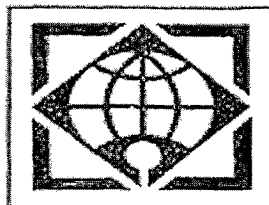


97050

دانشگاه بین‌المللی امام خمینی



IMAM KHOMEINI  
INTERNATIONAL UNIVERSITY

پایان نامه کارشناسی ارشد شیمی تجزیه

موضوع

جداسازی و شناسایی کاتیونهای فلزی بوسیله کروماتوگرافی

تعویض لیگاند (HPLC) و استخراج فاز جامد Hg(II) با

پلیمرهای چاپ مولکولی به عنوان جاذب (IIP-SPE)

استاد راهنما

دکتر مجید سلیمانی

استاد مشاور

دکتر علی مرسلی

نگارش

مجید قهرمان افشار

اسفند ۸۶

۹۶۰۴۰

کتابخانه مرکزی  
کتابخانه تخصصی  
۱۳۸۷ / ۱۲ / ۲۸

بسمه تعالی

دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)

دانشکده علوم پایه

گروه شیمی

جلسه دفاع از پایان نامه<sup>۱</sup> کارشناسی ارشد آقای مجید قهرمان افشار رشته<sup>۲</sup> شیمی گرایش شیمی تجزیه با عنوان " جداسازی و شناسایی کاتیونهای فلزی  $\text{Hg(II)}$ ,  $\text{UO}_2(\text{II})$ ,  $\text{Pb(II)}$  و  $\text{Fe(III)}$  بوسیله کروماتوگرافی فاز معکوس (RP-HPLC) تعویض لیگاند و استخراج فاز جامد  $\text{Hg(II)}$  با پلیمرهای ایمپرینت شده بعنوان جاذب (IIP-SPE)" در روز چهارشنبه ۸۶/۱۲/۱۵ در مکان آمفی تئاتر دانشکده علوم پایه تشکیل گردید و مورد تایید نهایی هیات داوران زیر قرار گرفت:

۱- استاد راهنما:

دکتر مجید سلیمانی

۲- استاد مشاور:

دکتر علی مرسلی

۳- داور داخلی:

دکتر میرمحمدعلوی نیکچه

۴- داور خارجی:

دکتر یدالله یمنی

۵- نماینده تحصیلات تکمیلی:

دکتر بهمن واشقانی فراهانی

۱۳۸۷ / ۱۲ / ۲۸



دکتر بهمن فراهانی

## به نام خدا

با تشکر از پدرم که در این سالها همچون کوهی استوار مرا پشتیبانی کرد.

با سپاس و قدردانی فراوان از مادرم که همواره مرا مادرانه حمایت کرد و در این دنیا هیچ چیز از من دریغ نکرد.

### با تشکر از

آقای دکتر مجید سلیمانی جهت راهنمایی و پشتیبانی بی وقفه ایشان در پیشبرد پروژه

آقای دکتر علی مرسلی جهت مشاوره و تامین لیگاند

## چکیده :

جداسازی و اندازه گیری کاتیونها در نمونه های پساب از نظر بیولوژیکی، زیست محیطی و مسمومیت های رادیواکتیوتی نقش بسزایی دارد. برای نیل به این هدف روشهای بسیاری از روش های کلاسیک تا روش های دستگاهی مدرن طراحی شده و در مراجع موجود می باشد. کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) و استخراج با فاز جامد تجزیه ای (SPE) از بهترین فنون تجزیه ای جهت استخراج، جداسازی و اندازه گیری این کاتیونها می باشد.

HPLC به عنوان یکی از بهترین روشهای جداسازی، شناسایی و اندازه گیری نمونه های مخلوط و پیچیده می باشد. از مزیت های این روش میتوان سرعت بالا، کارایی بالا در جداسازی، قدرت تفکیک فوق العاده، حساسیت بسیار بالا و هزینه کم را نام برد.

SPE نیز از بهترین روشهای جداسازی و تغلیظ نمونه های آلی و معدنی میباشد که دارای مزیت های توانایی انعطاف پذیری، قیمت پایین، مصرف کمتر عوامل مخرب، سرعت و سادگی، سالم بودن و بی خطر بودن، فاکتور تغلیظ بالا، انعطاف پذیری انواع جاذب ها، عدم تشکیل امولوسیون، محیط دوست بودن و کارائی در نمونه های خطرناک میباشد.

