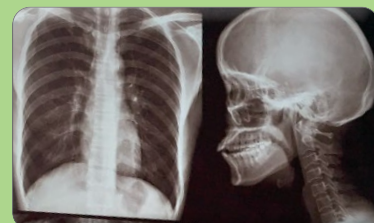


## بررسی تاثیر برخی از عوامل موثر در نتایج DLS و راهکارهای کاهش خطا

ارتقا و توسعه شبکه آزمایشگاهی در سومین دهه فعالیت



بررسی اثر شرایط کاشت آرماتور با  
چسب‌های شیمیایی در بتن بر میزان  
مقاومت بیرون‌کشی



تفسیر فیلم رادیوگرافی با استفاده از هوش  
مصنوعی و روش‌های پردازش تصویر



کاربرد فیلتراسیون در آماده‌سازی نمونه‌ها در  
کروماتوگرافی (بخش اول)



مقایسه دو روش هضم اسیدی و هضم خشک  
در تعیین فلزات سنگین سرب و کادمیوم به  
روش جذب اتمی کوره گرافیت در برنج



واکنش زنجیره‌ای پلیمراز قطره‌ای، گامی نو در  
تشخیص مولکولی

## نویسندگان

شیلا صفائی<sup>۱</sup>، مهدیه شکوهی<sup>۲\*</sup>  
بهناز محمودی<sup>۲</sup>

۱. مدیر عامل شرکت دانش بنیان آریا سلامت رازی  
۲. آزمایشگاه آریا سلامت رازی

\*asrazma@gmail.com

تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۱۱/۱۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۱۲/۰۱

## واژه‌های کلیدی

جذب اتمی کوره گرافیت، هضم، برنج، سرب، آرسنیک و کادمیوم.

## مقایسه دو روش هضم اسیدی و هضم خشک در تعیین فلزات سنگین سرب و کادمیوم به روش جذب اتمی کوره گرافیت در برنج

## چکیده

فلزات سنگین جزء گروه آلاینده‌های پایدار به شمار می‌روند و ورود آنها به زنجیره مواد غذایی از طریق محصولات غذایی می‌تواند آسیب جدی بر سلامت افراد مصرف کننده ایجاد نماید. یکی از روش‌های رایج در تعیین سطح فلزات سنگین، استفاده از روش طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیت<sup>۱</sup> بوده که آماده‌سازی در این روش، گامی مهم و بحرانی در تجزیه و تحلیل طیف‌سنجی برای دستیابی به نتایج قابل اعتماد و دقیق است. از آنجایی که روش هضم در مرحله آماده‌سازی وابسته به ماتریکس نمونه بوده و در روش‌های مدون برای هر یک از ماتریکس‌ها روش جداگانه و استاندارد ویژه‌ای ذکر نشده‌است، هدف از انجام این مطالعه مقایسه دو روش هضم اسیدی و هضم خشک در بررسی فلزات سنگین محصول برنج با استفاده از روش طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیت است. سایر اهداف این مقاله شامل تعیین سطوح آلاینده‌های سرب و کادمیوم در برنج است.

نتایج مقایسه دو روش هضم اسیدی و هضم خشک به روش (GFAAS) در نمونه‌های برنج نشان می‌دهد که میانگین غلظت فلزات سنگین سرب و کادمیوم در روش هضم اسیدی بیشتر از روش هضم خشک است.

به‌صورت کلی، درصد بازیابی تعیین سرب و کادمیوم به روش اسیدی به ترتیب ۱۰۳ و ۹۹/۷ درصد و بازیابی روش هضم خشک ۱۱۰ و ۹۹/۵ درصد است ولی نتایج آزمون تی<sup>۲</sup> بین دو روش هضم خشک و هضم اسیدی اختلاف معناداری نشان نمی‌دهد.

