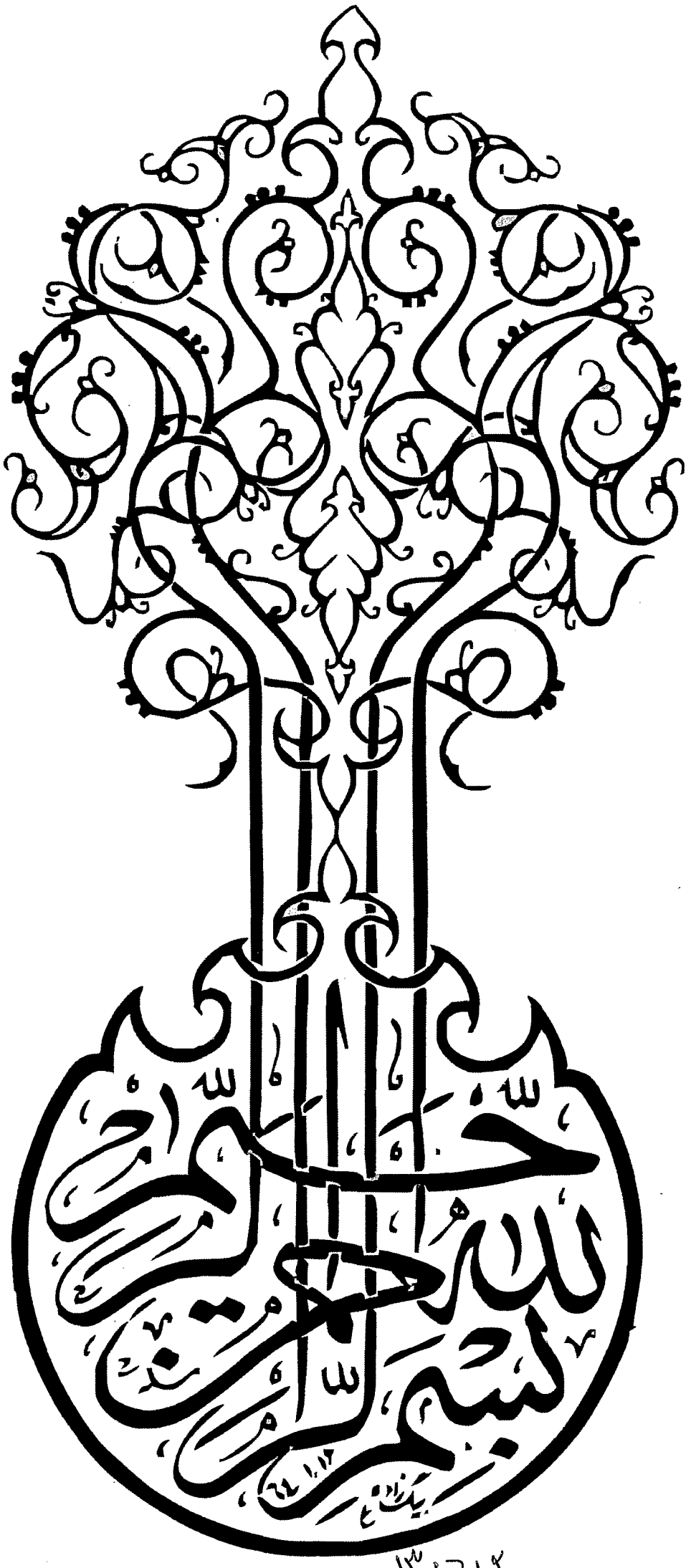

بسم الله الرحمن الرحيم

دانشگاه شهید بهشتی
دانشکده علوم
گروه شیمی

پایان نامه کارشناسی ارشد شیمی-شیمی تجزیه

عنوان:

۱-توسعه روش میکرواستخراج برپایه فیبر توخالی همراه با سیستم HPLC/UV برای آنالیز گاباپنتین در نمونه های بیولوژیکی ۲- ترکیب استخراج بوسیله پلیمر حک شده و میکرواستخراج مایع-مایع پخشی همراه با سیستم GC/FID برای آنالیز مقادیر ناچیز متانیتروتولوئن

دانشجو:

حمید عابدی فیروزجائی

۱۳۸۸/۱۲/ ۲

استاد راهنما:

دکتر حمیرا ابراهیم زاده معبود

استاد مشاور:

دکتر یداله یمینی

شهریور ۸۷

۱۳۱۶۱۲

تاریخ .....
شماره .....
پیوست.....

