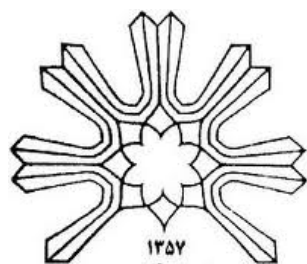


صلى الله عليه وسلم



دانشگاه محقق اردبیلی

دانشکده‌ی علوم

گروه شیمی کاربردی

عنوان:

استخراج فاز جامد-اندازه‌گیری بعضی از یون‌های فلزی با استفاده از جاذب

کیتوسان/دودسیل بنزن سولفونات

استاد راهنما:

دکتر حبیب اله اسکندری

اساتید مشاور:

دکتر ماندانا امیری- دکتر طاهر علیزاده

توسط:

زهرا مراد

دانشگاه محقق اردبیلی

پاییز ۹۲



دانشکده‌ی علوم

گروه آموزشی شیمی کاربردی

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد در رشته شیمی تجزیه

عنوان:

استخراج فاز جامد- اندازه گیری بعضی از یون‌های فلزی با استفاده از جاذب

کیتوسان / دودسیل بنزن سولفونات

توسط:

زهرا مراد

ارزیابی و تصویب شده توسط کمیته پایان نامه با درجه

دکتر حبیب اله اسکندری

دکتر طاهر علیزاده (مشاور)

دکتر ماندانا امیری (مشاور)

دکتر سهرابی (داور)

دانشیار

دانشیار

استادیار

استادیار

مهر ۱۳۹۲

تقدیم به:

پدر و مادرم

به پاس تعبیر عظیم و انسانی شان از کلمه ایثار
به پاس عاطفه سرشار و گرمای امید بخش وجودشان
و به پاس محبت های بی دریغشان که هرگز فروکش نمی کنند.

و همسرم

به پاس آنکه سیبان عشق و آرایش و تکیه گاه امن و آسایش من بود

به پاس محبت ها و صبوری ها و دلگرمی هایش

و به پاس آنکه صبورانه و صادقانه مرا در این راه همراهی نمود.

پاسکزاری:

خدای بزرگ و مهربان را شاکرم که همچون تمام محظات زندگی، یاریم کرد تا مرحله ای دیگر از دوران تحصیل خود را با موفقیت به پایان برسانم و خوشحالم که فرصتی دست داد تا در این چند سطر از همه عزیزانی که مراد انجام این پایان نامه همراهی کردند تشکر و قدردانی نمایم؛

از استاد گرامی و شایسته، جناب آقای دکتر حبیب اله اسکندری که در کمال سعه صدر و با حسن خلق از پیچ لکی در این عرصه بر من دریغ ننمودند و

رحمت را بهمانی این پایان نامه را بر عهده گرفتند؛

از اساتید فرزاد و مهربان، جناب آقای دکتر علیرزاده و سرکار خانم دکتر امیری که زحمت مشاوره این پایان نامه را متقبل شدند و در سهای

علمی و اخلاقی فراوان از محضر ایشان آموختم؛

از استاد بزرگوار، سرکار خانم دکتر سهرابی که زحمت داوری این پایان نامه را بر عهده گرفتند؛

از پدر و مادر عزیزم، که همواره بر کوتاهی و درشتی ام، قلم عنو کشیده و در تمام عرصه های زندگی یار و یاور بی چشم داشت برای من بوده اند؛

از همسر مهربانم که در تمام مدت تحصیل همواره مشوقم بوده و صبورانه مرا همراهی و یاری کرد و در سایه محبت های بی دریغ او بود که تحمل سختی این راه برایم

ممكن شد؛

کمال تشکر و قدردانی را دارم.

باشد که این خردترین، نجشی از زحمات آنان را پاس گوید.