برنج پس از گندم یکی از پرمصرف‌ترین انواع غلات در سطح جهان به ویژه کشورهای آسیایی به شمار می‌رود و به‌طور نسبی ۷۰ درصد از کالری مورد نیاز روزانه افراد را تأمین می‌کند [۱]. بررسی‌های سازمان بهداشت جهانی نشان داده است که در سال‌های اخیر، استفاده از برنج در سرتاسر جهان افزایش یافته است. با گسترش محبوبیت و تجارت برنج، امنیت، سلامت و کیفیت برنج و محصولات فرآوری شده آن به نگرانی عمده سازمان‌های جهانی تبدیل شده است [۲]. در کشور ایران نیز این محصول به‌عنوان دومین ماده غذایی پرمصرف به شمار می‌آید [۳]. در تجارت مواد غذایی، بهداشت و سلامت فرآورده‌های غذایی دارای اهمیت بسیاری است و از نظر آلودگی به انواع آلاینده‌ها باید مورد ارزیابی قرار گیرد. تخلیه فاضلاب‌های شیمیایی در محیط‌زیست و استفاده بیش از حد کودهای شیمیایی به‌منظور اصلاح ویژگی‌های خاک می‌تواند سبب افزایش آلاینده‌ها از جمله فلزات سنگین شود [۴]. در بین فلزات سنگین، سرب و کادمیوم از جمله فلزات سمی و از مهم‌ترین آلاینده‌های محیطی در طبیعت به شمار می‌روند [۵]. فلزات سنگین، تجزیه زیستی ندارند و حضورشان در مواد غذایی بیش از حد استاندارد منجر به بروز انواع بیماری‌ها از جمله اختلالات عصبی، سرطان و اختلالات ژنتیکی می‌شود [۶]. فلز سنگین سرب در حد گسترده‌ای در محیط‌زیست و مواد غذایی وجود دارد و آسیب‌های زیادی روی سیستم عصبی، کلیه، شش، مغز، استخوان و خون ایجاد می‌کند. اختلال سنتز زیستی هموگلوبین و کم خونی، افزایش فشار خون، آسیب به کلیه‌ها، سقط جنین و نوزاد نارس، اختلال در سیستم عصبی، آسیب به مغز، ناباروری مردان، کاهش قدرت یادگیری از عوارض منفی افزایش غلظت سرب در بدن است [۷]. فلز سنگین کادمیوم از جمله فلزاتی است که به‌طور وسیع در محیط‌زیست پراکنده شده است؛ منبع اصلی این فلز ترکیبات صنعتی و کودهای فسفاته بوده که به سهولت توسط گیاهان جذب می‌شود و از خاصیت سمیت بالایی برخوردار است. این فلز در بافت‌هایی مانند کبد و کلیه تجمع نموده و باعث بروز کم خونی، افزایش فشار خون و ایجاد تومور سرطانی به ویژه در شش‌ها و پروستات می‌کند [۶].

یکی از چالش‌های مهم در تعیین سطح فلزات سنگین، مرحله هضم است. مرحله هضم یکی از مراحل بسیار مهم و حیاتی در فرآیند آماده‌سازی نمونه برای آنالیز با دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی است. این مرحله به‌منظور تبدیل نمونه جامد یا پیچیده به محلولی همگن و قابل آنالیز انجام می‌شود. با توجه به این که ماتریکس هر ماده غذایی متفاوت است و درصدهای متفاوتی از چربی و پروتئین در فرآیند هضم دخالت دارند، استاندارد به‌صورت جداگانه برای هضم فلزات سنگین مواد غذایی گوناگون شرح داده نشده است و همین امر موجب اختلاف در نتایج به‌دست آمده از آزمون فلزات سنگین می‌شود. روش‌های مختلفی برای هضم نمونه‌ها وجود دارد که انتخاب روش مناسب به نوع نمونه، ماتریکس نمونه و عنصر مورد آنالیز بستگی دارد. برخی از روش‌های رایج عبارتند از:

- **هضم با اسیدهای قوی:** مانند اسید نیتریک، اسید سولفوریک و اسید پرکلریک؛
- **هضم با مخلوط اسیدها:** ترکیبی از چند اسید برای هضم نمونه‌های پیچیده؛
- **هضم با ماکروویو:** روشی سریع و کارآمد برای هضم نمونه‌ها؛
- **هضم خشک:** برای هضم نمونه‌های آلی [۸].

به دلیل اهمیت روش هضم در آنالیز با دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی، در این پژوهش به مقایسه دو روش هضم اسیدی و هضم خشک در برنج پرداخته شده است. مطالعاتی که در سال‌های اخیر در زمینه آلودگی مواد غذایی با فلزات سنگین به ویژه در مورد برنج انجام شده، نشان‌دهنده چالش‌های جدی در زمینه فلزات سنگین است. بنابراین، این پژوهش به بررسی میزان (فلزات سنگین سرب و کادمیوم) در انواع برنج براساس استاندارد ملی پرداخته است.

نتایج به‌دست آمده از غلظت سرب در برنج در سطح عرضه توسط نورتون و همکاران نشان می‌دهد که بیشترین غلظت سرب مربوط به کشور چین بوده و بقیه کشورها به ترتیب عبارتند از: نپال، گانا، هند، سری لانکا، فرانسه، پاکستان، آمریکا، تایلند، ایتالیا و یتنام و در نهایت کمترین غلظت سرب مربوط به کشور ژاپن است [۹].

