

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ  
وَأَنْتَ الْغَنِيُّ  
أَنْتَ الْغَنِيُّ

## تاییدیه اعضای هیات داوران حاضر در جلسه دفاع از رساله دکتری

آقای/ خانم مرتضی مرادی البرزی رساله واحدی خود را با عنوان: ارائه یک روش جدید میکرو استخراج مایع- مایع پختشی بر پایه استفاده از ماده فعال سطحی یونی و تلفیق سیال فوق بحرانی و میکرو استخراج مایع- مایع پختشی و کاربرد برای استخراج ترکیبات آلی از نمونه‌های پیچیده « در تاریخ ۹۱/۳/۲۲ ارائه کردند. اعضای هیات داوران نسخه نهایی این رساله را از نظر فرم و محتوا تایید کرده است و پذیرش آنرا برای تکمیل درجه دکتری پیشنهاد می کند.

امضاء	رتبه علمی	نام و نام خانوادگی	اعضای هیات داوران
	استاد	دکتر یداله یمینی	۱- استاد راهنما
	استاد	دکتر نادر علیزاده مطلق	۲- استاد ناظر داخلی
	استاد	دکتر میر فضل اله موسوی	۴- استاد ناظر داخلی
	استاد	دکتر مجتبی شمس پور	۵- استاد ناظر خارجی
	استاد	دکتر محمد حسین مشهدی زاده	۶- استاد ناظر خارجی
	استاد	دکتر نادر علیزاده مطلق	۷- نماینده تحصیلات تکمیلی

## آیین‌نامه حق مالکیت مادی و معنوی در مورد نتایج پژوهشهای علمی دانشگاه تربیت مدرس

مقدمه: با عنایت به سیاست‌های پژوهشی و فناوری دانشگاه در راستای تحقق عدالت و کرامت انسانها که لازمه شکوفایی علمی و فنی است و رعایت حقوق مادی و معنوی دانشگاه و پژوهشگران، لازم است اعضای هیأت علمی، دانشجویان، دانش‌آموختگان و دیگر همکاران طرح، در مورد نتایج پژوهشهای علمی که تحت عناوین پایان‌نامه، رساله و طرحهای تحقیقاتی با هماهنگی دانشگاه انجام شده است، موارد زیر را رعایت نمایند:

ماده ۱- حق نشر و تکثیر پایان‌نامه/ رساله و درآمدهای حاصل از آنها متعلق به دانشگاه می باشد ولی حقوق معنوی پدید آورندگان محفوظ خواهد بود.

ماده ۲- انتشار مقاله یا مقالات مستخرج از پایان‌نامه/ رساله به صورت چاپ در نشریات علمی و یا ارائه در مجامع علمی باید به نام دانشگاه بوده و با تایید استاد راهنمای اصلی، یکی از اساتید راهنما، مشاور و یا دانشجو مسئول مکاتبات مقاله باشد. ولی مسئولیت علمی مقاله مستخرج از پایان‌نامه و رساله به عهده اساتید راهنما و دانشجو می باشد.


تبصره: در مقالاتی که پس از دانش‌آموختگی بصورت ترکیبی از اطلاعات جدید و نتایج حاصل از پایان‌نامه/ رساله نیز منتشر می‌شود نیز باید نام دانشگاه درج شود.

ماده ۳- انتشار کتاب، نرم افزار و یا آثار ویژه (اثری هنری مانند فیلم، عکس، نقاشی و نمایشنامه) حاصل از نتایج پایان‌نامه/ رساله و تمامی طرحهای تحقیقاتی کلیه واحدهای دانشگاه اعم از دانشکده ها، مراکز تحقیقاتی، پژوهشکده ها، پارک علم و فناوری و دیگر واحدها باید با مجوز کتبی صادره از معاونت پژوهشی دانشگاه و براساس آئین‌نامه های مصوب انجام شود.

ماده ۴- ثبت اختراع و تدوین دانش فنی و یا ارائه یافته ها در جشنواره‌های ملی، منطقه‌ای و بین‌المللی که حاصل نتایج مستخرج از پایان‌نامه/ رساله و تمامی طرحهای تحقیقاتی دانشگاه باید با هماهنگی استاد راهنما یا مجری طرح از طریق معاونت پژوهشی دانشگاه انجام گیرد.

ماده ۵- این آیین‌نامه در ۵ ماده و یک تبصره در تاریخ ۸۷/۴/۱ شورای پژوهشی و در تاریخ ۸۷/۴/۲۳ در هیأت رئیسه دانشگاه به تایید رسید و در جلسه مورخ ۸۷/۷/۱۵ شورای دانشگاه به تصویب رسیده و از تاریخ تصویب در شورای دانشگاه لازم‌الاجرا است.

