

دانشگاه پیام نور
دانشکده علوم پایه

پایان نامه

برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

رشته شیمی (گرایش تجزیه)

گروه شیمی

عنوان پایان نامه:

تهیه پلیمر قالب مولکولی برای اندازه گیری داروی سدیم دیکلوفناک به روش استخراج

فاز جامد

اساتید راهنما: دکتر زهرا منصف خوشحساب

دکتر مجید عبدوس

نگارش: حمید کفایتی

خرداد ۱۳۹۱

چکیده

استفاده از پلیمر قالب مولکولی¹ (MIP) در استخراج فاز جامد تکنیک جالبی برای استخراج و پیش تغلیظ نمونه هایی است که در مقادیر بسیار کم در محیط های دارای بافت پیچیده وجود دارند. در این تحقیق یک پلیمر قالب مولکولی با استفاده از متا کریلیک اسید (MAA) به عنوان مونومر عاملی، تری متیلول پروپان متاکریلات (TRIM) به عنوان شبکه ساز (کراس لینکر) و تترا هیدرو فوران و تولوئن به عنوان حلال، به روش پلیمریزاسیون رسوبی تهیه و به عنوان فاز جامد برای استخراج داروی سدیم دیکلوفناک از محیط آبی مورد استفاده قرار گرفت. غلظت داروی سدیم دیکلوفناک به وسیله طیف سنج ماوراء بنفش- مرئی و با اندازه گیری جذب تابش در طول موج... تعیین شد. تاثیر pH و نوع حلال در مرحله جذب و واجذبی دارو بهینه شد. حلال های آب و متانول به ترتیب، به عنوان حلال مناسب جهت جذب و واجذبی دارو سدیم دیکلوفناک تشخیص داده شدند. براساس نتایج بدست آمده نمودار کالیبراسیون در محدوده ۵-۰/۲۷۷ میلی گرم بر لیتر خطی و حد تشخیص روش بر مبنای سه برابر انحراف استاندارد بلانک و برای پنج بار اندازه گیری ۰/۰۸۶ میلی گرم بر لیتر بدست آمد. نتایج بدست آمده تمایل زیاد MIP تهیه شده را در مقایسه با پلیمر غیر قالب شده (NIP) نسبت به داروی سدیم دیکلوفناک نشان می دهد. تحت شرایط بهینه استخراج و اندازه گیری دارو در نمونه حقیقی با استفاده از MIP تهیه شده به طور موفقیت آمیزی انجام شد.

کلمات کلیدی: پلیمر قالب مولکولی، سدیم دیکلوفناک، استخراج فاز جامد، دارو

¹ Molecular Imprinted polymer

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
	فصل اول :
۱-۱-۱-۱	استخراج فاز جامد
۱-۱-۱-۱	مقدمه
۲-۱-۱-۱	استخراج با فاز جامد
۳-۱-۱-۱	دلایل جایگزینی استخراج فاز جامد با استخراج مایع- مایع
۴-۱-۱-۱	مراحل استخراج با فاز جامد
۵-۱-۱-۱-۱	آماده سازی
۵-۱-۱-۱-۱	جذب آنالیت روی فاز جامد
۶-۱-۱-۱-۱	شستشو
۶-۱-۱-۱-۱	شویش
۵-۱-۱-۱	خصوصیات فاز جامد
۶-۱-۱-۱	انواع فازهای جامد
۱-۶-۱-۱-۱	سیلیکاژل
۲-۶-۱-۱-۱	جاذب های پلیمری آلی
۳-۶-۱-۱-۱	MIP در نقش جاذب
۷-۱-۱-۱	رسوخ نمونه
۸-۱-۱-۱	مزایا و کاربردهای SPE
۱-۸-۱-۱-۱	مزایای SPE