نتایج حاصل از مطالعه جعفری مقدم و همکاران در سال ۲۰۱۵ در مطالعه برنج هندی از سه برند پر مصرف بازار نشان داد که میانگین میزان سرب و کادمیوم به ترتیب در ۲۷/۵ درصد و ۴۲/۳ درصد از نمونه‌ها بیش از حد مجاز ۱۵۰ ppb و ۶۰ ppb است [۱۰]. نتایج به‌دست آمده از پژوهش انجام شده توسط جاهد خانیکی و همکاران در سال ۲۰۱۵ نشان داد که میزان سرب و کادمیوم در گونه برنج اورزیا ساتیوا<sup>۳</sup> در ۶ نقطه از استان مازندران (به‌طور مشخص در قائم‌شهر) به ترتیب در محدوده مجاز ۰/۱۷ ± ۰/۴۱ ppm و ۲/۲۳ ± ۰/۱۸ ppm در کادمیوم قرار داشت [۱۱].

افشار و همکاران در سال ۱۹۹۵ نشان دادند که غلظت کادمیوم در برنج آمل به‌صورت میانگین حدود ۹۰ ppb بوده است [۱۲]. بنابراین، در این پژوهش قصد داریم دو روش هضم اسیدی و خشک برای آماده‌سازی نمونه برنج به‌منظور آزمون فلزات سرب و کادمیوم با دستگاه جذب اتمی بررسی نماییم.

## ● مواد و روش‌ها

به‌منظور بررسی و مقایسه میزان عناصر فلزات سنگین سرب و کادمیوم در نمونه برنج، ۴۵ نمونه برنج از سطح عرضه بازار در سال ۱۴۰۱ به‌صورت تصادفی تهیه و به آزمایشگاه منتقل شد.

## ● روش هضم سرب و کادمیوم به روش اسیدی

به‌منظور ارزیابی و مقایسه دو روش هضم در سنجش فلزات سنگین در نمونه برنج، ابتدا نمونه برنج از سطح عرضه تهیه شد. سپس از برنج مورد نظر، مقدار تقریبی ۲۰ گرم نمونه در ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت در داخل آون و سپس داخل دسیکاتور قرار داده شد. این عمل چندین بار تکرار می‌شود تا نمونه برنج به وزن ثابت برسد. سپس نمونه برنج آماده شده به داخل هم‌زن منتقل می‌شود تا به‌طور کامل همگن شود. از نمونه مخلوط شده ۵ گرم با دقت ۰/۰۱ گرم توزین و به ظرف مخصوص شیشه‌ای دستگاه هضم ماکروویو منتقل شد. سپس به آن ۲۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک غلیظ اضافه و به مدت ۳۰ دقیقه در ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد. سپس ۱۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک اضافه و به مدت یک ساعت در ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده می‌شود تا حجم آن به یک میلی‌لیتر برسد. محتویات هضم شده به بالن ۱۰۰ میلی‌لیتری انتقال یافت و با اسید نیتریک ۶ نرمال به حجم رسانده شد [۸].

## ● روش هضم سرب و کادمیوم به روش خشک

ابتدا از نمونه برنج تهیه شده از سطح عرضه، مقدار تقریبی ۲۰ گرم وزن و به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت تا خشک شود و سپس داخل دسیکاتور<sup>۴</sup> قرار داده شد. این عمل چندین بار تکرار می‌شود تا نمونه برنج به وزن ثابت برسد. سپس نمونه برنج آماده شده، داخل هم‌زن به‌طور کامل همگن شد. از نمونه مخلوط شده ۵ گرم با دقت ۰/۰۱ گرم توزین و در بوتله چینی قرار گرفت و درب آن بسته شد تا با حرارت دادن، خاکستر شود. سپس در کوره ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت و بعد از گذشت ۵ ساعت تبدیل به خاکستر شد. سپس با استفاده از اسید نیتریک ۶ نرمال در بالن ۱۰۰ میلی‌لیتری به حجم رسانده شد [۱۳].

احتمالی، با اسید شسته و با آب دیونیزه آبکشی و در آون خشک شدند.

## ● مشخصات و روش کار با دستگاه جذب اتمی

دستگاه جذب اتمی مورد استفاده قرار گرفت و برنامه مربوط به عنصر مورد نظر از بین برنامه‌های موجود انتخاب و شرایط دستگاه برای هر یک از عناصر تنظیم شد. به‌منظور تهیه نمونه‌های مادر و استانداردهای کاری سرب با غلظت‌های (۱۰، ۲۰، ۳۰ و ۴۰) و همچنین برای تهیه نمونه‌های مادر و استانداردهای کاری کادمیوم با غلظت‌های (۱، ۲ و ۳) از غلظت‌های توصیه شده در دستورالعمل دستگاه استفاده شد. اندازه‌گیری سرب در طول موج nm ۲۸۳/۳، در حضور لامپ دوتریوم انجام شده‌است و حجم تزریق استانداردها و نمونه ۲۰ میکرولیتر طبق دستورالعمل دستگاه انجام شد. اندازه‌گیری کادمیوم در طول موج nm ۲۲۸/۸ در حضور لامپ دوتریوم انجام شده‌است و حجم تزریق استانداردها و نمونه ۲۰ میکرولیتر طبق دستورالعمل دستگاه انجام شد. پس از خواندن استانداردها، منحنی کالیبراسیون مورد بررسی قرار می‌گیرد و در صورتی که ضریب همبستگی در حدود قابل قبول باشد تزریق نمونه‌ها انجام می‌شود. خلاصه اطلاعات مربوط به بخش‌های تنظیمی دستگاه در جدول (۱) ذکر شده‌است.