نام خانوادگی دانشجو: مراد	نام: زهرا
عنوان پایان نامه: استخراج فاز جامد- اندازه گیری بعضی از یون های فلزی با استفاده از جاذب کیتوسان/دودسیل بنزن سولفونات	
استاد راهنما: دکتر حبیب اله اسکندری اساتید مشاور: دکتر ماندانا امیری- دکتر طاهر علیزاده	
مقطع تحصیلی: کارشناسی ارشد	رشته: شیمی
گرایش: تجزیه	دانشگاه: محقق اردبیلی
دانشکده: علوم	تاریخ دفاع: ۱۳۹۲/۷/۲۹
تعداد صفحات: ۱۰۲	
چکیده: <p>یک پلی جاذب عامل دار جدید بر اساس ایجاد زوج یون بین گروه های آمونیوم کیتوسان و دودسیل بنزن سولفونات در محیط اسیدی تهیه شد. به نظر می رسد ساختارهای همی مایسل و اد مایسل برای ایجاد برهم کنش های یونی و غیرقطبی، مشتقات غالب برای این استخراج باشند. استخراج با پخش کردن به کمک هم زدن بصورت درجا انجام گرفت و توسط سانتیفوز در لوله آزمایش جمع آوری شد. این جاذب برای پیش تغلیظ و تعیین اسپکتروفتومتری پالادیم، وانادیم و کبالت، بعد از تشکیل کمپلکس با ۲-(۵-برمو-۲-پیریدیل آزو)-۵-(دی اتیل آمینو) بکار گرفته شد. اتانول به عنوان شوینده استفاده شد. تاثیر پارامترهای مختلف بررسی شده و شرایط بهینه تعیین شد. محدوده خطی برای پالادیم، وانادیم و کبالت به ترتیب ۰/۶-۲۸۰/۰، ۰/۲-۱۳۰/۰ و ۰/۵-۷۵/۰ نانوگرم بر میلی لیتر و حد تشخیص برای یون های پالادیم، وانادیم و کبالت به ترتیب ۱/۵، ۱/۱ و ۰/۳ نانوگرم بر میلی لیتر بدست آمد. این روش برای تعیین این یون ها در بافت های مختلف با موفقیت مورد استفاده قرار گرفت.</p>	
کلید واژه ها: استخراج فاز جامد، کیتوسان، دودسیل بنزن سولفونات، پالادیوم، کبالت، وانادیوم.	

فهرست مطالب

صفحه	عنوان مطالب
	فصل اول: مقدمه
۲	۱- مقدمه.....
۲	۱-۱- استخراج فاز جامد (SPE).....
۴	۱-۱-۲- روش کار SPE.....
۴	۱-۱-۳- مزایای SPE بر استخراج مایع- مایع.....
۵	۱-۱-۴- کاربردهای رایج SPE.....
۶	۱-۱-۶- مهمترین ویژگی های جاذب.....
۶	۱-۱-۷- انواع جاذب.....
۶	۱-۲- میکرواستخراج فاز جامد (SPME).....
۸	۱-۳- استفاده از کیتوسان به عنوان جاذب.....
۹	۱-۳-۱- مروری بر کارهای گذشته در رابطه با استخراج فلزات با کیتوسان.....
۱۱	۱-۴- عوامل فعال سطحی.....
۱۲	۱-۴-۱- طبقه بندی مواد فعال کننده سطحی.....
۱۴	۱-۴-۱- مروری بر کارهای گذشته در رابطه با استخراج یون های فلزی به کمک ترکیبات فعال سطحی.....
۱۶	۱-۵- پالادیم.....
۱۶	۱-۵-۱- اهمیت پالادیم از دیدگاه زیستی.....
۱۷	۱-۵-۲- کاربردهای پالادیم.....
۱۸	۱-۶- کبالت.....
۱۹	۱-۶-۱- اهمیت کبالت از دیدگاه زیستی.....
۱۹	۱-۶-۲- کاربردهای کبالت.....
۲۰	۱-۷- وانادیم.....
۲۱	۱-۷-۱- اهمیت وانادیوم از نظر زیستی.....
۲۱	۱-۷-۲- کاربردهای وانادیم.....
۲۲	۱-۸- مروری بر استخراج فاز جامد فلزات پالادیم، کبالت و وانادیم به روش های مختلف.....

