

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

تمامی حقوق مادّی و معنوی مترتب بر نتایج، ابتکارات، اختراعات و نوآوری‌های ناشی از انجام این پژوهش، متعلق به **دانشگاه محقق اردبیلی** می‌باشد. نقل مطلب از این اثر، با رعایت مقرّرات مربوطه و با ذکر نام دانشگاه محقق اردبیلی، نام استاد راهنما و دانشجو بلامانع است.

اینجانب حسن اشرفی دانش‌آموخته‌ی مقطع کارشناسی ارشد رشته‌ی شیمی، گرایش شیمی تجزیه دانشکده‌ی علوم پایه دانشگاه محقق اردبیلی به شماره‌ی دانشجویی ۹۰۲۲۳۳۳۱۰۳ که در تاریخ ۱۳۹۳/۰۳/۱۰ از پایان‌نامه‌ی تحصیلی خود تحت عنوان " استخراج فاز جامد به کمک نانوذرات مگنتیت اصلاح شده با سدیم N-لوریل سارکوزین " دفاع نموده‌ام، متعهد می‌شوم که:

- ۱) این پایان‌نامه را قبلاً برای دریافت هیچ‌گونه مدرک تحصیلی یا به عنوان هرگونه فعالیت پژوهشی در سایر دانشگاه‌ها و مؤسسات آموزشی و پژوهشی داخل و خارج از کشور ارائه ننموده‌ام.
- ۲) مسئولیت صحّت و سقم تمامی مندرجات پایان‌نامه‌ی تحصیلی خود را بر عهده می‌گیرم.
- ۳) این پایان‌نامه، حاصل پژوهش انجام شده توسط اینجانب می‌باشد.
- ۴) در مواردی که از دستاوردهای علمی و پژوهشی دیگران استفاده نموده‌ام، مطابق ضوابط و مقرّرات مربوطه و با رعایت اصل امانتداری علمی، نام منبع مورد استفاده و سایر مشخصات آن را در متن و فهرست منابع و مأخذ ذکر نموده‌ام.
- ۵) چنانچه بعد از فراغت از تحصیل، قصد استفاده یا هرگونه بهره‌برداری اعم از نشر کتاب، ثبت اختراع و ... از این پایان‌نامه را داشته باشم، از حوزه‌ی معاونت پژوهشی و فناوری دانشگاه محقق اردبیلی، مجوزهای لازم را اخذ نمایم.
- ۶) در صورت ارائه‌ی مقاله‌ی مستخرج از این پایان‌نامه در همایش‌ها، کنفرانس‌ها، سمینارها، گردهمایی‌ها و انواع مجلات، نام دانشگاه محقق اردبیلی را در کنار نام نویسنده‌گان (دانشجو و اساتید راهنما و مشاور) ذکر نمایم.
- ۷) چنانچه در هر مقطع زمانی، خلاف موارد فوق ثابت شود، عواقب ناشی از آن (منجمله ابطال مدرک تحصیلی، طرح شکایت توسط دانشگاه و ...) را می‌پذیرم و دانشگاه محقق اردبیلی را مجاز می‌دانم با اینجانب مطابق ضوابط و مقرّرات مربوطه رفتار نماید.

نام و نام خانوادگی دانشجو: حسن اشرفی

امضا

تاریخ



دانشکده‌ی علوم پایه
گروه آموزشی شیمی کاربردی

پایان‌نامه برای دریافت درجه‌ی کارشناسی ارشد
در رشته‌ی شیمی گرایش شیمی تجزیه

عنوان:

استخراج فاز جامد به کمک نانوذرات مگنتیت اصلاح شده با سدیم N-لوریل

سارکوزین

استادراهنما:

دکتر حبیب الله اسکندری

استادمشاور:

دکتر طاهر علیزاده

دکتر ماندانا امیری

پژوهشگر:

حسن اشرفی

خرداد ۱۳۹۳

تقدیم به اسوه های:

فداکاری

مهربانی

وفاداری

پدر و مادر عزیزم

سپاسگزاری

در هر کجا که زنده‌ای، زندگی است.

در هر کجا که زندگی می‌کنی، روحی در تلاش است.

در هر کجا که روحی در تلاش است، مسیری پیدا است.

در هر کجا که مسیری پیدا است، هدفی روشن است.

در هر کجا که هدفی روشن است، کامیابی نزدیک است.

ممد و سپاس فرای را که فضل و رحمت بی‌منت‌هایش توفیق دیگری نصیب کرد تا با استعانت از الطاف بی‌کرانش بتوانم این پایان‌نامه را به نتایج مورد نظر برسانم. بر خود لازم می‌دانم که از کلیه کسانی که به نحوی مرا در انجام این پایان‌نامه یاری رسانند تشکر و قدردانی نمایم.

از استاد گرامیم جناب آقای دکتر حبیب الله اسکندری به عنوان معلم علم و افلاق تشکر و قدردانی می‌کنم و امیدوارم قدردان لطف و بزرگواریشان نسبت به من، آنچنان که شایسته ایشان است، باشم.