دانشگاه شهید بهشتی

بسمه تعالی

«صورتجلسه دفاع پایان نامه دانشجویان دوره کارشناسی ارشد»

تهران ۱۹۸۳۹۶۳۱۱۳ اوین
تلفن: ۲۹۹۰۱

بازگشت به مجوز دفاع شماره ۹۴۱۱ / ۲۰۰/د مورخ ۱۰ / ۶ / ۸۸ جلسه هیأت داوران ارزیابی پایان نامه آقای حمید عابدی فیروزجائی به شماره شناسنامه ۳۴۴ صادره از بابلسر متولد ۱۳۶۴ دانشجوی دوره کارشناسی ارشد ناپیوسته رشته شیمی – شیمی تجزیه

با عنوان :

۱- توسعه روش میکرو استخراج بر پایه فیبر تو خالی همراه با سیستم HPLC/UV برای آنالیز گاباپنتین در نمونه های بیو لوژیکی ۲- ترکیب استخراج با پلیمر حک شده و میکرو استخراج مایع-مایع پخشی همراه با سیستم GC/FID برای آنالیز مقادیر ناچیز متانیترو تولوئن

به راهنمائی:

خانم دکتر حمیرا ابراهیم زاده

طبق دعوت قبلی در تاریخ ۲۵ / ۶ / ۸۸ تشکیل گردید و براساس رأی هیأت داوری و با عنایت به ماده ۲۰ آئین نامه کارشناسی ارشد مورخ ۷۵/۱۰/۲۵ پایان نامه مزبور با نمره ۱۹/۵ درجه عالی مورد تصویب قرار گرفت.

۱ -استاد راهنما : خانم دکتر حمیرا ابراهیم زاده معبود

۲- استاد مشاور : آقای دکتر یداله یمینی

۳- استاد داور: آقای دکتر علیرضا قاسم پور

۴-استاد داور و نماینده تحصیلات تکمیلی: خانم دکتر ناهید مشکوری نجفی

به خاطر محبت هایی که مرا توان جبران آن نیست

تـقـديـم بـه :

یگانه هستي ام

امید زندگي ام

معلم همیشگي ام

مادر

و خواهران عزیزم

که همراهان همیشگی زندگی ام بودند و حضورشان مایه دلگرمی ام بوده است.

خداوند را شاکرم که به من فرصت گام برداشتن در مسیر علم را هدیه داد و از تمامی بزرگانی که با علم و اندیشه خود مرا در پیمودن این مسیر یاری نمودند، سپاسگزارم. اگر چه بیان یک عبارت کوتاه برای پاس داشتن زحمات کسانی که در این مقطع تحصیلی همراهی ام کردند کافی نیست اما بر خود می دانم:

از استاد راهنمای عزیز و بزرگوارم سرکار خانم دکتر حمیرا ابراهیم زاده معبود که با ارائه رهنمودهای ارزنده خود همیشه راهگشای من بودند، بی نهایت سپاسگزارم.

از استاد مشاور محترم، جناب آقای دکتر یمینی که در طول دوره تحصیلی مرا از نظرات و راهنمایی های ارزشمند خود بهرمند ساختند، متشکرم.

از استاتید محترم، جناب آقای دکترعلیرضا قاسم پور و سرکار خانم دکتر ناهید مشکوري نجفي که داوری این پایان نامه را پذیرفتند و مرا از نظرات و راهنمایی های ارزشمند خود بهرمند ساختند، متشکرم.

همچنین از تمامی دوستان خوبم و هم آزمایشگاهی های عزیزم،

آقایان:

عزت اله نجفي، حامد توکلي، حسین خانلري ، ابراهیم مرادي، هادی حسینی، حسین بنی طبا، مهدی صفائی، علي شعباني، هادي تاباني، شاهو حبیبي، امید صادقی، رضا صادقی، احسان حضري، حسن قرائت، وحید زارعی، علی اصغرنژاد، محمد بهبهاني، حمید لطفی، مجید کلاته، الیاس نظرپرور، ابراهیم چوبداری، روح الله احمدی، سجاد کشی پور، حامد روحی، حمید مفخم، غلامحسین محمد نژاد و علي محمدي

و خانم ها

کتایون مهدوي آرا، نجمه توسلی، نفیسه شکاری، رویا صدقي، لاله عدل نسب، فهیمه کمرئي و . . .

بی نهایت سپاسگزارم

در نهایت، سلامتی و موفقیت همگی عزیزان را از یکتاي متعال خواستارم.

