





دانشگاه تهران

پردیس علوم

دانشکده شیمی

پایان نامه دوره دکتری شیمی تجزیه

عنوان:

کاربرد روشهای ریزاستخراج با حلال و کروماتوگرافی گازی - اسپکترومتری  
جرمی برای اندازه گیری مقادیر بسیار کم برخی آلاینده های زیست محیطی

اساتید راهنما:

دکتر پرویز نوروزی، دکتر محمدرضا گنجعلی

نگارش:

هادی فرمهینی فراهانی

خرداد ۱۳۸۸

شکر و سپاس بیکران پروردگار عالمیان را که مرا آفرید، بر من منت نهاد که در راه علم و دانش

قدم بردارم و موفقیت در این راه را برایم مقدر نمود.

تقدیم به:

## پدر و مادرم،

سرچشمه های پاک و زلال مهر و محبت،

و مؤید امید، انگیزه و استقامت در زندگی ام از بدو تولد تا امروز

و با تشکر از برادر خوب و خواهر عزیزم که با فراهم کردن آرامش مرا در انجام این کار یاری

کردند.

## "من لم يشكر المخلوق، لم يشكر الخالق"

بر خود واجب می دانم از کلیه عزیزانی که صمیمانه در مراحل مختلف این پایان نامه مرا یاری کردند،

تشکر و قدردانی نمایم:

(۱) جناب آقای دکتر پرویز نوروزی و جناب آقای دکتر محمدرضا گنجعلی، اساتید راهنمای عزیزم

که در تمامی مراحل کار با راهنماییهای ارزشمند خود یاور و پشتیبان من بودند.

(۲) جناب آقای دکتر یعقوب اسدی، استاد فرزانه و محبوب که با اخلاق و منش بزرگوارانه خود مرا

به ادامه تحصیل علاقه مند ساخته و در طول این دوره از محضر ایشان استفاده کردم.

(۳) جناب آقای دکتر حسن سرشتی استاد فرزانه دانشکده شیمی که از محضر ایشان نیز درس علم

و اخلاق آموختم.

(۴) اساتید محترم جناب آقای دکتر یداله یمینی و جناب آقای دکتر حبیب باقری که زحمت

مطالعه و داوری این پایان نامه را به عهده داشتند.

(۵) سرکار خانم مدلل کار و سرکار خانم فرزانه، کارشناسان محترم و دلسوز گروه شیمی.

(۶) دوستان عزیز که در دوره دکتری در دانشگاه تهران در کنارم بودند و خاطرات زیبای این

بخش از زندگی در کنارشان رقم خورد:

آقایان سید رضا یوسفی، قاسم بهشتی روی، روح اله زارع، محسن اشجاری و مصطفی رضانی.

## چکیده

تحقیق حاضر شامل دو قسمت اصلی است: فتالات استرها

ریز استخراج مایع - مایع پخشی

: حلال استخراج کننده، کلروبنزن؛ حلال پخش کننده، استون؛ حجم

حلال استخراج کننده، ۹/۵ میکرولیتر؛ حجم حلال پخش کننده، ۰/۵ میلی لیتر؛ بدون افزایش نمک؛

زمان استخراج کمتر از ۵ ثانیه و در دمای محیط ( $25 \pm 1$  درجه سانتیگراد).

/ /

و درصدهای انحراف استاندارد نسبی در گستره ۶/۸ - ۴/۶ /

. به منظور بررسی کارایی روش استخراجی مایع - مایع پخشی، استخراج و اندازه گیری آنالیت های

هدف از نمونه های مختلف آبی با صحت و دقت بالا انجام شد.

در قسمت دوم شرایط ریزاستخراج با حلال آلی منجمد شونده به منظور استخراج و اندازه گیری فتالات

استرها و تری هالومتانها در آب به کمک دستگاه کروماتوگرافی گازی

بهینه شد. در مورد فتالات استرها شرایط بهینه به قرار زیر می باشد: حلال استخراج کننده، ۱ -

دودکانول؛ حجم حلال استخراج کننده، ۷ میکرولیتر؛ بدون افزایش نمک؛ دمای محلول نمونه، ۶۰ درجه