فصل دوم: مواد و روش تحقیق

۲-۲- طرز تهیه محلول‌ها ۳۰

فصل سوم: بررسی نتایج و بحث

۳- مشخصه یابی مواد مورد استفاده ۳۳

۳-۱- بررسی طیف IR ۳۳

۳-۲- اندازه گیری پالادیم، کبالت و وانادیم ۳۴

۳-۲-۱- انتخاب سیستم برای اندازه گیری پالادیم، کبالت و وانادیم ۳۴

۳-۳-۱- روش مورد استفاده برای اندازه گیری پالادیم ۳۷

۳-۳-۲- بهینه کردن پارامترها در اندازه گیری پالادیم ۳۷

۳-۳-۳- تاثیر غلظت ۲- (۵- برم- ۲- پیریدیل آزو) ۵- (دی اتیل آمینو) فنول ۳۸

۳-۳-۴- تاثیر اسید ۴۰

۳-۳-۵- تاثیر زمان تشکیل کمپلکس ۴۱

۳-۳-۶- تاثیر غلظت کیتوسان ۴۱

۳-۳-۷- تاثیر غلظت SDBS ۴۲

۳-۳-۸- تاثیر مدت زمان استخراج ۴۳

۳-۳-۹- تاثیر مقدار فاز جاذب ۴۴

۳-۳-۱۰- تاثیر فاز شوینده ۴۶

۳-۳-۱۱- اثر حجم اتانول جهت واجذب ۴۶

۳-۳-۱۲- تاثیر مدت زمان واجذب ۴۷

۳-۳-۱۳- تاثیر قدرت یونی ۴۸

۳-۳-۱۴- رسم منحنی درجه بندی ۴۹

۳-۳-۱۵- صحت و دقت روش ۵۰

۳-۳-۱۶- بررسی اثر مزاحمت‌ها ۵۲

۵۲ ۱۷-۳-۳- اندازه گیری پالادیم در بافت منابع آبی مختلف
۵۳ ۴-۳- اندازه گیری کبالت
۵۳ ۱-۴-۳- روش مورد استفاده برای اندازه گیری کبالت
۵۴ ۲-۴-۳- بهینه کردن پارامترها در اندازه گیری کبالت
۵۵ ۳-۴-۳- تاثیر غلظت ۲- (۵-برمو-۲-پیریدیل آزو)-۵- (دی اتیل آمینو) فنول
۵۷ ۴-۴-۳- تاثیر غلظت SDBS
۵۷ ۵-۴-۳- تاثیر اسید
۵۹ ۶-۴-۳- تاثیر زمان تشکیل کمپلکس
۵۹ ۷-۴-۳- تاثیر غلظت کیتوسان
۶۰ ۸-۴-۳- تاثیر مدت زمان استخراج
۶۱ ۹-۴-۳- تاثیر فاز شوینده
۶۲ ۱۰-۴-۳- اثر حجم اتانول جهت واجذب
۶۳ ۱۱-۴-۳- تاثیر مدت زمان واجذب
۶۴ ۱۲-۴-۳- تاثیر قدرت یونی
۶۶ ۱۳-۴-۳- رسم منحنی درجه بندی
۶۶ ۱۴-۴-۳- صحت و دقت روش
۶۷ ۱۵-۴-۳- بررسی اثر مزاحمت ها
۶۸ ۱۶-۴-۳- اندازه گیری کبالت در بافت منابع آبی مختلف
۶۹ ۵-۳- اندازه گیری وانادیم
۶۹ ۱-۵-۳- روش مورد استفاده برای اندازه گیری وانادیم
۶۹ ۲-۵-۳- بهینه کردن پارامترها در اندازه گیری وانادیم
۷۰ ۳-۵-۳- تاثیر غلظت ۲- (۵-برمو-۲-پیریدیل آزو)-۵- (دی اتیل آمینو) فنول
۷۲ ۴-۵-۳- تاثیر اسید
۷۳ ۵-۵-۳- تاثیر غلظت هیدروژن پراکسید
۷۴ ۶-۵-۳- تاثیر غلظت SDBS
۷۵ ۷-۵-۳- تاثیر زمان حرارت دهی
۷۶ ۸-۵-۳- تاثیر غلظت کیتوسان

۷۷ ۳-۵-۹-تأثیر زمان استخراج
۷۹ ۳-۵-۱۰-تأثیر فاز شوینده
۷۹ ۳-۵-۱۱-اثر حجم اتانول جهت واجذب
۸۰ ۳-۵-۱۲-تأثیر زمان شستشو
۸۳ ۳-۵-۱۴-رسم منحنی درجه بندی
۸۳ ۳-۵-۱۵-صحت و دقت روش
۸۴ ۳-۵-۱۶-بررسی اثر مزاحمت‌ها
۸۵ ۳-۵-۱۷-اندازه‌گیری و انادیم در بافت منابع آبی مختلف