چکیده

بخش اول

در کار حاضر از میکرو استخراج فاز مایع بر پایه فیبرهای متخلخل توخالی به همراه کروماتوگرافی مایع با کار آیی بالا، با اعمال گرادیان pH جهت آنالیز داروی ضد تشنج جزئی گاباپنتین استفاده شد. در ابتدا گاباپنتین توسط استونیتریل و ۱-فلئورو۲،۴-دی نیترو بنزن در محیط بافر بورات با pH=۸/۲ در دمای $^{\circ}C$ ۶۵، به مدت ۱۰ دقیقه مشتق سازی شده ، سپس با استفاده از محلول هیدروکلریک اسید ۲ مولار، به حجم ۸/۵ میلی لیتر رسانده شد و به عنوان فاز دهنده مورد استفاده قرار گرفت. طی فرآیند استخراج محصول مشتق سازی شده ی گاباپنتین، به داخل فاز آلی دی هگزیل اتر پر شده در منافذ جداره ی فیبر و از آنجا با استخراج برگشتی، به درون ۲۴ میکرولیتر فاز آبی پذیرنده بافر بورات (pH=۹/۱) انتقال یافت. در ادامه محلول پذیرنده با ۴۵ میکرولیتر استونیتریل مخلوط و۲۰ میکرولیتر از آن به سیستم کروماتوگرافی مایع با کارآیی بالا تزریق شد. برای دستیابی به کارآیی بیشتر در فرایند استخراج پارامترهای مختلف از قبیل نوع فاز آلی، pH فازهای دهنده و گیرنده، قدرت یونی، سرعت همزدن، و زمان استخراج بررسی و بهینه شدند. تحت شرایط بهینه، فاکتور تغلیظ معادل ۹۵ بدست آمد. درصد انحراف استانداردهای نسبی روش در محدوده ی ۴ تا ۶٪ محاسبه شد. منحنی درجه بندی در محدوده ی ۵۰۰- ۰/۶ میکروگرم بر لیتر به صورت خطی و با ضریب همبستگی بزرگتر از ۰/۹۹۸ بدست آمد. این روش برای استخراج داروی گاباپنتین از نمونه های ادرار و پلاسمای خون بکار برده شد.

بخش دوم

در این کار تحقیقاتی، از ادغام دو روش استخراج با پلیمر حک شده و میکرواستخراج مایع-مایع پخشی برای استخراج و پیش تغلیظ متانیتروتولوئن استفاده شده است. برای سنتز پلیمر حک شده متانیتروتولوئن از متاکریلیک اسید (MAA) و اتیلن گلیکول دی متاکریلات (EGDMA) استفاده شد. فاکتورهای بهینه شده برای استخراج با پلیمر حک شده شامل: زمان استخراج، نوع حلال شویش، حجم حلال شویش، زمان شویش بودند. ابتدا ۱۰۰ میلی لیتر از محلول آبی نمونه با ۰/۱ گرم از پلیمر حک شده بمدت یک ساعت مخلوط شد، پس از صاف کردن محلول، فاز جامد همراه با ۲ میلی لیتر محلول ۷٪ اسید استیک در متانول به مدت۱۲ ساعت همزده شد. محلول زیر صافی فیلتر شده، سپس با ۲۰ µl CCL_4 مخلوط و توسط سرنگ با فشار به درون لوله آزمایش با ته مخروطی حاوی ۹ میلی لیتر آب مقطر تزریق شد. بعد از سانتریفوژ فاز ته نشین شده، با استاندارد درونی نیتروبنزن مخلوط شده و به سیستم کروماتوگرافی گازی تزریق شد. فاکتور تغلیظ و راندمان استخراج به ترتیب ۲۸۰۰ و ۴۲٪ بدست آمد. محدوده خطی بودن روش μgL^{-1} ۲۰-۰/۰۴ و حد تشخیص برابر با μgL^{-1} ۰/۰۲ حاصل شد. درصد خطای نسبی (RSD%) کمتر از ۱۵٪ محاسبه شد. از روش حاضر برای نمونه حقیقی بکار گرفته شد و نتایج قابل قبولی بدست آمد.