سانتیگراد؛ سرعت هم زدن محلول نمونه ۷۵۰ دور بر دقیقه و زمان استخراج، ۲۵ دقیقه. تحت شرایط بهینه برای فتالات استرها حد تشخیص در گستره ۰/۰۵ - ۰/۰۲ میکروگرم بر لیتر، فاکتورهای تغلیظ در گستره ۴۱۲ - ۳۰۷ / و درصدهای انحراف استاندارد

در گستره ۷/۷ - ۵/۵ بدست آمد. در مورد تری هالومتانها شرایط بهینه به قرار زیر بود: حلال استخراج کننده، ۱- آندکانول؛ حجم حلال استخراج کننده، ۷ میکرولیتر؛ غلظت نمک ۳ مولار؛ دمای محلول نمونه، ۶۰ درجه سانتیگراد؛ سرعت هم زدن محلول نمونه ۷۵۰ دور بر دقیقه؛ و زمان استخراج، ۱۵ دقیقه. تحت شرایط اخیر برای تری هالومتانها، حد تشخیص در گستره ۰/۰۸ - ۰/۰۳ میکروگرم بر لیتر، فاکتورهای تغلیظ در گستره ۴۸۲ - ۳۶۶ و درصدهای انحراف استاندارد نسبی در گستره ۸/۷ - ۵/۶ بدست آمد. سپس روش مذکور بطور موفقیت آمیزی در استخراج و اندازه‌گیری ترکیبات فوق از محیطهای مختلف آبی با صحت و دقت بالا بکار گرفته شد.

**کلمات کلیدی:** ریز استخراج با حلال، فتالات استرها، تری هالومتانها، کروماتوگرافی گازی -

اسپکترومتری جرمی، نمونه های آبی

## فهرست مطالب

### فصل اول: مروری بر روشهای استخراج و ریزاستخراج

- ۱-۱- مقدمه..... ۲
- ۲-۱- مروری بر روش های آماده سازی نمونه در صد سال گذشته..... ۳
- ۳-۱- روشهای آماده سازی نمونه..... ۴
  - ۱-۳-۱- صاف کردن..... ۴
  - ۲-۳-۱- روشهای استخراج..... ۴
    - ۱-۲-۳-۱- استخراج از نمونه های جامد..... ۵
    - ۲-۲-۳-۱- استخراج از نمونه های محلول..... ۹
      - ۱-۲-۲-۳-۱- روش های بدام اندازی گونه..... ۹
      - ۲-۲-۲-۳-۱- روشهای استخراج از درون فاز مایع..... ۱۱
      - ۳-۲-۳-۱- استخراج از نمونه های گازی..... ۱۴
      - ۳-۳-۱- روش های ریزاستخراج..... ۱۵
        - ۱-۳-۳-۱- استخراج ریز با فاز جامد (SPME)..... ۱۶
        - ۲-۳-۳-۱- ریز استخراج با فاز مایع (LPME)..... ۱۹
        - ۱-۲-۳-۳-۱- ریز استخراج فاز مایع بر مبنای قطره..... ۲۰
        - ۲-۲-۳-۳-۱- ریز استخراج با حلال توسط غشاء توخالی..... ۲۴
        - ۳-۳-۳-۳-۱- ریز استخراج مایع - مایع پخشی (DLLME)..... ۲۵
        - ۴-۳-۳-۳-۱- ریز استخراج با فاز مایع با استفاده از انجماد حلال..... ۲۸
- استخراج کننده..... ۲۸

فصل دوم: استخراج و اندازه گیری مقادیر بسیار کم فنالات استرها در نمونه های آبی با استفاده از روش ریز استخراج مایع - مایع پخشی و کروماتوگرافی گازی - اسپکترومتری