- ۱۳..... SPE کاربردهای SPE ۱-۸-۲-۱-۱
- ۱۳..... SPE روش های SPE ۱-۹-۱-۱
- ۱۳..... SPE به روش فاز برگشتی ۱-۹-۱-۱
- ۱۴..... SPE به روش فاز طبیعی ۲-۹-۱-۱
- ۱۴..... SPE به روش تبادل یونی ۳-۹-۱-۱
- ۱۵..... استخراج فاز جامد خلاء چند شاخه ای ۴-۹-۱-۱
- ۱۶..... کارتریج ها ولوله های SPE و صفحات غشایی ۱۰-۱-۱
- ۱۸..... پلیمرهای قالب مولکولی MIP ۲-۱
- ۱۸..... مقدمه ۱-۲-۱
- ۱۹..... تاریخچه ۲-۲-۱
- ۲۰..... پلیمرهای قالب مولکولی و قالب گیری مولکولی ۳-۲-۱
- ۲۱..... فرایند قوانین حاکم بر قالب زنی ۱-۳-۲-۱
- ۲۲..... انتخاب هدف ۲-۳-۲-۱
- ۲۲..... مونومر عاملی ۳-۳-۲-۱
- ۲۴..... شبکه ساز ۴-۳-۲-۱
- ۲۵..... حلال ۵-۳-۲-۱
- ۲۸..... آغازگر ۶-۳-۲-۱
- ۲۸..... آغازگر ونیمه عمر آنها ۷-۳-۲-۱
- ۳۰..... برهمکنش ها و اثرات متقابل ۴-۲-۱
- ۳۰..... قالب زدن غیر کووالانسی ۱-۴-۲-۱

- ۳۱ ۲-۴-۲-۱ قالب زدن کووالانسی
- ۳۱ ۳-۴-۲-۱ قالب زدن نیمه کووالان
- ۳۱ ۴-۴-۲-۱ مزایا و معایب
- ۳۳ ۵-۲-۱ انواع روش های پلیمریزاسیون برای تهیه پلیمرهای MIP
- ۳۴ ۱-۵-۲-۱ پلیمریزاسیون توده ای
- ۳۵ ۲-۵-۲-۱ پلیمریزاسیون تعلیقی
- ۳۵ ۳-۵-۲-۱ پلیمریزاسیون امولسیون
- ۳۶ ۴-۵-۲-۱ پلیمریزاسیون رسوبی
- ۳۷ ۶-۲-۱ عوامل موثر بر کارایی MIP
- ۳۷ ۱-۶-۲-۱ شبکه ساز
- ۳۷ ۲-۶-۲-۱ اثر مونومر عاملی
- ۳۸ ۳-۶-۲-۱ اثر نسبت مونومر و مولکول هدف
- ۳۹ ۴-۶-۲-۱ اثر دما
- ۳۹ ۷-۲-۱ بررسی اثرات و برهمکنش های مولکول الگو و مونومر عاملی
- ۴۰ ۸-۲-۱ تعیین مشخصات مورفولوژیکی
- ۴۰ ۹-۲-۱ کاربردهای پلیمرهای قالب مولکولی
- ۴۰ ۱-۹-۲-۱ کاربرد در جداسازی
- ۴۱ ۲-۹-۲-۱ کاربرد MIP در داروسازی
- ۴۲ ۱۰-۲-۱ ارزیابی کارایی قالب گیری
- ۴۳ ۱۱-۲-۱ MIP و SPE