از راهنمایی‌های کلیدی و پرثمر جناب آقای دکتر طاهر علیزاده و سرکارخانم دکترمانانا امیری بعنوان اساتید مشاور ارجمندم، قدردانی نموده و سپاسگزاری می‌کنم.

از همسر عزیزم که در طی انجام این پروژه یار و همراه من بوده است کمال تشکر و قدردانی را دارم.

در پایان، از همه عزیزانی که دعایشان بدرقه راه من بوده است سپاسگزاری می‌کنم.

| | | | |
|---|--|-----------------------|--|
| نام خانوادگی دانشجو: اشرفی | | نام: حسن | |
| عنوان پایان نامه: استخراج فاز جامد به کمک نانوذرات مگنتیت اصلاح شده با سدیم N-لوریل سارکوزین | | | |
| استاد راهنما: دکتر حبیب الله اسکندری استاد مشاور: دکتر طاهر علیزاده و دکتر ماندانا امیری | | | |
| مقطع تحصیلی: کارشناسی ارشد | | رشته: شیمی | |
| گرایش: شیمی تجزیه | | دانشگاه: محقق اردبیلی | |
| دانشکده: علوم پایه | | تاریخ دفاع: | |
| | | تعداد صفحات: | |
| چکیده: | | | |
| <p>در این پروژه، یک روش پیش تغلیظ-اندازه گیری جدید برای تعیین ناچیز دی فنیل آمین و ۱-نفتیل آمین ارائه شده است. نانوذرات مگنتیت بوسیله سدیم N-لوریل سارکوزین در محل اصلاح گردید، و به عنوان یک فاز جامد استخراجگر مورد استفاده قرار گرفت. آنالیت‌ها در حضور آهن(III) بعنوان یک اکسید کننده با ۳-متیل-۲-بنزوتیازولینون هیدرازون جفت شدند. مشتقات بدست آمده پس از استخراج، با ۶/۰ میلی لیتر اتانول شسته شده و به روش اسپکتروفتومتری اندازه گیری شدند. قانون بیر در محدوده‌های ۱/۰-۰/۰۵ و ۱۲۰/۰-۱/۰ نانوگرم بر میلی لیتر برای ۱-نفتیل آمین و در محدوده‌های ۱/۰-۰/۲ و ۱۰/۰-۱/۰ و ۱۵۰/۰-۱۰/۰ نانوگرم بر میلی لیتر برای دی فنیل آمین صادق بود. حد تشخیص‌های ۰/۰۲ و ۰/۰۳ نانوگرم بر میلی لیتر به ترتیب برای دی فنیل آمین و ۱-نفتیل آمین به دست آمدند. روش‌های پیشنهادی بطور موفقیت آمیزی برای اندازه گیری آنالیت‌های مورد نظر در نمونه‌های آبی مختلف و آب میوه به کار گرفته شدند.</p> | | | |
| کلیدواژه‌ها: نانوذرات مگنتیت اصلاح شده، استخراج فاز جامد مغناطیسی، سدیم N-لوریل سارکوزین، ۱-نفتیل آمین، دی فنیل آمین | | | |

فهرست مطالب

| شماره و عنوان مطالب | صفحه |
|---|------|
| فصل اول: مقدمه و پیشینه‌ی تحقیق | |
| ۱-۱- استخراج فاز جامد..... | ۲ |
| ۱-۱-۱- روش کار در استخراج فاز جامد..... | ۲ |
| ۱-۲- مزایا و معایب استخراج فاز جامد..... | ۳ |
| ۱-۳- کاربردهای رایج استخراج فاز جامد..... | ۴ |
| ۱-۴- عوامل تاثیرگذار در انتخاب جاذب..... | ۵ |
| ۱-۵- مهمترین ویژگی‌های جاذب..... | ۵ |
| ۱-۶- انواع جاذب..... | ۵ |
| ۲- استخراج فاز جامد مغناطیسی..... | ۶ |
| ۱-۲-۱- جامدات مغناطیسی..... | ۷ |
| ۳-۱- نانوفناوری..... | ۸ |
| ۱-۳-۱- نانومواد..... | ۸ |
| ۲-۳-۱- خواص نانو مواد..... | ۹ |
| ۳-۳-۱- نانوذرات مغناطیسی..... | ۱۰ |
| ۴-۳-۱- خواص نانوذرات مغناطیسی..... | ۱۱ |
| ۵-۳-۱- کاربردهای نانوذرات مغناطیسی..... | ۱۲ |
| ۶-۳-۱- نانوذرات مغناطیسی مگنتیت..... | ۱۲ |
| ۷-۳-۱- روشهای سنتز نانوذرات مگنتیت..... | ۱۳ |
| ۸-۳-۱- اصلاح سطح نانوذرات مگنتیت..... | ۱۳ |
| ۹-۳-۱- اصلاح سطح نانو ذرات مگنتیت با ترکیبات فعال سطحی..... | ۱۴ |
| ۴-۱- سدیم N- لوریل سارکوزین..... | ۱۶ |
| ۵-۱- اندازه‌گیری ۱- نفتیل آمین و دی فنیل آمین..... | ۱۷ |
| ۱-۵-۱- ۱- نفتیل آمین..... | ۱۷ |
| ۲-۵-۱- دی فنیل آمین..... | ۱۸ |