### جرمی

- ۱-۲- اهمیت اندازه گیری فنالات استرها..... ۳۰
- ۱-۲- روشهای متداول برای اندازه گیری فنالات استرها..... ۳۱
- ۳-۲- بخش تجربی..... ۳۲
- ۱-۳-۲- ابزار استفاده شده در تهیه محلولها..... ۳۲
- ۲-۳-۲- ابزار و وسایل استفاده شده در ریزاستخراج مایع - مایع پخشی..... ۳۲
- ۳-۳-۲- وسایل مورد استفاده در جداسازی و اندازه گیری گونهها..... ۳۲
- ۴-۳-۲- مواد شیمیائی مورد استفاده..... ۳۳
- ۵-۳-۲- مراحل عملی..... ۳۳
- ۱-۵-۳-۲- تهیه محلولها..... ۳۳
- ۶-۳-۲- روش کار در ریزاستخراج مایع - مایع پخشی..... ۳۴
- ۷-۳-۲- بهینه سازی شرایط جداسازی و تنظیم آشکارساز..... ۳۴
- ۸-۳-۲- بهینه سازی شرایط ریزاستخراج مایع - مایع پخشی..... ۳۵
- ۱-۸-۳-۲- نوع حلال استخراج کننده..... ۳۵
- ۲-۸-۳-۲- نوع حلال پخش کننده..... ۳۵
- ۳-۸-۳-۲- اثر حجم حلال استخراج کننده..... ۳۶
- ۴-۸-۳-۲- اثر حجم حلال پخش کننده..... ۳۶
- ۵-۸-۳-۲- اثر افزایش قدرت یونی..... ۳۶



- ۳۶.....۲-۳-۸-۶- اثر زمان استخراج.....
- ۳۷.....۲-۳-۹- رسم منحنی درجه بندی و ارزیابی کارائی روش.....
- ۳۷.....۲-۳-۱۰- استخراج از نمونه های حقیقی.....
- ۳۸.....۲-۴- روابط تئوری میکرو استخراج مایع - مایع پخشی.....
- ۴۰.....۲-۵- بحث و نتیجه گیری.....
- ۴۱.....۲-۵-۱- آزمایشهای اولیه و بهینه سازی شرایط جداسازی.....
- ۴۲.....۲-۵-۲- بهینه سازی شرایط استخراج.....
- ۴۲.....۲-۵-۲-۱- نوع حلال استخراج کننده.....
- ۴۳.....۲-۵-۲-۲- نوع حلال پخش کننده.....
- ۴۴.....۲-۵-۲-۳- حجم حلال استخراج کننده.....
- ۴۶.....۲-۵-۲-۴- حجم حلال پخش کننده.....
- ۴۸.....۲-۵-۲-۵- اثر افزایش نمک.....
- ۵۰.....۲-۵-۲-۶- اثر زمان استخراج.....
- ۵۱.....۲-۵-۳- رسم منحنی درجه بندی، تعیین ارقام شایستگی روش.....
- ۵۳.....۲-۵-۴- آنالیز نمونه های حقیقی.....
- ۵۸.....۲-۵-۵- مقایسه روش توسعه یافته با سایر روشها در آنالیز فتالات استرها.....
- ۵۹.....۲-۵-۶- نتیجه گیری.....

فصل سوم: استخراج و اندازه گیری مقادیر بسیار کم تری هالومتانها در نمونه های آبی با استفاده از روش ریز فاز مایع بر پایه جامد کردن حلال آلی و کروماتوگرافی گازی مجهز به اسپکترومتر جرمی

- ۱-۳- تری هالومتانها: مروری بر چگونگی تشکیل در آب و اهمیت اندازه گیری..... ۶۱
- ۲-۳- روشهای متداول برای اندازه گیری تری هالومتان ها..... ۶۷
- ۳-۳- بخش تجربی..... ۶۸
- ۱-۳-۳- ابزار استفاده شده در تهیه محلولها..... ۶۸
- ۲-۳-۳- ابزار استفاده شده در ریزاستخراج با فاز مایع..... ۶۸
- ۳-۳-۳- وسایل مورد استفاده در جداسازی و اندازه گیری گونه ها..... ۶۸
- ۴-۳-۳- مواد شیمیائی مورد استفاده..... ۶۹
- ۵-۳-۳- مراحل عملی..... ۶۹
- ۱-۵-۳-۳- تهیه محلولها..... ۶۹
- ۶-۳-۳- روش کار در ریزاستخراج با فاز مایع..... ۷۰
- ۱-۶-۳-۳- آماده سازی نمونه و حلال استخراج کننده..... ۷۰
- ۲-۶-۳-۳- دستگاهوری استخراج..... ۷۰
- ۷-۳-۳- بهینه سازی شرایط جداسازی و تنظیم آشکارساز..... ۷۱
- ۸-۳-۳- عوامل مؤثر بر ریزاستخراج با فاز مایع..... ۷۱
- ۱-۸-۳-۳- نوع حلال استخراج کننده..... ۷۱
- ۲-۸-۳-۳- اثر دمای محلول نمونه..... ۷۲
- ۳-۸-۳-۳- اثر افزایش قدرت یونی..... ۷۲

