

وزارت علوم، تحقیقات و فناوری



دانشگاه دامغان

دانشکده شیمی

پایان نامه کارشناسی ارشد شیمی (تجزیه)

پیش تغلیظ و اندازه‌گیری اریتروزین و دیازپام به روش استخراج فاز جامد با استفاده از نانوذرات مغناطیسی اکسید آهن و نانوذرات گوگرد اصلاح شده

توسط

زهرا غربا

استاد راهنما

دکتر بهزاد آیباقی اصفهانی

بهمن ۱۳۹۰

وزارت علوم، تحقیقات و فناوری

دانشگاه دامغان

دانشکده شیمی

پایان نامه کارشناسی ارشد شیمی (تجزیه)

پیش تغلیظ و اندازه‌گیری اریتروزین و دیازپام به روش استخراج فاز جامد با استفاده از نانوذرات مغناطیسی اکسید آهن و نانوذرات گوگرد اصلاح شده

توسط

زهرا غربا

استاد راهنما

دکتر بهزاد آیباقی اصفهانی

بهمن ۱۳۹۰

## چکیده

### عنوان پایان نامه

پیش تغلیظ و اندازه‌گیری اریتروزین و دیازپام به روش استخراج فاز جامد با استفاده از نانوذرات مغناطیسی اکسید آهن و نانوذرات گوگرد اصلاح شده

### توسط

زهرا غربا

یک روش جدید و آسان استخراج فاز جامد با استفاده از نانوذرات مغناطیسی اکسید آهن برای پیش تغلیظ و اندازه‌گیری اسپکتروفتومتری مقادیر جزئی اریتروزین در محلول آبی بررسی شد. در این روش محلول آبی حاوی اریتروزین، توسط نانوذرات اکسید آهن جذب می‌شود. بعد از مرحله پیش تغلیظ و جداسازی، آنالیت (اریتروزین) با استونیتریل شسته شده و سپس با دستگاه اسپکتروفتومتر فرابنفش-مرئی اندازه‌گیری می‌شود. پارامترهای مختلفی از قبیل pH محلول، نوع و حجم بافر، حجم شوینده، مقدار فاز ساکن، زمان هم زدن، زمان شویش و اثر یون‌های مزاحم بررسی شدند. حد تشخیص روش بر اساس سه برابر انحراف استاندارد شاهد  $1 \text{ ng.mL}^{-1}$   $3/658$  گزارش شد. منحنی کالیبراسیون در محدوده  $1 \text{ ng.mL}^{-1}$   $7-70$  خطی می‌باشد. مقادیر انحراف استاندارد نسبی برای غلظت‌های  $1 \text{ ng.mL}^{-1}$  و  $600$  به ترتیب  $3/17\%$  و  $2/32\%$  به دست آمد. روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری اریتروزین در نمونه‌های آب خلیج فارس و مغز پسته به کار گرفته شد.

یک روش استخراج فاز جامد تجزیه‌ای ساده و معتبر برای پیش تغلیظ مقادیر ناچیز دیازپام توسط نانوذرات گوگرد اصلاح شده به عنوان استخراج کننده فاز جامد، قبل از اندازه‌گیری آن توسط کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا پیشنهاد شده است. در این روش محلول آبی حاوی دیازپام هنگام عبور از ستون توسط نانوذرات گوگرد اصلاح شده با کاتیون مس (II) جذب می‌شود. بعد از مرحله پیش تغلیظ و جداسازی، آنالیت با متانول شسته شده و سپس با دستگاه کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا اندازه‌گیری می‌شود. پارامترهای مختلفی از قبیل pH محلول، نوع و حجم بافر، حجم شوینده، مقدار فاز ساکن، سرعت جریان شوینده و محلول و اثر یون‌های مزاحم بررسی شدند. حد تشخیص روش بر اساس سه برابر انحراف استاندارد شاهد  $1 \text{ ng.mL}^{-1}$   $0/11$  گزارش شد. منحنی کالیبراسیون در محدوده  $1 \text{ ng.mL}^{-1}$   $5-50$  خطی می‌باشد. مقادیر انحراف استاندارد نسبی برای غلظت‌های  $1 \text{ ng.mL}^{-1}$  و  $50$  به ترتیب  $2/51\%$  و  $1/79\%$  به دست آمد. روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری دیازپام در نمونه‌های قرص و پلاسما به کار گرفته شد.