۱۲-۲-۱- فارماکولوژی داروی دیکلوفناک سدیم ۴۴

فصل دوم : بخش تجربی

۱-۲- وسایل، دستگاه ها و مواد مورد نیاز ۴۶

۲-۲- سنتز MIP و NIP ۴۸

۱-۲-۲- روش کار ۴۸

۲-۲-۲- شستشوی ذرات ۵۰

۳-۲- مطالعه پلیمر تهیه شده ۵۱

۴-۲- بارگذاری و بهینه ۵۱

۱-۴-۲- انتخاب حلال جهت بازگرای دارو ۵۱

۲-۴-۲- بهینه سازی pH ۵۲

۳-۴-۲- تشخیص زمان بهینه جهت بارگذاری ۵۳

۴-۴-۲- تعیین ظرفیت جذب دارو توسط پلیمر قالب مولکولی ۵۴

۵-۲- واجذبی و انتخاب حلال مناسب جهت شویس ۵۴

۶-۲- بررسی مزاحمت ۵۵

فصل سوم : نتایج و بحث

۱-۳- بررسی پلیمر سنتز شده ۵۹

۱-۱-۳- طیف FT-IR ۵۹

۲-۱-۳- نتایج حاصل از تصاویر SEM ۶۱

۳-۱-۳- انتخاب حلال جهت بارگذاری ۶۲

۲-۳- رسم نمودار کالیبراسیون سدیم دیکلوفناک ۶۳

- ۳-۳- بهینه سازی pH ۶۵
- ۳-۴- زمان بهینه جهت بارگذاری ۶۶
- ۳-۵- محاسبه ماکزیمم جذب (Q_{max}) و فاکتور قالب گیری (IF) ۶۸
- ۳-۶- رسم نمودار کالیبراسیون کلر فنیرامین در آب ۷۰
- ۳-۷- محاسبه ضریب گزینش پذیری (K_d) و گزینش پذیری نسبی k' ۷۲
- ۳-۸- فاکتور گزینش پذیری
.....
- ۳-۹- رسم نمودار کالیبراسیون سدیم دیکلوفناک در متانول ۷۸
- ۳-۱۰- درصد واجذبی حلال شویشی ۸۱
- ۳-۱۱- رسم نمودار کالیبراسیون MIP-SPE ۸۳
- ۳-۱۲- اندازه گیری داروی سدیم دیکلوفناک در نمونه حقیقی ۸۶
- ۳-۱۳- تعیین حد آشکار سازی (LOD) و حد اندازه گیری کمی (LOQ) ۸۷
- ۳-۱۵- نتیجه گیری ۸۹
- ۳-۱۶- پیشنهاد ادامه پروژه ۹۰

فصل اول

مقدمه

۱-۱- استخراج فاز جامد

۱-۱-۱ - مقدمه

هدف از جداسازی، حذف مزاحمت‌ها، غلیظ کردن محلول مورد نظر و یا سایر موارد است. برای جداسازی از اختلاف در خصوصیات فیزیکی استفاده می‌شود. مثل فراریت، حلالیت و ضریب تقسیم مواد و... در جداسازی مواد مختلف از تکنیک‌های مختلفی استفاده می‌شود، تبلور، تقطیر، رسوب دادن، استخراج، انواع روشهای کروماتوگرافی و.. از جمله این روشها هستند.

یکی از این روشهای مورد نظر استخراج^۲ است. استخراج روشی است که مستلزم انتقال جسمی از یک فاز به فاز دیگر می‌باشد. اساس این روش، اختلاف حلالیت یک جزء در دو حلال غیرقابل حل در یکدیگر است. از مهمترین روش‌های متداول استخراج موارد زیر را می‌توان برشمرد:

۱- استخراج مایع - مایع^۳ (LLE)

۲- استخراج فاز جامد^۴ (SPE)

۳- میکرو استخراج فاز جامد^۵ (SPME)

۴- استخراج جذبی با میله متحرک (SBSE)

۱-۱-۲ - استخراج با فاز جامد

این روش اولین بار در سال ۱۹۵۰ برای آنالیز آنالیت‌های آلی در آب انجام شد که در این روش از کربن‌ها به عنوان جاذب و از حلال‌های آلی به عنوان فاز شویشی استفاده شده است. استفاده از ستون‌های تجارتي استخراج با فاز جامد در سال ۱۹۷۰ معرفی شد و به تدریج این روش با سرعت رشد کرد.

² Extraction

³ Liquid liquid extraction

⁴ Solid phase microextraction

⁵ Stir Bar sorptive extraction

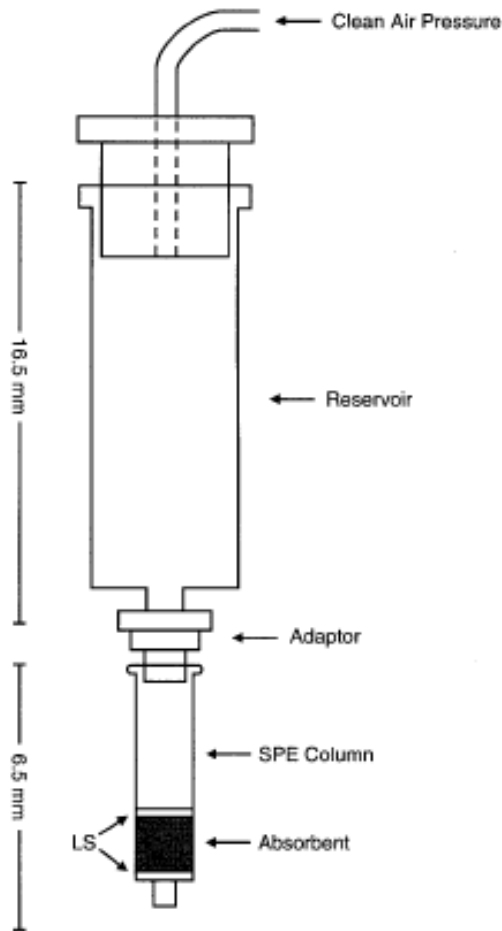
در استخراج فاز جامد، آنالیتها از یک فاز مایع به درون یک فاز جامد استخراج می شوند، معمولاً فاز جامد شامل ذرات کوچک و متخلخلی از سیلیکا می باشد که به یک فاز آلی با یک پلیمر آلی پیونده داده شده اند. این استخراج را می توان بصورت ناپیوسته انجام داد که در آن ماده جامد استخراج کننده بخوبی با محلول نمونه مایع مخلوط می شود.