جدول (۱): بخش‌های تنظیمی دستگاه.

| بخش‌های تنظیمی | سرب      | کادمیوم  |
|----------------|----------|----------|
| طول موج        | ۲۸۳/۳ nm | ۲۲۸/۸ nm |
| شدت جریان لامپ | ۳ MA     | ۳ MA     |
| حجم نمونه      | ۲۰ µl    | ۱۰ µl    |
| گاز            | آرگون    | آرگون    |

## ● صحنه‌گذاری

به‌منظور صحنه‌گذاری روش آزمون، از روش اسپایک مواد مرجع تایید شده به‌منظور تعیین درصد بازیابی استفاده شد. همچنین برای راستی آزمایی نتایج حاصل از دستگاه کوره

## ● روش آماده‌سازی

تمامی ظروف آزمایشگاهی به‌منظور رفع آلودگی

مقدار ماده‌ای گفته می‌شود که آنالیت از صفر یا بلانک قابل تشخیص باشد. تمایز بین حد تشخیص دستگاه و حد تشخیص آزمون ضروری است. حد تشخیص دستگاه می‌تواند براساس واکنشگر بلانکی که به‌طور مستقیم به دستگاه معرفی می‌شود، تعیین شود.

برای تعیین حد تشخیص، ۱۰ بار نمونه بلانک به دستگاه تزریق و میانگین گرفته می‌شود، سپس انحراف استاندارد ( $S_0$ ) محاسبه و سپس با استفاده از رابطه (۲)،  $S'_0$  محاسبه می‌شود. حد تشخیص (LOD) با استفاده از رابطه (۳) و حد تعیین کمی شدن (LOQ) با رابطه (۴) محاسبه شد.

$$S'_0 = \sqrt{2} \times S_0 \quad \text{رابطه (۲)}$$

$$LOD = \frac{3 \times S'_0}{B1} \quad \text{رابطه (۳)}$$

$$LOQ = \frac{10 \times S'_0}{B1} \quad \text{رابطه (۴)}$$

### روش آماری

نتایج حاصل از غلظت فلزات سنگین سرب و کادمیوم فلزات براساس قرائت دستگاه و وزن نمونه تعیین و تجزیه و تحلیل داده‌های استخراج شده از آزمایش‌ها با استفاده نرم‌افزار اسپکس اس‌اس‌اس<sup>۷</sup> انجام و تفاوت میان تیمارها با یکدیگر و گروه‌ها توسط آزمون آماری دانکن در سطح ۰/۰۵ آنالیز واریانس یک طرفه<sup>۸</sup> ارزیابی شد.

### حدود مجاز

حدود مجاز فلزات سنگین مورد سنجش طبق استاندارد ملی ۱۲۹۶۸، برای سرب ۱۵۰ ppb و برای کادمیوم ۶۰ ppb است.

### نتایج

برای مقایسه دو روش هضم اسیدی و خشک با یکدیگر، نتایج به‌دست آمده از ماتریکس برنج به روش هضم اسیدی و خشک با ۵ تکرار در جدول (۳) خلاصه شده‌است. نتایج آزمون تی بین روش هضم کوره و هضم اسیدی نشان می‌دهد که نتایج دو روش، اختلاف معنی‌داری با هم ندارند. با توجه به اینکه روش هضم اسیدی از دقت بالاتری نسبت به

جذب اتمی گرافیتی، حد تشخیص<sup>۵</sup> و حد کمی شدن<sup>۶</sup> و میزان خطی بودن منحنی‌های کالیبراسیون به‌دست آمده مورد ارزیابی قرار گرفت. تصدیق و صحت‌گذاری روش‌های آزمون براساس ایزو ۱۵۱۸۹ انجام شده‌است.

### تعیین درصد بازیابی سرب و کادمیوم

برای به‌دست آوردن درصد بازیابی، براساس روش استاندارد ISIRI 9266، سطوح مختلف از آنالیت‌ها قبل از عمل هضم اسیدی و هضم خشک به‌صورت جداگانه روی ماتریکس نمونه اسپایک شدند. سطوح انتخابی بازیابی براساس آلودگی فلزات سنگین نمونه اولیه انتخاب شد که شامل سطح پایین ۱۰ ppb به ازای هر گرم نمونه برای آزمون بازیابی سرب و سطح متوسط ۵۰ ppb به ازای هر گرم نمونه برای آزمون بازیابی کادمیوم است. درنهایت، به روش آماری آزمون تی مورد ارزیابی قرار گرفت.