فصل چهارم: نتیجه گیری

۸۶ نتایج و یافته‌های پژوهش
----	-------------------------------

فهرست جدول‌ها

شماره و عنوان جدول	صفحه
جدول (۳-۱): پارامترهای تجزیه ای مربوط به منحنی درجه بندی	۵۰
جدول (۳-۲): بررسی تکرارپذیری و صحت روش تجزیه‌ای	۵۲
جدول (۳-۳): اثر گونه های افزوده شده بر اندازه گیری پالادیم	۵۲
جدول (۳-۴): اندازه گیری پالادیم در انواع مختلف بافت‌های آبی	۵۳
جدول (۳-۵): پارامترهای تجزیه ای مربوط به منحنی درجه بندی	۶۶
جدول (۳-۶): بررسی تکرار پذیری و صحت روش تجزیه‌ای	۶۷
جدول (۳-۷): اثر گونه‌های افزوده شده بر اندازه گیری کبالت	۶۷
جدول (۳-۸): اندازه گیری کبالت در انواع مختلف بافت‌های آبی	۶۸

- جدول (۳-۹): پارامترهای تجزیه ای مربوط به منحنی درجه بندی ۸۳
- جدول (۳-۱۰): پارامترهای تجزیه ای مربوط به دقت و صحت روش ۸۴
- جدول (۳-۱۱): اثر گونه های افزوده شده بر اندازه گیری وانادیم ۸۴
- جدول (۳-۱۲): اندازه گیری وانادیم در انواع مختلف نمونه های آبی ۸۵
- جدول (۴-۱): مقایسه برخی از روش های ارائه شده اندازه گیری یون فلزی وانادیم و روش ارائه شده ۸۸
- جدول (۴-۲): مقایسه برخی از روش های ارائه شده اندازه گیری یون فلزی پالادیم و روش ارائه شده ۸۹
- جدول (۴-۳): مقایسه برخی از روش های ارائه شده اندازه گیری یون فلزی کبالت و روش ارائه شده ۹۰

فهرست شکل ها

شماره و عنوان شکل	صفحه
شکل (۱-۱): تاثیر SPE بر حذف مزاحمت ها	۳
شکل (۲-۱): تاثیر SPE بر تغلیظ و افزایش حساسیت آشکارسازی	۳
شکل (۳-۱): شماتیک مراحل استخراج فاز جامد	۴
شکل (۴-۱): کیتین	۹
شکل (۵-۱): کیتوسان	۹
شکل (۱-۳): طیف FT-IR	۳۳
شکل (۲-۳): طیف های جذبی شاهد و نمونه در اندازه گیری پالادیم	۳۸
شکل (۳-۳): تاثیر غلظت لیگانند بر روی حساسیت روش اندازه گیری پالادیم	۳۹
شکل (۴-۳): تاثیر غلظت اسید نیتریک بر روی حساسیت روش اندازه گیری پالادیم	۴۰
شکل (۵-۳): تاثیر مدت زمان تشکیل کمپلکس بر روی حساسیت روش اندازه گیری پالادیم	۴۱
شکل (۶-۳): تاثیر غلظت کیتوسان بر روی حساسیت روش اندازه گیری پالادیم	۴۲
شکل (۷-۳): تاثیر غلظت SDBS بر روی حساسیت روش اندازه گیری پالادیم	۴۳
شکل (۸-۳): وابستگی حساسیت روش به مدت زمان لازم برای انجام عمل استخراج کمپلکس پالادیم	۴۴
شکل (۹-۳): وابستگی حساسیت روش به مقدار فاز جاذب برای انجام عمل استخراج کمپلکس پالادیم	۴۵