- ۷۲.....۳-۳-۸-۴- اثر حجم حلال استخراج کننده.....
- ۷۳.....۳-۳-۸-۵- اثر زمان استخراج.....
- ۷۳.....۳-۳-۹- رسم منحنی درجه بندی، تعیین ارقام شایستگی و محاسبه فاکتور تغلیظ.....
- ۷۳.....۳-۳-۱۰- آنالیز نمونه‌های حقیقی.....
- ۷۴.....۳-۴- معادلات تئوری حاکم بر روش ارائه شده.....
- ۷۷.....۳-۵- بحث و نتیجه گیری.....
- ۷۷.....۳-۵-۱- آزمایش‌های اولیه و بهینه سازی شرایط جداسازی.....
- ۷۹.....۳-۵-۲- بهینه سازی شرایط استخراج.....
- ۷۹.....۳-۵-۲-۱- نوع حلال استخراج کننده.....
- ۸۰.....۳-۵-۲-۲- دمای محلول نمونه.....
- ۸۱.....۳-۵-۲-۳- قدرت یونی محلول نمونه.....
- ۸۲.....۳-۵-۲-۴- حجم حلال استخراج کننده.....
- ۸۴.....۳-۵-۲-۵- سرعت همزدن محلول نمونه.....
- ۸۶.....۳-۵-۲-۶- زمان استخراج.....
- ۸۶.....۳-۵-۳- رسم منحنی درجه بندی، تعیین ارقام شایستگی روش.....
- ۸۷.....۳-۵-۴- آنالیز نمونه های حقیقی.....
- ۹۰.....۳-۵-۵- مقایسه روش توسعه یافته با سایر روشها در آنالیزتری هالومتانها.....
- ۹۱.....۳-۵-۶- نتیجه گیری.....

فصل چهارم: کاربرد ریزاستخراج فاز مایع بر پایه جامد کردن حلال آلی - کروماتوگرافی  
گازی - اسپکترومتر جرمی برای اندازه گیری مقادیر بسیار کم فتالات استرها در نمونه های  
آبی

- ۹۴-۱-۴- یک کاربرد نوعی روش ریزاستخراج فاز مایع بر پایه جامد کردن حلال آلی..... ۹۴
- ۹۴-۲-۴- بخش تجربی..... ۹۴
- ۹۴-۱-۲-۴- ابزار استفاده شده در تهیه محلولها (مانند بخش ۳-۳-۱)..... ۹۴
- ۹۴-۲-۲-۴- ابزار استفاده شده در ریزاستخراج با فاز مایع (مانند بخش ۳-۳-۲)..... ۹۴
- ۹۴-۳-۲-۴- وسایل مورد استفاده در جداسازی و اندازه گیری گونه‌ها (مانند بخش ۲-۲-۳)..... ۹۴
- ۹۴-۴-۲-۴- مواد شیمیائی مورد استفاده (مانند بخش ۲-۲-۴)..... ۹۴
- ۹۴-۵-۲-۴- مراحل عملی..... ۹۴
- ۹۴-۱-۵-۲-۴- تهیه محلولها (مانند بخش ۲-۲-۵-۱)..... ۹۴
- ۹۴-۲-۵-۲-۴- روش کار در ریزاستخراج با فاز مایع..... ۹۴
- ۹۴-۳-۵-۲-۴- آماده سازی نمونه و حلال استخراج کننده (مانند بخش ۳-۳-۶-۱)..... ۹۴
- ۹۴-۴-۵-۲-۴- دستگاهوری استخراج (مانند بخش ۳-۳-۶-۲)..... ۹۴
- ۹۵-۳-۴- بحث و نتیجه گیری..... ۹۵
- ۹۵-۱-۳-۴- آزمایشهای اولیه و بهینه سازی شرایط جداسازی..... ۹۵
- ۹۷-۲-۳-۴- بهینه سازی شرایط استخراج..... ۹۷
- ۹۷-۱-۲-۳-۴- نوع حلال استخراج کننده..... ۹۷
- ۹۸-۲-۲-۳-۴- دمای محلول نمونه..... ۹۸
- ۹۹-۳-۲-۳-۴- قدرت یونی محلول نمونه..... ۹۹