SPE به دو روش اصلی انجام می شود:

۱- پیوسته: قرار گرفتن فاز جامد در داخل ستون و شویش و... که در ادامه به آن خواهیم پرداخت.

۲- ناپیوسته: ذرات کوچک از جامد استخراج کننده به مایع اضافه می شوند، و با همزدن تعادلات لازم جهت استخراج فراهم می شود. سپس ذرات جامد، جدا شده و با انجام فرآیندهای بعدی ماده مورد نظر از ذرات جامد خارج می شوند.

روش متداول تر در شیمی تجزیه به این صورت است که ماده استخراج کننده جامد را در یک لوله کوچک انباشته می کنند و نمونه مایع را از درون این لوله عبور می دهند. نمونه ای از دستگاه SPE در شکل ۱-۱ نمایش داده شده است .



شکل (۱-۱) دستگاه استخراج فاز جامد

استخراج فاز جامد تنها به کاربرد ذرات جامد برای استخراج مواد حل شده از نمونه های مایع محدود نمی شود. هوا یا دیگر نمونه های گازی را نیز می توان به منظور استخراج بخارات آلی یا دیگر موادی که در نمونه وجود دارند از یک ستون انباشته عبور داد.

موادی که به وسیله ذرات جامد استخراج می شوند را می توان با شستشو توسط یک حلال مناسب جدا نمود. برای مثال بیشتر آنالیت های آلی را می توان از یک لوله SPE با یک حلال آلی مثل استون، استونیتریل یا متانول شویش داد. معمولاً حجم مورد نیاز برای شویش کامل آنالیت ها بسیار کمتر از حجم نمونه اصلی می باشد. بدین ترتیب یک محلول تغلیظ شده ای از آنالیت ها به دست می آید.

۱-۱-۳- دلایل جایگزینی استخراج فاز جامد با استخراج مایع - مایع

- ۱- نیاز به مقدار زیاد حلال آلی را حذف می کند.
- ۲- در این روش برای انتقال آنالیت یک کارتریج کوچک نیاز است درحالی که دراستخراج مایع - مایع به ظروف شیشه ای زیادی نیاز بوده است.
- ۳- سهولت کار و استفاده از یک کارتریج قابل توجه است.
- ۴- کارتریج مورد استفاده در این روش نسبتاً ارزان است. و از طرفی می توانند این کارتریج ها را بازیابی کنند و در آزمایش های دیگر استفاده کنند.
- ۵- کارتریج ساخته شده از جنس پلی پروپیلن می باشد، بنابراین آلودگی که رخ می دهد بسیار ناچیز تر از ظروف شیشه ای است.
- ۶- انعطاف پذیری استخراج فاز جامد بیشتر از استخراج مایع - مایع میباشد.
- ۷- حلال های قابل استفاده در این روش زیاد و متنوع است.
- ۸- علاوه بر گستره انتخابی بودن حلالهای مورد استفاده در استخراج فاز جامد بهترین نوع انتخابی بودن را برای این روش فراهم می نماید [۱]. مقایسه بین استخراج مایع - مایع و استخراج فاز جامد و کروماتوگرافی مایع در جدول ۱-۱ نشان داده شده است.