- ۱-۶- واکنشگر ۳- متیل ۲- بنزو تیزولینون هیدرازون..... ۱۹
- ۱-۷- نمکهای دیازونیوم..... ۲۰
- ۱-۷-۱- جفت شدن نمکهای دیازونیوم و سنتز ترکیبات آرو..... ۲۰
- ۱-۸- مروری بر برخی کارهای پیشین انجام شده بر پایه‌ی نانوذرات مگنتیت اصلاح شده..... ۲۱
- ۱-۹- مروری بر کارهای گذشته در رابطه با اندازه‌گیری ۱- نفتیل آمین و دی فنیل آمین..... ۲۷

فصل دوم: بخش تجربی

- ۲-۱- دستگاه‌های مورد استفاده..... ۳۵
- ۲-۲- روش سنتز نانوذرات مگنتیت..... ۳۵
- ۲-۳- روش تهیه‌ی محلول‌ها..... ۳۶
- ۲-۴- روش تغلیظ و اندازه‌گیری ۱- نفتیل آمین و دی فنیل آمین..... ۳۷
- ۲-۵- آماده سازی نمونه های آب..... ۳۷

فصل سوم: نتایج، بحث و نتیجه گیری

- ۳-۱- بررسی طیفها و الگوها..... ۳۹
- ۳-۱-۱- بررسی الگوی XRD نانوذرات مگنتیت سنتز شده..... ۳۹
- ۳-۱-۲- بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی..... ۴۰
- ۳-۱-۳- بررسی طیفهای FT- IR..... ۴۱
- ۳-۱-۴- تجزیه حرارتی..... ۴۲
- ۳-۲- اندازه‌گیری ۱- نفتیل آمین و دی فنیل آمین..... ۴۳
- ۳-۲-۱- فرایند تشکیل محصول رنگی..... ۴۳
- ۳-۲-۲- مکانیسم استخراج ۱- نفتیل آمین و دی فنیل آمین توسط نانوذرات مغناطیسی مگنتیت اصلاح شده..... ۴۵
- ۳-۳- روش اندازه گیری ۱- نفتیل آمین (در شرایط بهینه شده)..... ۴۵
- ۳-۴- بهینه سازی شرایط اندازه‌گیری ۱- نفتیل آمین..... ۴۷
- ۳-۴-۱- بهینه سازی مقدار کلرید آهن (III)..... ۴۸
- ۳-۴-۲- تاثیر غلظت MBTH بر حساسیت روش..... ۵۰
- ۳-۴-۳- بهینه سازی مدت زمان واکنش جفت شدن..... ۵۱
- ۳-۴-۴- بهینه سازی مقدار اسید هیدروکلریک..... ۵۲

- ۵۳-۳-۴-۵- بهینه سازی مقدار سدیم N-لوریل سارکوزین.....
- ۵۴-۳-۴-۶- بهینه سازی مقدار نانوذرات مگنتیت.....
- ۵۵-۳-۴-۷- بهینه سازی زمان استخراج.....
- ۵۶-۳-۴-۸- مطالعه اثر قدرت یونی محیط.....
- ۵۷-۳-۴-۹- نوع حلال شوینده.....
- ۵۸-۳-۴-۱۰- حجم حلال شوینده.....
- ۵۹-۳-۴-۱۱- بررسی تاثیر حجم فاز آبی بر میزان تغلیظ.....
- ۶۰-۳-۵- رسم منحنی درجه بندی ۱-نفتیل آمین.....
- ۶۲-۳-۶- صحت، دقت و حد تشخیص روش اندازه گیری.....
- ۶۳-۳-۷- اثر گونه خارجی بر اندازه گیری ۱-نفتیل آمین.....
- ۶۴-۳-۸- اندازه گیری ۱-نفتیل آمین در نمونه های آبی.....
- ۶۵-۳-۹- روش اندازه گیری دی فنیل آمین (در شرایط بهینه شده).....
- ۶۷-۳-۱۰- بهینه سازی شرایط اندازه گیری دی فنیل آمین.....
- ۶۷-۳-۱۰-۱- بهینه سازی مقدار کلرید آهن (III).....
- ۶۹-۳-۱۰-۲- تاثیر غلظت MBTH بر حساسیت روش.....
- ۷۰-۳-۱۰-۳- بهینه سازی مدت زمان واکنش جفت شدن.....
- ۷۱-۳-۱۰-۴- بهینه سازی مقدار اسید هیدروکلریک.....
- ۷۲-۳-۱۰-۵- بهینه سازی مقدار سدیم N- لوریل سارکوزین.....
- ۷۳-۳-۱۰-۶- بهینه سازی مقدار نانوذرات مگنتیت.....
- ۷۴-۳-۱۰-۷- بهینه سازی زمان استخراج.....
- ۷۵-۳-۱۰-۸- مطالعه اثر قدرت یونی محیط.....
- ۷۶-۳-۱۰-۹- نوع حلال شوینده.....
- ۷۷-۳-۱۰-۱۰- حجم حلال شوینده.....
- ۷۸-۳-۱۰-۱۱- بررسی تاثیر حجم فاز آبی بر میزان تغلیظ.....
- ۷۹-۳-۱۱- رسم منحنی درجه بندی دی فنیل آمین.....
- ۸۲-۳-۱۲- صحت، دقت و حد تشخیص روش اندازه گیری.....
- ۸۳-۳-۱۳- اثر گونه خارجی بر اندازه گیری دی فنیل آمین.....
- ۸۴-۳-۱۴- اندازه گیری دی فنیل آمین در نمونه های آبی.....
- ۸۵-۳-۱۵- اندازه گیری دی فنیل آمین در نمونه های آب میوه.....