استخراج با فاز جامد توسط پلیمرهای چاپ یونی (IIP-SPE) از جدیدترین روشهای SPE میباشد که علاوه بر تمام محاسن SPE دارای دو مزیت قدرت انتخابگری بسیار بالا و هم چنین ظرفیت جذب بسیار بالا خواهد بود.

در این تحقیق به طور کلی سه هدف دنبال شده است:

## ۱ - جداسازی کاتیونهای جیوه - آهن بوسیله کروماتوگرافی مایع فاز

### معکوس (RP-HPLC)

در این جداسازی از ترکیب ۱،۴-bis-(۴-Pyridil)-۲،۳-diazo-۱،۳-butadiene (۴-bpdb) بعنوان عامل کیلیت کننده استفاده شده و کمپلکسهای فلزی روی ستون فاز معکوس  $C_{18}$  جداسازی و اندازه گیری کمی شدند. بهترین جداسازی در شرایط دمایی  $25^{\circ}C$  با استفاده از فاز متحرک حاوی  $0.05\text{ mM}$  عامل کیلیت کننده ۴-bpdb،  $30\text{ mM}$  بافر استات و درصد حلال آلی آب: متانول (۹۰:۱۰) در  $\text{pH} = 5.5$  بدست آمد. در این تحقیق از دو روش آماری PLS و LSR استفاده شده که نتایج LSR به شرح زیر میباشد: محدوده خطی بدست آمده برای جیوه ۳ تا  $3 \times 10^{-3}\text{ mM}$  و  $15$  با حد تشخیص  $9.14 \times 10^{-2}\text{ mM}$  و  $0.2$  تا  $1.0\text{ mM}$  با حد تشخیص  $4.11 \times 10^{-3}\text{ mM}$  برای آهن..

## ۲- جداسازی کاتیونهای اورانیل- سرب بوسیله کروماتوگرافی مایع فاز

### معکوس (RP-HPLC)

جداسازی یونهای اورانیل و سرب نیز توسط عامل کیلیت کننده ۴-bpdb انجام شد که بهترین جداسازی در شرایط دمایی  $25^{\circ}C$  با استفاده از فاز متحرک حاوی  $0.05\text{ mM}$  عامل کیلیت کننده ۴-bpdb،  $30\text{ mM}$  بافر استات و درصد حلال آلی آب: متانول (۸۰:۲۰) در  $\text{pH} = 6.5$  بدست آمد. در این روش محدوده خطی بدست آمده برای اورانیل  $15$  تا  $25\text{ mM}$  با حد تشخیص  $0.26\text{ mM}$  و از  $0.1$  تا  $0.5\text{ mM}$  با حد تشخیص  $5.89 \times 10^{-3}\text{ mM}$  برای سرب میباشد.

### ۳- استخراج فاز جامد Hg با پلیمر چاپ یونی به عنوان جاذب (IIP-SPE)

در این تحقیق از پلیمر چاپ یونی Hg(II) به عنوان جاذب در SPE استفاده می شود. این پلیمر از کوپلیمریزاسیون منومر (VP)Vinylpyridin و ethylene glycol dimethacrylate (EGDMA) توسط آغازگر azobisisobutyronitrile (AIBN) -۲،۲ در حضور EDTA و Hg بدست میاید. پس از حذف Hg از شبکه پلیمری، پلیمر حاصله قدرت انتخابگری بسیار بالایی برای Hg خواهد داشت، بطوریکه میتواند جهت استخراج این یون از نمونه های آبیکی مورد استفاده قرار گیرد. بیشترین ظرفیت جذب جیوه  $4/7 \text{ mg/gr}$  رزین می باشد.

در این تحقیق اثر پارامترهای مختلفی مثل سرعت جریان فاز متحرک، pH، زمینه نمونه، حلال شویشی روی استخراج جیوه بررسی گردید. این روش پاسخ خوبی در مورد نمونه های طبیعی از جمله آب شهر و آبهای معدنی نشان می دهد.