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱	فصل اول - مباحث تئوری .....
۲	۱-۱- مقدمه .....
۳	۲-۱- روش استخراج .....
۴	۳-۱- تاریخچه استخراج .....
۴	۴-۱- استخراج مایع-مایع .....
۵	۱-۴-۱- معایب استخراج مایع-مایع .....
۵	۵-۱- استخراج فاز جامد .....
۷	۱-۵-۱- مزایای استخراج فاز جامد نسبت به استخراج مایع-مایع .....
۹	۶-۱- تاریخچه استخراج فاز جامد .....
۱۰	۷-۱- اصول کلی استخراج فاز جامد .....
۱۳	۸-۱- اهداف استخراج فاز جامد .....
۱۵	۹-۱- مکانیسم‌های جذب .....
۱۶	۱-۹-۱- SPE به روش فاز نرمال .....
۱۶	۲-۹-۱- SPE به روش فاز معکوس .....
۱۷	۳-۹-۱- SPE به روش تبادل یونی .....
۱۹	۱۰-۱- مراحل چهارگانه استخراج فاز جامد .....
۲۰	۱-۱۰-۱- ایجاد شرایط .....
۲۱	۲-۱۰-۱- جذب سطحی .....
۲۲	۳-۱۰-۱- شستشو .....
۲۳	۴-۱۰-۱- شویش .....
۲۴	۱۱-۱- دستگاه‌ها .....
۲۴	۱-۱۱-۱- دیسک‌ها .....
۲۵	۲-۱۱-۱- کارتریج‌ها و لوله‌های انباشته .....

- ۱۲-۱- خواص مطلوب جاذب‌های مورد استفاده ..... ۲۷
- ۱-۱۲-۱- مساحت سطح زیاد..... ۲۷
- ۲-۱۲-۱- جذب سطحی برگشت پذیر..... ۲۷
- ۳-۱۲-۱- میزان خلوص..... ۲۷
- ۴-۱۲-۱- پایداری شیمیایی و حرارتی مناسب..... ۲۸
- ۵-۱۲-۱- تماس سطحی خوب با محلول نمونه..... ۲۸
- ۶-۱۲-۱- بازیابی با درصد بالا..... ۲۹
- ۱۳-۱- انواع جاذب‌های مورد استفاده در استخراج فاز جامد..... ۳۰
- ۱-۱۳-۱- ذرات سیلیکای فاز پیوندی..... ۳۰
- ۲-۱۳-۱- جاذب‌های بر پایه کربن..... ۳۰
- ۳-۱۳-۱- جاذب‌های پلیمری آلی..... ۳۱
- ۴-۱۳-۱- جاذب‌های پلیمری اصلاح شده..... ۳۲
- ۵-۱۳-۱- پلیمرهای قالب مولکولی..... ۳۲
- ۶-۱۳-۱- جاذب‌های مصون..... ۳۳
- ۷-۱۳-۱- جاذب‌های تبادل یونی..... ۳۴
- ۱۴-۱- جاذب‌های نانو..... ۳۴
- ۱۵-۱- نانو و نانو فناوری..... ۳۵
- ۱-۱۵-۱- نانوذرات..... ۳۶
- ۱۶-۱- سیالات مغناطیسی..... ۳۶
- ۱-۱۶-۱- جداسازی مغناطیسی..... ۳۸
- ۱۷-۱- کاربردهای استخراج فاز جامد تجزیه‌ای..... ۴۱
- ۱۸-۱- مروری بر تحقیقات انجام شده در زمینه پیش‌تغلیظ و اندازه‌گیری اریتروزین..... ۴۱
- ۱۹-۱- مروری بر تحقیقات انجام شده در زمینه پیش‌تغلیظ و اندازه‌گیری دیازپام..... ۴۳
- فصل دوم- پیش‌تغلیظ اریتروزین به روش استخراج فاز جامد با استفاده از نانوذرات مغناطیسی پیش از اندازه-  
گیری به وسیله اسپکتروسکوپی فرابنفش-مرئی..... ۴۷
- ۱-۲- مقدمه..... ۴۸
- ۱-۱-۲- رنگ‌های خوراکی..... ۴۹