- ۱۰۰.....۴-۳-۲-۴- حجم حلال استخراج کننده.....
- ۱۰۰.....۴-۳-۲-۵- سرعت همزدن محلول نمونه.....
- ۱۰۱.....۴-۳-۲-۶- زمان استخراج.....
- ۱۰۲.....۴-۳-۳- رسم منحنی درجه بندی، تعیین ارقام شایستگی و محاسبه فاکتور تغلیظ.....
- ۱۰۴.....۴-۳-۴- آنالیز نمونه های حقیقی.....
- ۱۱۰.....۴-۳-۵- مقایسه روش توسعه یافته با سایر روشها در آنالیز فتالات استرها.....
- ۱۱۱.....۴-۳-۶- نتیجه گیری.....
- ۱۱۳.....مراجع.....

## فهرست شکلها

- شکل ۱-۱- شمای کلی یک سیستم استخراج سوکسوله..... ۵
- شکل ۲-۱- شمای یک سیستم استخراج با مایع تحت فشار (PLE)..... ۶
- شکل ۳-۱- شمای یک سیستم استخراج به کمک امواج ریزموج..... ۷
- شکل ۴-۱- دستگاه استخراج با سیال فوق بحرانی..... ۸
- شکل ۵-۱- مراحل استخراج با فاز جامد..... ۱۰
- شکل ۶-۱- سیستم استخراج با بهمزن (Twister)..... ۱۱
- شکل ۷-۱- چند نوع سیستم استخراج غشایی متداول..... ۱۲
- شکل ۸-۱- شمای ساده از یک سیستم دیالیز..... ۱۳
- شکل ۹-۱- استخراج غشایی توسط یک جاذب..... ۱۳
- شکل ۱۰-۱- ابزار SPME بر پایه میکرو سرنگ هامیلتون..... ۱۶
- شکل ۱۱-۱- روشهای اجرایی SPME (a) نمونه برداری از فضای فوقانی (b) استخراج مستقیم..... ۱۸
- شکل ۱۲-۱- نمای جانبی از سیستم میکرواستخراج با حلال با استفاده از میله‌ی تفلونی..... ۲۰
- شکل ۱۳-۱- نمایی از روش ریزاستخراج با تک قطره. استخراج از درون محلول (راست) و استخراج از فضای فوقانی (چپ)..... ۲۱
- شکل ۱۴-۱- سیستم SME/BE. فاز آبی پذیرنده با حجمی در حد ۱۰۰ تا ۲۰۰ میکرولیتر (راست) و فاز پذیرنده به صورت میکروقطره (چپ)..... ۲۳
- شکل ۱۵-۱- مراحل انجام روش ریز استخراج مایع - مایع پخشی..... ۲۷
- شکل ۱۶-۱- طرح سیستم ریز استخراج با فاز مایع با استفاده از انجماد حلال استخراج کننده..... ۲۸

