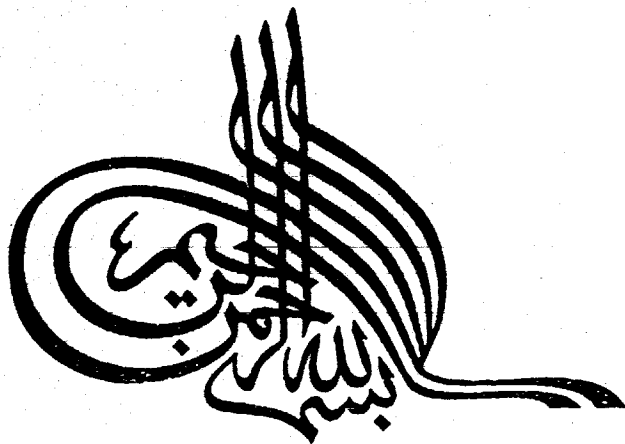


شیراز، ۲۸۹۷۹

شیراز، ۲۸۹۷۹



۲۸۹۷۹

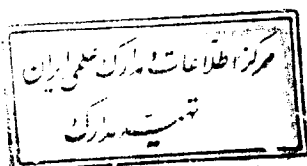
شیراز، ۲۸۹۷۹

۱۳۸۰ / ۶ / ۲۰



012877

دانشگاه تهران
دانشکده علوم
بخش شیمی



پایان نامه

جهت اخذ درجه کارشناسی ارشد در رشته شیمی تجزیه

عنوان:

استخراج و پیش تغلیظ مقادیر بسیار کم سرب توسط دیسکهای اکتادسیل سیلیکای اصلاح شده و اندازه گیری آن توسط اسپکترومتری جذب اتمی شعله ای

استاد راهنما:

دکتر محمد رضا گنجعلی

۳۵۹۷۶

استاد مشاور:

دکتر مجتبی شمس پور

تهیه و تنظیم:

امید رضا هاشمی

تیرماه ۱۳۷۹

« بسمه تعالی »

اداره تحصیلات تکمیلی دانشگاه

احتراماً با اطلاع می‌رساند که جلسه دفاع از پایان‌نامه دوره کارشناسی ارشد ^{۱۳۴۶} امیدرضا هاشمی آقای
تحت عنوان: جداسازی، پیش‌تخلیظ و اندازه‌گیری مقادیر بسیار کم سرب توسط دیسکهای اکتادسیل سیلیکای
اصلاح شده با ترکیبات آلی تازه سنتز شده

در تاریخ ۷۹/۴/۲۹ در محل دانشکده علوم دانشگاه تهران برگزار گردید.

هیأت داوران بر اساس کیفیت پایان‌نامه، استماع دفاعیه و توجه پاسخ به سئوالات، پایان‌نامه ایشان را برای دریافت

درجه کارشناسی ارشد در رشته شیمی تجزیه معادل با ۸ / هشت واحد یا نمره ۱۹,۶۶

با درجه عالی مورد تأیید قرار دارد.

هیأت داوران

| سمت | نام و نام خانوادگی | مرتبه دانشگاهی - دانشگاه | امضاء |
|--------------------------------|----------------------|--------------------------|---------------|
| ۱- استاد راهنما | دکتر محمد رضا گنجعلی | استادیار | تهران |
| ۲- استاد مشاور | دکتر مجتبی شمس پور | استاد | رازی کرمانشاه |
| ۳- استاد مدعو | دکتر پرویز نوروزی | استادیار | تهران |
| ۴- استاد مدعو | | | |
| ۵- نماینده تحصیلات تکمیلی گروه | | | |

سرپرست تحصیلات تکمیلی گروه

دکتر ناصر قائمی

سرپرست گروه

دکتر ناصر قائمی

سرپرست تحصیلات تکمیلی دانشکده

دکتر رسول اخروی

تقدیم به پدر و مادر عزیزم

شاهد نگران ولی امیدوار بر این تلاش مکرر
خسته ولی همراه در راهی که خود با سرانگشت مهر
از آن خار زدوده و با آب دیده هموارش کردند
محبتی که جبرانش هرگز برایم میسر نخواهد بود.

این پایان نامه را تقدیم می کنم به آنها، هر چند
قطره ای ناچیز است در مقابل دریای بی کران محبت آنها
زیرا بدون حوصله و فداکاری آنها هیچ گاه به پایان نمی رسید.