«اینجانب مرتضی مرادی دانشجوی رشته سیمی مخبر م ورودی سال تحصیلی ۱۳۸۸ مقطع دانشکده علوم م متعهد می شوم کلیه نکات مندرج در آئین‌نامه حق مالکیت مادی و معنوی در مورد نتایج پژوهش های علمی دانشگاه تربیت مدرس را در انتشار یافته های علمی مستخرج از پایان نامه / رساله تحصیلی خود رعایت نمایم. در صورت تخلف از مفاد آئین نامه فوق الاشعار به دانشگاه وکالت و نمایندگی می دهم که از طرف اینجانب نسبت به لغو امتیاز اختراع بنام بنده و یا هر گونه امتیاز دیگر و تغییر آن به نام دانشگاه اقدام نماید. ضمناً نسبت به جبران فوری ضرر و زیان حاصله بر اساس برآورد دانشگاه اقدام خواهم نمود و بدینوسیله حق هر گونه اعتراض را از خود سلب نمودم»

امضا:   
تاریخ: ۹۱/۳/۲۴

آیین نامه چاپ پایان نامه (رساله) های دانشجویان دانشگاه تربیت مدرس

نظر به اینکه چاپ و انتشار پایان نامه (رساله) های تحصیلی دانشجویان دانشگاه تربیت مدرس، مبین بخشی از فعالیتهای علمی - پژوهشی دانشگاه است بنابراین به منظور آگاهی و رعایت حقوق دانشگاه، دانش آموختگان این دانشگاه نسبت به رعایت موارد ذیل متعهد می شوند:

ماده ۱: در صورت اقدام به چاپ پایان نامه (رساله) ی خود، مراتب را قبلاً به طور کتبی به «دفتر نشر آثار علمی» دانشگاه اطلاع دهد.

ماده ۲: در صفحه سوم کتاب (پس از برگ شناسنامه) عبارت ذیل را چاپ کند:

«کتاب حاضر، حاصل پایان نامه کارشناسی ارشد/ رساله دکتری نگارنده در رشته سهمی تجزیه است که در سال ۱۳۹۱ در دانشکده علوم پایه، مشاوره سرکار خانم/جناب آقای دکتر سهمی تجزیه دانشگاه تربیت مدرس به راهنمایی

سرکار خانم/جناب آقای دکتر سهمی تجزیه و مشاوره سرکار خانم/جناب آقای دکتر سهمی تجزیه، مشاوره سرکار خانم/جناب آقای دکتر سهمی تجزیه از آن دفاع شده است.»

ماده ۳: به منظور جبران بخشی از هزینه های انتشارات دانشگاه، تعداد یک درصد شمارگان کتاب (در هر نوبت چاپ) را به «دفتر نشر آثار علمی» دانشگاه اهدا کند. دانشگاه می تواند مازاد نیاز خود را به نفع مرکز نشر در معرض فروش قرار دهد.

ماده ۴: در صورت عدم رعایت ماده ۳، ۵۰٪ بهای شمارگان چاپ شده را به عنوان خسارت به دانشگاه تربیت مدرس، تأدیه کند.

ماده ۵: دانشجو تعهد و قبول می کند در صورت خودداری از پرداخت بهای خسارت، دانشگاه می تواند خسارت مذکور را از طریق مراجع قضایی مطالبه و وصول کند؛ به علاوه به دانشگاه حق می دهد به منظور استیفای حقوق خود، از طریق دادگاه، معادل وجه مذکور در ماده ۴ را از محل توقیف کتابهای عرضه شده نگارنده برای فروش، تأمین نماید.

ماده ۶: اینجانب مرتضی مرادی دانشجوی رشته سهمی تجزیه مقطع دکتری تعهد فوق و ضمانت اجرایی آن را قبول کرده، به آن ملتزم می شوم.

نام و نام خانوادگی: مرتضی مرادی

تاریخ و امضا:

  
۹۱/۳/۲۴



دانشکده علوم پایه

رساله دکتری شیمی (تجزیه)

عنوان

ارائه یک روش جدید میکرواستخراج مایع-مایع پخشی بر پایه استفاده از ماده فعال سطحی

یونی و تلفیق سیال فوق بحرانی و میکرواستخراج مایع-مایع پخشی و کاربرد برای استخراج

ترکیبات آلی از نمونه‌های پیچیده

نگارش

مرتضی مرادی البرزی

استاد راهنما:

دکتر یدالله یمینی

خرداد ۱۳۹۱

تقدیم به عزیزترین های زندگی ام:

# پدر و مادرم

## تقدیر و تشکر از:

استاد گرانقدر جناب آقای دکتر یدالله یمنی به پاس راهنمایی و زحمات بی شائبه  
اساتید موقر<sup>م</sup> دکتر شمس پور، دکتر موسوی و دکتر علیزاده که افتخار شاگردی این  
بزرگواران را داشته‌ام

همکاران عزیز آقایان صالح، اسرافیلی، صیدی، ابراهیم پور، طیبی و فانمها قمبریان،  
طهماسبی و رضایی و دوستان گرانقدر آقایان کاکه‌مم و پنداشته که همواره مرا یاری  
رسانند

## چکیده

در بخش اول از فصل نخست، یک روش جدید میکرواستخراج مایع پخشی با استفاده از مواد فعال سطحی بر اساس بکارگیری حلال‌های آلی با چگالی کمتر از آب معرفی شد. روش پیشنهادی برای استخراج و اندازه‌گیری کلروفنل‌ها (CPS) در نمونه‌های آبی مورد استفاده قرار گرفت. چندین میکرولیتر اکتانول به همراه یک محلول آبی حاوی سورفکتانت CTAB به داخل ظرف استخراج-سانتریفوژ ویژه، حاوی نمونه آبی تزریق شد. بعد از اینکه حلال بطور کامل به امولسیون در فاز آبی تبدیل شد، با استفاده از سانتریفوژ فازها از یکدیگر جدا شدند و ۲۰ میکرولیتر از فاز آلی شناور در سطح نمونه به دستگاه HPLC-UV تزریق شد. پارامترهای موثر بر فرآیندهای امولسیون سازی، استخراج و شکستن امولسیون مورد بررسی و بهینه سازی قرار گرفتند. در شرایط بهینه فاکتورهای تغلیظ در گستره ۱۸۷ تا ۳۵۳ بدست آمد. قابلیت کاربرد روش در استخراج و اندازه‌گیری CPS در نمونه‌های آبی حقیقی بطور موفقیت آمیزی ارزیابی شد.