جدول (۱-۱) مقایسه بین استخراج مایع-مایع و استخراج فاز جامد و کروماتوگرافی مایع

LC	SPE	LLE	
جامد متخلخل	جامد متخلخل	امولسیون مایع	فاز استخراج کننده
بلی	خیر	خیر	جداسازی تک تک آنالیتها
خیر	بلی	خیر	سادگی اتوماتیک شدن
مخلوط آب و مایع آلی	مایع آلی	به ندرت نیاز میباشد	شویش از فاز استخراج کننده
کم	زیاد	متوسط	غلظت بدست آمده

۱-۱-۴- مراحل استخراج با فاز جامد

۱-۱-۴-۱- آماده سازی

برای آماده سازی، یک حلال آلی از میان فاز جامد در داخل کارتریج عبور داده می شود، از آنجایی که فاز جاذب، جامد خشک است و اغلب دارای زنجیره های C_{18} و در هم فرو رفته اند بایستی باز شده تا مقدار روزنه هایی که آنالیت در آن قرار می گیرد به بیشترین مقدار برسد، برای این کار حلال آلی می تواند متانول یا اتانول باشد.

۱-۱-۴-۲- جذب آنالیت روی فاز جامد

در مرحله دوم، آنالیت را آرام آرام و به طور پیوسته به داخل فاز جامد وارد و از آن عبور می دهند. نمونه مایعی که قرار است استخراج شود از درون ستون انباشته به کمک مکش، فشار و یا یک پمپ عبور داده می شود. جریان درون ستون باید دارای سرعت ثابت قابل قبولی باشد. سرعت جریان به ابعاد ستون و اندازه ذره استخراج کننده جامد بستگی دارد.

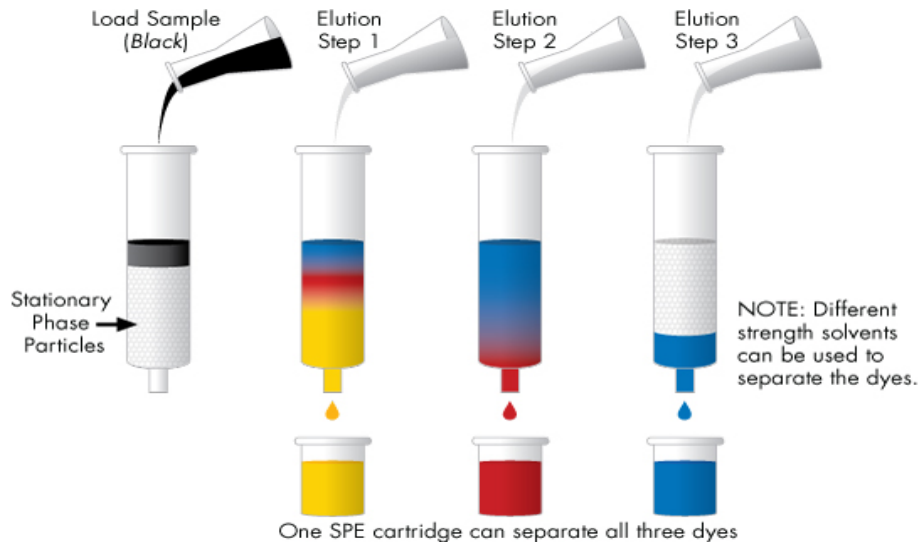
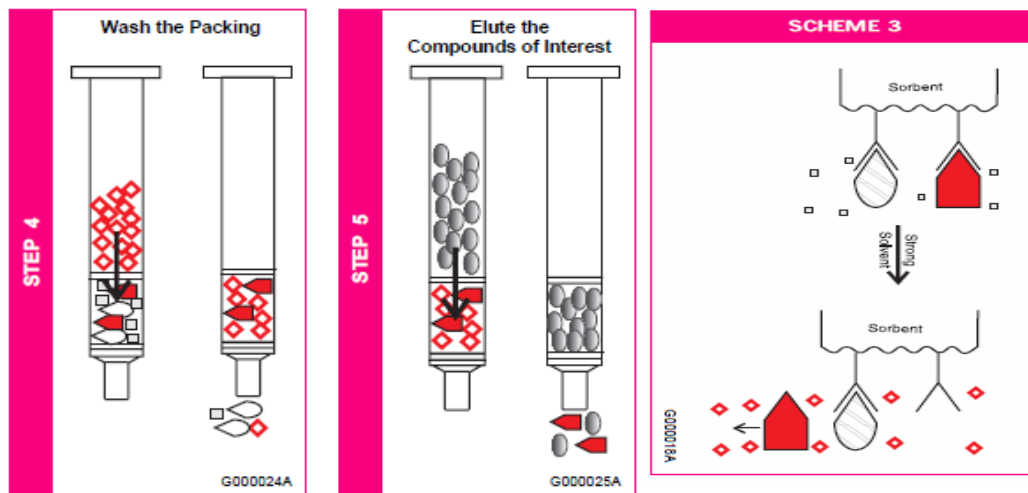
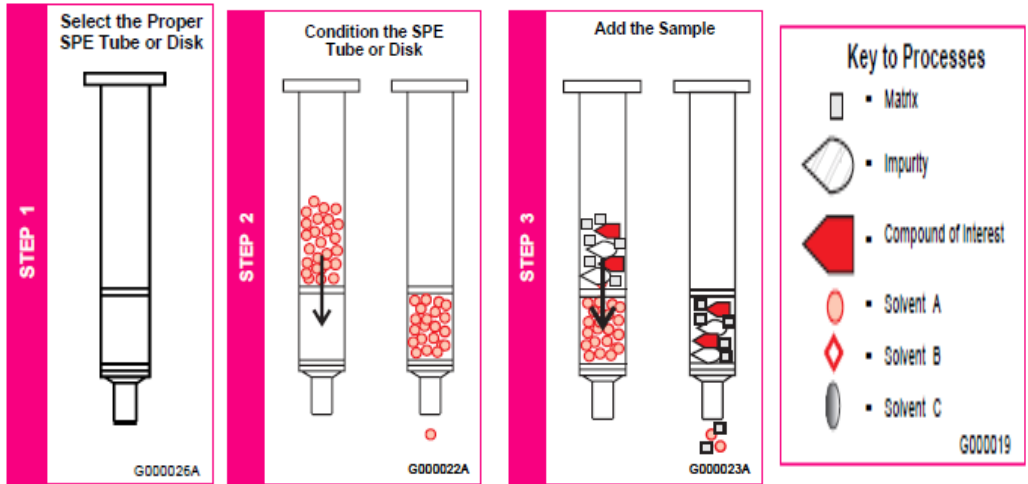
۱-۱-۴-۳ - شستشو