تقدیر و تشکر

خدای بزرگ را سپاس می گویم که مرا از الطاف خود بهره مند ساخت و در فراز نشیب های زندگی یاریم نمود و این امکان را به من داد تا در این دوره از تحصیل افتخار شاگردی استاد فرهیخته "آقای دکتر محمد رضا گنجعلی" را داشته باشم. استادی که با راهنمایی خود مرا در پیمودن این مسیر کمک کرد و در کنار درسهای علمی، نکات ارزنده اخلاقی به من آموخت.

همچنین بهره گیری از راهنماییهای با ارزش علمی و اخلاقی استاد گرامی "آقای دکتر شمس پور" طی مسیر را آسانتر کرد. فرصت مناسبی است تا از این دو بزرگوار که باعث شدند تا با گنجینه گرانبهائی از نکات علمی و اخلاقی این دوره را به پایان برسانم، کمال تشکر و سپاسگزاری را داشته باشم.

از دوستان عزیزی که در این مدت با انتقادهای سازنده و تشویق های خود باعث دلگرمی بیشتر من شدند، به خصوص دوستان و همکاران آزمایشگاه تحقیقاتی تجزیه، متشکر و سپاسگزارم.

در انتها تشکر صمیمانه خود را تقدیم خانواده عزیزم می کنم که در این مدت محیط مناسبی را فراهم کردند تا به دور از دغدغه های فکری، تنها به تحصیل فکر کنم.

چکیده

استخراج و اندازه گیری مقادیر کم سرب نه تنها به خاطر کاربردهای فراوان آن در صنعت و زندگی روزمره اهمیت فراوان دارد بلکه به عنوان یک عنصر سمی برای انسان و حیوان شناخته شده است سرب از جمله فلزات سنگینی هست که به لحاظ سمیتش بیشترین توجه در زمینه ایمنی محیطی به آن معطوف شده است.

سرب به مقدار قابل توجهی هر روزه به خاطر کاربردش در افزودنیهای سوختی در بیوسفر هوا منتشر می گردد و از طریق غذا و آب وارد بدن انسان می شود. ترکیبات آلی سرب مثل تترااتیل سرب خیلی سریع از طریق پوست نفوذ میکنند. گسترش یک روش جدید برای جداسازی انتخابی و تغلیظ مقادیر کم سرب و اندازه گیری آن هنوز مورد توجه است.

هدف از کارهای ارائه شده در این پایان نامه گسترش دادن یک روش سریع و کارا برای استخراج، تغلیظ و اندازه گیری مقادیر میکروگرم درلیتر سرب در محیطهای آبی با استفاده از غشاهای اصلاح شده بوسیله دو لیگاند آلی (Lig.1 و Lig.2) می باشد.

در کارهای صورت گرفته یک روش برای پیش تغلیظ و جداسازی سریع و گزینش پذیر سرب با استفاده از دیسکهای اکتادسیل سیلیکای اصلاح شده و سپس اندازه گیری آن با جذب اتمی شعله ای (F.A.A.S) ارائه میشود. اثر سرعت جریان عبور نمونه و سرعت عبور حلال استخراج کننده و مقدار لیگاند و مقدار حلال بازیابی کننده سرب و اثر کاتیونهای مزاحم بر راندمان سرب بررسی شد. این روش همچنین برای بازیابی و اندازه گیری سرب در نمونه های سنتزی و حقیقی بکار رفت.

استخراج سرب با دیسکهای اکتادسیل سیلیکا به قطر 47mm و ضخامت 0.5mm صورت گرفت. بدین صورت که دیسک را پس از قرار دادن روی نگهدارنده و شستشوی آن، خشک کرده و 2cc محلول حاوی لیگاند در متانول را بر روی آن ریخته و پس از خشک کردن آن با 20mm آب شستشودادیم و 1lit محلول حاوی 50 میکروگرم سرب را از آن عبور دادیم (سرعت جریان 10ml/min) سرب استخراج شده با یک اسید معدنی مناسب بازیابی و غلظت آن با جذب اتمی شعله ای تعیین شد.