- ۲۷-۱-۲-۶- آشکا رسازها.....
- ۲۸-۱-۳- کروماتوگرافی فاز معمولی وفاز معکوس.....
- ۲۸-۱-۳-۱- کروماتوگرافی فاز معمولی.....
- ۲۸-۱-۳-۲- کروماتوگرافی فاز معکوس.....
- ۳۰-۱-۴- انواع روشها HPLC.....
- ۳۰-۱-۴-۱- کروماتوگرافی تبادل لیگاند.....
- ۳۰-۱-۴-۱-۱- فاز متحرک حاوی لیگاند.....

### فصل دوم (تجربی)

- ۳۵-۱-۲- مواد شیمیایی، تجهیزات و روشهای مورد استفاده.....
- ۳۵-۱-۱-۲- مواد شیمیایی.....
- ۳۶-۲-۱-۲- تجهیزات مورد استفاده.....
- ۳۷-۳-۱-۲- روش انجام عملیات HPLC.....
- ۳۷-۲-۲- آزمایشهای اولیه.....
- ۳۸-۱-۲-۲- بررسی احتمال تشکیل کمپلکس با کاتیونها.....
- ۴۴-۲-۲-۲- بهینه سازی شرایط HPLC.....
- ۴۴-۱-۲-۲-۲- بررسی اثر افزایش حلال اصلاح کننده آلی به فاز رونده.....
- ۴۵-۲-۲-۲-۲- بررسی اثر pH حلال شویشی.....
- ۴۵-۳-۲-۲-۲- بررسی قدرت یونی فاز رونده.....
- ۴۶-۴-۲-۲-۲- تأثیر غلظت عامل کیلیت کننده.....
- ۴۶-۳-۲- محاسبات مربوط به پیکها.....
- ۴۷-۱-۳-۲- رسم منحنی های استاندارد.....
- ۴۸-۲-۳-۲- محاسبه حد تشخیص.....

### فصل سوم (بحث و تفسیر نتایج)

- ۵۰-۱-۳- جداسازی کاتیونهای سرب و اورانیل.....
- ۵۱-۱-۱-۳- بررسی اثر pH در بازداری کاتیونها.....
- ۵۲-۲-۱-۳- اثر قدرت یونی.....
- ۵۳-۱-۲-۱-۳- بررسی نوع بافر مورد استفاده.....
- ۵۴-۲-۲-۱-۳- بررسی غلظت بافر استات در جداسازی کاتیونهای سرب و اورانیل.....
- ۵۵-۳-۱-۳- تأثیر غلظت عامل کمپلکس کننده (۴-bpdb).....

- ۵۷.....۳-۱-۴- بررسی اثر حلال اصلاح کننده آلی.....
- ۵۸.....۳-۱-۵- کروماتوگرام حاصله در شرایط بهینه.....
- ۵۹.....۳-۱-۵-۱- رسم منحنی استاندارد کاتیونهای اورانیل - سرب.....
- ۶۰.....۳-۱-۶- اندازه گیری کاتیونهای اورانیل و سرب در نمونه های آبهای حقیقی.....
- ۶۱.....۳-۲- جداسازی کاتیونهای جیوه و آهن.....
- ۶۲.....۳-۲-۱- بررسی اثر pH در بازداری کاتیونها.....
- ۶۳.....۳-۲-۲- اثر قدرت یونی.....
- ۶۳.....۳-۲-۲-۱- بررسی نوع بافر مورد استفاده.....
- ۶۴.....۳-۲-۲-۲- بررسی غلظت بافر استات در جداسازی کاتیونهای جیوه و آهن.....
- ۶۵.....۳-۲-۳- تأثیر غلظت عامل کمپلکس کننده (۴-bpdb).....
- ۶۶.....۳-۲-۴- بررسی اثر حلال اصلاح کننده آلی.....
- ۶۷.....۳-۲-۵- کروماتوگرام حاصله در شرایط بهینه.....
- ۶۹.....۳-۲-۶- رسم منحنی استاندارد کاتیونهای جیوه - آهن.....
- ۶۹.....۳-۲-۶-۱- روش حداقل مجموع مربعات (LSR).....
- ۷۰.....۳-۲-۶-۲- اندازه گیری کاتیونهای جیوه و آهن در نمونه های حقیقی به روش LSR.....
- ۷۲.....۳-۲-۶-۲- روش کالیبراسیون PLS.....
- ۷۵..... نتیجه گیری.....

