



## استخراج فاز جامد مقادیر ناچیز فلوکستین در نمونه های آبی بوسیله نانولوله کربنی و اندازه گیری آن با طیف سنجی مرئی و ماورابنفش در نمونه های بیولوژیکی

لیلا دایمی کبیری<sup>۱</sup>، علی مقیمی<sup>۱\*</sup>، نازنین فرهادیار<sup>۱</sup>، محمد یاری<sup>۲</sup>  
دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ورامین-پیشوا، دانشکده علوم پایه، گروه شیمی  
دانشگاه آزاد اسلامی، واحد اسلام شهر، دانشکده علوم پایه، گروه شیمی

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۷/۱۰/۰۵، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۷/۱۱/۳۰، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۷/۱۲/۹

### چکیده

روش استخراج فاز جامد جهت اندازه گیری مقادیر ناچیز فلوکستین در نمونه های آبی بوسیله نانولوله کربنی انجام شده است. روش حاضر یک سیستم دو فازی است که یکی از آن ها، فاز دهنده آبی حاوی فلوکستین و دیگری، فاز گیرنده شامل نانولوله های کربنی عامل دار شده آمینی است. آزمایشات در دو مرحله استخراج از نمونه های آبی واجذب داروی فلوکستین با استفاده از حلال متانول بازی انجام شدند و نمونه های واجذب شده به دستگاه اسپکتروفتومتری UV-Vis برای آنالیز بیشتر ارائه شدند. این روش ارزان، ساده و سریع بوده و با بسیاری از روش های دستگاهی موجود نیز همخوانی دارند. پارامترهای استخراج از قبیل اثر حلال آلی واجذب کننده، pH فازهای دهنده و گیرنده، زمان استخراج، زمان واجذب، سرعت همزدن، حجم فاز دهنده بهینه شدند و بررسی ها و اندازه گیری های کمی تحت شرایط بهینه انجام شد. روش ارائه شده از مزایای بسیاری مانند زمان کوتاه استخراج، مصرف کم حلالهای آلی، حذف اثر آزمایشات قبلی، حد تشخیص پایین و فاکتور تغلیظ بالا برخوردار می باشد. فاکتور تغلیظ و حد تشخیص برای فلوکستین به ترتیب  $14/3$  و  $13/6$   $\mu\text{g.L}^{-1}$  بدست آمد. دامنه خطی بین  $1$  تا  $10$  و انحراف استاندارد نسبی برای فلوکستین  $3/33$  درصد و  $R^2=0/9958$  می باشد.

واژه های کلیدی: فلوکستین، استخراج فاز جامد، نانولوله کربنی عامل دار شده آمینی، اسپکتروفتومتری.

### ۱. مقدمه

فلوکستین هیدروکلراید فعالیت ضد افسردگی به جهت ممانعت از بازجذب سرتونین در نورونهای دستگاه اعصاب مرکزی دارد. به علاوه این داروها به طور ضعیف بر بازجذب دوپامین و نوراپی نفرین اثر دارد. فلوکستین به راحتی از دستگاه گوارش جذب می شود

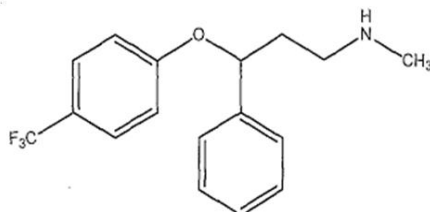
\*عهده دار مکاتبات: علی مقیمی

نشانی: ورامین-پیشوا-دانشگاه آزاد اسلامی، گروه شیمی

پست الکترونیک: alimoghimi@iauvaramin.ac.ir

تلفن: ۰۲۱۷۷۴۱۳۸۰

و در کبد متابولیزه می گردد. میزان اتصال به پروتئینهای پلاسمایی ۱۵-۵۵ ng/ml است و زمان رسیدن به اوج غلظت پلاسمایی، بعد از ۶-۸ ساعت است. نیمه عمر دارو ۲۱۶-۴۸ ساعت گزارش شده است و بعد از گذشت ۲۸-۳۵ روز به غلظت پلاسمایی می رسد [۱].



شکل ۱. ساختمان شیمیایی فلوکستین

حلالیت این دارو در حلالهای متانول و اتانول خیلی خوب و در حلالهای استن و استونیتریل و کلروفرم نسبتا خوب است. قابلیت حل شدن این دارو در حلالهای تولوئن، سیکلو هگزان و هگزان کم می باشد. ماکزیمم انحلال این ترکیب در آب ۱۴ mg/ml است [۱]. این دارو پودر جامد سفید مایل به زرد کم رنگ، بی بو، کریستالی (به صورت کریستالهای ریز) می باشد. حساس به نور است و می بایستی در پوششهای تیره آلومینیومی یا در ظروف مقاوم به نور و دور از گرما و رطوبت نگهداری شود این دارو اصولا به دو فرم نمکی هیدروکلراید و اگزالات وجود دارد [۲-۳]. از این رو اندازه گیری مقادیر ناچیز این ترکیب دارویی آرامبخش بسیار پراهمیت می باشند. برخی از روش های اندازه گیری که برای فلوکستین مورد استفاده قرار گرفته است در زیر آورده شده است [۴-۳۸].