در بخش دوم، روش پیشنهادی برای استخراج و اندازه‌گیری همزمان ترکیبات اسیدی و بازی در نمونه‌های آبی مختلف بکار گرفته شد. یکی از خصوصیات منحصر به فرد مواد فعال سطح این است که علاوه بر توانایی تشکیل امولسیون، می‌توانند با ترکیبات یونی تشکیل زوج‌یون بدهند. برای این منظور توسط یک سرنگ، ۱ میلی لیتر محلول آبی حاوی CTAB (به عنوان پخش‌کننده و زوج‌یون کننده) حاوی ۶۰ میکرولیتر ۱-اکتانول (حلال استخراج‌کننده) داخل محلول آبی لوله آزمایش تزریق شد. نکته کلیدی در این روش تنظیم مناسب pH محلول استخراجی است. pH محلول به گونه‌ای تنظیم شد که ترکیبات بازی (کلروآنیلین‌ها) به فرم خنثی و ترکیبات اسیدی (کلروفنل‌ها) به فرم آنیونی خود وجود داشتند. در این حالت ترکیبات خنثی طی فرآیند توزیع و ترکیبات آنیونی طی تشکیل زوج با سورفکتانت کاتیونی توزیع استخراج شدند. بعد از عمل سانتریفوژ و جدا کردن دو فاز، حلال آلی شناور در سطح نمونه با یک سرنگ HPLC جمع‌آوری و به داخل لوپ تزریق دستگاه HPLC-UV تزریق شد. در شرایط بهینه، فاکتورهای تغلیظ در گستره ۹۴ تا ۳۴۸ بدست آمد. در نهایت قابلیت روش پیشنهادی در استخراج و اندازه‌گیری ترکیبات مورد نظر در نمونه‌های آبی مورد ارزیابی قرار گرفت.



در بخش سوم، روش پیشنهادی برای استخراج و اندازه‌گیری کاتیون پالادیم با استفاده از دستگاه ICP-OES در نمونه‌های آبی مورد استفاده قرار گرفت. استخراج تقریباً مشابه آنچه در بخش پیشین ذکر شد انجام گردید. کاتیون دو ظرفیتی پالادیم در محیط اسیدی شدید و در حضور یون یدید، تمایل زیادی برای تشکیل ترکیب آنیونی ( $\text{PdI}_4^{2-}$ ) را دارد. قابل انتظار است که در حضور یک سورفکتانت کاتیونی، زوج‌یونی بین سورفکتانت و آنیون ایجاد شود. پارامترهای تشکیل زوج‌یون و استخراج مورد ارزیابی و بهینه‌سازی قرار گرفتند و در شرایط بهینه فاکتور بهبود سیگنال ۱۴۶ برای کاتیون پالادیم ثبت شد. قابلیت کاربرد روش در استخراج و اندازه‌گیری این کاتیون در نمونه آب‌های طبیعی بطور موفقیت آمیزی مورد ارزیابی قرار گرفت.

در فصل دوم، بخش نخست، یک حلال جدید درشت مولکول غنی از تجمعات وسیکلی سورفکتانت‌های کربوکسیلیک اسید برای روش استخراج با قطره جامد شونده ارائه شد. روش پیشنهادی برای استخراج و اندازه‌گیری برخی از نگهدارنده‌ها (پارابن‌ها) در نمونه‌های حقیقی مختلف بکار گرفته شد. ۳۰ میکرولیتر از حلال سنتز شده در سطح محلول استخراجی در حال هم‌زدن شناور شد. بعد از مدت زمان مشخص، حلال در حمام آب یخ قرار گرفت و حلال جامد شده از محلول خارج شد و در نهایت حلال حاصل برای آنالیز به دستگاه HPLC-UV تزریق شد. بر اساس نسبت سیگنال به نویز برابر با ۳، حدود تشخیص برای ترکیبات  $\mu\text{g L}^{-1}$  ۰/۲-۰/۵ بدست آمد. فاکتورهای تغلیظ در ۲۴ mL نمونه آبی برای متیل پارابن، اتیل پارابن و پروپیل پارابن به ترتیب ۸۱، ۱۴۳ و ۱۷۴ بدست آمد. در نهایت قابلیت کاربرد روش پیشنهادی در استخراج و اندازه‌گیری ترکیبات مورد نظر در نمونه‌های آبی، مواد آرایشی و بهداشتی و نوشیدنی‌ها مورد ارزیابی قرار گرفت.

در بخش دوم، یک روش حساس بر اساس میکرواستخراج مایع دو فاز با فیبر توخالی برای استخراج مقادیر بسیار ناچیز ترکیبات آنیلین‌های هالوژنه ارائه شد. در این روش، برای اولین بار از حلال درشت مولکول وسیکلی به عنوان یک جایگزین مناسب برای مرتفع کردن محدودیت حلال‌های آلی در روش فیبر توخالی ارئه شد. حلال سنتز شده به دلیل ویسکوزیته بالا و فشار بخار پایین، پایداری و کارایی بالایی را در پوشش فیبر توخالی نشان داد. آنالیت‌ها با استفاده از روش دوفازی میکرواستخراج مایع با فیبر توخالی به

درون ۲۵ میکرولیتر از حلال درشت مولکول داخل فیبر استخراج و با استفاده از HPLC-UV آنالیز شد. پارامترهای موثر در استخراج، با روش طراحی آزمایش باکس-بنکن بهینه شدند. در شرایط بهینه، فاکتورهای تغلیظ برای ۲۴ mL نمونه آبی در محدوده ۷۴ تا ۲۰۳ بدست آمد. درصد بازیابی نسبی برای یک محلول حاوی ۲۰ میکروگرم بر لیتر در محدوده ۹۰/۴-۱۰۷/۴ بدست آمد.