- شکل (۳-۱۰): وابستگی حساسیت روش به نوع محلول شوینده برای انجام عمل استخراج کمپلکس پالادیوم.....۴۶
- شکل (۳-۱۱): وابستگی حساسیت روش به حجم فاز شوینده برای انجام عمل استخراج کمپلکس پالادیوم.....۴۷
- شکل (۳-۱۲): وابستگی حساسیت روش به مدت زمان لازم برای انجام عمل واجذب کمپلکس پالادیم.....۴۸
- شکل (۳-۱۳): تأثیر غلظت الکترولیت روی حساسیت روش اندازه گیری پالادیم.....۴۹
- شکل (۳-۱۴): منحنی درجه بندی جهت اندازه گیری پالادیم به روش مشتق اول.....۵۰
- شکل (۳-۱۵): طیف های جذبی شاهد و نمونه در اندازه گیری کبالت.....۵۵
- شکل (۳-۱۶): وابستگی حساسیت روش به غلظت لیگند برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۵۶
- شکل (۳-۱۷): وابستگی حساسیت روش به غلظت SDBS برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۵۷
- شکل (۳-۱۸): وابستگی حساسیت روش به غلظت اسید برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۵۸
- شکل (۳-۱۹): وابستگی حساسیت روش به زمان تشکیل کمپلکس برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۵۹
- شکل (۳-۲۰): وابستگی حساسیت روش به غلظت کیتوسان برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۶۰
- شکل (۳-۲۱): وابستگی حساسیت روش به زمان استخراج برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۶۱
- شکل (۳-۲۲): وابستگی حساسیت روش به نوع محلول شوینده برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۶۲
- شکل (۳-۲۳): وابستگی حساسیت روش به حجم فاز شوینده برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۶۳
- شکل (۳-۲۴): وابستگی حساسیت روش به زمان شستشو برای انجام عمل استخراج کمپلکس کبالت.....۶۴
- شکل (۳-۲۵): تأثیر غلظت الکترولیت روی حساسیت روش اندازه گیری کبالت.....۶۵
- شکل (۳-۲۶): منحنی درجه بندی جهت اندازه گیری کبالت.....۶۶
- شکل (۳-۲۷): طیف های جذبی شاهد و نمونه در اندازه گیری وانادیم.....۷۰
- شکل (۳-۲۸): وابستگی حساسیت روش به غلظت لیگند برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم.....۷۱
- شکل (۳-۲۹): وابستگی حساسیت روش به غلظت اسید برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم.....۷۲
- شکل (۳-۳۰): وابستگی حساسیت روش به غلظت هیدروژن پراکسید برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم.....۷۴
- شکل (۳-۳۱): وابستگی حساسیت روش به غلظت SDBS برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم.....۷۵
- شکل (۳-۳۲): وابستگی حساسیت روش به زمان حرارت دهی برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم.....۷۶
- شکل (۳-۳۳): وابستگی حساسیت روش به غلظت کیتوسان برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم.....۷۷
- شکل (۳-۳۴): وابستگی حساسیت روش به زمان استخراج برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم.....۷۸
- شکل (۳-۳۵): وابستگی حساسیت روش به نوع فاز شوینده برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم.....۷۹

- شکل (۳-۳۶): وابستگی حساسیت روش به حجم فاز شوینده برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم..... ۸۰
- شکل (۳-۳۷): وابستگی حساسیت روش به زمان شستشو برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم ۸۱
- شکل (۳-۳۸): وابستگی حساسیت روش به غلظت اسید برای انجام عمل استخراج کمپلکس وانادیم ۸۲
- شکل (۳-۳۹): منحنی درجه‌بندی جهت اندازه‌گیری وانادیم ۸۳

فصل اول

مقدمه

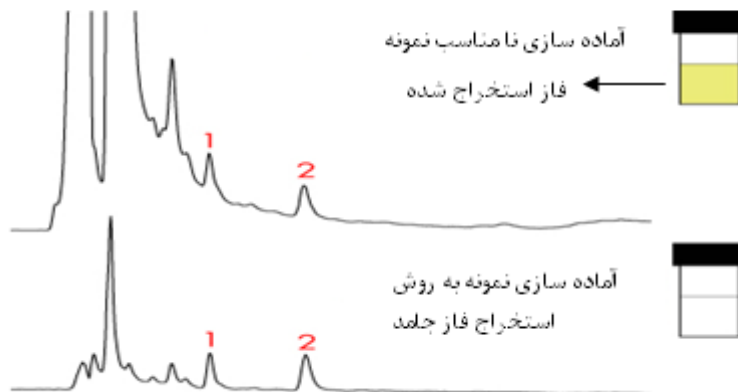
۱-۱- استخراج فاز جامد^۱ (SPE)