## بخش دوم

### فصل اول

- ۷۸.....۱-۱- مقدمه.....
- ۷۸.....۱-۲- تاریخچه استخراج با فاز جامد.....
- ۷۹.....۱-۲-۱- کارتریج ها.....
- ۸۱.....۱-۲-۲- دیسک ها.....
- ۸۱.....۱-۲-۲-۱- ماده پر کننده در بستری از تفلون قرار دارد.....
- ۸۱.....۱-۲-۲-۲- ماده پر کننده در بستری از پلی ونیل کلرید قرار دارد.....
- ۸۱.....۱-۲-۲-۳- غشاهای مشتق سازی شده.....

- ۱-۳-۱- انواع جاذبها..... ۸۲
- ۱-۳-۱-۱- جاذبه‌های کلاسیک..... ۸۲
- ۱-۳-۲- فازهای پیوندی..... ۸۲
- ۱-۳-۳- جاذبهای پلیمری آلی..... ۸۵
- ۱-۳-۳-۱- کوپلیمرهای استیرن-دی وینیل بنزن یا اکریلیک اسیدها..... ۸۵
- ۱-۳-۳-۲- پلیمرهای چاپ مولکولی..... ۸۶
- ۱-۳-۴- سایر جاذبها..... ۹۱
- ۴-۱- خواص مطلوب ذرات مورد استفاده در استخراج با فاز جامد..... ۹۲
- ۴-۱-۱- تخلخل و مساحت سطح زیاد..... ۹۲
- ۴-۱-۲- جذب سطحی برگشت پذیر..... ۹۲
- ۴-۱-۳- خلوص..... ۹۳
- ۴-۱-۴- پایداری شیمیایی خوب..... ۹۳
- ۴-۱-۵- تماس سطحی خوب با محلول نمونه..... ۹۳
- ۴-۱-۶- بازیابی با درصد بالا..... ۹۳
- ۴-۱-۵- ارزیابی بازدهی مراحل کار..... ۹۳
- ۴-۱-۶- گزینش پذیری جاذب..... ۹۴
- ۴-۱-۷- تکرارپذیری در تهیه فازهای جامد..... ۹۴
- ۴-۱-۸- شیوه‌های انجام SPE..... ۹۵
- ۴-۱-۸-۱- استاتیک..... ۹۵
- ۴-۱-۸-۲- دینامیک..... ۹۵
- ۴-۱-۹- مراحل کار در SPE..... ۹۶
- ۴-۱-۹-۱- مرطوب کردن (فعال کردن) فاز جامد..... ۹۶
- ۴-۱-۹-۲- آماده کردن فاز جامد..... ۹۷
- ۴-۱-۹-۳- مرحله جذب..... ۹۷
- ۴-۱-۹-۴- شستشوی گونه‌های مزاحم..... ۹۷
- ۴-۱-۹-۵- شستشو به منظور واجذب جزء مورد تجزیه از جاذب (شویش)..... ۹۷
- ۴-۱-۱۰- مکانیسم‌های برهمکنش جزء مورد تجزیه با فاز جامد..... ۹۷
- ۴-۱-۱۰-۱- برهمکنش‌های پراکندگی یا واندروالس..... ۹۸
- ۴-۱-۱۰-۲- برهمکنش‌های قطبی..... ۹۸