در بخش پایانی از این فصل، یک روش میکرواستخراج مایع پخشی با امواج اولتراسونیک بر اساس بکارگیری حلال‌های درشت مولکول غنی از تجمعات مایسل معکوس کربوکسیلیک اسید با چگالی کمتر از آب معرفی شد. روش پیشنهادی برای استخراج و اندازه‌گیری پلاستی‌سایزرهای فتالات (PAEs) در نمونه‌های آبی، آرایشی-بهداشتی و خوراکی مورد استفاده قرار گرفت. امواج اولتراسونیک سرعت انتقال جرم به داخل حلال را افزایش می‌دهد، بنابراین زمان استخراج کاهش می‌یابد. مخلوطی حاوی ۴/۰ میلی‌لیتر THF و ۳۰ میلی‌گرم دکانویک اسید به آهستگی به داخل ظرف استخراج-سانتریفوژ ویژه، حاوی ۴۰ میلی-لیتر نمونه آبی در حالی تزریق شد که به مدت ۱ دقیقه در داخل حمام آبی اولتراسونیک قرار داشت. بعد از اینکه حلال بطور کامل به امولسیون در فاز آبی تبدیل شد، با استفاده از سانتریفوژ فازها از یکدیگر جدا شدند و ۲۰ میکرولیتر از حلال شناور در سطح نمونه به دستگاه HPLC-UV تزریق شد. پارامترهای موثر بر فرایندهای امولسیون‌سازی، استخراج و شکستن امولسیون مورد بررسی و بهینه‌سازی قرار گرفتند. در ادامه این بخش، روش ارائه شده با روش استخراج با سیال فوق بحرانی برای استخراج فتالات‌ها از نمونه‌های جامد جفت شد. پارامترهای موثر از جمله فشار، دما، مقدار اصلاحگر، زمان استاتیک و دینامیک بهینه شد. از این روش برای استخراج فتالات‌ها از پودر ژل خوراکی استفاده شد.

**کلمات کلیدی:** میکرواستخراج مایع پخشی با سورفکتنت، کلروفنل، نیتروفنل، هالو آنیلین، پارابن‌ها،

میکرواستخراج مایع با فیبر توخالی، حلال درشت مولکول، میکرواستخراج با قطره جامد شونده، امواج اولتراسونیک، فتالات‌ها، نمونه‌های آبی، مواد آرایشی-بهداشتی، استخراج با سیال فوق بحرانی، نمونه جامد.

## فهرست مطالب

عنوان	صفحه
۱. فصل اول: نگرشی بر مواد فعال سطحی.....	۱
۱-۱. آماده سازی نمونه.....	۲
۲-۱. مواد فعال سطح (سورفکتانت).....	۵
۱-۲-۱. خواص فیزیکوشیمیایی فرآیند تشکیل مایسل.....	۶
۱-۲-۱-۱. ساختار مواد فعال سطحی.....	۶
۲-۱-۲-۱. اثر الکترولیت.....	۷
۳-۱-۲-۱. مواد افزودنی آلی.....	۸
۴-۱-۲-۱. اثر دما.....	۸
۲-۲-۱. وسیکل ها.....	۹
۳-۲-۱. انواع مواد فعال سطحی.....	۹
۱-۳-۲-۱. مواد فعال سطحی آنیونی.....	۹
۲-۳-۲-۱. مواد فعال سطحی کاتیونی.....	۱۰
۳-۳-۲-۱. مواد فعال زوج یون.....	۱۰
۴-۳-۲-۱. مواد فعال سطحی غیر یونی.....	۱۰
۴-۲-۱. کاربردهای مواد فعال سطحی.....	۱۰
۱-۴-۲-۱. صنایع بهداشتی و داروسازی.....	۱۰
۲-۴-۲-۱. صنایع نساجی.....	۱۱
۳-۴-۲-۱. چسب ها.....	۱۱
۴-۴-۲-۱. صنایع نفتی.....	۱۱
۵-۲-۱. مخلوط مواد فعال سطحی.....	۱۱
۶-۲-۱. تاثیر حلال بر خواص فیزیکوشیمیایی مواد فعال سطح.....	۱۳
۷-۲-۱. کشش سطحی.....	۱۳