بخش اول: توسعه روش میکرواستخراج سه فازی مایع برپایه فیبر توخالی همراه با سیستم HPLC/UV برای آنالیز گاباپنتین در نمونه های بیولوژیکی

فصل اول (مقدمه و تئوری)

۱-۱-مقدمه ۲

۱-۲-توسعه روشهای میکرو استخراج فاز مایع ۳

۱-۳-میکراستخراج فاز مایع براساس فیبر توخالی ۵

۱-۳-۱-فیبرهای متخلخل توخالی ۶

۱-۳-۲-مشخصات فیبر های متخلخل پلی پروپیلن ۷

۱-۳-۳-سیستم های عملی میکرواستخراج فاز مایع برپایه فیبر توخالی ۸

۱-۳-۳-۱-میکرواستخراج سه فازی مایع بر پایه فیبر توخالی ۹

۱-۳-۳-۱-۱-فرمولهای بنیادی سیستم میکرواستخراج سه فازی مایع ۹

۱-۳-۳-۲-میکرواستخراج دو فازی مایع بر پایه فیبر توخالی ۱۱

۱-۳-۳-۲-۱-فرمولهای بنیادی سیستم میکرواستخراج دو فازی مایع ۱۱

۱-۳-۳-۲-۲-انواع سیستم های میکرواستخراج دو فازی مایع ۱۳

۱-۳-۴-اثر نسبت فازهای دهنده و پذیرنده ۱۶

۱-۳-۵-خصوصیات حلال آلی روی غشا ۱۶

۱-۳-۶-مزایای میکرواستخراج فاز مایع ۱۸

۱-۳-۷- مروری بر کارهای انجام شده توسط میکرواستخراج فاز مایع بر پایه فیبر توخالی ۱۹

۱-۴-معرفی داروی مطالعه شده-گاباپنتین ۲۱

۱-۴-۱-موارد مصرف ۲۱

۱-۴-۲-عوارض دارو ۲۱

۱-۴-۳-مشخصات بیوشیمیایی ۲۲
۱-۴-۴-شکل تجاری ۲۲
۱-۴-۵-مشخصات فیزیکی ۲۲

فصل دوم (بخش تجربی)

۲-۱-مواد و دستگاههای مورد نیاز ۲۵
۲-۱-۱-وسایل مورد نیاز ۲۵
۲-۱-۲- مواد و معرفهای شیمیایی مصرف شده ۲۵
۲-۱-۳- دستگاهوری ۲۶
۲-۲-بهینه سازی روش آنالیز با دستگاهHPLC ۲۶
۲-۲-۱- ترکیب فاز متحرک ۲۷
۲-۳-مشتق سازی گاباپنتین ۲۷
۲-۴-فرآیند استخراج ۲۸
۲-۵-مراحل بهینه سازی ۲۹
۲-۵-۱-بهینه سازی شرایط استخراج ۲۹
۲-۵-۱-۱-نوع حلال آلی ۳۰
۲-۵-۱-۲-اثر pH فاز پذیرنده ۳۰
۲-۵-۱-۳-اثر pH فاز دهنده (مولاریته هیدروکلریک اسید) ۳۱
۲-۵-۱-۴-اثرقدرت یونی فاز دهنده ۳۱
۲-۵-۱-۵-اثر سرعت همزدن فاز دهنده ۳۱
۲-۵-۱-۶- اثر زمان استخراج ۳۱
۲-۵-۲-تعیین پارامترهای تجزیه ای روش ۳۱
۲-۵-۲-۱ تعیین فاکتور تغلیظ (EF) ۳۱
۲-۵-۲-۲-منحنی درجه بندی ۳۲
۲-۵-۲-۳-حد تشخیص ۳۲

۲-۵-۲-۴-تعیین تکرارپذیری ۳۲
۲-۵-۳- آنالیز نمونه حقیقی ۳۳

فصل سوم (بحث و نتیجه گیری)

۳-۱-مراحل بهینه سازی ۳۵
۳-۱-۱-بهینه سازی شرایط جداسازی ۳۵
۳-۱-۲-بهینه سازی شرایط استخراج ۳۶
۳-۱-۲-۱-انتخاب حلال مناسب ۳۶
۳-۱-۲-۲- ترکیب فاز گیرنده ۳۷
۳-۱-۲-۳-ترکیب فاز دهنده ۳۸
۳-۱-۲-۴-اثر قدرت یونی فاز دهنده ۳۹
۳-۱-۲-۵-زمان استخراج ۴۰
۳-۱-۲-۶-سرعت همزدن ۴۱
۳-۲-تعیین پارامتر های تجزیه ای روش استخراج ۴۲
۳-۲-۱-فاکتور تغلیظ (EF)و درصد بازیابی(R%) ۴۳
۳-۲-۲- تهیه منحنی درجه بندی ۴۴
۳-۲-۳-تعیین حد تشخیص ۴۵
۳-۲-۴-تکرار پذیری ۴۶
۳-۳-آنالیز نمونه های حقیقی ۴۶
۳-۴-مقایسه روش با روشهای قبلی ۴۸
۳-۵-بحث و نتیجه گیری ۴۹