- شکل ۱-۲- ساختار فتالات استرهای مورد مطالعه..... ۳۱
- شکل ۲-۲ الف اثر حجم حلال استخراج کننده کلروبنزن بر حجم فاز ته نشینی..... ۴۵
- شکل ۲-۲ ب اثر حجم حلال استخراج کننده کلروبنزن بر فاکتور تغلیظ..... ۴۶
- شکل ۳-۲ اثر حجم حلال پخش کننده استون بر راندمان استخراج فتالات استرها..... ۴۸
- شکل ۴-۲ الف اثر افزایش نمک بر حجم حلال ته نشین شده..... ۴۹
- شکل ۴-۲ ب اثر افزایش نمک بر راندمان استخراج..... ۴۹
- شکل ۴-۲ ج اثر افزایش نمک بر فاکتور تغلیظ..... ۵۰
- شکل ۵-۲ اثر زمان استخراج بر سطح زیر پیک آنالیت ها..... ۵۱
- شکل ۶-۲- کروماتوگرام های بدست آمده حاصل از بکارگیری روش DLLME-GC-MS (الف) قبل و (ب) بعد از افزودن استاندارد فتالات استرها با غلظت ۰/۸۰ میکروگرم بر لیتر..... ۵۷
- شکل ۱-۳- ارزیابی نوع حلال آلی در استخراج تری هالومتانها از آب..... ۸۰
- شکل ۲-۳- بررسی اثر دما در استخراج تری هالومتانها از آب..... ۸۱
- شکل ۳-۳- بررسی اثر نمک در استخراج تری هالومتانها از آب..... ۸۲
- شکل ۴-۳- بررسی اثر حجم حلال آلی در استخراج تری هالومتانها از آب..... ۸۳
- شکل ۵-۳- بررسی اثر سرعت همزدن محلول در استخراج تری هالومتانها از آب..... ۸۴
- شکل ۶-۳- بررسی اثر زمان در استخراج تری هالومتانها از آب..... ۸۵
- شکل ۷-۳- کروماتوگرام بدست آمده برای آنالیز نمونه آب شماره (۱) با روش LPME-GC-MS در شرایط بهینه بعد از افزودن استاندارد مخلوط تری هالومتانها با غلظت ۰/۵۰ میکروگرم بر لیتر..... ۸۹
- شکل ۱-۴- ارزیابی نوع حلال آلی در استخراج فتالات استرها از آب..... ۹۷
- شکل ۲-۴- بررسی اثر دما در استخراج فتالات استرها از آب..... ۹۸

- شکل ۳-۴- بررسی اثر نمک در استخراج فتالات استرها از آب..... ۹۹
- شکل ۴-۴- بررسی اثر حجم حلال آلی در استخراج فتالات استرها از آب..... ۱۰۰
- شکل ۵-۴- بررسی اثر سرعت همزدن محلول در استخراج فتالات استرها از آب..... ۱۰۱
- شکل ۶-۴- بررسی اثر زمان در استخراج تری فتالات استرها از آب..... ۱۰۲
- شکل ۷-۴- کروماتوگرام های بدست آمده حاصل از بکارگیری روش LPME – GC - MS (الف)
- قبل و (ب) بعد از افزودن استاندارد فتالات استرها با غلظت ۵/۰ میکروگرم بر لیتر..... ۱۰۹



## فهرست جداول

- جدول ۱-۲- شرایط دستگاه کروماتوگراف گازی برای جداسازی فتالات استرها.....۴۰
- جدول ۲-۲- زمانهای بازداری، یونهای انتخاب شده و شروع روبش برای ترکیبات مورد مطالعه.....۴۱
- جدول ۳-۲- ارزیابی حلالهای استخراجی مختلف در استخراج فتالات استرها با روش DLLME.....۴۳
- جدول ۴-۲- ارزیابی حلالهای پخش کننده مختلف در استخراج فتالات استرها با روش DLLME.....۴۴
- جدول ۵-۲- برخی پارامترهای تجزیه ای در اندازه گیری فتالات استرها به روش DLLME.....۵۳
- جدول ۶-۲- الف آنالیز نمونه آب شهر تهران.....۵۵
- جدول ۶-۲- ب آنالیز نمونه آب معدنی پلور.....۵۵
- جدول ۶-۲- ج آنالیز نمونه آب معدنی داماش.....۵۶
- جدول ۶-۲- د آنالیز نمونه آب رودخانه جاجرود.....۵۶
- جدول ۷-۲- مقایسه برخی از پارامترهای تجزیه ای روش مورد نظر با سایر روشها در آنالیز فتالات استرها.....۵۸
- جدول ۱-۳- محصولات جانبی ناشی از کاربرد کلر به همراه علامت اختصاری و فرمول شیمیایی.....۶۳
- جدول ۲-۳- مقادیر استاندارد ارائه شده برای ترکیبات تری هالومتان در آب آشامیدنی توسط کشورها و سازمانهای مختلف جهان.....۶۶
- جدول ۳-۳- شرایط دستگاه کروماتوگراف گازی برای جداسازی تری هالومتانها.....۷۷
- جدول ۴-۳- زمانهای بازداری، یونهای انتخاب شده و شروع روبش برای ترکیبات مورد مطالعه.....۷۸
- جدول ۵-۳- نام و نقطه ذوب تعدادی از حلالهای ارائه شده در روش میکرواستخراج با فاز مایع با استفاده از انجماد حلال استخراج کننده.....۷۹