- ۱-۱۰-۳- برهمکنش‌های تعویض یون (آنیون یا کاتیون)..... ۹۹
- ۱-۱۰-۴- برهمکنش‌های کوالانسی..... ۹۹
- ۱-۱۰-۵- برهمکنش‌های کئور دیناسیون..... ۱۰۰
- ۱-۱۱-۱- کاربردهای استخراج با فاز جامد..... ۱۰۰
- ۱-۱۱-۱- تغلیظ نمونه‌های شامل غلظت بسیار کم جزء مورد تجزیه..... ۱۰۰
- ۱-۱۱-۲- استخراج و تجزیه آلاینده‌های آلی محیط زیست..... ۱۰۱
- ۱-۱۱-۳- استخراج و اندازه‌گیری کاتیون‌های فلزی..... ۱۰۲
- ۱-۱۱-۴- جداسازی دسته‌های مشابه نمونه..... ۱۰۲
- ۱-۱۱-۵- نمونه‌برداری از آبها..... ۱۰۳
- ۱-۱۱-۶- نمونه‌برداری از هوا..... ۱۰۳
- ۱-۱۱-۷- تجزیه‌های بهداشتی..... ۱۰۴
- ۱-۱۲-۱- روش‌های جدید در استخراج با فاز جامد..... ۱۰۴
- ۱-۱۲-۱- میکرواستخراج با فاز جامد (SPME)..... ۱۰۴
- ۱-۱۲-۲- استخراج فاز جامد در مقیاس نسبتاً کوچک..... ۱۰۵
- ۱-۱۲-۳- استخراج فاز جامد کوچک شده (M-SPE)..... ۱۰۶
- ۱-۱۲-۴- پراکندگی زمینه در فاز جامد (MSPE)..... ۱۰۹
- ۱-۱۲-۵- استخراج با فازهای جامد تمایلی..... ۱۰۹
- ۱-۱۲-۶- استخراج با فاز جامد تشخیص مولکولی (MRT)..... ۱۱۰

## فصل دوم

### ۱-۲- جیوه

- ۱-۱-۲- برخی از روشهای جداسازی جیوه..... ۱۱۲
- ۱-۱-۱-۲- استخراج..... ۱۱۲
- ۱-۱-۲-۲- مبادله یون..... ۱۱۲
- ۱-۱-۲-۳- SPE بوسیله پلیمرهای چاپ مولکولی..... ۱۱۳
- ۱-۱-۲-۲- برخی از روشهای اندازه‌گیری جیوه..... ۱۱۳
- ۱-۲-۱-۲- جذب اتمی..... ۱۱۵
- ۱-۲-۱-۲- طیف‌سنجی جرمی با پلاسمای جفت شده القائی..... ۱۱۵
- ۱-۲-۱-۲- جذب اتمی بخار سرد (CVAAS)..... ۱۱۶
- ۱-۲-۱-۲- الکتروشیمی..... ۱۱۷

## فصل سوم

- ۱۱۹..... ۱-۳- تجهیزات و مواد شیمیایی مورد استفاده.....
- ۱۱۹..... ۱-۱-۳- تجهیزات.....
- ۱۱۹..... ۲-۱-۳- مواد شیمیایی.....
- ۱۲۰..... ۲-۳- تهیه محلول ها.....
- ۱۲۰..... ۳-۳- تهیه پلیمر چاپ مولکولی.....
- ۱۲۴..... ۴-۳- تهیه کارتریج SPE.....
- ۱۲۴..... ۵-۳- استخراج جیوه.....
- ۱۲۴..... ۱-۵-۳- مراحل بهینه سازی.....
- ۱۲۴..... ۱-۱-۵-۳- بهینه سازی pH.....
- ۱۲۶..... ۲-۱-۵-۳- بهینه سازی زمینه نمونه.....
- ۱۲۷..... ۳-۲-۷-۳- بهینه سازی نوع و حجم حلال شویشی.....
- ۱۲۹..... ۴-۱-۵-۳- بهینه سازی سرعت جریان عبور نمونه.....
- ۱۳۰..... ۶-۱-۵-۳- تعیین حجم حد.....
- ۱۳۱..... ۷-۱-۵-۳- بررسی مزاحمت ها.....
- ۱۳۲..... ۲-۵-۳- نمونه حقیقی و منحنی کالیبراسیون.....
- ۱۳۳..... نتیجه گیری.....
- ۱۳۵..... منابع.....