فهرست

فصل اول

مقدمه ای بر استخراج با فاز جامد

- ۱-۱-۱ استخراج با فاز جامد چیست ۱
- ۲-۱-۱ تاریخچه استخراج با فاز جامد ۱
- ۳-۱-۱ نحوه انجام استخراج با فاز جامد ۴
- ۴-۱-۱ ستونها و دستگاههای مورد استفاده برای استخراج با فاز جامد ۶
- ۵-۱-۱ جاذبها و نحوه برهم کنش آنها ۱۰
- ۶-۱-۱ کاربردهای استخراج با فاز جامد ۱۱

فصل دوم

جاذبها و مکانیسم جذب در استخراج با فاز جامد

- ۱-۲-۱ مقدمه ۱۷
- ۲-۲-۱ سنتز جاذبها ۱۷
- ۳-۲-۱ فازهای پیوندی ۲۰
- ۴-۲-۱ جاذبهای استخراج با فاز جامد ۲۲
- ۵-۲-۱ مکانیسم های جذب ۲۷
- ۶-۲-۱ شویش جاذبها در استخراج با فاز جامد ۴۱

فصل سوم

دیسکهای استخراج با فاز جامد

- ۱-۳-۱ مقدمه ۴۵
- ۲-۳-۱ دیسکهای آزاد ۴۵
- ۳-۳-۱ دیسکها در فرمت سرنگ ۵۰
- ۴-۳-۱ نحوه استفاده از یک دیسک استخراج با فاز جامد ۵۱
- ۵-۳-۱ نمونه هایی از کاربردهای دیسکها ۵۳

- ۵۴ ۶-۳-تئوری عملکرد دیسکها
 ۵۶ ۷-۳-دیسکها و تکنولوژیهای جدید

فصل چهارم

استخراج با فاز جامد و تکنولوژیهای جدید

- ۵۹ ۱-۴-مقدمه
 ۵۹ ۲-۴-میکرو استخراج با فاز جامد
 ۶۴ ۳-۴-پراکندگی ماتریکس در فاز جامد
 ۶۵ ۴-۴-Restricted - Access SPE
 ۶۶ ۵-۴-Affinity SPE
 ۶۸ ۶-۴-مشتق سازی بر روی جاذبههای استخراج با فاز جامد
 ۶۹ ۷-۴-سیستم غشای نیمه تراوا
 ۷۰ ۸-۴-استخراج با فاز جامد تشخیص ملکولی

فصل پنجم

بخش تجربی

- ۷۳ ۱-۵-اهمیت جداسازی و اندازه گیری مقادیر کم سرب
 ۷۷ ۲-۵-استخراج با فاز جامد مقادیر بسیار کم سرب توسط دیسکهای اکتادسیل....
 ۷۹ ۳-۵-استخراج با فاز جامد مقادیر بسیار کم سرب توسط دیسکهای اکتادسیل
 سیلیکای اصلاح شده با ترکیب آلی (Lig.1)
 ۸۹ ۴-۵-استخراج با فاز جامد مقادیر بسیار کم سرب توسط دیسکهای اکتادسیل
 سیلیکای اصلاح شده با ترکیب آلی (Lig.2)
 ۹۷ ۵-۵-نتیجه گیری و مزایای روش

فصل اول

مقدمه ای بر استخراج با فاز جامد

- ۱-۱- استخراج با فاز جامد چیست
- ۱-۲- تاریخچه استخراج با فاز جامد
- ۱-۳- نحوه انجام استخراج با فاز جامد
- ۱-۴- ستونها و دستگاههای مورد استفاده برای استخراج با فاز جامد
- ۱-۵- جاذبها و نحوه پر هم کنش آنها
- ۱-۶- کاربردهای استخراج با فاز جامد

۱-۱- استخراج با فاز جامد^۱ چیست ؟

استخراج با فاز جامد یک روش مناسب جهت آماده سازی نمونه میباشد که بواسطه آن عمل تغلیظ و خالص سازی آنالیت از محلول اولیه توسط جذب آن بر روی یک فاز جامد و سپس شستشوی آن توسط یک حلال مناسب جهت آنالیز دستگامی، انجام می گردد.

مکانیسمهای بازداری آنالیت شامل، فاز معکوس^۲، فاز نرمال^۳ و تبادل یونی^۴ میباشد. در قدیم تهیه نمونه شامل حل کردن نمونه، خالص سازی آن و استخراج که معمولاً به طریق استخراج مایع - مایع^۵ انجام می گردید، بود. معایب استخراج مایع - مایع، استفاده از حجم زیاد حلال، لوازم شیشه ای سنگین و هزینه بالای آن بود. علاوه بر این در استخراج مایع - مایع اغلب با نمونه های آبی تولید یک امولسیون می شد که در استخراج ایجاد مشکل می کرد و در ضمن سیستم استخراج مایع - مایع به راحتی اتوماتیزه نمی شد.

این مشکلات سبب برتری روش استخراج با فاز جامد شد و این روش از اواسط دهه ۱۹۷۰ رواج پیدا کرد. عبارت استخراج با فاز جامد (SPE) اولین بار در سال ۱۹۸۲ معرفی گردید. استخراج با فاز جامد شبیه به استخراج مایع - مایع است و در حقیقت استخراج با فاز جامد را ممکن است استخراج جامد - مایع نیز بنامند. به هر حال امروزه استخراج با فاز جامد به نام یا اصطلاح SPE رایج شده است (۱).

