازی	مرجع
Cu	۲-دی هیدروکسی هیدروکینون سولفونیک اسید	x-100	جذب اتمی	۱۰۰	باکس بنکن	۱۱
Mn	۸-هیدروکسی کینولین	x-114	جذب اتمی	۱/۹	یکی در هر بار	۱۳
Zn	۴-۲-پیریدیلازو-رزورسینول	x-114	جذب اتمی	۶/۵۱	یکی در هر بار	۱
Al	۱-فنیل-۳-متیل-۴-بنزوییل-۵-پیرازولون	x-100	فلوریمتری	۰/۷۹	یکی در هر بار	۱۵
Ni Cr		ساپونین ساپونین	جذب اتمی	راندمان حذف %۷۳ %۵۸	یکی در هر بار	۱۸

و برتری‌های روش استخراج نقطه ابری مانند سادگی، سرعت، به صرفه بودن، جایگزین شدن حلال‌های سمی با ماده فعال کننده سطحی می‌توان از این روش در اندازه گیری یون‌ها در نمونه‌های حقیقی استفاده نمود.

قدردانی

نویسندگان از معاونت پژوهشی و آموزشی دانشگاه گلستان برای حمایت مالی این پژوهش تشکر و قدردانی می‌نمایند.

ان - بنزوییل - ان - فنیل هیدروکسیل آمین و با دو ماده فعال کننده سطحی تریتون ایکس - ۱۰۰ و سدیم دو دسیل سولفات بود. حد تشخیص و تکرارپذیری و فاکتور پیش تغلیظ هر چهار استخراج جداگانه بررسی شد که از مناسب بودن ارقام شایستگی می‌توان نتیجه گرفت که روش از کارایی خوبی برخوردار بوده است. روش به طور موفقیت آمیزی در دو نوع نمونه آب رودخانه و پساب صنعتی به کار گرفته شد. درصد بازیابی یون‌ها در بازه‌ی ۱۱۰-۸۴ درصد نشان از کارایی خوب روش می‌باشد. به علت اهمیت محیطی این یون‌ها

تاریخ دریافت: ۱۳۹۷/۶/۲۸؛ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۷/۱۱/۱۴

مراجع

- [1] Shokrollahi A., Shamsipur M., Jalali F., Nomani F., [Cloud Point Extraction-Preconcentration and Flame Atomic Absorption Spectrometric Determination of Low Levels of Zinc in Water and Blood Serum Samples](#), *Cent. Eur. J. Chem.*, **7**(4): 938–944(2009).
- [2] WHO (2003), “[Al in drinking-water. Background Document for Preparation of WHO Guidelines for Drinking-Water Quality](#)”. Geneva, World Health Organization (WHO/SDE/WSH/03.04/53).
- [3] Bezerra M.A., Arruda M.A.Z., Ferreira S.L.C., [Cloud point Extraction as a Procedure of Separation and Pre-Concentration for Metal Determination Using Spectroanalytical Techniques](#), *Appl. Spectrosc. Rev.*, **40**: 269–299(2005).
- [4] KhayChuan T., Jianrong, C., [Determination of Manganese in Water Samples by Flame Atomic Absorption Spectrometry after Cloud Point Extraction](#), *Analyst*, **126**: 534–537(2001).
- [5] Fathi S.A.M., Yaftian M.R., [Cloud Point Extraction and Flame Atomic Absorption Spectrometry Determination of Trace of Copper\(II\) Ions in Water Samples](#), *J. Colloid Int. Sci.*, **334**: 167–170(2009).
- [6] Shariati S., Golshekan M., [Optimization of Cloud Point Extraction of Cu with Neocuproine from Aqueous Solutions Using Taguchi Fractional Factorial Design](#), *J. Anal. Chem.*, **69**(3): 248-254 (2014).
- [7] Durukan I., Şahin C. A., Şatroğlu N., Bektaş S., [Determination of Iron and Copper in Food Samples by Flow Injection Cloud Point Extraction FAAS](#), *Microchem. J.*, **99**: 159-163(2011).
- [8] SarafrazYazdi A., [Surfactant-Based Extraction Methods](#), *Trends Anal. Chem.*, **30**(6): 221-232(2011).
- [9] Bordier C., [Phase Separation of Integral Membrane Proteins in Triton X-114 Solution](#), *J. Biol. Chem.*, **256**:1604-1607(1981).
- [10] Ahmadi F., Khanmohammadi A., Malekpour A., [Micelle-Mediated Extraction as a Tool for Separation and Preconcentration in Copper Analysis](#), *Indo. J. Chem.*, **7**(3): 278-283(2007).
- [11] Nuray S., Atroğlu C., IgdemArpa., [Cloud point Extraction for the Determination of Trace Copper in Water Samples by Flame Atomic Absorption Spectrometry](#), *Microchim. Acta.*, **162**: 107–112(2008).
- [12] Ahmadi F., Khanmohammadi A.A. Malekpour A., [Micell –Mediated Extraction as a Tool for Separation and Preconcentration In Copper Analysis](#), *Indo. J. Chem.*, **7**(3): 278-283(2007).
- [13] Yalç S., Filik H., Apak R., [Speciation Analysis of Manganese in Tea Samples Using Flame Atomic Absorption Spectrometry after Cloud Point Extraction](#), *J. Anal. Chem.*, **67**(1): 47–55(2012).

- [14] ValfredoAzevedo L., Graciete Teixeira D., [An On-Line Cloud Point Extraction System for Flame Atomic Absorption Spectrometric Determination of Trace Manganese in Food Samples](#), *Microchem. J.*, **94**: 42–47(2010).
- [15] BaviliTabrizi A., [Cloud Point Extraction and Spectrophotometric Determination of Aluminium and Zinc in Foodstuffs and Water Samples](#), *Food Chem.*, **100**: 1698-1703(2007).
- [۱۶] منبوهی، احمد؛ بندرچیان، فریده؛ احمدی، سید حمید؛ شرافتی، محبوبه؛ "کمومتریکس، اصول و کاربردها" فصل چهارم، (۱۳۹۳).
- [17] Marszall L., [The Effect of Electrolytes on the Cloud Point of Ionic-Nonionic Surfactant Solutions](#), *Colloids Surf.*, **25**: 279-285(1987).
- [۱۸] حاج محمدی، رضا؛ دولت زاده خیایوی، امیر حسین؛ امانی، حسین؛ سلطانی، هادی، حذف نیکل، کروم و سرب از خاک‌های آلوده به نفت خام با استفاده از ماده فعال سطحی زیستی ساپونین، نشریه شیمی و مهندسی شیمی، مقالات آماده انتشار، انتشار آنلاین از تاریخ ۲۰ مرداد (۱۳۹۸).