- ۱-۳. انتخاب روش مناسب برای استخراج گونه ..... ۱۵
- ۱-۳-۱. روش‌های استخراجی کامل ..... ۱۵
- ۱-۳-۲. روش‌های استخراجی غیر کامل ..... ۱۶
- ۱-۴. روش‌های عاری از حلال ..... ۱۷
- ۱-۴-۱. استخراج با سیال تحت فشار ..... ۱۷
- ۱-۴-۲. استخراج با غشا ..... ۱۸
- ۱-۴-۳. استخراج با امواج ریز موج میکروویو ..... ۱۸
- ۱-۵. استخراج با حلال ..... ۱۹
- ۱-۶. روش‌های میکرواستخراج ..... ۱۹
- ۱-۶-۱. میکرواستخراج با فاز جامد (SPME) ..... ۲۰
- ۱-۶-۲. میکرواستخراج با فاز مایع ..... ۲۱
- ۱-۷. کاربرد سورفکتانت‌ها در آماده‌سازی نمونه ..... ۲۲
- ۱-۷-۱. سورفکتانت در استخراج فاز جامد ..... ۲۳
- ۱-۷-۲. استخراج به روش سه فازی با استفاده از سورفکتانت به عنوان ترکیبات حامل ..... ۲۴
- ۱-۷-۳. استخراج با استفاده از فاز غنی از تجمع‌ات سورفکتانت ..... ۲۶
- ۱-۷-۳-۱. اساس روش استخراج با نقطه ابری شدن ..... ۲۷
- ۱-۷-۳-۲. کاربردهای استخراج در نقطه ابری ..... ۳۰
- ۱-۷-۴. استفاده از سورفکتانت در روش استخراج با سیال فوق بحرانی ..... ۳۲
- ۲. فصل دوم: استفاده از سورفکتانت به عنوان عامل پخش کننده در میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ..... ۳۶**
- ۲-۱. مقدمه ای بر میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ..... ۳۷
- ۲-۱-۱. حلال استخراج کننده در میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ..... ۳۸
- ۲-۱-۲. حلال پخش کننده در میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ..... ۳۹
- ۲-۱-۳. جنبه‌های عملی میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ..... ۳۹
- ۲-۱-۴. معرفی سورفکتانت‌ها در میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ..... ۴۰

- ۲-۲. اندازه‌گیری کلروفنل‌ها به روش میکرواستخراج مایع-مایع پخشی با سورفکتانت ..... ۴۱
- ۲-۲-۱. کلروفنل‌ها ..... ۴۲
- ۲-۲-۲. مواد شیمیایی و استانداردها ..... ۴۴
- ۲-۲-۳. دستگاهوری ..... ۴۴
- ۲-۲-۴. روش کار SA-DLLME ..... ۴۵
- ۲-۲-۵. نتایج و بحث ..... ۴۶
- ۲-۲-۱-۵. اثر حلال استخراجی ..... ۴۷
- ۲-۲-۵-۲. انتخاب سورفکتانت و غلظت آن ..... ۴۸
- ۲-۲-۵-۳. اثر pH نمونه ..... ۵۳
- ۲-۲-۵-۴. اثر قدرت یونی ..... ۵۰
- ۲-۲-۵-۵. اثر حجم حلال استخراجی ..... ۵۳
- ۲-۲-۵-۶. اثر دما بر روی فرآیند پخش و استخراج ..... ۵۳
- ۲-۲-۵-۷. اثر زمان سانتریفیوژ ..... ۵۴
- ۲-۲-۶. معیار سازی روش ..... ۵۴
- ۲-۲-۶-۱. کارایی تجزیه‌ای روش ..... ۵۴
- ۲-۲-۶-۲. آنالیز نمونه‌های حقیقی ..... ۵۷
- ۲-۲-۷. نتیجه‌گیری ..... ۵۸
- ۲-۳. ارائه یک روش جدید برای استخراج همزمان ترکیبات اسیدی و بازی ..... ۶۰
- ۲-۳-۱. اهمیت اندازه‌گیری همزمان ترکیبات اسیدی و بازی ..... ۶۰
- ۲-۳-۲. تئوری روش استخراجی بر اساس سورفکتانت برای استخراج همزمان کلروآنیلین و نیتروفل ..... ۶۲
- ۲-۳-۳. مواد شیمیایی و استانداردها ..... ۶۲
- ۲-۳-۴. دستگاهوری ..... ۶۳
- ۲-۳-۵. فرآیند استخراج ..... ۶۴
- ۲-۳-۶. نتایج و بحث ..... ۶۵
- ۲-۳-۶-۱. نوع حلال استخراج کننده ..... ۶۵

- ۶۶.....۲-۳-۲. بررسی همزمان اثر pH و نوع سورفکتانت.
- ۶۷.....۳-۳-۲. اثر غلظت سورفکتانت.
- ۶۸.....۴-۳-۲. اثر قدرت یونی محلول نمونه.
- ۶۹.....۵-۳-۲. اثر حجم حلال استخراج کننده.
- ۶۹.....۷-۳-۲. معتبرسازی روش.
- ۶۹.....۱-۷-۳-۲. کارایی تجزیه‌ای روش.
- ۷۳.....۲-۷-۳-۲. آنالیز نمونه‌های حقیقی.
- ۷۵.....۸-۳-۲. نتیجه گیری.
- ۷۶.....۴-۲. ارائه یک روش جدید برای استخراج فلزات بدون استفاده از عامل کیلیت کننده.
- ۷۷.....۱-۴-۲. اهمیت اندازه گیری فلزات: باید‌ها و نیاید‌ها.
- ۷۸.....۲-۴-۲. تئوری روش استخراجی بر اساس سورفکتانت برای استخراج پالادیم بدون استفاده از عامل کیلیت کننده.
- ۷۹.....۳-۴-۲. مواد شیمیایی و استانداردها.
- ۸۰.....۴-۴-۲. دستگاهوری.
- ۸۱.....۵-۴-۲. روش استخراج پالادیم با IP-SAME.
- ۸۲.....۶-۴-۲. نتایج و بحث.
- ۸۳.....۱-۶-۴-۲. انتخاب حلال استخراجی و حجم آن.
- ۸۴.....۲-۶-۴-۲. تاثیر غلظت KI و HCl.
- ۸۶.....۳-۶-۴-۲. نوع و غلظت سورفکتانت.
- ۸۷.....۴-۶-۴-۲. اثر یون‌های خارجی.
- ۸۸.....۷-۴-۲. معتبرسازی روش.
- ۸۸.....۱-۷-۴-۲. کارایی تجزیه‌ای روش.
- ۹۰.....۲-۷-۴-۲. آنالیز نمونه‌های حقیقی.
- ۹۱.....۸-۴-۲. نتیجه گیری.
۳. فصل سوم: استفاده از حلال درشت‌مولکول بر پایه تجمعات سورفکتانتی آلکیل کربوکسیلیک اسید در میکرواستخراج مایع و استفاده از تکنولوژی سیال فوق بحرانی برای استخراج از نمونه جامد.....۹۲