۴۹	..... ۲-۲- اریتروزین
۵۰	..... ۲-۲-۱- کاربردهای اریتروزین
۵۱	..... ۲-۲-۲- اثرات اریتروزین بر روی سلامتی انسان
۵۲	..... ۲-۲-۳- مقدار مجاز اریتروزین
۵۳	..... ۲-۳- بخش تجربی
۵۳	..... ۲-۳-۱- دستگاه‌ها و لوازم مورد نیاز
۵۴	..... ۲-۳-۲- مواد شیمیایی
۵۴	..... ۲-۳-۳- تهیه محلول‌های شیمیایی مورد استفاده
۵۵	..... ۲-۳-۴- تهیه جاذب نانوذرات اکسید آهن
۵۶	..... ۲-۳-۵- روش کار
۵۷	..... ۲-۴- بحث و نتیجه‌گیری
۵۸	..... ۲-۴-۱- بهینه‌سازی نوع شوینده
۵۹	..... ۲-۴-۲- بهینه‌سازی pH
۶۱	..... ۲-۴-۳- بهینه‌سازی نوع بافر
۶۱	..... ۲-۴-۴- بهینه‌سازی حجم بافر
۶۳	..... ۲-۴-۵- بهینه‌سازی مقدار فاز ساکن (نانوذرات اکسید آهن)
۶۴	..... ۲-۴-۶- بهینه‌سازی زمان هم‌زدن
۶۶	..... ۲-۴-۷- بهینه‌سازی حجم شوینده
۶۷	..... ۲-۴-۸- بهینه‌سازی زمان شویش فاز ساکن با حلال شوینده
۶۸	..... ۲-۴-۹- شرایط بهینه
۶۹	..... ۲-۴-۱۰- منحنی کالیبراسیون
۷۱	..... ۲-۴-۱۱- ارقام شایستگی
۷۳	..... ۲-۴-۱۲- بررسی اثر گونه‌های مزاحم
۷۴	..... ۲-۴-۱۳- اندازه‌گیری اریتروزین در نمونه‌های حقیقی
۷۶	..... ۲-۵- نتیجه‌گیری

فصل سوم- پیش تغلیظ دیازپام به روش استخراج فاز جامد با استفاده از نانوذرات گوگرد اصلاح شده پیش از اندازه‌گیری به‌وسیله کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا.....	۷۸
۱-۳- دیازپام.....	۷۹
۲-۳- بخش تجربی.....	۸۱
۱-۲-۳- دستگاه‌ها و لوازم مورد نیاز.....	۸۱
۲-۲-۳- مواد شیمیایی.....	۸۲
۳-۲-۳- تهیه محلول‌های شیمیایی مورد استفاده.....	۸۳
۴-۲-۳- تهیه جاذب نانوذرات گوگرد.....	۸۴
۵-۲-۳- تهیه ستون جاذب نانوذرات گوگرد.....	۸۵
۶-۲-۳- روش کار.....	۸۶
۳-۳- بحث و نتیجه‌گیری.....	۸۷
۱-۳-۳- انتخاب گونه اصلاح کننده.....	۸۷
۲-۳-۳- انتخاب نوع شوینده.....	۸۸
۳-۳-۳- بهینه سازی pH.....	۸۸
۴-۳-۳- بهینه سازی نوع بافر.....	۹۰
۵-۳-۳- بهینه سازی حجم بافر.....	۹۰
۶-۳-۳- بهینه سازی مقدار فاز ساکن (نانوذرات گوگرد).....	۹۲
۷-۳-۳- بهینه سازی غلظت مس (II).....	۹۳
۸-۳-۳- بهینه سازی حجم شوینده.....	۹۵
۹-۳-۳- بهینه سازی سرعت جریان عبور شوینده.....	۹۶
۱۰-۳-۳- بهینه سازی سرعت جریان عبور محلول نمونه.....	۹۸
۱۱-۳-۳- ظرفیت جاذب.....	۹۹
۱۲-۳-۳- شرایط بهینه.....	۱۰۰
۱۳-۳-۳- منحنی کالیبراسیون.....	۱۰۱
۱۴-۳-۳- ارقام شایستگی.....	۱۰۳
۱۵-۳-۳- بررسی اثر گونه‌های مزاحم.....	۱۰۵
۱۶-۳-۳- اندازه‌گیری دیازپام در نمونه‌های حقیقی.....	۱۰۶