۱-۲- تاریخچه استخراج با فاز جامد

استخراج با فاز جامد از کروماتوگرافی کلاسیک که در آن از یک محیط جاذب جهت جداسازی آنالیت استفاده می شود، آغاز شد.

از لحاظ تاریخی کروماتوگرافی اولین بار توسط تیسوت^۶ در سال ۱۹۰۶ در جداسازی رنگدانهای گیاهان با استفاده از روشی که او کروماتوگرافی نامید آغاز شد. تیسوت از کربنات کلسیم به عنوان فاز ساکن جهت جذب رنگدانه های مختلف گیاهان و از اتر نفت به عنوان فاز متحرک استفاده کرد. امروزه این جدا سازی را جداسازی فاز نرمال^۷ می نامند.

در جدول ۱-۱ تعدادی از بارزترین پیشرفتهای تاریخ استخراج با فاز جامد (SPE) نشان داده شده است (۲). در حدود سال ۱۹۳۰ سیلیکا، آلومینا، فلورسیل و خاک دیاتومه به عنوان جاذبهای جامد جهت جذب و تغلیظ نمونههای قطبی (فاز نرمال) استفاده می شد، آنچه امروزه استخراج با فاز جامد فاز نرمال نامیده میشود. پیشرفت عمده بعدی در سال ۱۹۴۱ به وقوع پیوست وقتی که مارتین^۸ و سینگ^۹ (برنده جایزه نوبل به خاطر کاربرد روی کروماتوگرافی) کارهایشان را بر اساس کروماتوگرافی تقسیمی^{۱۰} منتشر کردند. آنها

1-Solid Phase Extraction 2- Reversed Phase 3- Normal Phase 4 - Ion Exchange
5-Liquid-Liquid Extraction 6- Tswett 7- Normal Phase Separation 8-Martin 9-Synge
10- Partition Chromatography

| | |
|-------------|--|
| 1906 | TERM "chromatography" coined by Tswett. |
| 1930 | Normal-phase applications for liquid chromatography. |
| 1941 | Partition chromatography. |
| 1950 | Reversed-phase chromatography; widespread use of charcoal as a Sorbent. |
| 1960 | Bonded sorbents synthesized. |
| 1968 | Polymeric sorbents, XAD resins developed. |
| 1973 | Gilpin and Burke (1973) develop chlorosilane bonded phase for HPLC |
| 1974 | XAD resins used for trace organic contaminants in water (Junk). |
| 1975 | C-18 reversed phase becomes popular for HPLC. |
| 1975 | The term "trace enrichment" coined. |
| 1978 | Sep-Pak introduced by Waters. |
| 1979 | Analytichem introduces C-18 in syringe format. |
| 1980 | Automation of SPE begins. |
| 1982 | The term "SPE" coined by Zief and others of J.T.Baker. |
| 1985 | Proliferation of manufacturers and new SPE phases, such as mixed mode. |
| 1989 | 3M introduces the disk format for SPE. |
| 1992 | Introduction by Supleco of solid-phase microextraction (SPME). |
| 1993 | Proliferation of automation products for SPE. |
| 1995 | On-line analysis by SPE-HPLC is commonplace. |
| 1996 | On-line analysis by SPE-GC is becoming routine, including automated SPME. |

جدول ۱-۱: تاریخچه استخراج با فاز جامد

یک حلال قطبی مانند آب را بوسیله جذب سطحی آن بروی سیلیکاژل، ساکن نگهداشتند و حلال دوم را (کلروفرم اصلاح شده با اتانول) به عنوان فاز متحرک از میان ستون به منظور جداسازی و استخراج مشتقات استیل از آمینواسیدها عبور دادند. در این سیستم کروماتوگرافی، جداسازی از طریق جذب سطحی ترکیبات بر روی فاز جامد انجام نمی‌گیرد بلکه بوسیله تقسیم نمونه بین دو فاز مایع و مطابق با یک توزیع همدم صورت می‌گیرد (۳). بعد از آن در سال ۱۹۵۰ هوارد^۱ و مارتین^۲ یک مقاله برای اولین بار در مورد آنچه که امروزه به نام کروماتوگرافی فاز معکوس شناخته شده، چاپ کردند. آنها بجای استفاده از یک فاز ساکن قطبی مانند سیلیکا یا کربنات کلسیم برای جذب ترکیبات قطبی از یک حلال غیر قطبی، یک فاز ساکن غیر قطبی جهت جذب ترکیبات غیر قطبی از یک حلال قطبی تهیه کردند.