شستشو به وسیله حلالی که خود آنالیت را نمی شوید، و فقط مزاحمت هایی را که همراه با آنالیت در فاز جامد جذب شده اند را پاک می کند انجام می شود. که با این عمل مزاحمت ها را خارج می سازیم. در این مرحله نیاز به تنظیم pH وجود دارد که برای مثال اگر شویش آنالیتی در pH قلیایی صورت گیرد مرحله شستشو باید دارای محیط اسیدی باشد.

۱-۱-۴-۴ - شویش

در این مرحله از یک فاز آلی جهت شویش استفاده می شود که ذرات آنالیت موجود در فاز جامد جذب را استخراج می کند. در این مرحله گونه های مورد اندازه گیری جذب شده از استخراج کننده جامد خارج می گردد و به فاز مایع برمی گردند که برای اندازه گیری تجزیه ای مناسب است. معمولاً فاز شوینده یک مایع آلی است، اگرچه گاهی ممکن است آنالیت از طریق واجذب گرمایی به کمک جریان گاز جدا شود.

از آنجایی که معمولاً ستون SPE در مرحله جذب توسط آب پر شده است شویش با یک حلال آلی سبب خواهد شد تا جریان خروجی، حاوی آب و حلال آلی باشد. اگر حلال شوینده با آب قابل امتزاج نباشد، جریان خروجی حاوی دوفاز مایع خواهد بود. حتی اگر دو مایع با هم سازگار باشند، آنالیت موجود در محلول شوینده از آنچه انتظار می رود رقیق تر خواهد شد.



به هر حال اگرچه فرایند SPE به چهار مرحله اصلی : ۱- ایجاد شرایط^۶ ۲- جذب سطحی^۷ ۳- شستشو^۸ ۴- شویش^۹ تقسیم می شود، مرحله اندازه گیری که کامل کننده فرایند آنالیز است نیز به مراحل بالا افزوده می شود. متداولترین مرحله اندازه گیری برای جداسازی و اندازه گیری اجزاء نمونه تزریق یک قسمت از مایع شویش به کروماتوگرافی گازی و یا مایع می باشد.

۱-۱-۵- خصوصیات فاز جامد

- ۱- پایداری شیمیایی داشته باشد.
- ۲- قابلیت جذب و وا جذبی انتخابی داشته باشد.
- ۳- اندازه ذرات کوچک باشد، سطح تماس بیشتر باشد.
- ۴- تکرار پذیر جذب و وا جذب را داشته باشد.
- ۵- فاز جامد جاذب خالص بوده و ناخالصی نداشته باشد.