۱۰۹.....نتیجه گیری ۴-۳

۱۱۰.....منابع

## فهرست شکل‌ها

صفحه	عنوان
۶	شکل (۱-۱): دستگاه استخراج فاز جامد.....
۱۸	شکل (۲-۱): تعویض کننده یونی .....
۱۸	شکل (۳-۱): مکان‌های قوی تعویض یون .....
۱۹	شکل (۴-۱): مکان‌های ضعیف تعویض یون.....
۲۰	شکل (۵-۱): چهار مرحله استخراج فاز جامد .....
۲۱	شکل (۶-۱): فعال سازی یک فاز C <sub>18</sub> با هگزان نرمال.....
۲۵	شکل (۷-۱): سیستم عمومی دیسک SPE.....
۲۶	شکل (۸-۱): ساختمان یک کارتریج.....
۳۳	شکل (۹-۱): تهیه پلیمر قالب مولکولی.....
۳۴	شکل (۱۰-۱): یک جاذب مصون در حال پیوند با یک آنالیت.....
۴۰	شکل (۱۱-۱): نانوذرات اکسید آهن که توسط مولکول‌های مختلف عامل‌دار شده است.....
۴۰	شکل (۱۲-۱): پوشیده شدن نانوذرات با سورفکتانت به صورت تک لایه و دو لایه.....
۵۰	شکل (۱-۲): ساختار شیمیایی اریتروزین.....
۵۶	شکل (۲-۲): تصویر SEM نانوذرات اکسید آهن .....
۵۷	شکل (۳-۲): استفاده از نانوذرات اکسید آهن در استخراج فاز جامد پیمان‌های.....
۵۸	شکل (۴-۲): طیف جذبی اریتروزین.....
۶۰	شکل (۵-۲): اثر pH بر روی جذب اریتروزین.....
۶۲	شکل (۶-۲): اثر حجم بافر بر روی جذب اریتروزین.....
۶۴	شکل (۷-۲): اثر مقدار فاز ساکن بر روی جذب اریتروزین.....
۶۵	شکل (۸-۲): اثر زمان هم زدن بر روی جذب اریتروزین.....
۶۷	شکل (۹-۲): اثر حجم شوینده بر روی جذب اریتروزین.....
۶۸	شکل (۱۰-۲): اثر زمان شویش فاز ساکن با حلال شوینده بر روی جذب اریتروزین.....
۷۰	شکل (۱۱-۲): منحنی کالیبراسیون اریتروزین پس از پیش‌تغلیظ.....

- شکل (۱-۳): ساختار شیمیایی دیازپام..... ۷۹
- شکل (۲-۳): تصویر SEM نانوذرات گوگرد..... ۸۵
- شکل (۳-۳): ستون حاوی جاذب نانوذرات گوگرد..... ۸۶
- شکل (۴-۳): اثر pH بر روی جذب دیازپام..... ۸۹
- شکل (۵-۳): اثر حجم بافر بر روی جذب دیازپام..... ۹۱
- شکل (۶-۳): اثر مقدار فاز ساکن..... ۹۳
- شکل (۷-۳): اثر غلظت مس (II) بر روی جذب دیازپام..... ۹۴
- شکل (۸-۳): اثر حجم شوینده..... ۹۶
- شکل (۹-۳): اثر سرعت جریان شوینده..... ۹۷
- شکل (۱۰-۳): اثر سرعت جریان محلول بر روی جذب دیازپام..... ۹۹
- شکل (۱۱-۳): منحنی کالیبراسیون دیازپام پس از پیش تغلیظ..... ۱۰۲
- شکل (۱۲-۳): منحنی کالیبراسیون میانگین برای دیازپام به روش افزایش استاندارد..... ۱۰۹