آنها سیلیکا را با دی کلرو دی متیل سیلان واکنش دادند به منظور اینکه سطح سیلیکا جهت ایجاد یک فاز غیر قطبی اصلاح گردد. آنها اسیدهای چرب طویل زنجیر را در یک محلول آبی متانول (۸۰:۲۰) به عنوان فاز متحرک توسط تقسیم و انتقال آن به فاز ساکن غیر قطبی که n-اکتان اشباع شده با متانول است، جداسازی کردند (۴).

مفهوم اصلی کروماتوگرافی فاز معکوس در سال ۱۹۶۱ توسط آبل^۱ و همکارانش از فاز ساکن مایع به فاز ساکن جامد به صورت جذب سطحی مستقیم آنالیت بر روی سطح جامد، تغییر داده شد. آنها یک یک فاز معکوس جامد را به واسطه واکنش دادن سیلیکا با یک تری کلروسیلان سنتز کردند و به این ترتیب یک سطح سیلیکای پیوند شده و اصلاح شده از جهت شیمیایی را تهیه کردند.

این جاذب همانند پرکننده‌های جامد در کروماتوگرافی گازی استفاده می شد. این اصلاح سطوح سیلیکا توسط پیوند دادن با ارگانوسیلانهای مختلف تهیه گردید.

در طول این زمان جاذبهای فاز معکوس دیگری هم به عنوان جاذبهای کروماتوگرافی مورد استفاده قرار گرفت. به عنوان مثال پودر زغال^۲ یکی از اولین فازهای جامدی بود که جهت خالص سازی دارو (۱۹۵۰ و ۱۹۶۰) و برای آنالیزهای آلی نمونه های آبی (۱۹۵۸ جفری^۳ و هود^۴) استفاده شد. بهر حال به علت غیر قابل برگشت پذیر بودن جذب گونه های آلی روی زغال، جاذبهای دیگر مورد آزمایش قرار گرفت. به عنوان مثال رهم^۵ و هاس^۶ یک رشته از فازهای جامد در طول سال ۱۹۶۰ به نام رزینهای XAD معرفی کردند. این رزینها یک دسته از جاذبهای پلیمری هستند که دارای ساختمان استایرن دی وینیل بنزن یا پلی آکریلاتها با سائز حفره های متفاوت می باشند. این رزینها سهم عمده و مهمی را در استخراج گونه های آلی قطبی (جانک^۷ ۱۹۷۴) و مواد مربوط به خاک از آب داشتند (تورمن^۸ ۱۹۸۱). پیش از سال ۱۹۷۲ رزینهای XAD در داخل کارتریج ها پر می شدند و توسط بیوشیمیدانها جهت جداسازی و خارج کردن داروها از مایعات بیولوژیکی به کار می رفت. در همین حین استفاده از ستونهای فاز معکوس پیوند شده هم در HPLC رایج گردید (لیتل^۹ و فالیک^{۱۰} ۱۹۷۵) (۵) و (۶).

در سال ۱۹۷۸ واترز^{۱۱} کارتریجی به نام SEP-PAC را جهت تغلیظ مقادیر بسیار کم آنالیت به توسط جاذب فاز معکوس C₁₈ معرفی کرد. واترز همچنین یک کارتریج سیلیکا جهت استخراج با فاز جامد فاز نرمال تهیه کرد. در سال ۱۹۷۹ کمپانی Analytichem که در حال حاضر کمپانی Varian می باشد، تیوبهایی به نام Jet-Tube را با مواد پر کننده از جنس خاک دیاتومه با خلوص متفاوت تهیه کرد، علاوه بر این در همین سال جاذبهای C₁₈ ساخته شده موجود را به شکل سرنگ^{۱۲} تهیه کرد و این شکل از استخراج با فاز جامد بسیار رایج گردید و امروزه هم هنوز به طور وسیعی استفاده می گردد (۱).