مراجع ۵۱

بخش دوم: ترکیب استخراج فاز جامد بوسیله پلیمر حک شده و میکرواستخراج مایع-مایع پخشی همراه با سیستم کروماتوگرافی گازی برای آنالیز مقادیر ناچیز متانیتروتولوئن

فصل چهارم (مقدمه و تئوری)

۴-۱-مقدمه ۵۶

۴-۲-مکانیسم های اتصال ۵۶

۴-۳-سنتز پلیمرهای حک شده مولکولی ۵۹

۴-۴-انواع پلیمر ها ۵۹

۴-۵-عوامل موثر در سنتز پلیمرهای حک شده مولکولی ۶۱

۴-۵-۱-مولکول هدف ۶۱

۴-۵-۲- گروه های عاملی مونومرها ۶۱

۴-۵-۳-پیوند دهنده عرضی ۶۲

۴-۵-۴- حلال ۶۳

۴-۵-۵- آغازگر ۶۴

۴-۶-خرد کردن پلیمر ۶۴

۴-۷-مشخصات پلیمرهای حک شده مولکولی ۶۵

۴-۷-۱-مشخصات شیمیایی پلیمرهای حک شده مولکولی ۶۶

۴-۷-۲- مشخصات مورفولوژی ۶۶

۴-۸-کاربردهای پلیمرهای حک شده مولکولی در شیمی تجزیه ۶۷

۴-۸-۱- استخراج فاز جامد ۶۷

۴-۸-۲-کروماتوگرافی مایع ۷۰

۴-۸-۳- الکتروکروماتوگرافی مویینه ای ۷۱

۴-۹-مروری بر کارهای انجام شده ۷۲
۴-۱۰-استخراج مایع- مایع پخشی ۷۳
۴-۱۰- ۱-اصول اجرایی استخراج مایع- مایع پخشی ۷۳
۴-۱۰-۲- ویژگی حلالها در استخراج مایع- مایع پخشی ۷۵
۴-۱۱-مونونیتروتولوئن ها ۷۷
۴-۱۱-۲-متانیترو تولوئن ۷۷
۴-۱۲-روش های شناسایی متانیترو تولوئن ۷۷
۴-۱۳-سمیت متا نیتروتولوئن ۷۸
۴-۱۴-کاربردهای متا نیتروتولوئن ۷۸
۴-۱۵-روشهای استخراج و اندازه گیری متا نیترو تولوئن ۷۸

فصل پنجم (بخش تجربی)

۵-۱-وسایل و مواد شیمیایی ۸۱
۵-۱-۱-وسایل ۸۱
۵-۱-۲-دستگاهوری ۸۱
۵-۱-۳-مواد شیمیایی ۸۲
۵-۲-سنتز پلیمر حک شده مولکولی ۸۲
۵-۲-۱-انتخاب حلال خارج کننده مولکول هدف ۸۳
۵-۳-عملیات استخراج ۸۴
۵-۴-بهینه سازی فاکتور های موثر ۸۴
۵-۴-۱-بهینه سازی شرایط جداسازی در GC ۸۴
۵-۴-۲-بهینه سازی استاندارد داخلی ۸۵

۵-۴-۳-بهینه سازی شرایط استخراج ۸۵
۵-۴-۳-۱-بهینه سازی زمان استخراج ۸۶
۵-۴-۳-۲-حجم حلال شویش ۸۶
۵-۴-۳-۳-زمان شویش ۸۶
۵-۵-تعیین فاکتور تغلیظ(EF) ۸۶
۵-۶-رسم منحنی کالیبراسیون ۸۷
۵-۷-تعیین حجم شکستن ۸۷
۵-۸-تعیین گزینش پذیری پلیمر حک شده نسبت به پلیمر حک نشده ۸۷
۵-۹- ارزیابی روش برای نمونه های حقیقی ۸۸

فصل ششم (بحث و نتیجه گیری)