- جدول ۳-۶- برخی پارامترهای تجزیه ای در اندازه گیری تری هالومتان ها به روش LPME.....۸۷
- جدول ۳-۷- الف آنالیز نمونه آب شماره (۱)، پس از فرآیند اُزن زنی.....۸۸
- جدول ۳-۷- ب آنالیز نمونه آب شماره (۲)، پس از فرآیند کلرزنی - نمونه برداری از خیابان فاطمه.....۸۸
- جدول ۳-۷- ج آنالیز نمونه آب شماره (۳)، پس از فرآیند کلرزنی - نمونه برداری از دانشگاه شهید عباسپور.....۸۹
- جدول ۳-۸- مقایسه برخی از پارامترهای تجزیه ای روش مورد نظر با سایر روشها در آنالیز تری هالومتانها.....۹۰
- جدول ۴-۱- شرایط دستگاه کروماتوگراف گازی برای جداسازی فتالات استرها.....۹۵
- جدول ۴-۲- زمانهای بازداری، یونهای انتخاب شده و شروع روبش برای ترکیبات مورد مطالعه.....۹۶
- جدول ۴-۳- برخی پارامترهای تجزیه ای در اندازه گیری فتالات استرها به روش LPME.....۱۰۴
- جدول ۴-۴- الف آنالیز نمونه آب شهر تهران.....۱۰۵
- جدول ۴-۴- ب آنالیز نمونه آب معدنی چشمه.....۱۰۶
- جدول ۴-۴- ج آنالیز نمونه آب معدنی کوه رنگ.....۱۰۷
- جدول ۴-۴- د آنالیز نمونه آب رودخانه جاجرود.....۱۰۸
- جدول ۴-۵- مقایسه برخی از پارامترهای تجزیه ای روش مورد نظر با سایر روشها در آنالیز فتالات استرها.....۱۱۰

# فصل اول

مروری بر روشهای

استخراج و ریزاستخراج

## ۱-۱- مقدمه

طی سالیان متمادی تلاش های زیادی در زمینه ابداع روش های نوین به منظور اندازه گیری بقایای اندک مواد شیمیایی زیان آور در نمونه های زیست محیطی، بیولوژیکی و صنعتی صورت پذیرفته است. این تلاش ها به پیشرفتهای قابل ملاحظه ای در دستگاه های تجزیه ای منجر گردیده است. با توجه به اینکه تجزیه گرها قادر به ارائه مستقیم نمونه به همراه بافت<sup>۱</sup> آن به دستگاه های موجود نمی باشند، وجود یک مرحله آماده سازی نمونه<sup>۲</sup> ضروری به نظر می رسد. بسته به ساختار فیزیکی نمونه ها و ماهیت شیمیایی آنها، روش های مختلفی برای آماده سازی و تهیه نمونه ها مورد استفاده قرار می گیرند. اهداف عمومی این روش ها به شرح زیر است:

- حذف مزاحمت های بالقوه بخصوص مزاحمت های ناشی از بافت نمونه در مراحل جداسازی و تشخیص نمونه و در نتیجه افزایش گزینش پذیری روش.
  - تغلیظ نمونه به منظور اندازه گیری مقادیر کم و افزایش انتخابگری روش.
  - تبدیل گونه به فرم مناسب تر برای جداسازی و تشخیص بهتر.
  - دستیابی به یک روش تکرارپذیر و کارآمد که مستقل از تغییرات بافت نمونه عمل نماید [۱].
- بدیهی است که یک روش تهیه نمونه نامناسب می تواند کل فرایند تجزیه ای را تحت تاثیر قرار دهد. یک مطالعه مروری در سال ۱۹۹۱ بیان داشت که روش های آماده سازی نمونه فقط توسط ۶۱٪ شیمیدانان مورد استفاده قرار گرفته اند و از این میان ۹۲٪ آنان معتقدند که این روش ها حائز اهمیت می باشند [۲]. از این رو تا قبل از دهه اخیر، تعداد معدودی مراجع و مقالات مروری در این زمینه منتشر شده است [۳-۵].

<sup>1</sup> Matrix

<sup>2</sup> Sample preparation