در سال ۱۹۸۰ اتوماتیک کردن روش استخراج با فاز جامد آغاز شد و در سال ۱۹۸۲ زیف^{۱۳} و همکارانش یک خانواده از کارتریجها و سرنگهای استخراج با فاز جامد را معرفی کردند، و اولین بار عبارت استخراج با فاز جامد توسط آنها معرفی گردید. در سال ۱۹۸۵ جاذبهای ترکیبی جهت آنالیز داروها رایج شدند. به علت اینکه آنها قادر به خالص سازی یک دامنه وسیعی از مخلوطهای پیچیده مواد پروتئینی در خون و ادرار بودند (۷). در سال ۱۹۸۹ شرکت 3M دیسکهای تفلونی آغشته به مواد پر کننده فاز معکوس به قطر ذرات ۸ الی

۱۲ میکرومتر برابر برای کاربرد جهت نمونه هائی با حجم زیاد معرفی کرد. از آن زمان تاکنون چندین کمپانی دیگر دیسکهای استخراج با فاز جامد مختلفی را جهت کاربردهای محیطی و داروئی معرفی کرده اند. دیسکهای ساخته شده در اندازه های مختلف از میکرو دیسکها با قطر ۴ میلی متر تا دیسکهای بزرگ با قطر ۹۰ میلی متر جهت تغلیظ مقادیر بسیار کم آنالیت در نمونه های آبی استفاده می شوند. دیسکها به شکل سرنگ و یا به صورت تنها موجود می باشند (۱).

در سال ۱۹۹۲ تکنیک میکرو استخراج با فاز جامد توسط شرکت Supelco معرفی گردید. در این روش از یک میکروفیبر که حاوی پوشش شیشه به جاذبهای فاز معکوس کروماتوگرافی گازی است، استفاده می شود. فیبر بصورت مستقیم در یک نمونه آبی جهت جذب ملکولهای آلی غوطه ور می شود و سپس به واسطه داخل شدن مستقیم به محل تزریق دستگاه GC و جذب می گردد. در حال حاضر این امکان جهت اتوماتیک کردن این روش برای آنالیزهای رایج چندین ترکیب از آب توسط GC/MS و HPLC وجود دارد. و نهایتاً از سال ۱۹۹۵ به بعد استخراج با فاز جامد به صورت on-line در HPLC اخیراً در GC/MS رایج شده است و آخرین پیشرفتها در زمینه استخراج با فاز جامد (SPE) بسوی استفاده از دیسکها، میکروفیبرها و اتوماسیون کردن آنها می باشد (۸).