۶-۱-سنتز پلیمر ۹۰
۶-۲-شناسایی پلیمر ۹۰
۶-۲-۱-طیف سنجی زیر قرمز ۹۰
۶-۲-۲-طیف میکروسکوپ الکترونی پویشی(SEM) ۹۲
۶-۳-بهینه سازی فاکتور های موثر ۹۴
۶-۳-۱-بهینه سازی نوع حلال خارج کننده مولکول هدف ۹۴
۶-۳-۲-بهینه سازی زمان استخراج ۹۵
۶-۳-۳-حجم حلال شویش ۹۶
۶-۳-۴-بهینه سازی زمان شویش ۹۷
۶-۴-تعیین فاکتور تغلیظ ۹۸
۶-۵-رسم منحنی کالیبراسیون ۹۹
۶-۶-تعیین حد تشخیص ۱۰۰

۶-۷-تکرار پذیری ۱۰۰
۶-۸-تعیین حجم شکستن ۱۰۱
۶-۹-تعیین گزینش پذیری پلیمر حک شده نسبت به پلیمر حک نشده ۱۰۲
۶-۱۰- ارزیابی روش برای نمونه های حقیقی ۱۰۳
۶-۱۱-نتیجه گیری ۱۰۵
مراجع ۱۰۶

بخش اول:

توسعه روش میکرواستخراج سه فازی مایع برپایه فیبر توخالی همراه با سیستم HPLC/UV برای آنالیز گاباپنتین در نمونه های بیولوژیکی

فصل اول

مقدمه و تئوری

فصل اول: مقدمه و تئوری

۱-۱-مقدمه

هدف از آماده سازی نمونه[1]، تغلیظ آنالیت مورد نظر و تمیز سازی نمونه[2] است به نحوی که با سیستم آنالیز سازگار باشد و حد تشخیص کمی را ارائه کند. استخراج مایع-مایع و استخراج از فاز جامد نیز این شرایط را دارند ولی استخراج مایع مایع نیاز به حجم زیادی از حلال آلی دارد درحالی که استخراج فاز جامد نیاز به این حجم ندارد ولی در استخراج فاز جامد، بستر جاذب گران است و همچنین برای دفعات محدودی قابل استفاده است.

اگر چه هر دو روش فوق عمومیت دارند ولی با این همه نیاز به روش های دیگری می باشد که در وقت، آزمایش و حلال صرفه جویی شود. حرکت به سمت توسعه روشهای میکرو عامل اساسی برای پیشرفت این روش ها است.

میکرو استخراج فاز جامد که توسط پائولیزین[3] معرفی شد، طی مدت ۲۰ سال اخیر مورد استفاده قرار گرفت [۱] و سبب شد تا توجه به تکنیکهای میکرواستخراج در شیمی تجزیه زیاد شود.

در میکرو استخراج فاز جامد، جاذب روی بستر به طریق شیمیایی یا الکتروشیمیایی نشانده شده و سپس آنالیت هدف با قطبیت کم یا متوسط ازنمونه های آبی یا گازی توسط فیبرجاذب استخراج می شود. استخراج با نفوذ سریع آنالیت به درون فاز جامد صورت می گیرد و درصد استخراج از روی ضریب توزیع آنالیت بین فیبر و بافت نمونه اعم از آبی یا گازی، تعیین می شود. بعد از استخراج، آنالیت ها در اثر دمای زیاد محفظه تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی(GC)[4]، ازفیبر واجذب شده و توسط GC آنالیز می شود. همچنین می توان آنالیت ها را بوسیله شستن فیبر با حلال، از سطح فیبر واجذب و محلول حاصل را با دستگاههای مختلف آنالیز کرد. بخاطراینکه عموما در روش میکرو استخراج فاز جامد، برای آماده سازی نمونه از حلال آلی استفاده نمی شود این روش به سرعت مورد توجه قرار گرفت.

---

[1] - Sample Preparation
[2] -Sample Clean-up
[3] - Pawliszyn
[4] -Gas Chromatography

با این حال این فیبر ها گران هستند و طول عمر کمی دارند و نیز طی چند بار استفاده ممکن است اثرات حافظه ای[1] نشان دهند.