آنتونیو فیلیپ و همکارانش در سال ۲۰۱۳ روش میکرو استخراج فاز مایع دو فاز را با استفاده از یک فیبر توخالی با مجرای تزریق استخراج و تجزیه و تحلیل کروماتوگرافی گاز برای استخراج و تشخیص فلوکستین (FLX) و نور فلوکستین (N-FLX) در پلاسمای انسان توسعه دادند. تحت شرایط مطلوب روش پیشنهادی محدوده خطی بین ۵۰۰ - ۱۰ ng/ml و  $R^2 = 0.9973$  برای FLX و  $R^2 = 0.9972$  و ۵۰۰-۱۵ ng/ml برای N-FLX نشان داده است. انحراف استاندارد نسبی بین ۴/۸ تا ۱۳/۱٪ و بین ۵/۴ تا ۱۴/۲٪ به ترتیب برای فلوکستین و نور فلوکستین بدست داده است [۴].

دیکسیت و همکارش در سال ۱۹۹۱ روشی برای تصفیه و تجزیه و تحلیل فلوکستین و نور فلوکستین با استفاده از ستون استخراج فاز جامد و گاز کروماتوگرافی با دتکتور یا آشکارساز ربایش الکترون ارائه کردند. منحنی پاسخ کمی خطی برای فلوکستین و نور فلوکستین بیش از محدوده غلظت از ۲۰-۲۰۰ نانو گرم بر میلی لیتر بدست آمده است. بازده استخراج کلی بیشتر از ۹۰٪ بدست آمد. ضرایب همبستگی ۰/۹۹۷ و ۰/۹۹۳ برای فلوکستین و نور فلوکستین بدست آمد [۵].

عامر و همکارانش در سال ۲۰۰۹ از روش استخراج فاز جامد مرحله به مرحله به همراه کروماتوگرافی مایع و طیف سنجی جرمی به منظور بهبود حساسیت برای تعیین مقادیر فلوکستین هیدروکلراید در پلاسمای انسان استفاده کردند. روش در محدوده ۵-۶۰ نانوگرم بر میلی لیتر فلوکستین تایید شد. ضریب همبستگی  $R^2 = 0.999$  و انحراف استاندارد نسبی به ترتیب بین (۸/۵ و ۱۱٪) و (۶/۶ و ۷/۵٪) بدست آمد [۶].

هدف از انجام این تحقیق، پیش تغلیظ فلوکستین در نمونه های حقیقی (پلاسمای خون، ادرار) بوسیله برهمکنش بین نانو جاذب و دارو و اندازه گیری آن به روش اسپکتروفتومتری UV-Visible می باشد. اساس روش بر پایه برهمکنش بین دارو و نانو جاذب می باشد.

## ۲. بخش تجربی

### ۲-۱. دستگاهها

هیتراستیرر و همزن مغناطیسی مارک AREX، ترازوی دیجیتالی با دقت ۳ رقم اعشار مدل 360CY از شرکت CITIZEN ساخت کشور لهستان، دستگاه سانتریفیوژ مارک Hettich و مدل A ۳۲ TOFIX، دستگاه pH متر مارک HANNA و مدل 83141HI، دستگاه التراسونیک (Ultrasonic Cleaner) کمپانی ELMA آلمان، دستگاه آون خلاء مدل Memert ساخت کشور آلمان، شیکر مدل Fanazmagostar، دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM، مدل 3200EM و ساخت شرکت KYKY، اسپکتروفتومتر FT-IR مدل Broker Tensor، دستگاه طیف سنجی جذب مرئی و فرابنفش مارک Shinadza مورد استفاده قرار گرفت. دستگاه طیف سنجی پراش پرتو اشعه ایکس (XRD) مدل PW 1800 و ساخت کارخانه PHILIPS و یک آهنربا ۱/۵ تسلا.

### ۲-۲. مواد و روش ها

مواد شیمیایی از جمله تمامی اسید های مورد استفاده (اسید نیتریک، اسید سولفوریک، اسید استیک) و همچنین آمونیاک، متیل اوراتژ و سود دارای خلوص تجزیه ای بوده و از شرکت مرک تهیه شده اند.

### ۲-۳. روش تهیه نانو لوله های عامل دار شده با آمین

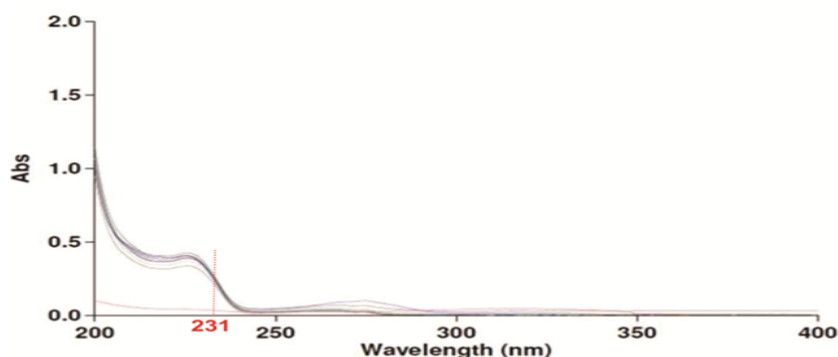
۰/۵۲۳ گرم از نانو لوله های کربنی چند دیواره خام به محلول ۱ به ۳ (حجمی) اسید نیتریک و اسید سولفوریک اضافه شد. مخلوط حاصل به مدت ۳۰ دقیقه در یک حمام اولتراسونیک با فرکانس ۴۰ کیلوهرتز قرار گرفت و سپس ۲۴ ساعت در حال همزدن رفلکس شد. محصول به دست آمده با آب مقطر شسته شد تا زمانی که pH زیر صافی به حدود ۷ برسد. فاز جامد جدا شده ۱۲ ساعت در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد و تحت خلاء خشک شد.