۱-۱-۶- انواع فازهای جامد

۱-۱-۶-۱- سیلیکاژل

فاز جاذب سیلیکاژل بسیار قطبی می باشد که معمولاً عمل جذب در آن به صورت برگشت ناپذیر بوده به این دلیل قابلیت انتخابی نداشته و کمتر استفاده می شود. برای رفع این عیب به جای گروههای OH و سیلیکاژل گروه های دیگری جایگزین میشوند، که به این گروه ها فازهای پیوندی گفته می شود. جدول ۱-۲ زیر انواع فازهای پیوندی را که به عنوان فاز جامد در روش استخراج با فاز جامد استفاده می شوند را نشان می دهند.

^۶conditioning

^۷adsorption

^۸washing

^۹Elution

جدول (۱-۲) انواع فازهای پیوندی

سیلیکاژل		
C ₁₈	اکتادسیل	کاملاً غیر قطبی
C ₈	اکتیل	غیر قطبی
C ₂	اتیل	نسبتاً قطبی
CH	سیکلو هگزیل	کاملاً غیر قطبی
PH	فنیل	غیر قطبی
CN	سیانو پروپیل	قطبی
NH ₂	آمینو	قطبی
2OH	دی ال	قطبی
SiOH	سیلیکاژل	قطبی
CBA	کربوکسی متیل	مبادله کننده کاتیونی ضعیف
NH ₂	آمینو پروپیل	مبادله کننده کاتیونی ضعیف
SCX	پروپیل بنزن سولفونیک اسید	مبادله کننده کاتیونی قوی
SAX	تری متیل آمینو پروپیل	مبادله کننده کاتیونی قوی

۱-۱-۶-۲- جاذب های پلیمری آلی^{۱۰}

پلیمرهای آلی متخلخل دارای مزایایی نسبت به کربن فعال و سیلیکای فاز پیوندی برای استخراج فاز جامد می باشند. برخلاف ذرات سیلیکای فاز پیوندی ذرات پلیمری آلی را می توان در تمام محدوده pH به کاربرد.

در بیشتر موارد آنالیت هایی که به وسیله ذرات پلیمری آلی جذب شده اند، کاملاً و براحتی بوسیله مقدار کمی از یک حلال آلی از جاذب های پلیمری شویس می شوند. و استفاده از جاذب های پلیمری جهت استخراج مورد بررسی و مطالعه قرار گرفته اند.

¹⁰ Organic polymeric Adsorbents

در جدول ۳-۱ بعضی از جاذب ها به منظور استخراج با استفاده از روش SPE مورد استفاده زیادی

قرار گرفته اند آمده است [۲ و ۸].

جدول (۳-۱) جاذبهای پلیمری جهت روش جداسازی فاز جامد

اندازه منافذ A°	مساحت سطح (m^2/g)	نوع	شرکت سازنده / جاذب
۸۵	۳۵۰	PS-DVB	Lab instrume Ostion Sp-1 Synachrom Spheron MD
۹۰	۵۲۰-۶۲۰	PS-DVB-EVB	
-	۳۲۰	Methacrylate-DVB	
۹۰	۳۰۰	PS-DVB	Supelco XAD-2 CG-161 CG-71 DAX-8 CG-300s CG-300m CG-1000s
۱۵۰	۹۰۰	PS-DVB	
۲۵۰	۵۰۰	پلی متاکریلات	
۲۲۵	۱۶۰	پلی متاکریلات	
۳۰۰	۷۰۰	PS-DVB	
۳۰۰	۷۰۰	PS-DVB	
۱۰۰۰	۲۵۰	PS-DVB	

۱-۱-۵-۳ MIP در نقش جاذب

پلیمرهای قالب مولکولی ویژه ای هستند که جهت مولکول هایی خاص سنتز می شوند (چگونگی

فرایند در ادامه فصل خواهد آمد) و چون قادرند بطور اختصاصی عمل کنند می توان از آنها بعنوان جاذب

در SPE استفاده کرد [۵ و ۹]. در یک فعالیت و پژوهش بعد از پلیمریزاسیون جاذب جهت استخراج فاز

جامد، خواص پلیمر قالب مولکولی و خاصیت گزینش پذیری پلیمر مورد بررسی قرار گرفت؛ و پلیمر قالب