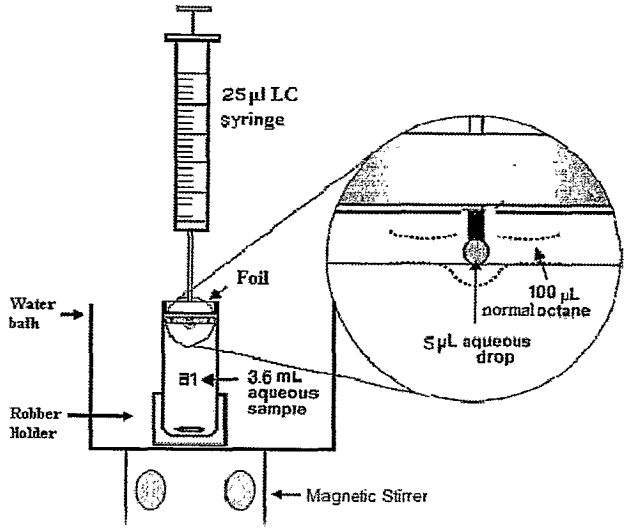
۱-۲-توسعه روشهای میکرو استخراج فاز مایع

بعد از گسترش میکرو استخراج فاز جامد تحقیقات زیادی انجام شد تا استخراج مایع مایع را بحالت میکرو تقلیل دهند. از سال ۱۹۹۶ داسگوپتا[2] [۲]، و کانتول[3] [۳] لی[4] [۴] و همکارانشان اولین مقالات در زمینه میکرواستخراج فاز مایع را عرضه کردند. سیستم های میکرواستخراج فاز مایع در این مقالات براساس استخراج آنالیت ها از نمونه آبی به قطره کوچکی از حلال آلی استوار است. قطره آلی می تواند در بالای محلول بصورت سیستم فضای فوقانی[5] قرار گیرد یا اینکه درون محلول باشدکه در این حالت آنالیت ها بوسیله نفوذ وارد قطره می شوند. بازیابی[6] استخراج نیز از روی ضریب توزیع آنالیت بین محلول آبی و قطره آلی تعیین می شود. بعد از پایان استخراج قطره آلی به درون سرنگ کشیده می شود و به سیستم آنالیز نهایی انتقال می یابد.

همچنین میکرواستخراج فاز مایع براساس قطره آویزان می تواند در حالت سه فازی انجام شود. به این صورت که آنالیت از محلول نمونه به غشای آلی استخراج شود و سپس وارد قطره محلول پذیرنده که درون حلال آلی بوسیله سرنگ آویزان شده است، شود. تمیز سازی نمونه در این شیوه بیشتر از حالت دوفازی است و همچنین سازگاری بیشتری با دستگاه کروماتوگرافی مایع دارد. شکل (۱-۱) شمایی از سیستم سه فازی با قطره آویزان را نشان می دهد.

---

1 -Memory Effect
2 -Dasgupta
3 -Cantwell
4 -Lee
5 -Head Space
6 -Recovery



شکل ۱-۱- سیستم میکرواستخراج سه فازی مایع براساس قطره آویزان

اگرچه میکراستخراج فاز مایع براساس قطره آویزان بسیار ساده و کارا می باشد و مصرف حلال آلی را تا حد چند میکرولیتر کاهش می دهد ولی هم اکنون در تعداد محدودی از آزمایشگاههای تحقیقاتی مورد استفاده قرار می گیرد. یکی از دلایل این استقبال ناچیز پایداری کم قطره آویزان است که می تواند به آسانی طی استخراج از سرنگ جدا شده و وارد محلول شود.

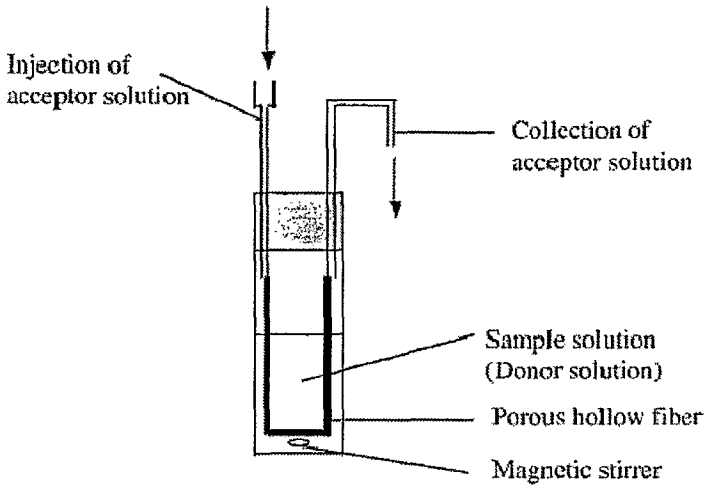
برخلاف روش های استخراج مایع-مایع یا فاز جامد، میکرواستخراج فاز مایع یک تکنیک استخراجی تعادلی است که غلظت آنالیت در محلول پذیرنده تا یک سطح معین افزایش می یابد و سپس سیستم به تعادل می رسد و غلظت آنالیت در محلول پذیرنده نسبت به زمان ثابت می ماند (البته در مواردی نیز گزارش شده است که با افزایش زمان استخراج، آنالیت ها مجددا به درون فاز آبی نشت می کنند و نمودار در زمان های زیاد حالت کاهشی خواهد داشت [۵]).