MWCNT-COOH، تولید شده از مرحله اول با اتیلن دی آمین (۲۰ میلی لیتر) مخلوط شد و به مدت ۵ ساعت در حمام اولتراسونیک (۴۰ کیلوهرتز) در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد قرار داده شد. مخلوط حاصل برای ۲۴ ساعت دیگر در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد هم زده شد و ماده جامد توسط فیلتراسیون خلاء ۰/۲ میکرون میلی پور پلی کربنات جدا شده و سپس با متانول بدون آب شسته شد. جامد حاصل یک شب در خلاء خشک شد و در نتیجه MWCNT-NH<sub>2</sub> بدست آمد [۸]. به منظور بررسی اثر جاذب نانو لوله کربنی آمین دار یا کربوکسیله در استخراج فلوکستین ابتدا مراحل زیر برای داروی فلوکستین انجام شد. برای هر ظرف، بافردر محدوده pH -۱۰ تا ۲ تنظیم شد. از داروی مورد نظر ۱ میلی لیتر (با غلظت ۱۰ ppm برای فلوکستین) برداشته شد، ۰/۰۱ گرم جاذب نانو لوله کربنی عامل دار آمین، ۱ میلی لیتر بافر pH (در محدوده ۱۰-۲) برداشته در بالن ۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر بی یون به حجم رسانده شد.

سپس عمل همزدن به مدت ۱۵ دقیقه انجام گرفت، سپس به مدت ۱۵ دقیقه سانتریفوژ شد و از فیلترهای سرنگی عبور داده و صاف کرده و در نهایت اندازه گیری کمی فلوکستین انجام گرفت. همین کار در مورد جاذب نانولوله کربنی عامل دار کربوکسیل هم انجام شد. اندازه گیری کمی محلول های فیلتر شده برای فلوکستین در طول موج ۲۰۰ تا ۸۰۰ nm به وسیله دستگاه UV-Vis دو پرتوی انجام گرفت. جاذب نانولوله کربنی عامل دار شده آمینی جذب بهتری داشته و به همین دلیل جاذب آمین برای استخراج داروی فلوکستین انتخاب شد.

### ۲-۳. بهینه کردن طول موج در استخراج فلوکستین

داروی مورد نظر به همراه جاذب نانولوله کربنی عامل دار آمینی و محدوده بافر pH از ۲ تا ۱۰ بعد از همزدن و سانتریفوژ، اندازه گیری کمی آن به وسیله دستگاه UV-Vis صورت گرفت. که تمام طیف ها در طول موج ۲۳۱nm روی هم قرار گرفتند. با این کار طول موج بهینه هم جذبی مشخص شد.



شکل ۲. نمودار تعیین طول موج بهینه هم جذبی و روش و دستگاه مورد استفاده

### ۳. نتایج و بحث

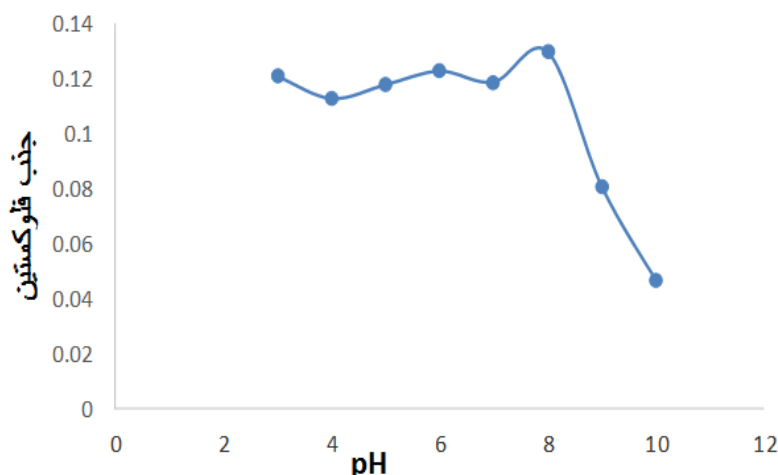
#### ۳-۱. اثر pH در استخراج فلوکستین

به منظور بررسی اثر pH در استخراج فلوکستین مراحل زیر انجام گرفت. از داروی مورد نظر ۱ میلی لیتر (با غلظت ۱۰ ppm برای فلوکستین برداشته شد)، ۰/۰۱ گرم جاذب آمین، ۱ میلی لیتر بافر pH (در محدوده ۱۰-۲) برداشته در بالن ۵۰ میلی لیتری ریخته و با آب مقطر بی یون به حجم رسانده شد. سپس عمل همزدن به مدت ۱۵ دقیقه انجام گرفت، سپس به مدت ۱۵ دقیقه سانتریفوژ و از فیلترهای سرنگی عبور داده و صاف شد و در نهایت اندازه گیری کمی فلوکستین انجام گرفت.

