



گونه شناسی، پیش تغلیظ و تعیین آهن در نمونه حبوبات بر اساس تکنیک جدید استخراج فاز جامد با نانو ذرات مغناطیسی همراه شده با همی میسل های مخلوط

حسین توللی*، گوهر دیلمی راد، هدی انصاری

گروه شیمی، دانشگاه پیام نور، صندوق پستی ۳۶۹۷-۱۹۳۹۵، تهران، ایران

*E-mail: Tavallali@yahoo.com

چکیده: روش جدید استخراج فاز جامد با نانو ذرات مغناطیسی همراه شده با همی میسل های مخلوط (MMHSPE) برای گونه شناسی یون های آهن (II) و آهن (III) در نمونه حبوبات به وسیله اسپکترومتری جذب اتمی شعله (FAAS) مورد استفاده قرار گرفت.

نانو ذرات $Fe_3O_4(Fe_3O_4 \text{ NPs})$ با روش ته نشینی شیمیایی تهیه شد [۱]. سپس نانوذرات Fe_3O_4/Al_2O_3 ، با روش لی و همکاران با تغییرات ناچیز تهیه شد [۲]. مراحل MMHSPE به صورت زیر انجام شد: ابتدا ۰/۰۵ گرم از نانو ذرات Fe_3O_4/Al_2O_3 به ۵۰۰ میلی لیتر محلول شامل ۸۰/۰ میلی گرم SDS و ۹/۰ میلی گرم بر لیتر PAN در ظرف ۵۰۰ میلی لیتری اضافه شد، pH محلول به وسیله هیدروکلریک اسید ۳/۰ مولار روی ۲/۸-۲/۰ تنظیم شد، سپس ظرف روی هم زن مکانیکی به مدت ۸ دقیقه به منظور شکل گیری همی میسل مخلوط تکان داده شد. در ادامه نانو ذرات Fe_3O_4/Al_2O_3 اصلاح شده با SDS-PAN به وسیله قرار دادن یک مگنت قوی جداشد، ذرات معلق روی سطح دور ریخته شد و به وسیله آب خالص شسته شد. ۵۰۰ میلی لیتر از محلول نمونه که مقدار pH محلول به وسیله هیدروکلریک اسید ۳/۰ مولار روی ۲/۸-۲/۰ تنظیم شد، به نانو ذرات Fe_3O_4/Al_2O_3 اصلاح شده با سدیم دودسیل سولفات و ۱- (۲ پیریدیل آزو) - ۲- نفتول (SDS-PAN) اضافه شد و سپس مخلوط همگن شد و استخراج تحت امواج مافوق صوت برای ۸ دقیقه در دمای اتاق انجام شد. در ادامه نانو ذرات Fe_3O_4/Al_2O_3 اصلاح شده با SDS-PAN به وسیله یک مگنت قوی جدا شده و ذرات معلق روی سطح دور ریخته شد. شویش آنالیت مورد نظر پیش تغلیظ شده روی نانو جاذب اصلاح شده با ۳/۰ میلی لیتر نیتریک اسید ۲/۰ مولار انجام شده و میزان علامت جذبی هر نمونه و نیز شاهد توسط دستگاه جذب اتمی شعله ای و در شرایط مخصوص اندازه گیری شد. مراحل کار برای تعیین مقدار آهن (III) مشابه می باشد، به استثنا این که محلول ۰/۱۶۱ مولار سدیم تیو سولفات به عنوان عامل کاهنده، به منظور کاهش آهن (III) به آهن (II)، قبل از افزایش نمونه به جاذب به هر ظرف واکنش اضافه شد. نانو ذرات مغناطیسی پوشیده شده با آلومینا ($Fe_3O_4/Al_2O_3 \text{ NPs}$) اصلاح شده به وسیله به عنوان عامل استخراج کننده تهیه شد. مقدار کل آهن بعد از کاهش $Fe(III)$ و جذب کل آهن بر روی نانو جاذب محاسبه شد. سپس مقدار آهن (III) به صورت تفاضل مقدار آهن (II) از کل آهن محاسبه شد. صحت فرآیند به کارگیری نمونه حبوبات بدون نیاز به آماده سازی، مورد بررسی قرار گرفت که نتایج در جدول (۱) گزارش شده است. تحت شرایط بهینه، بازیافت آهن (II) به وسیله تجزیه ۷ گونه حبوبات بین ۹۶/۵٪ و ۱۰۳/۶٪ و حد تشخیص $Fe(II)$ بین ۱/۷ و ۳/۸ $ng \text{ mg}^{-1}$ تعیین شد. نتایج بدست آمده نشان داد که غلظت بدست آمده آهن (III) بیشتر از آهن (II) در نمونه حبوبات می باشد و دانه های سویا و بادام زمینی دارای ماکزیمم مقدار آهن (II) هستند.

جدول ۱. مطالعات مزاحمت ماتریکس نمونه های حقیقی با روش افزایش استاندارد

ماتریکس	معادلات رگرسیون خطی	ضریب همبستگی خطی	محدوده خطی ($ng \text{ mg}^{-1}$)	حد تشخیص ($ng \text{ mg}^{-1}$)	حد اطمینان شیب (٪۹۵)
محلول استاندارد آبی	$A = 0.0083C + 0.004$	۰/۹۹۹۲	۵-۱۱۰	۱/۷	۰/۰۰۷۶-۰/۰۰۹۰
لوبیا سفید	$A = 0.0081C + 0.001$	۰/۹۹۸۱	۲۵-۱۰۸	۲/۴	۰/۰۰۷۸-۰/۰۰۸۴
نخود	$A = 0.0082C + 0.003$	۰/۹۹۷۸	۲۶-۱۱۰	۲/۹	۰/۰۰۷۷-۰/۰۰۸۶
بادام زمینی	$A = 0.0079C + 0.002$	۰/۹۹۸۵	۲۹-۱۰۲	۳/۱	۰/۰۰۷۸-۰/۰۰۸۰
لوبیا دانه بلند	$A = 0.0083C + 0.002$	۰/۹۹۹۱	۲۳-۱۰۵	۲/۵	۰/۰۰۷۶-۰/۰۰۸۹
ماش	$A = 0.0079C + 0.007$	۰/۹۹۸۸	۱۶-۱۰۸	۱/۹	۰/۰۰۷۷-۰/۰۰۸۰
سویا	$A = 0.0082C + 0.003$	۰/۹۹۹۰	۲۱-۱۱۲	۲/۵	۰/۰۰۷۷-۰/۰۰۸۷
عدس	$A = 0.0087C + 0.005$	۰/۹۹۸۱	۲۷-۱۰۷	۲/۸	۰/۰۰۸۵-۰/۰۰۸۹

[1] Z.F. Wang, H.S. Guo, Y.L. Yu and N.Y. He, *Magn. Magn. Mater.* 302 (2006) 397-404.[2] Y. Li, Y.C. Liu, J. Tang, H.Q. Lin, N. Yao, X.Z. Shen, C.H. Deng, P.Y. Yang and X.M. Zhang, *J. Chromatogr. A* 1172 (2007) 57-71.