درصد بازیابی: درصد بازیابی از رابطه (۱) به‌دست آمد و با توجه به محدوده غلظت ppb که در جدول (۲) آمده است، درصد بازیابی قابل قبول مشخص شده‌است.

$$\text{رابطه (۱)} \quad \text{درصد بازیابی} = \frac{\text{میزان بدست آمده}}{\text{میزان قابل انتظار}} \times 100$$

جدول (۲): محدوده غلظت و درصد بازیابی [۸].

| درصد بازیابی قابل قبول | محدوده غلظت ppb |
|------------------------|-----------------|
| ۱۲۰-۵۰                 | کمتر از ۱       |
| ۱۲۰-۶۰                 | بین ۱-۱۰        |
| ۱۴۰-۶۰                 | بیشتر از ۱۰     |

### به‌دست آوردن حد تشخیص و حد کمی شدن

براساس الزامات ۱۷۰۲۵ و ایزو ۱۵۱۸۹ یکی از ویژگی‌های عملکردی روش‌ها هنگام تصدیق یا صحت‌گذاری، روش آزمون تعیین حد تشخیص (LOD) و حد تعیین کمی شدن (LOQ) است.

حد تشخیص و یا حد پایین تشخیص (LOD) به کمترین

جدول (۳): نتایج حاصل از قرائت دستگاه.

| روش مورد استفاده              | وزن نمونه           | میانگین غلظت فلز قبل از اسپایک | مقدار اسپایک | تکرار اول بعد از اسپایک | تکرار دوم بعد از اسپایک | تکرار سوم بعد از اسپایک | تکرار چهارم بعد از اسپایک | تکرار پنجم بعد از اسپایک | میانگین   | انحراف معیار | درصد بازیابی |
|-------------------------------|---------------------|--------------------------------|--------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|---------------------------|--------------------------|-----------|--------------|--------------|
| بازیابی روش هضم اسیدی سرب     | گرم $0.05 \pm 0.02$ | ۴۰/۶۸                          | ۱۰ ppb       | ۳۰ ppb                  | ۶۰ ppb                  | ۴۲ ppb                  | ۷۲ ppb                    | ۵۷ ppb                   | ۵۲/۲ ppb  | ۷/۳۲ ppb     | ۱۰۳          |
| بازیابی روش هضم خشک سرب       | گرم $0.05 \pm 0.05$ | ۲۸/۷۲                          | ۱۰ ppb       | ۴۲ ppb                  | ۳۷ ppb                  | ۳۸ ppb                  | ۵۱ ppb                    | ۴۵ ppb                   | ۶/۲۴ ppb  | ۲/۵۴ ppb     | ۱۱۰          |
| بازیابی روش هضم اسیدی کادمیوم | گرم $0.05 \pm 0.07$ | ۲۳۹/۲ ppb                      | ۵۰ ppb       | ۲۹۷ ppb                 | ۲۸۷ ppb                 | ۲۸۳ ppb                 | ۲۷۹ ppb                   | ۲۹۵ ppb                  | ۲۸۸/۲ ppb | ۶/۲۴ ppb     | ۹۹/۷         |
| بازیابی روش هضم خشک کادمیوم   | گرم $0.05 \pm 0.09$ | ۲۳۹/۲ ppb                      | ۵۰ ppb       | ۳۴۰ ppb                 | ۳۵۰ ppb                 | ۱۹۸ ppb                 | ۳۳۹ ppb                   | ۲۱۱ ppb                  | ۵۱/۸ ppb  | ۸/۴۹ ppb     | ۹۹/۵         |

روش هضم کوره بر خوردار است بنابراین، موارد مورد بررسی به روش هضم اسیدی انجام شد.

### ● نتایج حاصل از صحه گذاری

به منظور صحه گذاری اطلاعات رگرسیون خطی از منحنی کالیبراسیون سرب و کادمیوم استفاده شد. نتایج حاصل از

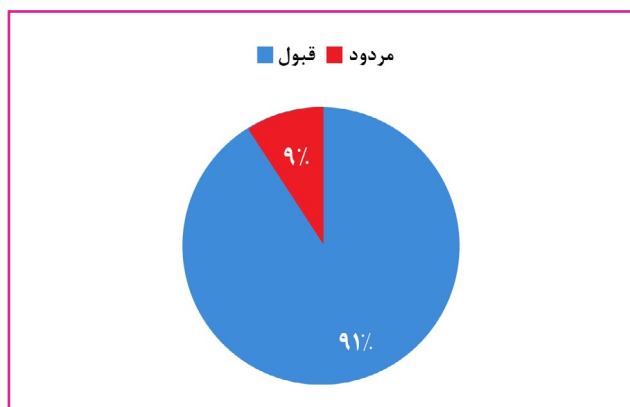
### ● تحلیل نتایج

آزمون‌ها با استفاده از LOQ، درصد بازیابی و انحراف استاندارد نسبی<sup>۹</sup> صحه گذاری شد. نتایج در جدول (۴) نشان داده شده است.