استخراج فاز جامد از جمله روش‌های تغلیظ و جداسازی مواد است که بر اساس تمایل جذب سطحی مواد بر روی یکدیگر پایه‌گذاری شده است. اساس SPE مشابه اساس استخراج مایع - مایع است و شامل توزیع جسم حل شده بین دو فاز است، با این تفاوت که به جای دو فاز مایع استخراج ناپذیر موجود در استخراج مایع-مایع، SPE شامل توزیع یک نمونه در یک فاز جامد (جاذب) است. اولین کاربرد تجربی استخراج فاز جامد SPE حدود ۵۰ سال پیش آغاز شد، اما بکارگیری آن به عنوان روش جایگزین استخراج مایع-مایع برای آماده‌سازی نمونه تنها از اواسط دهه هفتاد گزارش شده است [۱]. در اواخر ۱۹۹۰ پیشرفت و کاربرد SPE تجزیه‌ای به میزان زیادی توسعه پیدا کرد و این روش در ۱۵ سال اخیر بطور گسترده‌ای برای پیش تغلیظ و جداسازی انواع ترکیبات آلی و معدنی از جمله آلاینده‌ها، داروها، آفت‌کش‌ها، سم و غیره در طیف وسیعی از نمونه‌ها به کار رفته است.

۱-۱-۱- اهمیت SPE

دو دلیل عمده برای استفاده از SPE وجود دارد:

۱- در مواردی که ترکیبات مزاحم پاسخی شبیه به پاسخ آنالیت ایجاد کنند. گاهی اوقات در اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای نیاز است تا عوامل مزاحم خاصی از نمونه حذف شوند تا در آشکارسازی و اندازه‌گیری آنالیت مشکلی به وجود نیاید. برای مثال همانطور که در شکل (۱-۱) دیده می‌شود به دلیل عدم آماده‌سازی مناسب نمونه، عوامل مزاحم به خوبی حذف نشده (با رنگ تیره دیده می‌شوند) و در کروماتوگرام مربوطه پیک آنالیت با پیک عوامل مزاحم همپوشانی شده است.



شکل (۱-۱): تاثیر SPE بر حذف مزاحمت‌ها

۲- هنگامی که نیاز به تصفیه و تغلیظ به مقدار کم وجود دارد. در اکثر مواقع غلظت ترکیب مورد اندازه‌گیری در نمونه بسیار کم بوده و بنابراین قابل آشکارسازی و اندازه‌گیری نمی‌باشد. با استفاده از استخراج فاز جامد، تغلیظ نمونه صورت گرفته که نتیجه آن اندازه‌گیری آنالیت با صحت مناسب است. حجم بالایی از نمونه به درون ستون SPE وارد می‌شود و پس از بازداری^۱، آنالیت به درون حجم کمی از شوینده^۲ مناسب شسته شده و بنابراین غلظت آن افزایش می‌یابد (شکل ۱-۲).