فصل چهارم: نتیجه گیری کلی

نتیجه گیری کلی ۸۶

فهرست منابع و مآخذ: ۹۱

فهرست جدول ها

| شماره و عنوان جدول | صفحه |
|---|------|
| جدول ۱-۳- میزان جذب و نوع حلال شوینده در اندازه گیری ۱- نفتیل آمین..... | ۵۸ |
| جدول ۲-۳- پارامترهای تجزیه ای مربوط به منحنی درجه بندی برای ۱- نفتیل آمین..... | ۶۲ |
| جدول ۳-۳- پارامترهای تجزیه ای مربوط به دقت و صحت روش مربوط به اندازه گیری ۱- نفتیل آمین..... | ۶۳ |
| جدول ۴-۳- اثر گونه های خارجی بر روی اندازه گیری ۱- نفتیل آمین (۱۰ نانوگرم در میلی لیتر)..... | ۶۴ |
| جدول ۵-۳- اندازه گیری ۱- نفتیل آمین در نمونه های آب..... | ۶۵ |
| جدول ۶-۳- میزان جذب و نوع حلال شوینده در اندازه گیری دی فنیل آمین..... | ۷۷ |
| جدول ۷-۳- پارامترهای تجزیه ای مربوط به منحنی درجه بندی برای دی فنیل آمین..... | ۸۱ |
| جدول ۸-۳- پارامترهای تجزیه ای مربوط به دقت و صحت روش مربوط به اندازه گیری دی فنیل آمین..... | ۸۳ |
| جدول ۹-۳- اثر گونه های خارجی بر روی اندازه گیری دی فنیل آمین (۱۰ نانو گرم در میلی لیتر)..... | ۸۴ |
| جدول ۱۰-۳- اندازه گیری دی فنیل آمین در نمونه های آب..... | ۸۵ |
| جدول ۱۱-۳- اندازه گیری دی فنیل آمین در نمونه های آب میوه..... | ۸۶ |
| جدول ۱-۴- مقایسه برخی روش های اندازه گیری ۱- نفتیل آمین و دی فنیل آمین با روش ارائه شده در این تحقیق..... | ۸۹ |