با توجه به اینکه هر دو روش هضم اسیدی و خشک اختلاف

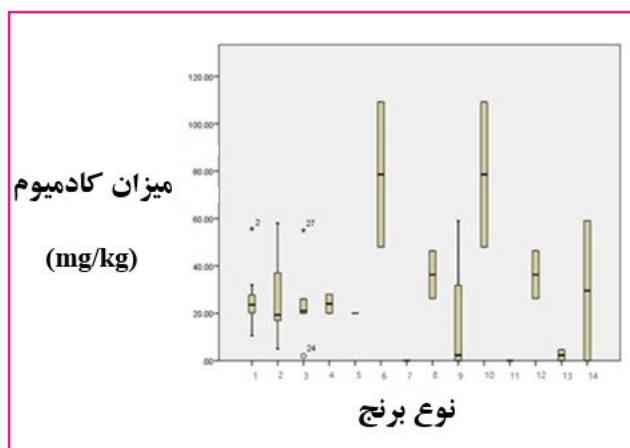
جدول (۴): نتایج حاصل از صحه گذاری و معادله خط منحنی استاندارد فلزهای مورد سنجش.

| حد تعیین کمی شدن | حد تشخیص  | انحراف استاندارد نسبی | شیب خط | معادله منحنی کالیبراسیون | مدل | میانگین | فلز مورد سنجش |
|------------------|-----------|-----------------------|--------|--------------------------|-----|---------|---------------|
| ۹/۰۹ ppb         | ۳/۰۳۰ ppb | ۰/۰۰۲۹۳               | ۰/۰۰۲۹ | $Y=0.0029X+0.0265$       | خطی | ۰/۰۰۰۷۹ | سرب           |
| ۰/۲۰۱ ppb        | ۰/۰۶۷ ppb | ۰/۰۰۲۲۴۸              | ۰/۰۹۹۴ | $Y=0.0994X+0.0119$       | خطی | ۰/۰۰۰۱۰ | کادمیوم       |



شکل (۲): درصد نمونه‌های قبول و مردود شده در اندازه‌گیری میزان سرب در انواع برنج نمونه‌برداری شده از سطح عرضه در سال ۱۴۰۱.

نتایج حاصل از تعیین میزان کادمیوم بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم وزن خشک در انواع برنج در مجموع ۴۵ نمونه در شکل (۳) نشان داده شده است.



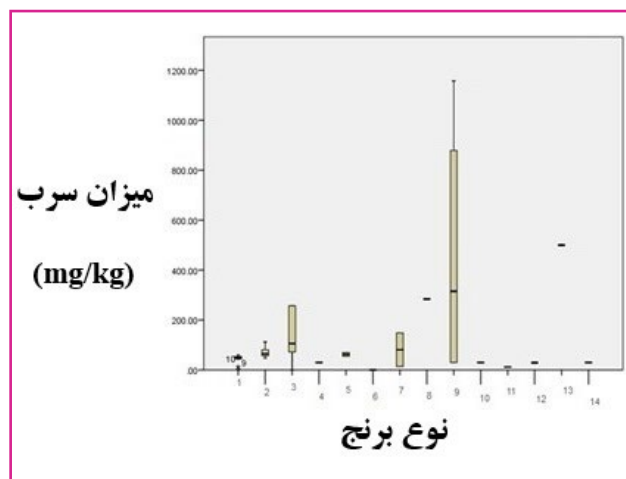
شکل (۳): نتایج حاصل از تعیین میزان کادمیوم بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم وزن خشک در انواع برنج.

تجزیه و تحلیل نمونه‌ها نشان می‌دهد که برنج‌های نوع (۶) و (۱۰) بیشترین مقدار کادمیوم را داشته‌اند. نتایج براساس آنالیز واریانس یک طرفه بررسی شد و حروف لاتین روی ستون‌ها بیانگر وجود اختلاف معنی‌دار بین میانگین‌ها است. آنالیز آماری نتایج نشان می‌دهد که میزان کادمیوم در برنج‌ها اختلاف معنی‌دار  $p > 0.05$  دارد؛ بنابراین، فرض صفر یا برابری میانگین‌ها رد می‌شود.