اندازه گیری کمی محلول های فیلتر شده برای فلوکستین در طول موج ماکزیمم  $231\text{ nm}$  به وسیله دستگاه UV-Vis دو پرتوی انجام گرفته است (شکل ۳).

این نمودار حاکی از آن است که با جذب در pH برابر ۱۰ برای فلوکستین، شرایط مناسب برای پروتونه شدن نانولوله کربنی مشاهده می شود که بیشترین جذب فلوکستین بر روی نانولوله عاملدار شده آمینی می باشد و اینکه از نظر الکتروستاتیکی بهترین شرایط جاذب و دارو برای جذب سطحی در pH برابر ۱۰ را داراست.

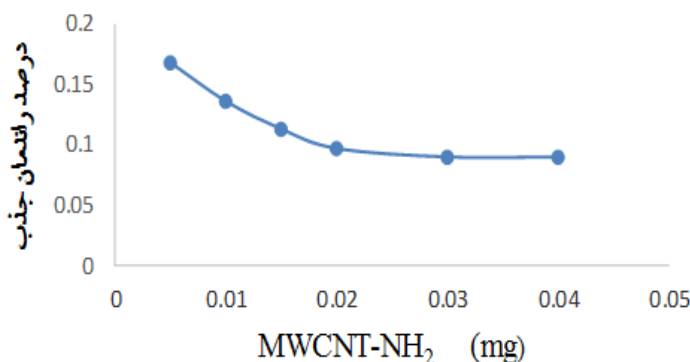
در pH بهینه جاذب بهترین شرایط را برای جذب فلوکستین داراست. بنابراین غلظت داروی فلوکستین در نمونه کاهش می یابد و شدت جذب آن کاهش می یابد.



شکل ۳. جذب فلوکستین بر روی نانولوله عاملدار شده آمینی

#### ۳-۲. اثر مقدار جاذب

پارامتر مهم دیگری که شدت جذب را تحت تاثیر قرار می دهد مقدار جاذب می باشد که برای فلوکستین مقدار ۰/۰۲ گرم برای فلوکستین انتخاب شد. در این مرحله از آزمایش با توجه به مراحل قبل، از pH بهینه و جاذب بهینه و در طول موج بهینه طبق شرایط قبل استفاده شد و مقادیر مختلف جاذب استفاده گردید (شکل ۴).

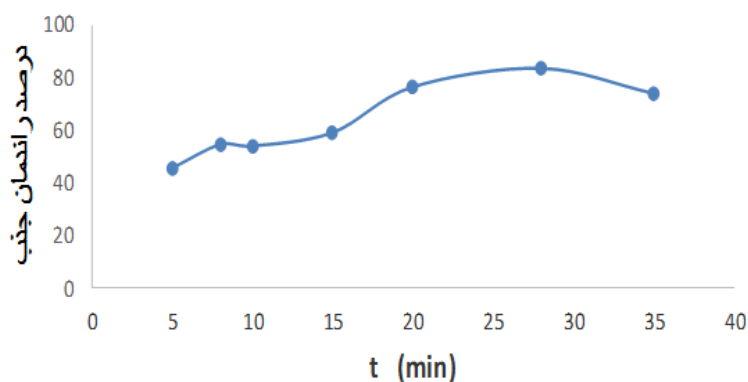


شکل ۴. جذب فلوکستین بر روی میلی گرم نانولوله عاملدار شده آمینی

این نمودار حاکی از آن است که در مقادیر کمتری جاذب، امکان وارد شدن ترکیباتی درون محلول می باشد که می توانند در طول موج ماکزیمم دارو جذب داشته باشند. مقدار جاذب برای فلوکستین مقدار ۰/۰۲۰ گرم انتخاب گردید.

### ۳-۳. اثر زمان جذب دارو در محلول

یکی دیگر از پارامترهای مهم بر روی سیستم جذب و اندازه گیری دارو بر اساس استخراج آنها، سرعت واکنش می باشد. ۷ محلول در شرایط بهینه تهیه شدند و در زمان های متفاوت، عمل آماده سازی و همزدن بر روی آن ها انجام شد. سپس سانتریفوژ و همانند مراحل قبل محلول ها توسط فیلتر صاف گردید و سپس جذب آن ها در طول موج ماکزیمم خوانده شد (شکل ۵).



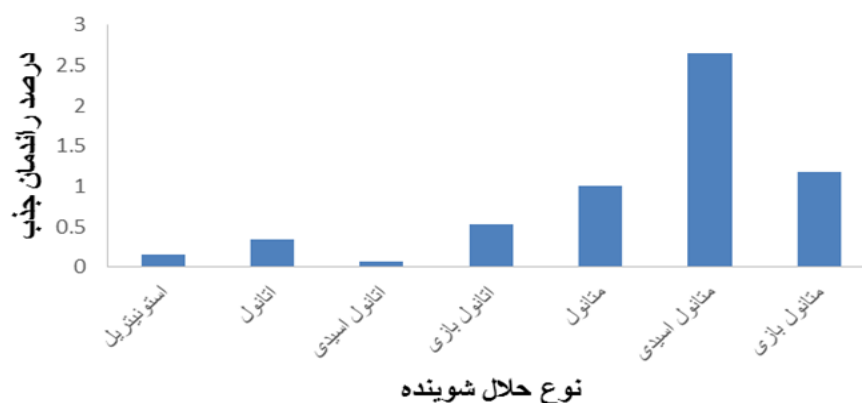
شکل ۵. جذب فلوکستین بر روی میلی گرم نانولوله عاملدار شده آمینی در زمانهای مختلف

شکل ۵ نشان می دهد که هرچه زمان تماس بین جاذب و دارو افزایش یابد شرایط رسیدن به تعادل بهتر شده و بعد از آن تغییری در غلظت دارو در محلول ایجاد نمی گردد. برای فلوکستین، بهینه زمان واکنش برای داشتن مناسب ترین جذب ۲۸ دقیقه انتخاب شد.