فهرست شکل‌ها

| شماره و عنوان شکل | صفحه |
|---|------|
| شکل ۱-۱- مراحل استخراج فاز جامد..... | ۳ |
| شکل ۲-۱- مراحل استخراج فاز جامد مغناطیسی..... | ۶ |
| شکل ۳-۱- ساختار انواع ترکیبات فعال سطحی..... | ۱۵ |
| شکل ۴-۱- پوشش نانوذرات اکسید آهن با ترکیب فعال سطحی. a: تک لایه، b: دو لایه..... | ۱۶ |
| شکل ۵-۱- ساختار شیمیایی سدیم N-لوریل سارکوزین..... | ۱۷ |
| شکل ۶-۱- ساختار شیمیایی ۱-نفتیل آمین..... | ۱۷ |
| شکل ۷-۱- ساختار شیمیایی دی فنیل آمین..... | ۱۸ |
| شکل ۸-۱- شکل: واکنش دیازونیوم و تشکیل ترکیب رنگی آزو..... | ۲۱ |
| شکل ۱-۳- الگوی XRD برای نانو ذرات مگنتیت سنتزی استفاده شده..... | ۳۹ |
| شکل ۲-۳- تصویر SEM مربوط به نانوذرات مگنتیت سنتز شده..... | ۴۰ |
| شکل ۳-۳- تصویر SEM مربوط به مگنتیت اصلاح شده با N-لوریل سارکوزین..... | ۴۱ |
| شکل ۴-۳- طیف های FT-IR مربوط به مگنتیت، سدیم N-لوریل سارکوزین و مگنتیت اصلاح شده با N-لوریل سارکوزین..... | ۴۲ |
| شکل ۵-۳- ترموگرام های TGA مربوط به نانو ذرات مگنتیت و نانو ذرات مگنتیت اصلاح شده..... | ۴۳ |
| شکل ۶-۳- اکسایش ۳-متیل-۲-بنزوتیازولینون هیدرازون (MBTH) در حضور آهن (III)..... | ۴۴ |
| شکل ۷-۳- جفت شدن ۱-نفتیل آمین با حدواسط الکترون دوست..... | ۴۴ |
| شکل ۸-۳- جفت شدن دی فنیل آمین با حدواسط الکترون دوست..... | ۴۵ |
| شکل ۹-۳- طیف‌های جذبی بدست آمده مربوط به ۱-نفتیل آمین به همراه طیف جذبی شاهد..... | ۴۷ |
| شکل ۱۰-۳- تأثیر غلظت کلرید آهن (III) بر حساسیت روش اندازه‌گیری ۱-نفتیل آمین..... | ۴۹ |
| شکل ۱۱-۳- تأثیر غلظت (MBTH) بر حساسیت روش..... | ۵۰ |
| شکل ۱۲-۳- تأثیر مدت زمان واکنش جفت شدن بر حساسیت اندازه‌گیری ۱-نفتیل آمین..... | ۵۱ |
| شکل ۱۳-۳- تأثیر مقدار اسید هیدروکلریک بر حساسیت روش اندازه‌گیری ۱-نفتیل آمین..... | ۵۲ |
| شکل ۱۴-۳- تأثیر مقدار N-لوریل سارکوزین بر حساسیت روش اندازه‌گیری ۱-نفتیل آمین..... | ۵۳ |
| شکل ۱۵-۳- تأثیر مقدار نانوذرات مگنتیت بر حساسیت روش اندازه‌گیری ۱-نفتیل آمین..... | ۵۵ |
| شکل ۱۶-۳- تأثیر زمان استخراج بر حساسیت روش..... | ۵۶ |

- شکل ۳-۱۷- تأثیر میزان قدرت یونی محیط بر حساسیت روش اندازه‌گیری..... ۵۷
- شکل ۳-۱۸- تأثیر مقدار حجم حلال شوینده بر اندازه‌گیری ۱- نفتیل آمین..... ۵۹
- شکل ۳-۱۹- تأثیر مقدار حجم فاز آبی بر اندازه‌گیری ۱- نفتیل آمین..... ۶۰
- شکل ۳-۲۰- منحنی درجه‌بندی برای ۱- نفتیل آمین در محدوده خطی اول..... ۶۱
- شکل ۳-۲۱- منحنی درجه‌بندی برای ۱- نفتیل آمین در محدوده خطی دوم..... ۶۱
- شکل ۳-۲۲- طیف‌های جذبی بدست آمده مربوط به دی فنیل آمین به همراه طیف جذبی شاهد..... ۶۶
- شکل ۳-۲۳- تأثیر غلظت کلرید آهن (III) بر حساسیت اندازه‌گیری دی فنیل آمین..... ۶۹
- شکل ۳-۲۴- تأثیر غلظت (MBTH) بر حساسیت روش..... ۷۰
- شکل ۳-۲۵- تأثیر مقدار زمان واکنش کوپل شدن بر حساسیت روش اندازه‌گیری دی فنیل آمین..... ۷۱
- شکل ۳-۲۶- تأثیر مقدار اسید هیدروکلریک بر حساسیت روش..... ۷۲
- شکل ۳-۲۷- تأثیر مقدار N-لوریل سارکوزین بر اندازه‌گیری دی فنیل آمین..... ۷۳
- شکل ۳-۲۸- تأثیر مقدار نانوذرات مگنتیت بر حساسیت روش اندازه‌گیری دی فنیل آمین..... ۷۴
- شکل ۳-۲۹- تأثیر زمان استخراج بر حساسیت روش..... ۷۵
- شکل ۳-۳۰- تأثیر میزان قدرت یونی محیط بر حساسیت روش اندازه‌گیری..... ۷۶
- شکل ۳-۳۱- تأثیر مقدار حجم حلال شوینده بر اندازه‌گیری دی فنیل آمین..... ۷۸
- شکل ۳-۳۲- تأثیر مقدار حجم فاز آبی بر اندازه‌گیری دی فنیل آمین..... ۷۹
- شکل ۳-۳۳- منحنی درجه‌بندی برای دی فنیل آمین در محدوده خطی اول..... ۸۰
- شکل ۳-۳۴- منحنی درجه‌بندی برای دی فنیل آمین در محدوده خطی دوم..... ۸۰
- شکل ۳-۳۵- منحنی درجه‌بندی برای دی فنیل آمین در محدوده خطی سوم..... ۸۱