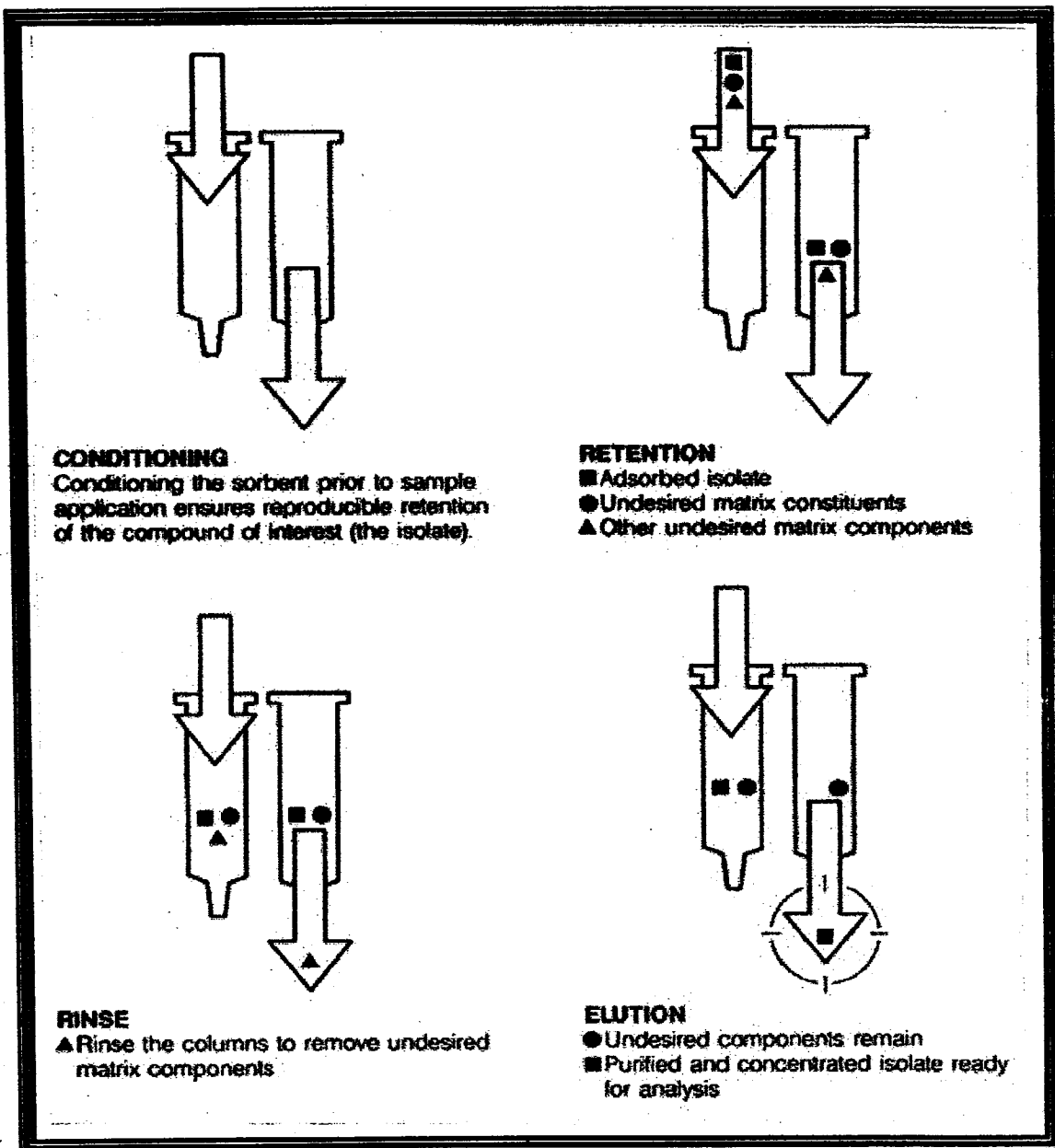
۱-۳- نحوه انجام استخراج با فاز جامد

شکل ۱-۱ چهار مرحله از فرایند استخراج فاز با جامد را نشان می دهد که مرحله اول آماده سازی جاذب فاز جامد می باشد.

در ابتدا جاذب فاز جامد آماده سازی می گردد، این بدین معنی است که یک حلال به منظور مرطوب کردن مواد پرکننده و سولواته کردن گروههای عاملی جاذب، از جاذب عبور داده می شود. علاوه بر این هوای موجود در بین ذرات جاذب خارج و فضاهای خالی توسط حلال پر می شود. حلالی که به طور معمول در این مرحله استفاده می شود متانول می باشد که اغلب با آب یا با یک محلول بافر همراه است. متانول همراه با آب یا بافر ستون را جهت عملکرد مفید برای نمونه های آبی، فعال و آماده می کند. به این نکته باید توجه شود که مواد پرکننده از جنس سیلیکای پیوندشده و یا جاذبهای پلیمری نباید خشک شوند، در حقیقت اگر جاذب برای بیش از چند دقیقه تحت خلا خشک گردد، مرحله آماده سازی جاذب دوباره باید تکرار شود. و اگر این آماده سازی مجدد انجام نگیرد مکانیسم جذب به طور مفید موثر نخواهد بود و عمل بازیابی آنالیت ضعیف خواهد بود. اگر لازم باشد میتوان همراه مرحله آماده سازی جاذب عمل شستشوی جاذب را هم انجام داد بدین صورت که بعد از مرحله آماده سازی جاذب با متانول عمل شستشوی توسط حلال شوینده به منظور خارج کردن هر گونه آلودگی ممکن در مواد پرکننده انجام می شود. در مرحله دوم نمونه همراه آنالیت از ستون عبور داده می شود، بسته به نوع نمونه و سیستم، از یک ۱ ml تا ۱۱ ml از نمونه ممکن است توسط یکی از تکنیکهای عبور نمونه (جاذبه، پمپ کردن^۱ و خلا^۲

یا توسط یک روش اتوماتیک^۴ از روی جاذب عبور داده می شود. این مرحله، مرحله بازداری^۵ می باشد. قابل توجه است که بر پایه مکانیسمهای بازداری، آنالیت بر روی ستون در هنگام اضافه شدن نمونه نگاه داشته می شود.

مکانیسمهای بازداری شامل برهم کنشهای واندروالس^۶ (غیر قطبی^۷، آب گریز^۸، تقسیمی^۹، ...، پیوند هیدروژنی، نیروهای دو قطبی-دو قطبی^{۱۰}، اندازه طردی^{۱۱} و تبادل کاتیونی و آنیونی^{۱۲} می باشد. در طول مرحله بازداری، آنالیت بر روی جاذب تغلیظ می گردد. در این مرحله ممکن است مقداری از ماتریکس همچنان باقی مانده و مابقی عبور کرده باشد.