### ۳-۴. تاثیر نوع حلال شوینده

از پارامترهای تاثیر گذار روی سیستم جذب، نوع حلال شوینده می باشد که تاثیر فراوانی در میزان جذب دارد. در این تحقیق برای داروی فلوکستین، حلال های (متانول، اتانول، استونیتریل، متانول اسیدی و بازی، اتانول اسیدی و بازی) آزمایش شد و حلال

بهینه برای دارو انتخاب گردید. (بعد از انتخاب حلال بهینه، اسیدی یا بازی بودن حلال هم بررسی شد). ۷ بالن ۵۰ میلی لیتری برداشته شد. سپس بعد از عمل سانتریفوژ، آب رویی هر ظرفی خارج و حلال ها به آن اضافه شد و سپس ۲۰ دقیقه عمل همزدن و ۱۵ دقیقه سانتریفوژ و سپس فیلتراسیون انجام و جذب آن‌ها در طول موج ماکزیمم خوانده شد. در اینجا عمل واجذب انجام و به همین خاطر بیشترین جذب انتخاب شد (شکل ۶).

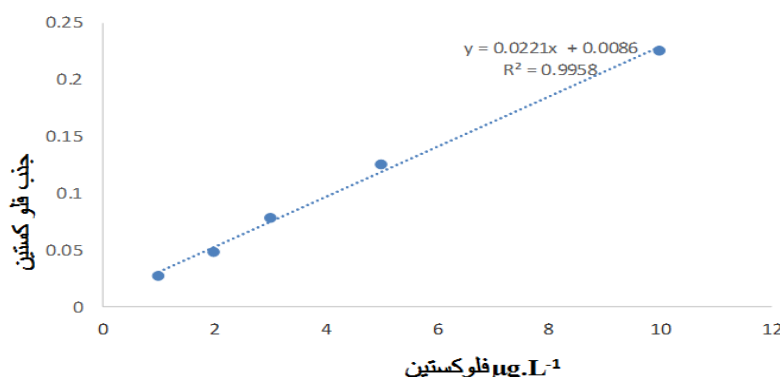


شکل ۶. واجذب فلوکستین بر روی گرم نانولوله عاملدار شده آمینی با حلالهای واجذب مختلف

شکل ۶ حاکی از آن است که در تعادل ایجاد شده بین جاذب و حلال شوینده، بهترین شرایط را حلال های اسیدی نشان می دهد. با در نظر گرفتن بیشترین جذب برای انتخاب حلال بهینه برای فلوکستین، متانول اسیدی انتخاب شد.

### ۳-۵. رسم منحنی کالیبراسیون جهت اندازه گیری داروی فلوکستین

پس از بهینه سازی تمام پارامترهای موثر در شدت جذب، اقدام به رسم نمودار کالیبراسیون گردید. برای این منظور در بالن ژوژه های ۵۰ میلی لیتری غلظت‌های متفاوتی از دارو اضافه شد. سپس نمک سدیم کلرید به صورت درصدی به مقدار ۰/۰۲ گرم به فلوکستین اضافه گردید و ۰/۰۲ گرم جاذب نانو لوله کربنی عامل دار آمینی و  $\text{pH} = 10$  به هر کدام از بالن ها اضافه شد و بالن ها با اضافه نمودن آب مقطر بی یون به حجم رسانده شدند.



شکل ۷. منحنی کالیبراسیون جذب فلوکستین با حلالهای واجذب مختلف

سپس مراحل شویش و... انجام گرفت، پس از آن شدت جذب این محلول ها در دمای آزمایشگاه برای دارو خوانده شد و منحنی کالیبراسیون رسم گردید. براساس نتایج بدست آمده در شرایط بهینه، شدت جذب و غلظت دارو در محدوده غلظتی برای فلوکستین خطی است (شکل ۷).

### ۶-۳. آماده سازی نمونه پلاسما برای اندازه گیری فلوکستین

نمونه خون گرفته شده از انسان در داخل تیوب های حاوی EDTA به حجم ۲/۵ میلی لیتر ریخته شد. نمونه ها، حدود ۲۵ دقیقه با ۳۰۰۰ دور در دقیقه سانتریفیوژ شدند. محلول زرد رنگ بالای تیوب، پلاسما است که برداشته شده و برای اطمینان از اینکه پروتئینی در پلاسما وجود نداشته باشد مقدار ۱۰ میلی لیتر استون را در ۱۰ میلی لیتر پلاسما ریخته و به مدت ۵ دقیقه با دور ۴۰۰۰ سانتریفیوژ می کنیم تا پروتئین های اضافی رسوب کنند. برای اندازه گیری با روش پیشنهادی نیز حجم معینی از پلاسما برداشته شده و مراحل اندازه گیری انجام گرفت.