فصل اول

مقدمه و پیشینه‌ی تحقیق

۱-۱- استخراج فاز جامد

استخراج فاز جامد^۱ (SPE) اولین بار در سال ۱۹۵۰ برای آنالیز آنالیت‌های آلی در آب انجام شد- (زویبر، ۲۰۰۶). در این روش از کربن به عنوان جاذب و از حلال‌های آلی به عنوان فاز شویشی استفاده گردید. از اواسط دهه ۱۹۷۰ استخراج فاز جامد در بسیاری از موارد به عنوان جایگزین مناسبی برای استخراج مایع-مایع^۲ (LLE) به کار رفته است. در حال حاضر، استخراج فاز جامد به عنوان روشی حساس و گزینش‌پذیر برای جداسازی و پیش‌تغلیظ اجزای مورد نظر از بافت یک نمونه، بسیار مورد توجه قرار گرفته است. SPE براساس تمایل جذب سطحی مواد بر روی یکدیگر استوار می‌باشد. در این روش آنالیت بین دو فاز مایع (بافت نمونه) و جامد (جاذب) توزیع شده و از فاز مایع به فاز جامد منتقل می‌شود. موادی که بوسیله ذرات جامد استخراج می‌شوند را می‌توان با شویش توسط حلال مناسب جدا نمود. تکنیک SPE هم‌چنین می‌تواند علاوه بر حذف بافت نمونه، با انتقال آنالیت از حجم بزرگی از نمونه به داخل حجم کوچکی از شوینده، بطور هم‌زمان برای تغلیظ آن نیز استفاده شود (زویبر^۳، ۲۰۰۶).

روش SPE در چند سال اخیر بطور گسترده برای پیش‌تغلیظ انواع ترکیبات آلی و معدنی از جمله آلاینده‌ها، داروها، آفت‌کش‌ها، سموم و غیره در طیف وسیعی از نمونه‌ها (از جمله نمونه‌های حقیقی شامل خاک، خون و ادرار، بافت‌های حیوانی و غیره) به کار رفته است (زویبر، ۲۰۰۶).

۱-۱-۱- روش کار در استخراج فاز جامد

آماده‌سازی ستون و بهینه‌سازی آن: جاذبی که استفاده می‌شود باید آماده‌سازی و فعال شده، ضمناً

¹ Solid phase extraction

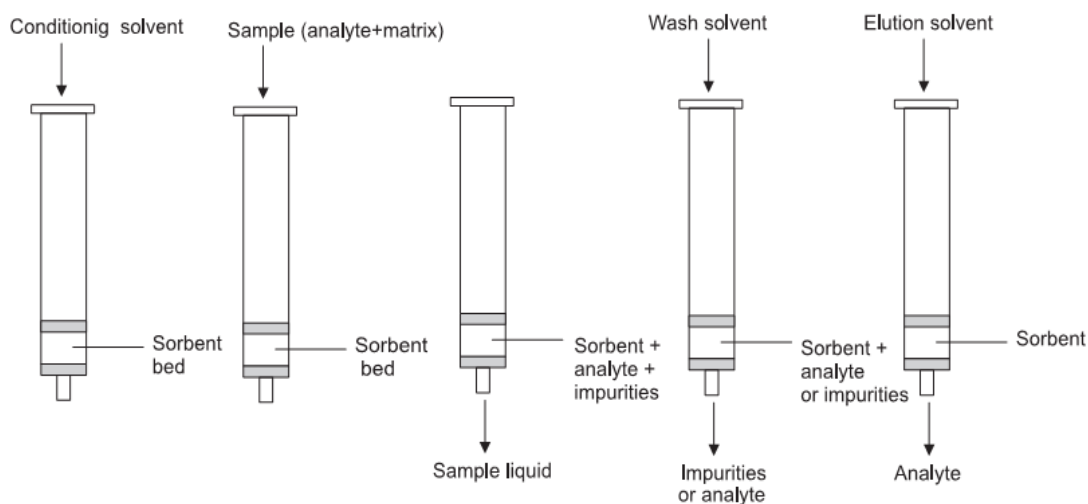
² Liquid-Liquid extraction

³ Zwir

از ناخالصی‌ها عاری گردد. بدین منظور یک حلال مناسب از روی جاذب عبور داده می‌شود. با این روش جاذب مرطوب شده، هوای بین ذرات خارج می‌گردد و سطح جاذب فعال می‌شود.

- بازداری: آنالیت را از روی جاذب عبور می‌دهند که در پی آن مولکولهای آنالیت روی جاذب جذب می‌شوند (بازداری).
- شستشوی عوامل مزاحم: با استفاده از یک حلال مناسب گونه‌های مزاحمی که علاوه بر آنالیت، جذب شده‌اند، شسته می‌شوند.
- بازیابی آنالیت: جاذب با حلال مناسب شسته می‌شود و آنالیت از جاذب جدا می‌شود (والریه^۱، ۲۰۰۳).

مراحل استخراج فاز جامد به صورت شماتیک در شکل (۱-۱) زیر آورده شده است.