نتایج به‌دست آمده در رابطه با میانگین کادمیوم موجود در برنج‌ها ۲۵/۴۷ ppb است که بیشترین میزان کادمیوم ۱۰۹ ppb مربوط به نمونه (۶) و کمترین ۰/۱ ppb مربوط به نمونه (۱۱) است. همچنین نتایج ذکر شده در شکل (۴) نشان می‌دهد که ۹۷/۸ درصد از نمونه‌ها در محدوده مجاز ۶۰ ppb بوده و ۲/۲ درصد خارج از حدود مجاز هستند.

معنی‌داری ندارند بنابراین، از روش هضم خشک برای انجام دیگر برآوردهای انواع برنج‌ها استفاده شد که نتایج به‌دست آمده به شرح زیر است:

در نمودار شکل (۱) نتایج حاصل از تعیین میزان سرب بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم وزن خشک در انواع برنج‌ها که در مجموع ۴۵ نمونه که شامل ۱۴ نشان تجاری مختلف است، نشان داده شده است.



شکل (۱): نتایج حاصل از تعیین میزان سرب بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم وزن خشک در انواع برنج‌ها.

### تجزیه و تحلیل نتایج آماری

نمونه‌ها براساس انواع گوناگون برنج موجود در سطح عرضه نشان می‌دهد که برنج‌های نوع (۸) و (۱۳) بیشترین مقدار سرب را داشته‌اند. نتایج براساس آنالیز واریانس یک طرفه بین میانگین‌ها است. آنالیز آماری نشان می‌دهد که میزان سرب در انواع برنج اختلاف معنی‌داری دارد ( $P > 0.05$ )؛ بنابراین، فرض صفر یا برابری میانگین‌ها رد می‌شود.

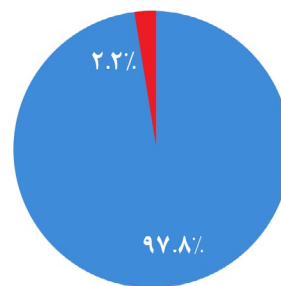
$$H^0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_K$$

میانگین غلظت سرب موجود در ۱۴ نمونه از انواع برنج در حدود ۷۸/۳۷ ppb به‌دست آمد. دامنه به‌دست آمده بین ۳ ppb تا ۵۰۰ ppb بوده است. میزان سرب ۹۱/۲ درصد از نمونه‌ها در محدوده مجاز ۱۵۰ ppb و ۸/۸ درصد خارج از حدود مجاز هستند که در نمودار شکل (۲) نشان داده شده است.

## مراجع

- [1] National Standard No. 127 of 2019 Rice – Specifications and test methods.
- [2] WHO (2003). Lead in drinking- water background document for development of WHO Guidelines for Drinking-water Quality ,world health organization (Who/SDE) WSH/03, 04/a.
- [3] P. Ziarati, N. Azizi, Int. J. Pl. An and Env.Sci,4(2) (2014) 280 - 287.
- [4] K. Zhao, W.Fu, Z. Ye, Ch. Zhang, Int. J. Environ. Res. Public Health, 12(2)( 2015) 1577 -1594.
- [5] R. Goyer, T. Clakson ,Toxic effects of metals, 6th ed., In : Klaassen CD. Casarett and Doll; Toxicology: The Basic Science of Poisons,McGraw Hill-Press, NewYork.2001.
- [6] R. Lawley, L .Curtis , J.Davi ,The food safety hazard guidebook. Royal Society of Chemistry (PSC) publishing, UK: RSC Publishing,2012.
- [7] M .Mohammadi , A. RiyahiBakhtiari, S. Khodabandeh , Journal of Toxicology,2(2014) 1 -5.
- [8] A. D.Eaton , L. S.Clesceri, E. W.Rice, A. E. Greenberg, Standard Methods for the Examination of Water & Waste water , 21st ed., American Public Health Association,2005.
- [9] G.J. Norton et al., Science of the Total Environment, 485–486 (2014) 428–434
- [10] R . Jafai – Moghadam, p . Ziarati, M.H. salehi-sormaghi, M.Qomi , Biomedical and Pharmacology Journal,(2015) 8 14a-Iss.
- [11] G. R.Jahed Khaniki, M. A. Zazoli, International Journal of Agriculture and Biology, 7(2005)1026–1029.
- [12] M.Afshar,S. Ghazaei , E. saad, Determiation at cadmium Amol arred Thiland Rce 4th international iRANIAN congress on poisting Tehran. IRAN www.irandoc.ac.ir, 1995.
- [13] National Standard No. 9266 of 1402 for Food-stuffs - Determination of lead, cadmium, copper, iron, zinc and chromium by atomic absorption spectrophotometry after dry digestion

قبول ■ مردود ■



شکل (۴): درصد نمونه‌های قبول و مردود در اندازه‌گیری میزان کادمیوم در برنج‌های نمونه‌برداری شده از سطح عرضه سال ۱۴۰۱.