## فهرست جداول

عنوان	صفحه
جدول (۱-۲): ADI رنگ‌های مجاز.....	۵۳
جدول (۲-۲): تأثیر نوع شوینده روی جذب اریتروزین.....	۵۹
جدول (۳-۲): تأثیر pH روی جذب اریتروزین.....	۶۰
جدول (۴-۲): تأثیر نوع بافر روی جذب اریتروزین.....	۶۱
جدول (۵-۲): تأثیر حجم بافر روی جذب اریتروزین.....	۶۲
جدول (۶-۲): تأثیر مقدار فاز ساکن روی جذب اریتروزین.....	۶۳
جدول (۷-۲): تأثیر زمان هم زدن روی جذب اریتروزین.....	۶۵
جدول (۸-۲): تأثیر حجم شوینده روی جذب اریتروزین.....	۶۶
جدول (۹-۲): تأثیر زمان شویش فاز ساکن با حلال شوینده روی جذب اریتروزین.....	۶۷
جدول (۱۰-۲): شرایط بهینه برای اندازه‌گیری اریتروزین.....	۶۹
جدول (۱۱-۲): جذب محلول برای غلظت‌های مختلف اریتروزین.....	۷۰
جدول (۱۲-۲): مقادیر جذب اندازه‌گیری شده برای محلول بلانک.....	۷۱
جدول (۱۳-۲): نتایج اندازه‌گیری‌های غلظت $100 \text{ ng.mL}^{-1}$ اریتروزین برای محاسبه RSD.....	۷۲
جدول (۱۴-۲): نتایج اندازه‌گیری‌های غلظت $600 \text{ ng.mL}^{-1}$ اریتروزین برای محاسبه RSD.....	۷۳
جدول (۱۵-۲): اثرگونه‌های مزاحم.....	۷۴
جدول (۱۶-۲): اندازه‌گیری اریتروزین در آب خلیج فارس.....	۷۵
جدول (۱۷-۲): اندازه‌گیری اریتروزین در مغز پسته.....	۷۶
جدول (۱-۳): تأثیر گونه اصلاح کننده روی جذب دیازپام.....	۸۷
جدول (۲-۳): تأثیر نوع شوینده.....	۸۸
جدول (۳-۳): تأثیر pH روی جذب دیازپام.....	۸۹
جدول (۴-۳): تأثیر نوع بافر روی جذب دیازپام.....	۹۰
جدول (۵-۳): تأثیر حجم بافر روی جذب دیازپام.....	۹۱
جدول (۶-۳): تأثیر مقدار فاز ساکن.....	۹۲

- جدول (۳-۷): تأثیر غلظت مس (II) روی جذب دیازپام..... ۹۴
- جدول (۳-۸): تأثیر حجم شوینده ..... ۹۵
- جدول (۳-۹): تأثیر سرعت جریان شوینده..... ۹۷
- جدول (۳-۱۰): تأثیر سرعت جریان عبور محلول روی جذب دیازپام..... ۹۸
- جدول (۳-۱۱): تأثیر کاتیون مس (II) روی جذب دیازپام..... ۱۰۰
- جدول (۳-۱۲): شرایط بهینه برای اندازه‌گیری دیازپام..... ۱۰۱
- جدول (۳-۱۳): نتایج منحنی کالیبراسیون برای غلظت‌های مختلف دیازپام..... ۱۰۲
- جدول (۳-۱۴): مقادیر مساحت اندازه‌گیری شده برای محلول بلانک..... ۱۰۳
- جدول (۳-۱۵): نتایج اندازه‌گیری‌های غلظت  $50 \text{ ng.mL}^{-1}$  دیازپام برای محاسبه RSD..... ۱۰۴
- جدول (۳-۱۶): نتایج اندازه‌گیری‌های غلظت  $400 \text{ ng.mL}^{-1}$  دیازپام برای محاسبه RSD..... ۱۰۵
- جدول (۳-۱۷): اثرگونه‌های مزاحم..... ۱۰۶
- جدول (۳-۱۸): اندازه‌گیری دیازپام در قرص دیازپام..... ۱۰۷
- جدول (۳-۱۹): اندازه‌گیری دیازپام در پلاسما به روش افزایش استاندارد..... ۱۰۸
- جدول (۳-۲۰): مقادیر به دست آمده از اندازه‌گیری دیازپام در پلاسماي خون..... ۱۰۹