- ۹۳-۱-۳. مقدمه‌ای بر حلال درشت مولکول بر پایه تجمعات سورفکتنتی آلکیل کربوکسیلیک اسید.....
- ۹۴-۲-۳. حلال درشت مولکول غنی از تجمعات وسیکلی.....
- ۹۷-۱-۲-۳. کاربرد حلال درشت مولکول غنی از تجمعات وسیکلی در میکرواستخراج برپایه انجماد قطره شناور.....
- ۹۹-۱-۱-۲-۳. مواد شیمیایی و استانداردها.....
- ۱۰۰-۲-۱-۲-۳. دستگاہوری.....
- ۱۰۰-۳-۱-۲-۳. نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها.....
- ۱۰۱-۴-۱-۲-۳. روش کار SF-VCDME.....
- ۱۰۱-۵-۱-۲-۳. نتایج و بحث.....
- ۱۰۱-۱-۵-۱-۲-۳. توصیف حلال.....
- ۱۰۳-۲-۵-۱-۲-۳. اثر pH نمونه.....
- ۱۰۴-۳-۵-۱-۲-۳. اثر دمای استخراج.....
- ۱۰۵-۴-۵-۱-۲-۳. اثر حجم قطره.....
- ۱۰۶-۵-۵-۱-۲-۳. اثر نمک.....
- ۱۰۷-۶-۵-۱-۲-۳. اثر سرعت همزدن و زمان تعادل.....
- ۱۰۸-۶-۱-۲-۳. معتبر سازی روش.....
- ۱۰۸-۱-۶-۱-۲-۳. تعیین ارقام شایستگی روش.....
- ۱۱۱-۲-۶-۱-۲-۳. آنالیز نمونه‌های حقیقی.....
- ۱۱۴-۷-۱-۲-۳. نتیجه‌گیری.....
- ۱۱۵-۲-۲-۳. کاربرد حلال درشت مولکول غنی از تجمعات وسیکلی در میکرواستخراج با استفاده از فیبر توخالی.....
- ۱۱۷-۱-۲-۲-۳. مواد شیمیایی و استانداردها.....
- ۱۱۸-۲-۲-۲-۳. دستگاہوری.....
- ۱۱۸-۳-۲-۲-۳. ساخت حلال درشت مولکول وسیکلی به عنوان حلال استخراجی.....
- ۱۱۹-۴-۳-۲-۳. روش استخراج.....
- ۱۲۰-۵-۲-۲-۳. طراحی آزمایش.....
- ۱۲۲-۶-۲-۲-۳. نتایج و بحث.....
- ۱۲۲-۱-۶-۲-۲-۳. خواص حلال.....

- ۱۲۲.....۲-۶-۲-۲-۳. بهینه‌سازی شرایط استخراج.....
- ۱۲۳.....pH اثر.....۱-۲-۶-۲-۲-۳.....
- ۱۲۴.....تحلیل نتایج طراحی آزمایش.....۲-۲-۶-۲-۲-۳.....
- ۱۳۰.....معتبر سازی روش.....۳-۶-۲-۲-۳.....
- ۱۳۰.....کارایی تجزیه ای روش.....۱-۳-۶-۲-۲-۳.....
- ۱۳۲.....آنالیز نمونه های حقیقی.....۲-۳-۶-۲-۲-۳.....
- ۱۳۴.....نتیجه‌گیری.....۴-۶-۲-۲-۳.....
- ۳-۳. کاربرد امواج اولتراسونیک برای افزایش کارایی میکرواستخراج فتالاتها با استفاده از حلال درشت مولکول غنی از تجمعات نانومتری مایسل معکوس و استفاده از استخراج با سیال فوق بحرانی.....
- ۱۳۵.....
- ۱۴۰.....۱-۳-۳. فتالاتها.....
- ۱۴۰.....۲-۳-۳. مواد شیمیایی و استانداردها.....
- ۱۴۱.....۳-۳-۳. دستگاهوری.....
- ۱۴۲.....۴-۳-۳. نمونه برداری و آماده سازی نمونه ها.....
- ۱۴۲.....۵-۳-۳. روش کار USESSM.....
- ۱۴۳.....۶-۳-۳. نتایج و بحث.....
- ۱۴۳.....۱-۶-۳-۳. توصیف حلال.....
- ۱۴۵.....۲-۶-۳-۳. اثر pH نمونه.....
- ۱۴۵.....۳-۶-۳-۳. اثر زمان اولتراسونیک.....
- ۱۴۶.....۴-۶-۳-۳. اثر ساختار حلال.....
- ۱۴۷.....۵-۶-۳-۳. اثر قدرت یونی.....
- ۱۴۸.....۶-۶-۳-۳. معتبرسازی روش.....
- ۱۴۸.....۱-۶-۶-۳-۳. تعیین ارقام شایستگی روش.....
- ۱۵۱.....۲-۶-۶-۳-۳. آنالیز نمونه‌های حقیقی.....
- ۱۵۱.....۱-۲-۶-۶-۳-۳. آنالیز نمونه‌های آبی و آرایشی-بهداشتی.....
- ۱۵۶.....۲-۲-۶-۶-۳-۳. آنالیز پودر ژله میوه با استفاده از استخراج با سیال فوق بحرانی.....