### ۷-۳. نمونه ادرار برای اندازه گیری فلوکستین

نمونه ادرار گرفته شده از انسان و فیلتر شده در ظرف شیشه ای سیاه رنگی نگهداری شد و برای اندازه گیری با روش پیشنهادی نیز حجم معینی از ادرار برداشته شد و اندازه گیری انجام گرفت. نتایج بدست آمده (جدول ۱) نشان می دهد مقدار داروی اضافه شده و مقدار داروی یافت شده در پلاسما و ادرار یکسان می باشد و این حاکی از این است که صحت روش قابل قبول است.

جدول ۱. نتایج اندازه گیری فلوکستین در نمونه های حقیقی

نمونه	میکروگرم فلوکستین اضافه شده	جذب در طول موج ۲۳۱ nm
آب مقطر	۰/۰۰	N.D
	۲۰/۰۰	۲۰/۰۷(۱/۳) <sup>۳</sup>
ادرار	۰/۰۰	۲۶/۰۶(۱/۵)
	۲۰/۰۰	۴۵/۰۸(۱/۹)
پلاسمای خون	۰/۰۰	۱۲/۰۴(۲/۴)
	۲۰/۰۰	۳۲/۰۶(۱/۴)

### ۴. نتیجه گیری

تکنیک استخراج فاز جامد پخشی برای مقادیر ناچیز فلوکستین در نمونه های آبی و بیولوژیکی ارائه شد. اندازه گیری بوسیله دستگاه طیف سنجی مرئی-فرابنفش انجام شد. هدف این تحقیق ابداع یک روش کارا، گزینش پذیر، ارزان و ساده برای ارزیابی مقدار فلوکستین در نمونه های بیولوژیکی بود. توسعه ی روش استخراج فاز جامد در سالیان اخیر، جذبی با کارایی مناسب را به عنوان نیازی اساسی مطرح کرده است. از این رو در این کار تحقیقاتی از نانو لوله های کربنی عامل دار شده آمینی به عنوان جذبی مناسب در جهت افزایش راندمان استخراج فلوکستین استفاده شد. پارامتر های مؤثر بر استخراج از قبیل pH، نوع بافر، غلظت بافر،



مقدار جاذب، نوع و حجم حلال شوینده، سرعت (زمان) انجام واکنش و اثر نمک مورد بررسی قرار گرفت. این روش دارای تکرار پذیری خوب و رنج خطی وسیع ( $1-10 \text{ mg.L}^{-1}$ ) و فاکتور تغلیظ مناسب برای تعیین فلوکستین است و رنج خطی خوب، حد تشخیص  $13/6 \mu\text{g.L}^{-1}$  بدست آمد و تکرار پذیری بالا از ویژگی های این روش می باشد.

## ۵. مراجع

- [1] Oliveira, A.F.F., de Figueiredo, E.C. and dos Santos-Neto, Á.J., Analysis of fluoxetine and norfluoxetine in human plasma by liquid-phase microextraction and injection port derivatization GC-MS. *Journal of pharmaceutical and biomedical analysis*, 73 (2013) 53-58.
- [2] Dixit V., Nguyen H., Dixit V.M “ Varian Sample Preparation Products, Harbor City, *Jornal of Chromatography*, 15 (1991) 379-84.
- [3] Ribeiro, A.R., Maia, A.S., Moreira, I.S., Afonso, C.M., Castro, P.M. and Tiritan, M.E., Enantioselective quantification of fluoxetine and norfluoxetine by HPLC in wastewater effluents. *Chemosphere*, 95 (2014) 589-596.
- [4] Chen, L., Lu, Y., Li, S., Lin, X., Xu, Z. and Dai, Z., Application of graphene-based solid-phase extraction for ultra-fast determination of malachite green and its metabolite in fish tissues. *Food chemistry*, 141(2) (2013) 1383-1389.
- [5] Afkhami, A. and Moosavi, R., Adsorptive removal of Congo red, a carcinogenic textile dye, from aqueous solutions by maghemite nanoparticles. *Journal of Hazardous Materials*, 174(1-3) (2010) 398-403.
- [6] Moghimi, A., Preconcentration of trace Ni (II) using C18 disks modified cyclodextrin chitosan/nano graphene oxide. *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, 7(7) (2013) 242-251.
- [7] Moghimi, A., Detection of trace amounts of Pb (II) by schiff base-chitosan-grafted multiwalled carbon nanotubes. *Russian Journal of Physical Chemistry A*, 87(7) (2013) 1203-1209.
- [8] Moghimi, A. and Abdouss, M., Extraction of Co (II) by Isocyanate Treated Graphite Oxides (iGOs) Adsorbed on Surfactant Coated C 18 Before Determination by FAAS. *Int. J. Bio-Inorg. Hybd. Nanomat*, 2(1) (2013) 319-327.
- [9] Moghimi, A. and Abdouss, M., Extraction of Co (II) by Isocyanate Treated Graphite Oxides (iGOs) Adsorbed on Surfactant Coated C 18 Before Determination by FAAS. *Int. J. Bio-Inorg. Hybd. Nanomat*, 2(1) (2013) 319-327.
- [10] Moghimi, A., Esfanjani, S. and Mazloomifar, H., Extraction and Perconcentration of Lead (II) using Octadecyl Bonded Silica Cartridge and Its Determination by Flame Atomic Absorption Spectrometry. *Asian Journal of Chemistry*, 24(10) (2012) 4697-4705.
- [11] Poursharifi, M.J. and Moghimi, A., Determination of Cadmium (II) Using Cd (II)-Imprinted Nano Diazoaminobenzene-Vinylpyridine Copolymers. *Asian Journal of Chemistry*, 24(10) (2012) 4563-4575.