۱-۳-میکرواستخراج فاز مایع براساس فیبر توخالی[1]

بعنوان راهکاری برای بهبود بخشیدن به پایداری و تکرارپذیری میکرواستخراج فاز مایع، پدرسون[2] و راسموسن[3] شکلی از این روش براساس فیبرتوخالی را در سال ۱۹۹۹ معرفی کردند [۶]. آنها در این مقاله، میکرواستخراج فاز مایع بوسیله فیبر توخالی را به عنوان مثالی از استخراج با غشای محافظت شده[4]، با یک تکه کوچک از فیبر توخالی در یک سیستم ساکن و بدون استفاده از پمپ برای جابجا کردن محلولهای نمونه و استخراج کننده ذکر کردند. اصول شیمیایی میکرو استخراج فاز مایع بوسیله فیبر توخالی با اساس طرح جانسون[5] و همکارانش در مورد استخراج با غشای مایع محافظت شده مطابقت دارد. در هر دو مورد استخراج از نمونه آبی به غشایی از جنس حلال آلی که روی سطح غشای پلیمری یا فیبر متخلخل قرار دارد انجام می شود و سپس آنالیت به درون فاز پذیرنده که در طرف دیگر غشای مایع قرار دارد منتقل می شود. ولی شمای عملی این شیوه با میکرو استخراج بر پایه فیبر توخالی بطور قابل ملاحظه ای متفاوت است. برای استخراج با غشای محافظت شده، محلول نمونه توسط یک پمپ سرنگی به سمت غشا پمپ می شود که یک سیستم جاری را ایجاد می کند. در طرف دیگر غشا، محلول استخراج شده توسط پمپ دیگری جابجا می شود. در حالت کلی استخراج های با غشای محافظت شده نیاز به دستگاههای مخصوصی دارند در حالی که چنین سیستم هایی برای سیستم فیبر توخالی لازم نیست.

بعد از سال ۱۹۹۹ تحقیقات گسترده ای برای گسترش میکرواستخراج فازمایع برپایه فیبرهای متخلخل توخالی، انجام شده است. شمای اولیه سیستم میکرواستخراج فاز مایع براساس فیبرتوخالی در شکل (۱-۲)نشان داده شده است.

1 -Hollow fiber liquid phase micro extraction
2 -Pedersen-Bjergaard
3 -Rasmussen
4 -Supported Liquid Membrane [SLM]
5 - Jönsson



شکل ۱-۲- شمای اولیه سیستم میکرواستخراج فاز مایع براساس فیبرتوخالی[۶].

۱-۳-۱-فیبرهای متخلخل توخالی

بسیاری از سیستم های عملی برای میکرو استخراج فاز مایع براساس فیبر تو خالی بوسیله ی فیبر های پلی پروپیلنی انجام شده ولی تلاش هائی نیز در زمینه ی استفاده از لوله های پلی وینیلدن دی فلورید[1] نیز انجام شده است [۷].

پلی پروپیلن به این دلیل انتخاب شده است که سازگاری خوبی با تعداد زیادی از حلالهای آلی دارد. علاوه بر این، با اندازه منافذ حدود ۰/۲ میکرومتر پلی پروپیلن حلالهای آلی مورد استفاده در میکرواستخراج فاز مایع را به طور محکم در خود حبس میکند. این گیر اندازی قوی برای اطمینان از عدم خروج حلال آلی طی استخراج که ممکن است کارایی استخراج وخصوصیات سیستم را تغییر دهند، بسیار مهم است.

۱-۳-۲-مشخصات فیبر های متخلخل پلی پروپیلن

قطر درونی فیبرتوخالی عموما بین ۶۰۰-۱۲۰۰میکرومتر است ولی حتی فیبر هایی با قطر درونی ۳۳۰میکرومتر نیز آزمایش شده اند [۸]. قطر های بین ۶۰۰-۱۲۰۰ میکرون برای حجم های محلول پذیرنده ۵-

1- Poly vinylden di fluoride