۱۶۱.....نتیجه گیری ۷-۳-۳

۱۶۲.....مراجع

## فهرست اشکال

- شکل ۱-۲-۱. نمونه ای از یک مولکول ماده فعال سطحی ..... ۵
- شکل ۲-۲-۱. اشکال سه بعدی ایجاد شده توسط فرآیند خود تجمعی ..... ۶
- شکل ۳-۲-۱. نمایشی از برآیند نیروهای وارده بر مولکولهای آب در داخل و سطح محلول ..... ۱۳
- شکل ۴-۲-۱. حلقه سیمی با یک میله متحرک که باعث تشکیل فیلم نازکی از آب شده است ..... ۱۴
- شکل ۱-۷-۱. روش‌های استخراجی مختلفی که در آنها از سورفکتانت استفاده می شود ..... ۲۲
- شکل ۲-۷-۱. جذب سطحی SDS بر روی آلومینا به عنوان یک فاز جامد برای استخراج ..... ۲۳
- شکل ۳-۷-۱. نمایش شماتیک تهیه و کاربرد نانو ذرات  $Fe_3O_4$  پوشیده با سورفکتانت برای پیش تغلیظ ترکیبات آلی ..... ۲۴
- شکل ۴-۷-۱. ساختار داروها و حامل‌های استفاده شده ..... ۲۵
- شکل ۵-۷-۱. مکانیسم استخراج توسط اکتانویک اسید به عنوان حامل ..... ۲۶
- شکل ۶-۷-۱. تعداد مقالات چاپ شده با تکنیک CPE در ۹ سال گذشته ..... ۲۷
- شکل ۷-۷-۱. نمایش شماتیک استخراج با نقطه ابری شدن ..... ۲۹
- شکل ۸-۷-۱. دیاگرام فاز مواد فعال سطحی غیر یونی (a) و زوج-یونی (b):  $L$ ، سیستم تک فاز،  $L-L$ ، سیستم دو فاز ..... ۳۰
- شکل ۷-۷-۱. نمایش شماتیک استخراج با نقطه ابری شدن ..... ۳۴
- شکل ۸-۷-۱. شمای کلی دستگاه SFE ..... ۳۴
- شکل ۱-۱-۲. مراحل مختلف میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ..... ۳۸
- شکل ۱-۲-۲. مراحل استخراج کلروفلها به روش میکرواستخراج مایع-مایع پخشی ..... ۴۶
- شکل ۲-۲-۲. تاثیر نوع حلال آلی بر روی کارایی استخراج ..... ۴۸
- شکل ۳-۲-۲. ساختار سورفکتانت‌های کاتیونی CTAB (الف)، TTAB (ب) و سورفکتانت‌های آنیونی SDS (پ) و STS (ت) ..... ۴۹
- شکل ۴-۲-۲. تاثیر نوع و غلظت سورفکتانت بر روی کارایی استخراج. CTAB (a) و TTAB (b) ..... ۵۰
- شکل ۵-۲-۲. تاثیر pH بر روی کارایی استخراج ..... ۵۱
- شکل ۶-۲-۲. تاثیر غلظت نمک بر روی کارایی استخراج ..... ۵۲
- شکل ۷-۲-۲. کروماتوگرام‌های HPLC-UV از نمونه آب دریای (A) غنی نشده و (B) غنی شده از هر آنالیت ..... ۵۸
- شکل ۱-۳-۲. تبدیل اسید و باز به فرم یونی مزدوج خود در محیط قلیایی و اسیدی ..... ۶۰
- شکل ۲-۳-۲. غشا ساخته شده برای استخراج همزمان داروهای اسیدی و بازی توسط نیروی محرکه الکتریکی ..... ۶۱