مولکولی سازگار با آب با قابلیت گزینش پذیری بالا جهت جداسازی و اندازه گیری متوکلوپرامید از سیستم های بیولوژیکی توسط جوانبخت و همکاران سنتز و فرایند استخراج فاز جامد و اندازه گیری داروی متوکلوپرامید از سیستم پلازما و ادرار انسانی به وسیله پلیمر قالب مولکولی انجام شده است [۱۰]. در یک فعالیت دیگر داروی تربو تالین که در بیماری های آسم و پیشگیری از زایمان زودرس و ... به کار می رود. به روش MIPSPE از ادرار انسانی استخراج و اندازه گیری شد، که در آن MIP این دارو سنتز شده و به عنوان فاز جامد در SPE به کار گرفته شده است [۲۸].

در یک پژوهش دیگر عبدوس و همکاران انجام شده است، MIP برای داروی پسودوافرین که یک داروی ضد احتقاق بینی و سینوس ها است، به روش استخراج فاز جامد سنتز و با استفاده از اسپکتروفتومتری UV-Vis در ۲۵۶nm مورد بررسی قرار گرفت، و بررسی ها در مایعات بیولوژیکی ادرار انسان انجام و مقدار دارو اندازه گیری شده است .

۱-۱-۷- رسوخ نمونه^{۱۱}

هنگامی که نمونه های رقیق توسط استخراج فاز جامد با یک ستون کوچک تغلیظ می شوند بایستی ظرفیت ستون مورد استفاده به اندازه کافی از محتوای آنالیت موجود در نمونه بیشتر باشد به این دلیل مسأله مهم دیگری که بایستی مورد توجه قرارگیرد این است که ماکزیمم حجمی از نمونه که می توان از ستون SPE عبور داد قبل از اینکه رسوخی اتفاق افتد چقدر است. این موضوع به حجم بازداری آنالیت و تعداد صفحات فرضی ستون بستگی خواهد داشت. میلر و پول^{۱۲} دریافتند که تعداد صفحات فرضی در یک

¹¹ Sample breakthrough

¹² Miller & Poole

کارتريج SPE معمولی با ارتفاع بستر ۶ ميليمتر از $N=25$ در سرعت جريان 1 ml/min تا $N=9$ در سرعت جريان 30 ml/min تغيير می کند. در آن زمان مواد انباشته موجود در کارتريج های تجاری دانسيته های کم و متغیری داشتند که اين مسأله بعضی مواقع منجر به عملکرد ضعیف و ایجاد یک شيار در آنها می گردید. تعداد صفحات فرضی در یک ستون با طول مشخص و در نتیجه راندمان ستون SPE را می توان بوسیله انباشته کردن دقیق ستون با ذرات جاذب کوچک و با اندازه یکسان افزایش داد [۴].

۱-۱-۸- مزایا و کاربردهای SPE

۱-۱-۸-۱- مزایای SPE

- ۱- کارکردن با آن سریع تر و راحت تر است، یک نمونه را می توان با استفاده از یک پمپ یا بوسیله فشار ویا مکش ملایم، سریعا از ستون یا کارتريج SPE عبور داد. پس از یک شستشوی سریع، مواد استخراج شده را می توان بوسیله حجم اندکی از یک حلال آلی با یک ماده شستشو دهنده دیگر از ستون شویش داد.
- ۲- مقادیر بسیار کمتری از حلالهای آلی مورد استفاده قرار می گیرد، هنگامی که حجم نسبتا زیادی از حلالهای آلی مورد استفاده قرار می گیرند نمونه استخراج شده بوسیله این ناخالصی ها آلوده خواهد شد.
- ۳- فاکتور تغلیظ بالاست، فاکتور تغلیظ عبارت است از اینکه یک ماده در طی استخراج نسبت به نمونه اولیه چند برابر تغلیظ شود. در SPE دستیابی به فاکتورهای تغلیظ ۱۰۰۰ یا بیشتر امکان پذیر است [۱ و ۲].

۱-۱-۸-۲- کاربردهای SPE

- ۱- استخراج و تغلیظ انواع کاتیونهای فلزی
- ۲- استخراج و تغلیظ ترکیبات آلی مختلف
- ۳- استخراج و تغلیظ ترکیبات دارویی
- ۴- استخراج و تغلیظ آلاینده های محیط زیست