## نتیجه‌گیری

نتایج حاصل از مقایسه دو روش هضم اسیدی و خشک در نمونه‌های برنج نشان داد که درصد بازیابی سرب در روش اسیدی ۱۰۳ درصد و بازیابی روش خشک ۱۱۰ درصد و همچنین درصد بازیابی کادمیوم در روش اسیدی ۹۹/۷ درصد و بازیابی روش خشک ۹۹/۵ درصد است اما نتایج آزمون تی بین دو روش هضم خشک و هضم اسیدی اختلاف معنی‌داری نشان نمی‌دهد. نتیجه‌گیری نهایی مقایسه این دو روش نشان می‌دهد که بین دو روش اختلاف معنی‌داری وجود ندارد اما روش هضم اسیدی برای برنج توصیه می‌شود.

نتایج مقایسه نمونه‌های انواع برنج مورد آزمون فلز سرب و کادمیوم نشان می‌دهد که برخی از انواع برنج‌ها از درصد میانگین سرب و کادمیوم بالاتری نسبت به برخی دیگر برخوردار هستند. نتایج آنالیز واریانس یک طرفه به روش SPSS و مقایسه میانگین نمونه‌های برنج انجام شد. همچنین میزان سرب و کادمیوم به ترتیب در ۹۱/۱ و ۹۷/۸ درصد انواع برنج در محدوده مجاز بود.

## پی‌نوشت

1. Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS)
2. T-test
3. Ourzia sativa
4. Desiccator
5. Level of Development (LOD)
6. Limit Of Quantification (LOQ)
7. Statistical Package for the Social Sciences (SPSS)
8. One- way ANOVA
9. Relative Standard Deviation(RSD)

## Authors

Shila Safaeian<sup>1</sup>  
Mahdiah Shokouhi<sup>2\*</sup>  
Behnaz Mahmoudi<sup>2</sup>

\*asrazma@gmail.com

1. CEO of Arya Salamat Razi Knowledge-Based Company
2. Arya Salamat Razi Laboratory

## Comparison of Acid Digestion and Dry Ashing Methods for Determination of Lead and Cadmium Heavy Metals in Rice by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

### Abstract

Heavy metals are considered persistent pollutants, and their entry into the food chain through food products can cause serious harm to the health of consumers. One of the common methods for determining the level of heavy metals is the use of graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS), and sample preparation is an important and critical step in spectroscopic analysis to achieve reliable and accurate results. Since the digestion method in the preparation stage depends on the sample matrix, and in the codified methods for each of the matrices, a separate and special standard method has not been mentioned, the purpose of this study is to compare the two methods of acid digestion and dry ashing in the study of heavy metals in rice products using the graphite furnace atomic absorption spectrometry method. Other objectives of this article include determining the levels of lead and cadmium pollutants in rice.

The results of comparing the two methods of acid digestion and dry ashing by (GFAAS) in rice samples show that the average concentration of lead and cadmium heavy metals in the acid digestion method is higher than the dry ashing method.

In general, the recovery percentage of lead and cadmium determination by the acid method is 103 and 99.7%, respectively, and the recovery of the dry digestion method is 110 and 99.5%, but the results of the t-test between the two dry digestion and acid digestion methods do not show a significant difference.

The analyzes performed on 45 samples of rice varieties that were randomly sampled from the market in 2022 show that the average concentration of lead and cadmium metals, respectively, in 91.1 and 97.8% of rice varieties is in the permissible range of 150 ppb and 60 ppb. Also, 8.9 and 2.2% of rice varieties, respectively, have lead and cadmium levels higher than the permissible limit mentioned in the national standard, and it is concluded that due to the nature of rice, the acid digestion method is better than the furnace method.

### Keywords

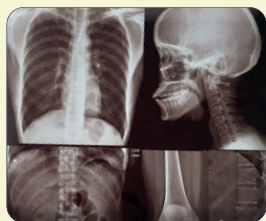
graphite furnace atomic absorption, digestion, brass, lead, arsenic and cadmium.



## Investigation of Key Factors Affecting DLS Results and Error Reduction Strategies



Investigation of the Effect of Reinforcement Installation Conditions Using Chemical Adhesives in Concrete on Pull-Out Resistance



Radiographic Film Interpretation Using Artificial Intelligence and Image Processing Techniques



Sample preparation on filtration in chromatography (Part 1)



Comparison of Acid Digestion and Dry Ashing Methods for Determination of Lead and Cadmium Heavy Metals in Rice by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry



Droplet Polymerase Chain Reaction; A New Step in Molecular Diagnosis