- [12] Moghimi, A., Extraction of Ultra Trace Amounts Bismuth in Water Samples Using Cloud Point Extraction with 2-Amino-Cyclopentene-1-Dithiocarboxylic Acid. *Journal of Chemical Health Risks*, 2(1) (2012) 147-156.
- [13] Moghimi, A., Perconcentration of Mercury (II) from Natural Water by Activated Charcol-loaded Schiff's Base 2-Propylpiperidine-1-Carbodithioate (PPCD) Phases. *Journal of Chemical Health Risks*, 1(2) (2012) 101-112.
- [14] Jalal, R., Bagheri, S.M., Moghimi, A. and Rasuli, M.B., Hypoglycemic effect of aqueous shallot and garlic extracts in rats with fructose-induced insulin resistance. *Journal of Clinical Biochemistry and Nutrition*, 41(3) (2007) 218-223.
۱۵. درسنامه جامع داروهای رسمی ایران، دکتر سعید شهرازی، دکتر طاهره غازیانی، جاویدان نژاد، حاجی بابایی، اطلاعات دارویی بالینی (داروهای ژنریک ایران)، نشر علوم دانشگاهی، ویراست چهارم، چاپ اول، ۱۳۸۱
۱۶. ر. خدام، راهنمای جیبی کاربرد داروهای ژنریک ایران، نشر دیباج، ویراست سوم، چاپ ششم ۱۳۸۴
- [17] Javad Poursharifi, M., and Moghimi, A., Cloud-Point Method of Extraction Co (II) and Determination by FAAS. *Oriental Journal of Chemistry*, 28(1) (2012) 379-386.
- [18] Moghimi, A. and Javad Poursharifi, M., Extraction of Copper (II) and Lead (II) using by Nano and Micron size Sorbents Poly (Dimethylsiloxane) Microchannels. *Oriental Journal of Chemistry*, 28(1) (2012) 203-212.
- [19] Moghimi, A., Preconcentration of Zn (II) from Sample Water by Phenyl-iminodiacetic Acid Grafted Multiwalled Carbon Nanotubes. *Journal of Chemical Health Risks*, 2(3) (2012) 28-41.
- [20] Moghimi, A., Ghiasi, R., Behrouzinia, S., Extraction Cd (II) by (Z)-Furan-2-carbaldehyde Thiosemicarbazone adsorbed on surfactant coated alumina before determination by FAAS, *International Journal of Fundamental Physical Sciences*, 1 (4) (2011) 112-118.
- [21] Moghimi, A., Poursharifi, M.J., Perconcentration of Trace Cr (III) using Octadecyl Silica Membrane Modified N, N-Disalicylideneethylenediamine, *Asian Journal of Chemistry*, 23 (9) (2011) 3870-3877.
- [22] Tajodini, N. and Moghimi, A., Spectrophotometric Study of W (VI)-G Lycinamide Complex Formation. *Asian Journal of Chemistry*, 23(9) (2011) 4186.
- [23] Behrouzinia, S., Zand, M., Namdar, A., Rahimi, H., Moghimi, A., The effect of operational parameters on the output power of copper vapor laser with small-bore tube, *International Journal of Fundamental Physical Sciences*, 1 (3) (2011) 67-72.
- [24] Ghiasi, R. and Moghimi, A., A theoretical study of the interaction between  $[HB\equiv CH]^-$ ,  $[H_2B=CH_2]^-$ , and boratabenzene anions with alkali and alkaline earth metals: properties and structures. *Journal of Structural Chemistry*, 52(4) (2011) 683-689.
- [25] Moghimi, A., Preconcentration Ultra Trace of Cd (II) in Water Samples Using Dispersive Liquid-Liquid Microextraction with Salen (N, N'-Bis (Salicylidene)-Ethylenediamine) and Determination Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 55(2) (2008) 369-376.