- شکل ۳-۳-۲. مکانیسم تشکیل زوج یون بین فرمهای یونی ترکیبات اسیدی و بازی با یک سورفکتانت مناسب..... ۶۳
- شکل ۴-۳-۲. نمونه ای از کروماتوگرام استخراجی مربوط به آنالیتها در طول موج ۲۴۰ نانومتر..... ۶۴
- شکل ۵-۳-۲. مکانیسم استخراج همزمان ترکیبات اسیدی و بازی. (a) تزریق سورفکتانت و حلال آلی، (b) فاز آلی پخش شده، (c) یک قطره آلی تنها، (d) استخراج بر اساس پخش شدن و تشکیل زوج یون..... ۶۵
- شکل ۶-۳-۲. اثر نوع سورفکتانت و pH بر کارایی استخراج..... ۶۷
- شکل ۷-۳-۲. اثر غلظت سورفکتانت بر کارایی استخراج..... ۶۸
- شکل ۸-۳-۲. کروماتوگرام های HPLC-UV از نمونه آب باران (A) غنی نشده و (B) غنی شده از هر آنالیت..... ۷۴
- شکل ۱-۴-۲. نمایش FI-ICP-OES. نمای نزدیک (الف) و نمای کلی (ب)..... ۸۱
- شکل ۲-۴-۲. تاثیر غلظت KI بر روی کارایی استخراج..... ۸۵
- شکل ۳-۴-۲. تاثیر غلظت HCl بر روی کارایی استخراج و طیفه های مربوطه..... ۸۶
- شکل ۴-۴-۲. تاثیر نوع و غلظت سورفکتانت بر روی کارایی استخراج..... ۸۷
- شکل ۱-۲-۳. برهمکنش لازم برای تشکیل وسیکل..... ۹۶
- شکل ۲-۲-۳. تصویر TEM از حلال درشت تشکیل شده از دکانویک اسید (نماد نشانگر ۱۲۰ نانومتر است)..... ۹۷
- شکل ۳-۲-۳. طرح شماتیک از روش میکرو استخراج قطره جامد شونده..... ۹۸
- شکل ۴-۲-۳. مکانسیم مولکولی استخراج پارابن ها توسط حلال درشت مولکول وسیکلی..... ۱۰۳
- شکل ۵-۲-۳. تاثیر pH بر روی کارایی استخراج..... ۱۰۴
- شکل ۶-۲-۳. تاثیر حجم حلال بر روی کارایی استخراج..... ۱۰۵
- شکل ۷-۲-۳. پروفایل حجم جمع شده قطره در زمانهای مختلف..... ۱۰۶
- شکل ۸-۲-۳. تاثیر افزایش نمک بر روی کارایی استخراج..... ۱۰۷
- شکل ۹-۲-۳. تاثیر سرعت همزدن بر روی کارایی استخراج..... ۱۰۸
- شکل ۱۰-۲-۳. کروماتوگرام های HPLC-UV از نمونه آب گیر (A) غنی نشده و (B) غنی شده از هر آنالیت..... ۱۱۳
- شکل ۱۱-۲-۳. کروماتوگرام های HPLC-UV از کرم پوست (A) غنی نشده و (B) غنی شده از هر آنالیت..... ۱۱۳
- شکل ۱۲-۲-۳. طرح شماتیک از روش میکرو استخراج دو فازی مستقیم..... ۱۱۶
- شکل ۱۳-۲-۳. نمایش گرافیکی طرحهای فاکتوریال کامل سه سطحی شامل ۲۷ آزمایش..... ۱۲۱
- شکل ۱۴-۲-۳. تاثیر pH بر روی کارایی استخراج..... ۱۲۳
- شکل ۱۵-۲-۳. نمودار مقادیر پیشگویی- مقادیر حقیقی (الف) و نمودار نرمال باقیمانده ها (ب)..... ۱۲۶

- شکل ۳-۲-۱۶. نمودار اغتشاش..... ۱۲۷.....
- شکل ۳-۲-۱۷. توصیف اثر برهمکنش دوتایی AB و BC بر پاسخ. منحنی سه بعدی سطح پاسخ (الف) و نمودار کانتور (ب)..... ۱۲۹.....
- شکل ۳-۲-۱۸. تصویری از میکرواستخراج هالوآنیلینها با کمک فیبر توخالی بر پایه حلال درشت مولکول وسیکلی..... ۱۳۲.....
- شکل ۳-۲-۱۹. کروماتوگرام های HPLC-UV از نمونه فاضلاب (A) غنی نشده و (B) غنی شده ..... ۱۳۳.....
- شکل ۳-۳-۱. نمودار فازی سه تایی آب- دکانوئیک اسید و (الف) استون، (ب) اتانول ..... ۱۳۶.....
- شکل ۳-۳-۲. مقدار حلال آلی مورد نیاز برای حل کردن ۱ گرم از دکانوئیک اسید..... ۱۳۷.....
- شکل ۳-۳-۳. میزان تتراهیدروفوران مورد نیاز برای حل کردن درصدهای مختلف کربوکسیلیک اسید با طول زنجیر متفاوت..... ۱۳۷.....
- شکل ۳-۳-۴. تصویر میکروسکوپ نوری از محلول حاوی مایسل های معکوس..... ۱۳۸.....
- شکل ۳-۳-۵. هیستوگرام بدست آمده برای حلال درشت مولکول سنتز شده توسط روش DLS..... ۱۴۴.....
- شکل ۳-۳-۶. (الف) مقایسه بین روش کلاسیک میکرواستخراج با حلال درشت مولکول و استفاده از امواج اولتراسونیک، (ب) اثر زمان اولتراسونیک..... ۱۴۶.....
- شکل ۳-۳-۷. اثر مقدار DeA و THF در کارایی استخراج..... ۱۴۷.....
- شکل ۳-۳-۸. اثر قدرت یونی بر کارایی استخراج فتالات ها..... ۱۴۸.....
- شکل ۳-۳-۹. کروماتوگرام های HPLC-UV از نمونه آب خروجی کارخانه (a) غنی نشده و (b) غنی شده از هر آنالیت..... ۱۵۳.....
- شکل ۳-۳-۱۰. کروماتوگرام های HPLC-UV از نمونه (A) hard gel، (B) soft gel و (C) Perfume..... ۱۵۴.....
- شکل ۳-۳-۱۱. اثر فشار سیال بر استخراج فتالات ها..... ۱۵۸.....
- شکل ۳-۳-۱۲. اثر دمای سیال بر استخراج فتالات ها..... ۱۵۸.....
- شکل ۳-۳-۱۳. اثر زمان دینامیک بر استخراج فتالات ها..... ۱۵۹.....
- شکل ۳-۳-۱۴. کروماتوگرام های HPLC-UV از پودر ژله II بعد از SFE-USESSM..... ۱۶۱.....