شکل ۱-۱- مراحل استخراج فاز جامد

۱-۲- مزایا و معایب استخراج فاز جامد

- محافظت ستونهای تجزیه‌ای در کروماتوگرافی از آلودگی
- تغلیظ آنالیت‌ها برای افزایش حساسیت
- حذف مزاحمت‌ها سرعت و سهولت بیشتر

¹ Valerie

- کاهش استفاده از حلال‌های آلی
- عدم نیازمندی به دقت زیاد برای انجام جداسازی
- امکان نگهداری و ذخیره گونه‌ها
- امکان همراه شدن با تکنیک‌های تجزیه‌ای

از جمله مزایای روش استخراج فاز جامد نسبت به استخراج مایع - مایع می‌باشند (زویر، ۲۰۰۳).
معایب:

- هر چند استفاده از حلال کم است، اما سرعت جریان حلال بر سرعت بازیابی تاثیر می‌گذارد
- برای نمونه‌هایی که شامل جامدات معلق هستند، جدا کردن اجزای جامد معلق ضروری است
- به منظور داشتن میزان بازیابی بالا و پایدار، انتخاب فاز جامد مناسب برای ترکیبات مورد نظر مهم است.

۱-۳- کاربردهای رایج استخراج فاز جامد

استخراج فاز جامد دارای کاربردهای متعددی بوده که از این میان می‌توان به جداسازی و تغلیظ در خصوص موارد زیر اشاره کرد (کومجارووا^۱ و همکارش، ۲۰۰۶):

- ترکیبات دارویی و محصولات متابولیسم آن‌ها در سیال‌های درون بدن موجودات زنده
- آلاینده‌های موجود در آب‌های آشامیدنی و پساب‌ها
- آفت‌کش‌ها و آنتی‌بیوتیک‌ها در کشاورزی و صنایع تغذیه
- استخراج نمک از پروتئین و پپتیدها
- جز به جز کردن لیپیدها
- ویتامین‌های انحلال پذیر در آب و چربی

¹ Komjarova

۱-۱-۴- عوامل تاثیرگذار در انتخاب جاذب

در استخراج فاز جامد عوامل مختلفی تعیین کننده نوع فاز جاذب مورد استفاده، می‌باشند. از میان آنها می‌توان به ویژگی‌های آنالیت، ویژگی‌های بافت نمونه، درجه خلوص مورد نیاز پس از انجام SPE، ویژگی‌های آلاینده اصلی در نمونه و روش تجزیه‌ای نهایی (روش آشکارسازی) اشاره کرد.

۱-۱-۵- مهم‌ترین ویژگی‌های جاذب

اصلی‌ترین جزء تشکیل دهنده استخراج فاز جامد، فاز جاذب آن است. بنابراین جاذبی که در SPE استفاده می‌شود باید دارای ویژگی‌هایی باشد که امکان استفاده از آن را به عنوان یک جاذب ایده‌آل، میسر سازد. از جمله ویژگی‌های کلی جاذب می‌توان به در دسترس بودن، توانایی بازیابی و استفاده مجدد، ظرفیت بالا، جذب و شویس سریع و نیز امکان استخراج تعداد زیادی از آنالیت‌ها در محدوده pH گسترده اشاره کرد (کومجارووا و همکارش، ۲۰۰۶).

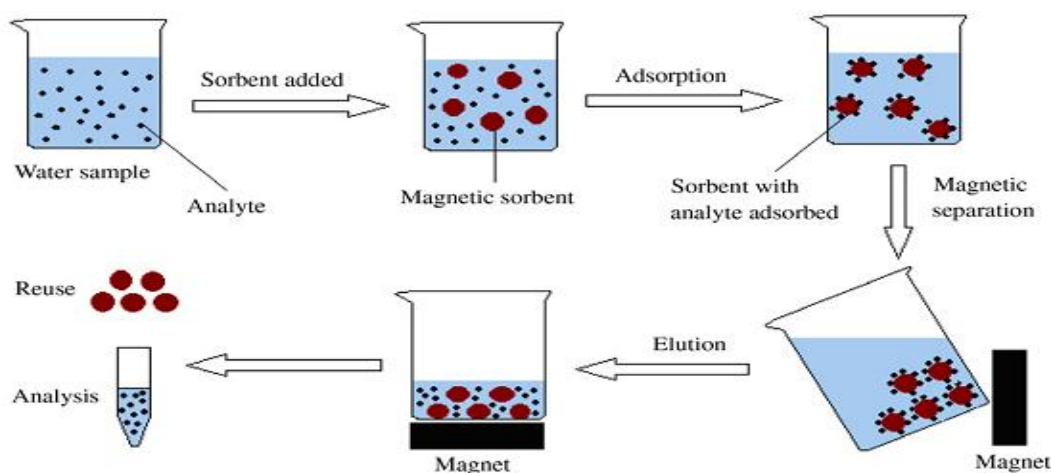
۱-۱-۶- انواع جاذب

عامل تاثیرگذار اصلی در کارایی استخراج فاز جامد نوع جاذبی است مورد استفاده قرار می‌گیرد. امروزه انواع مختلفی از جاذب‌ها در دسترس هستند که به طور عمده به دو گروه جاذب‌های آلی و جاذب‌های معدنی تقسیم بندی می‌شوند. جاذب‌های آلی خود به دو زیر شاخه جاذب‌های پلیمری و غیر پلیمری طبقه بندی می‌شوند، همچنانکه سیلیکاژل و آلومینا از مهمترین جاذب‌های معدنی محسوب می‌شوند (کومجارووا و همکارش، ۲۰۰۶). لازم به ذکر است که در همه موارد، جاذب‌ها شبکه‌های پلیمر مانند سه بعدی هستند که تحت شرایط خاص به منظور رسیدن به بیشترین میزان تخلخل و همچنین بالاترین مساحت سطح، ساخته می‌شوند.