- [26] Moghimi, A., Solid Phase Extraction of Cr (III) from Natural Water by Modified Nano Polyacrylonitrile Fiber. *World Applied Sciences Journal*, 12(12) (2011) 2252-2259.
- [27] Makipour, P., Moghimi, A. and GHIASI, R., Preconcentration and spectrophotometric determination of copper (II) using octadecyl silica membrane disks modified by 1-nitroso-2-naphthol-3, 6-disulfonic acid. *Oriental Journal of Chemistry*, 26(3) (2010) 797.
- [28] Ghammamy, S., Khorsandtabar, S., Moghimi, A. and Sahebalzamani, H., Oxidation of Some Organic Diols with Trialkylammonium Fluorochromates (VI),  $R_3NH [CrO_3F]$ , ( $R = CH_3, C_2H_5, C_3H_7$  and  $C_4H_9$ ) at Room Temperature and Under Microwave Condition. *Journal of the Mexican Chemical Society*, 53(2) (2009) 41-43.
- [29] Moghimi, A., Gazal, A., Solid-phase extraction derivative aromatic compounds in water samples and determination of using GC-FID, *Oriental Journal of Chemistry*, 24 (2) (2008) 397-403.
- [30] Aref-Azar, H., Moghimi, A., Selective pre-concentration and solid phase extraction of mercury (II) from natural water by alumina-loaded 2-amino-cyclopentene-1-dithiocarboxylic acid phases, *Oriental Journal of Chemistry*, 23 (2) (2007) 437-442.
- [31] Ghammamy, S., Mehrani, K., Javanshir, Z., Moghimi, A., Shabaani, F. and Malekia, S., Synthesis and characterization of two new triphenylphosphonium halochromates,  $(C_6H_5)_3PH [CrO_3X]$ , ( $X = F, Br$ ). *ARKIVOC*, 15 (2007) 61-65.
- [32] Shamsipur, M., Ghiasvand, A.R., Sharghi, H. and Naeimi, H., Solid phase extraction of ultra trace copper (II) using octadecyl silica membrane disks modified by a naphthol-derivative Schiff's base. *Analytica Chimica Acta*, 408(1) (2000) 271-277.
- [33] Tazen, M., Saygi, Q. ,Soylak, M.,Solid phase extraction of heavy metal ions in environmental samples on multiwalled carbon nanotubes, *Journal of Hazardous Materials*, 12 (2008) 632-639.
- [34] Moghimi, A., Solid phase extraction of trace amount of Cu(II) using functionalized-graphene., *Russian Journal of Physical Chemistry A*, 87(11) (2013) 1851-1858.
- [35] Moghimi, A., Separation of trace amount Cu (II) using octadecyl silica membrane disks - nano graphene modified n,n-disalicylidene ethylene diamine, *Journal of Chemical Health Risks*, 4(2) (2014) 15-22.
- [36] Moghimi, A., Preconcentration and Determination of Trace Amounts of Heavy Metals in Water Samples Using Membrane Disk and Flame Atomic Absorption Spectrometry, *Chinese Journal of Chemistry*, 25 (2007) 640.
- [37] Moghimi, A., Selective Pre-concentration and Solid Phase Extraction of Mercury(II) from Natural Water by Silica Gel-loaded (E)-N-(1-Thien-2'-ylethylidene)-1,2-phenylenediamine Phase, *Chinese Journal of Chemistry*, 25 (2007) 1536-1545.
- [38] Moghimi, A., Detection of trace amounts of Pb(II) by schiff base-chitosan-grafted multiwalled carbon nanotubes, *Russian Journal of Physical Chemistry A*, 87(7) (2013) 1203-1209.

## Solid Phase Extraction of Fluoxetine in water Samples by Carbon Nanotubes modified and its determination with Ultraviolet-Visible Spectrometry in Biological Samples

Lila daemi Kabiri<sup>1</sup>, Ali Moghimi<sup>1\*</sup>, Nazanin Farhadyar<sup>1</sup>, Mohammad Yari<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Department of Chemistry, Varamin(Pishva) Branch, Islamic Azad University, Varamin, Iran

<sup>2</sup>Department of Chemistry, Islamshahr Branch, Islamic Azad University, Islamshahr, Iran

Submitted: 26 December 2018, Revised: 19 February 2019, Accepted: 28 February 2019

### Abstract

In this method, the use of drugs continues to increase which leads to an increase in environmental pollution; as a result, drug control is a common practice in many laboratories. This method is dedicated to improving a method to determine small amounts of fluoxetine in a water and biological sample. In this study, new techniques were applied for solid phase extraction of insignificant amounts of fluoxetine in water samples by carbon nanotubes and its measurement with ultraviolet-visible spectroscopy in biological samples. These techniques are two-phase systems in which donor phases are fluoxetine-containing aqueous samples and acceptor phases are amino-functionalized carbon nanotubes. The experiments were carried out in two stages of extraction from desolate water samples of fluoxetine using methanol as solvent and the desolate samples were taken to UV-Vis spectrophotometer for further analysis. This method is inexpensive, simple and fast, and is consistent with many of the existing machine methods. Extraction parameters such as the effect of desolating organic solvents, pH of donor and acceptor phases, extraction time, desolation time, mixing speed, volume of donor phase and surfactant effect were optimized and quantitative investigations and measurements were done under optimum conditions. The techniques mentioned enjoy many advantages including short extraction time, low consumption of organic solvents, deleting the effect of previous experiments, low detection limit, and high concentration factor. Concentration factor and detection limit for fluoxetine were 14.3 and 13.6  $\mu\text{g}$ , respectively. The linear amplitude was between 1-10  $\text{mg.L}^{-1}$  and the relative standard deviation was 3.33 for fluoxetine and  $R^2=0.9958$ .

**Keywords:** fluoxetine, solid phase extraction, Amino-functionalized carbon nanotubes, spectrophotometry.

\*Corresponding author : Ali Moghimi

Address: Department of Chemistry, Islamic Azad University, Varamin Branch, Tehran, Iran

Tel: 09122130124

E-mail: alimoghimi@iauvaramin.ac.ir