شکل ۱-۱ مراحل استخراج فاز جامد

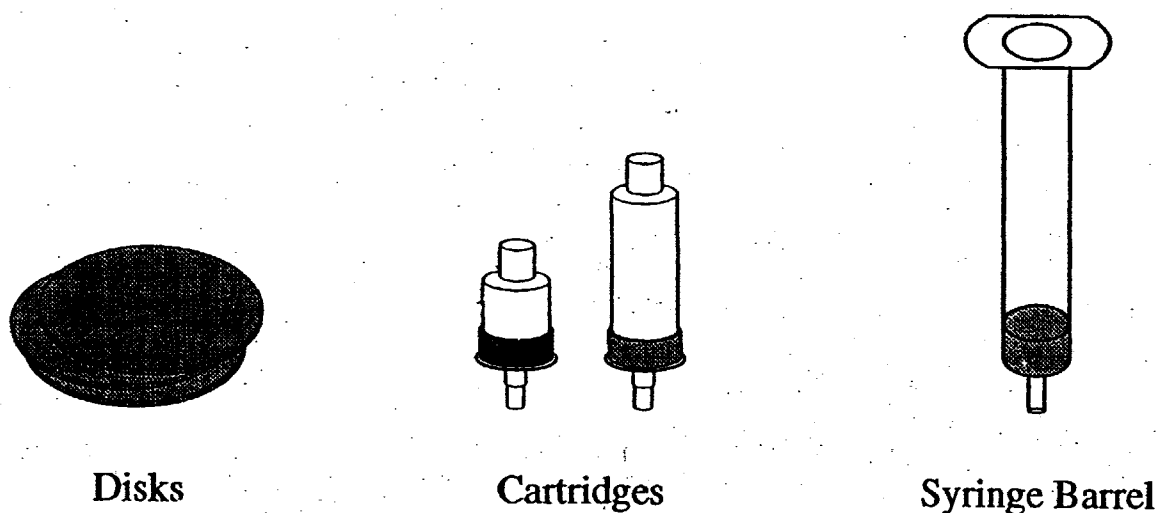
1-Gravity feed 2-Pumping 3-Vacuum 4-Automated system 5-Retention step 6-Van der Waals interaction 7-Nonpolar 8-Hydrophobic 9-Partitioning 10-Dipole-dipole forces 11-Size exclusion 12-Cation and anion exchange

مرحله سوم ، مرحله شستشوی ستون از گونه های مزاحم باقی مانده همراه آنالیت می باشد . این مرحله شستشو ، ماتریکس نمونه را از فضای ما بین ذرات ستون خارج می کند درحالیکه آنالیت باقی می ماند . اگر ماتریکس نمونه آبی باشد از یک بافر آبی یا یک مخلوط حلال آبی و آب ممکن است جهت شستشو استفاده شود و اگر نمونه به صورت حل شده در یک حلال آلی باشد از همان حلال می توان جهت شستشو در این مرحله استفاده کرد .

در نهایت ، مرحله چهارم که مرحله شستشوی آنالیت از جاذب با یک حلال مناسب است ، که در این مرحله برهم کنش بین جاذب-آنالیت از بین رفته و نتیجتاً آنالیت شسته میگردد . حلال شوینده می بایست تا آنجا که امکان دارد مواد جذب شده دیگر را کمتر خارج کند . این چهار مرحله بطور خلاصه اساس استخراج با فاز جامد می باشد (۱) .

۱-۲- ستونها و دستگاههای مورد استفاده جهت استخراج با فاز جامد

جاذبهای استفاده شده برای استخراج با فاز جامد در سه فرمت اصلی عرضه می شود که شامل دیسکها^۱ ، کارتریجها^۲ و سرنگها^۳ می باشند . شکل ۱-۲ انواع سیستمهای استخراج با فاز جامد موجود را نشان می دهد . دیسکها در قطرهای ۴ تا ۹۰ میلی متر که اندازه استاندارد آنها ۴۷ میلی متر می باشد ، موجود می باشند . کارتریجها با اندازه های مختلف موجود می باشند و از ۱۰۰ mgr تا ۱ gr یا بیشتر از ماده جاذب پر می شوند . سرنگها با سایزهای مختلف از ۲۵ تا ۱ میلی لیتری و وزن مواد پرکننده از ۵۰ mgr تا ۱۰ gr موجود می باشند . این فرمهای متفاوت از جاذبها اجازه می دهد که عملیتهای مؤثری بر روی انواع مختلفی از نمونه ها و در حجمهای متفاوتی از آنها ، صورت گیرد .



شکل ۱-۲ سه فرمت از استخراج فاز جامد؛ دیسکها ، کارتریجها و سرنگها