# فهرست اشکال

عنوان..... صفحه

## بخش اول

### فصل اول

- شکل (۱-۱) شمائی از اجزای سازنده یک دستگاه HPLC..... ۶
- شکل (۲-۱) دریاچه های نمونه برداری..... ۹
- شکل (۳-۱) پمپ های جابجایی منقطع..... ۱۰
- شکل (۴-۱) پمپهای غشایی..... ۱۱
- شکل (۵-۱) ساختار پمپ پیستونی ضربه ای..... ۱۲
- شکل (۶-۱) ساختار پمپ تقویت کننده بادی..... ۱۳
- شکل (۷-۱) گروههای عاملی در سطح سیلیکا..... ۱۹
- شکل (۸-۱) واکنش مشتق سازی یک تری اتوکسی..... ۲۲
- شکل (۹-۱) واکنش مشتق سازی کلرو دی متیل اکتا دسیل سیلان..... ۲۶
- شکل (۱۰-۱) رابطه درصد حلال و ویسکوزیته..... ۲۹

### فصل دوم

- شکل (۱-۲) ساختار لیگاند ۴-bpdb..... ۳۵
- شکل (۲-۲) مکانیسم تشکیل پیوند بین ۴-bpdb و کاتیونهای فلزات واسطه..... ۳۸
- شکل (۳-۲) مقایسه طیف UV کاتیون اورانیل، لیگاند و کمپلکس آن..... ۴۱
- شکل (۴-۲) مقایسه طیف UV کاتیون سرب، لیگاند و کمپلکس آن..... ۴۲
- شکل (۵-۲) مقایسه طیف UV کاتیون جیوه، لیگاند و کمپلکس آن..... ۴۳
- شکل (۶-۲) مقایسه طیف UV کاتیون آهن، لیگاند و کمپلکس آن..... ۴۴

## فصل سوم

- شکل (۱-۳) تاثیر pH بر بازداری کاتیونهای سرب و اورانیوم..... ۵۲
- شکل (۲-۳) تاثیر غلظت بافر استات در بازداری کمپلکس های اورانیل و سرب..... ۵۵
- شکل (۳-۳) تاثیر غلظت عامل کیلیت کننده..... ۵۶
- شکل (۴-۳) تاثیر درصد متانول در بازداری کمپلکس های اورانیل و سرب..... ۵۷
- شکل (۵-۳) کروماتوگرام کاتیونهای اورانیل و سرب در شرایط بهینه شده..... ۵۸
- شکل (۶-۳) تاثیر pH بر بازداری کاتیونهای جیوه و آهن..... ۶۳
- شکل (۷-۳) تاثیر غلظت بافر استات در بازداری کمپلکس های جیوه و آهن..... ۶۵
- شکل (۸-۳) تاثیر غلظت عامل کمپلکس کننده..... ۶۶
- شکل (۹-۳) تاثیر درصد متانول در بازداری کمپلکس های جیوه و آهن..... ۶۷
- شکل (۱۰-۳) کروماتوگرام کاتیونهای جیوه و آهن در شرایط بهینه شده..... ۶۸

## بخش دوم

### فصل اول

- شکل (۱-۱) A : واکنش با سیلانهای یک عاملی که محصول تک لایه می دهد..... ۸۳
- شکل (۲-۱) پوشش پایانه ها..... ۸۴
- شکل (۳-۱) فرایند چاپ مولکولی..... ۸۷
- شکل (۴-۱) دستگاه مورد استفاده در SM-SPE..... ۱۰۶
- شکل (۵-۱) سرنگ نمونه و سیستم سرنگ M-SPE..... ۱۰۷
- شکل (۶-۱) مجموعه SPE کوچک شده..... ۱۰۸

### فصل سوم

- شکل (۱-۳) ساختار شیمیایی IIP..... ۱۲۱
- شکل (۲-۳) طیف ft-IR پلیمر چاپ مولکولی قبل از خروج Hg..... ۱۲۲
- شکل (۳-۳) طیف ft-IR پلیمر چاپ مولکولی بعد از خروج Hg..... ۱۲۳
- شکل (۴-۳) منحنی TG و DTA پلیمر چاپ مولکولی قبل از خروج Hg..... ۱۲۳
- شکل (۵-۳) منحنی TG و DTA پلیمر چاپ مولکولی بعد از خروج Hg..... ۱۲۴
- شکل (۶-۳) تاثیر pH بر روی بازداری کمپلکس جیوه..... ۱۲۵