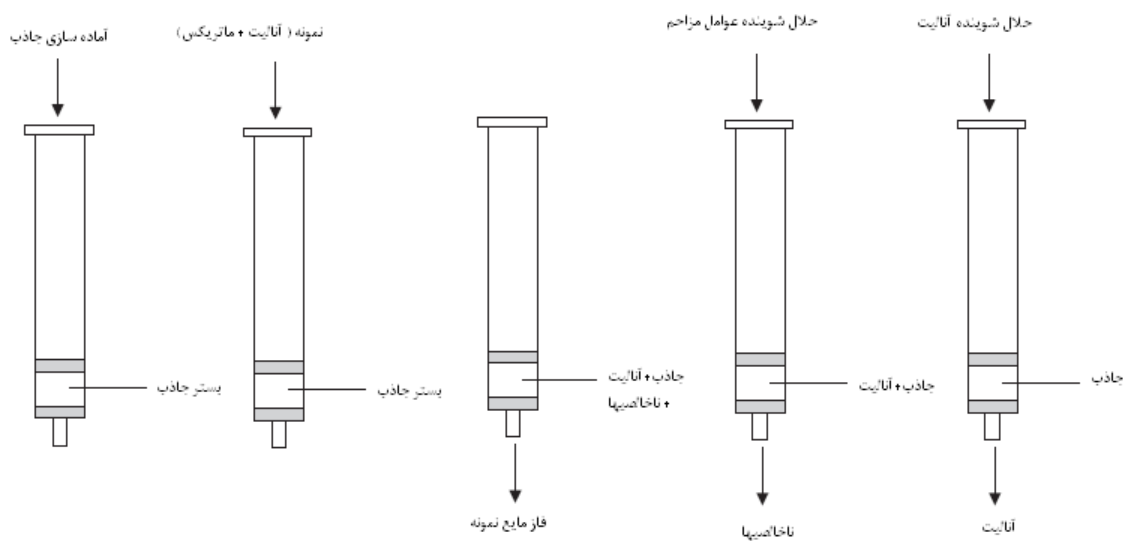


شکل (۱-۲): تاثیر SPE بر تغلیظ و افزایش حساسیت آشکارسازی

-
- 1-Retention
 - 2- Eluent

۱-۱-۲- روش کار SPE

- آماده‌سازی ستون و بهینه‌سازی آن: جاذبی که استفاده می‌شود باید آماده‌سازی و فعال شده و از ناخالصی‌ها عاری گردد. بدین منظور یک حلال مناسب از روی جاذب عبور داده می‌شود. با این روش جاذب مرطوب، هوای بین ذرات خارج و سطح جاذب فعال می‌شود.
 - بازداری: آنالیت را از روی جاذب عبور می‌دهند که در پی آن مولکول‌های آنالیت روی جاذب جذب می‌شوند (بازداری).
 - شستشوی عوامل مزاحم: با استفاده از یک حلال مناسب گونه‌های مزاحمی که علاوه بر آنالیت، جذب شده‌اند، شسته می‌شوند.
 - بازیابی آنالیت: جاذب با حلال مناسب شسته می‌شود و آنالیت از جاذب جدا می‌شود [۲].
- مراحل استخراج فاز جامد به صورت شماتیک در شکل (۱-۳) آورده شده است.



شکل (۱-۳): شماتیک مراحل استخراج فاز جامد [۲]

۱-۱-۳- مزایای SPE بر استخراج مایع - مایع

در گذشته استخراج مایع-مایع در حذف عوامل مزاحم و تغلیظ نمونه نقش عمده‌ای داشت، اما بازیابی اجزای نمونه به این روش کامل نبوده و به کندی انجام می‌شود. استخراج فاز جامد معایب فوق را برطرف کرده و علاوه بر آن‌ها مزایایی همچون:

- محافظت ستون‌های تجزیه‌ای از آلودگی
- تغلیظ آنالیت‌ها برای افزایش حساسیت
- حذف مزاحمت‌ها
- سرعت و سهولت بیشتر
- کاهش استفاده از حلال‌های آلی
- عدم نیازمندی به دقت زیاد برای انجام جداسازی
- امکان نگهداری و ذخیره گونه‌ها
- امکان همراه شدن با تکنیک‌های تجزیه‌ای نسبت به استخراج مایع - مایع دارد [۳].

۱-۱-۴- کاربردهای رایج SPE

استخراج فاز جامد دارای کاربردهای متعددی بوده که از این میان می‌توان به جداسازی و تغلیظ در خصوص موارد زیر اشاره کرد [۴].

- ترکیبات دارویی و محصولات متابولیسم آنها در سیال‌های درون بدن موجودات زنده
- آلاینده‌های موجود در آب‌های آشامیدنی و پساب‌ها
- آفت‌کش‌ها و آنتی‌بیوتیک‌ها در کشاورزی و صنایع تغذیه
- استخراج نمک از پروتئین و پپتیدها
- جز به جز کردن لیپیدها
- ویتامین‌های انحلال پذیر در آب و چربی

۱-۱-۵- فاکتورهای انتخاب جاذب

در استخراج فاز جامد عوامل مختلفی تعیین کننده نوع فاز جاذب مورد استفاده هستند که از آن جمله می‌توان به ویژگی‌های آنالیت، ویژگی‌های بافت نمونه، درجه خلوص مورد نیاز پس از انجام SPE، ویژگی‌های آلاینده اصلی در نمونه و روش تجزیه‌ای نهایی (روش آشکارسازی) اشاره کرد.

۱-۱-۶- مهم‌ترین ویژگی‌های جاذب

اصلی‌ترین جزء تشکیل دهنده استخراج فاز جامد، فاز جاذب آن است. بنابراین جاذبی که در SPE استفاده می‌شود باید دارای ویژگی‌هایی باشد که امکان استفاده از آن را به عنوان یک جاذب ایده‌آل، میسر سازد. از جمله ویژگی‌های کلی جاذب می‌توان به در دسترس بودن، توانایی بازیابی و استفاده مجدد، ظرفیت بالا، جذب و شویش سریع و نیز امکان استخراج تعداد زیادی از آنالیت‌ها در محدوده pH گسترده اشاره کرد [۴].