۲-۱- استخراج فاز جامد مغناطیسی

جداسازی مغناطیسی برای اولین بار در سال ۱۷۹۲ توسط ویلیام فولرتون^۱ مطرح شد. از آن زمان به بعد، کاربردهای مختلفی از میدان‌های مغناطیسی در متون علمی آورده شده است. با معرفی روش‌های جداسازی مغناطیسی با استفاده از ذرات مغناطیسی کوچک در دهه‌ی ۱۹۷۰، توجه روزافزونی به سوی توسعه و کاربردهای آن‌ها معطوف گشت (آگیلارآرتیگا و همکارانش، ۲۰۱۰).

در سال ۱۹۹۹، سفاریکوا^۲ و همکارانش روش جداسازی مغناطیسی جدیدی را که استخراج با فاز جامد مغناطیسی^۳ نامیده می‌شود، معرفی کردند که به موجب آن بر اساس استفاده از یک جاذب مغناطیسی یا مغناطیس شونده، آنالیت‌های هدف از حجم زیادی از نمونه پیش‌تغلیظ شده، سپس با استفاده از یک جداکننده‌ی مغناطیسی مناسب از محلول جدا و پس از شویش تجزیه می‌شوند شکل (۱-).
(۲). در طی جداسازی، استفاده از یک میدان مغناطیسی خارجی ضروری است (آگیلارآرتیگا^۴ و همکارانش، ۲۰۱۰).



شکل ۲-۱- مراحل استخراج فاز جامد مغناطیسی

¹ William Fullarton

² Safariková

³ Magnetic Solid Phase Extraction

⁴ Aguilar-Arteaga

جداسازی و پیش تغلیظ آنالیت‌ها از حجم زیادی از محلول، با استفاده از ستون استاندارد SPE، زمان زیادی طول می‌کشد. تکنیک MSPE نسبت به مراحل وقت‌گیر سانتریفوژ و فیلتراسیون و استخراج با فاز جامد از مزایایی برخوردار است؛ MSPE جداسازی سریع‌تر و آسان‌تر محصول از حجم‌های بزرگ نمونه را با کمک یک مغناطیس امکان‌پذیر می‌سازد (زولتان^۱ و همکارش، ۲۰۰۵).

استخراج فاز جامد مغناطیسی کاربردهای بسیاری در میکروبی‌شناسی، زیست‌شناسی سلولی، زیست‌شناسی مولکولی و بیوشیمی، شیمی تجزیه و همچنین فناوری زیستی و فن‌آوری زیست‌محیطی پیدا کرده است؛ چرا که این روش سریع، گزینش‌پذیر، مقرون به صرفه و کارآمد می‌باشد (سافاریکوا^۲ و همکارش، ۱۹۹۹).

۱-۲-۱- جامدات مغناطیسی

اغلب جامدات مغناطیسی از مواد معدنی آهن و اکسیدهای مغناطیسی آهن مانند مگنتیت (Fe_3O_4) و مگمایت (Fe_2O_3) تشکیل شده‌اند (زولتان و همکارش، ۲۰۰۵).

بطور کلی جامدات مغناطیسی در شیمی تجزیه دارای دو کاربرد اصلی جداسازی یا تصفیه‌ی گونه‌های شیمیایی (عمدتاً استخراج با فاز جامد مغناطیسی) و استفاده در حسگرها می‌باشند. مواد جامد مغناطیسی اولین بار برای جداسازی مولکول‌های زیستی مورد استفاده قرار گرفت. با این حال، در سال‌های اخیر استفاده از جامدات مغناطیسی اصلاح شده با گروه‌های عاملی مختلف، برای پیش‌تغلیظ انواع ترکیبات آلی و معدنی از قبیل یون‌های فلزی، فلزات سنگین، داروهای ضد التهابی، آنتی‌بیوتیک‌ها، مسکن‌ها، آفت‌کش‌ها، حشره‌کش‌ها، رنگ‌ها، مواد فعال سطحی، مواد سرطان‌زا و ترکیبات فنلی گسترش یافته است. در حال حاضر استفاده از جامدات مغناطیسی با ابعاد نانومتری (نانوذرات مغناطیسی) در روش‌های تجزیه‌ای به عنوان جایگزینی مناسب در مقابل دیگر فازهای جاذب، در حال رشد و ترقی می‌باشد (زولتان و همکارش، ۲۰۰۵).

¹ Zoltan

² Safarikova