شکل (۷-۳) اثر سرعت جریان بر بازیافت یون جیوه ..... ۱۲۹

شکل (۸-۳) اثر حجم رسوخ بر بازیافت یون جیوه ..... ۱۳۰



# فهرست جداول

عنوان.....صفحه

## بخش اول

- جدول (۱-۱) فازهای پیوندی از نوع معکوس..... ۲۳
- جدول (۲-۱) انواع آشکارسازهای کروماتوگرافی مایع..... ۲۷
- جدول (۱-۳) تعیین اورانیل و سرب در نمونه های آب طبیعی..... ۶۱
- جدول (۲-۳) تعیین جیوه و آهن در نمونه های طبیعی با روش حد اقل مجموع مربعات..... ۷۱
- جدول (۳-۳) داده های مربوط به روش کمومتریکس..... ۷۳
- جدول (۴-۳) تعیین جیوه و آهن در نمونه های طبیعی با روش پارشال لس اسکور..... ۷۴

## بخش دوم

- جدول (۱-۱) تاریخچه استخراج با فاز جامد..... ۸۰
- جدول (۲-۱) فازهای جامد سیلیکای پیوند شده تجاری..... ۸۵
- جدول (۱-۳) بررسی اثر زمینه نمونه..... ۱۲۶
- جدول (۲-۳) تاثیر نوع حلال شویشی بر درصد بازیافت یون جیوه..... ۱۲۷
- جدول (۳-۳) تاثیر غلظت حلال شویشی EDTA بر درصد بازیافت یون جیوه..... ۱۲۸
- جدول (۴-۳) بررسی یون مزاحم بر درصد بازیافت یون جیوه..... ۱۳۱
- جدول (۵-۳) درصد بازیافت جیوه از آب آشامیدنی..... ۱۳۲

بخش اول

(HPLC)

## فصل اول

مقدمه ای بر تاریخچه کروماتوگرافی

## ۱-۱- مروری بر تاریخچه توسعه کروماتوگرافی مایع

کروماتوگرافی شامل روشهایی است که با توزیع اجزای موجود در یک نمونه بین دو فاز یک سیستم آنها را از یکدیگر جداسازی می کند، این دو فاز شامل فازهای ساکن و متحرک بوده که به صورت برگشت پذیر جداشونده روی هم حرکت می کنند. فاز متحرک می تواند مایع یا گاز باشد و فاز ساکن می تواند جامد یا مایع باشد.

نخستین دانشمندی که فعالیتهايش تا اندازه ای با کروماتوگرافی مشابهت داشت دی<sup>۱</sup> بود او در تحقیقاتش طی سالهای ۱۸۹۷-۱۹۱۱ متوجه شد که اجزای نفت خام در حین عبور از لایه های مختلف زمین با تغییراتی مواجه می شود. بنابراین تحقیقات وی منجر به مطالعاتی بر روی امکان جداسازی اجزای مختلف یک مخلوط شد [۱]. دانشمند بعدی که مطالعاتی مشابه دی انجام داد، شیمی دان آلمانی به نام اینگلر<sup>۲</sup> بود [۲]. علیرغم تمامی این کوششها کروماتوگرافی ستونی برای اولین بار در اوایل قرن بیستم توسط میخائیل تسوت<sup>۳</sup> برای جدا کردن رنگدانه های موجود در کلروفیل برگ سبز مورد استفاده قرار گرفت [۳]. روش وی بر اساس عبور دادن محلولهایی از این ترکیبات از داخل یک ستون شیشه ای انباشته شده با پودر نرم کربنات کلسیم بود. چون گونه های جدا شده به صورت نوارهای رنگی در ستون ظاهر شدند وی نام کروماتوگرافی را برای این روش انتخاب کرد (در زبان یونانی Chrom یعنی رنگ و Graphin یعنی نوشتن). پس از تسوت تا بیست سال فعالیت عمده ای در زمینه کروماتوگرافی صورت نگرفت اما در سال ۱۹۳۱ تجدید حیات کروماتوگرافی با چاپ سه مقاله [۴-۶] آغاز شد. سپس سه جایزه نوبل در شیمی، در سه سال متوالی به تحقیقاتی تعلق گرفت که

---

۱-D.T.Day

۲-G.Engler

۳-M.Tswet