۱-۱-۷- انواع جاذب

کارایی استخراج فاز جامد به طور عمده به وسیله نوع جاذبی که در آن مورد استفاده قرار می‌گیرد، تعیین می‌شود. امروزه انواع مختلفی از جاذب‌ها در دسترس هستند که به طور عمده به دو گروه جاذب-های آلی و جاذب‌های معدنی تقسیم بندی می‌شوند. جاذب‌های آلی خود به دو زیر شاخه جاذب‌های پلیمری و غیر پلیمری طبقه بندی می‌شوند، همچنانکه سیلیکاژل و آلومینا از مهمترین جاذب‌های معدنی محسوب می‌شوند [۴]. لازم به ذکر است که در همه موارد، جاذب‌ها شبکه‌های پلیمر مانند سه بعدی هستند که تحت شرایط خاص به منظور رسیدن به بیشترین میزان تخلخل و همچنین بالاترین مساحت سطح، ساخته می‌شوند.

۱-۲- میکرواستخراج فاز جامد^۱ (SPME)

این روش استخراج برای اولین بار توسط پاولیسین^۲ و بلاریدا^۳ در سال ۱۹۸۰ ارائه شده است. در این روش آنالیت توسط فیبر پوشیده شده با لایه‌ی نازک پلیمری جذب می‌شود. میکرواستخراج فاز جامد یک تکنیک ساده در مقیاس میکرو می‌باشد. مزیتی که این روش دارد عبارت است از اینکه آنالیت‌ها در فاز جامد جمع شده و می‌توان آن‌ها را درون یک دستگاه کروماتوگرافی برای آنالیز تزریق کرد. این روش استخراج با استفاده از مقدار خیلی کم آنالیت طی جذب به داخل فیبر پوشانده شده با سیلیکا انجام می‌-

1- Solid phase microextraction

2- Pawliszyn

3- Belarida

شود سپس فیبر را می‌توان به کوره‌ی گرم یک کروماتوگرافی تزریق کرد که آنالیت در اثر حرارت واجذب می‌شود. اساس میکرواستخراج فاز جامد سرنگ اصلاح شده می‌باشد، یک فیبر سیلیکای گداخته شده به وسیله‌ی یک فازی از پلی‌سیلیکان یا برخی پلیمرهای دیگر پوشانده شده است. در میکرواستخراج با فاز جامد فیبر حجم کوچک و ویژه‌ای از فاز استخراجی می‌باشد که با چسب‌های با تحمل دمایی بالا درون لوله زنگ نزن کوچک که انتهای آن به سوزن سرنگ امتداد می‌یابد، چسبیده می‌شود. فیبر شکننده ابتدا درون سوزن سرنگ خودبند محافظت می‌شود سپس در مورد نمونه‌های مایع، فیبر پوشش داده شده درون محلول برای یک دروه‌ی زمانی حدود ۱۵-۲ دقیقه فرو برده می‌شود. نمونه به داخل فیبر جذب سطحی شده سپس فیبر به درون سوزن برگردانده و سوزن از ظرف نمونه خارج می‌گردد. و در این مرحله سوزن حاوی آنالیت استخراج شده به درون ورودی کروماتوگرافی تزریق می‌شود. فیبر در محفظه‌ی تزریق از درون محافظش خارج شده و سپس گرما باعث واجذب نمونه از فیبر گردد و آنالیت در راه ورودی ستون باریک کروماتوگرافی متمرکز می‌شود [۵].

۱-۲-۱- مزایای میکرو استخراج با فاز جامد

- زمان لازم برای رسیدن تعادل بین آنالیت و فیبر پوشش داده شده نسبتاً کوتاه است، در نتیجه زمان جداسازی کوتاه است.
- آنالیت در اثر حرارت سریع واجذب شده و به طور کامل درون دستگاه آنالیز می‌شود و نتیجه‌ی آن جداسازی و شناسایی کامل می‌باشد.
- هیچ حلالی مورد نیاز نیست.
- حد تشخیص گاهی حدود قسمت درتریلیون است.
- از میکرواستخراج فاز جامد می‌توان برای تزریق به هر سیستم (کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا و کروماتوگرافی گازی) به صورت تقسیمی^۱، غیرتقسیمی^۲ و مستقیم^۳ تزریق کرد [۵].

1- Split
2- Split less
3- On-column