# فصل اول

مباحث تئوری

## فصل اول

### مباحث تئوری

#### ۱-۱- مقدمه

علم شیمی تجزیه به عنوان هنر تعیین ترکیب درصد مواد بر حسب عناصر و یا ترکیباتی که در آن‌ها موجود است تعریف می‌گردد. با توجه به اینکه تقریباً هر خاصیت فیزیکی خاص هر عنصر یا ترکیب می‌تواند اساس یک روش برای تجزیه آن باشد، امروزه روش‌ها و دستگاه‌های مختلفی برای اندازه‌گیری‌های کمی و تجزیه مواد در دسترس قرار گرفته است. جداسازی، شناسایی و اندازه‌گیری مواد آلی شاخه‌ای از علم شیمی تجزیه است که از دیرباز مورد توجه بوده و در حال حاضر با پیشرفت‌ها و تحولاتی که در این زمینه از علم تجزیه صورت گرفته روش‌های متنوع، سریع و دقیق برای این منظور ارائه گردیده است [۱].

روش‌های تجزیه شیمیایی برای اندازه‌گیری یک آنالیت معمولاً ویژه نیستند و در بیشتر موارد، اندازه‌گیری به واسطه حضور مواد دیگر محدود می‌شود. به همین علت معمولاً یک مرحله جداسازی لازم است. علاوه بر این، هدف از جداسازی ممکن است فقط تغلیظ گونه مورد نظر باشد که در نهایت باعث افزایش حساسیت اندازه‌گیری می‌شود. در مرحله جداسازی، یا اجسام مزاحم خارج می‌شوند و یا آنالیت جدا می‌شود. برای یک جداسازی موفق اجسامی که قرار است

جدا شوند، باید خواص فیزیکی یا شیمیایی متفاوتی با یکدیگر داشته باشند که این اختلاف، اساس روش‌های جداسازی است.

مهم‌ترین روش‌های جداسازی شامل رسوب‌گیری [۲,۳]، استخراج، تعویض یون [۴]، تقطیر [۵] و روش‌های کروماتوگرافی است. رایج‌ترین روش جداسازی، استخراج است که گستره وسیعی از استخراج مواد آرایشی، دارویی و غذایی که طی آن چندین ترکیب به طور همزمان جدا می‌شوند تا استخراج‌های پیچیده تجزیه‌ای که برای جداسازی دقیق یک یا چند ترکیب انتخابی از یک مخلوط پیچیده طراحی شده‌اند را دربر می‌گیرد.

## ۱-۲- روش استخراج

روش استخراج متکی بر انتقال گزینش‌پذیر یک یا چند ماده از یک مایع (معمولاً آب) به یک مایع غیر قابل امتزاج دیگر (معمولاً فاز آلی) و یا از یک جامد به یک مایع است. فرآیند اول استخراج مایع-مایع (LLE)<sup>۱</sup> و فرآیند دوم استخراج جامد-مایع<sup>۲</sup> نامیده می‌شود. استخراج یون‌های معدنی [۶] و ترکیبات آلی قطبی در محیط‌های آبی توسط یک حلال آلی، مثال‌هایی از استخراج مایع-مایع و استخراج اسانس‌ها و عصاره‌ها از منابع طبیعی آن‌ها و یا استخراج روغن از دانه‌های روغنی مثال‌هایی از استخراج جامد-مایع است [۷]. اخیراً با پیشرفت فازهای جامد واکنش‌پذیر، مواد توسط یک جامد از مایع استخراج می‌شوند که این حالت استخراج فاز جامد (SPE)<sup>۳</sup> نامیده می‌شود [۸].

---

1- Liquid – liquid extraction  
2- Solid – liquid extraction  
3- Solid phase extraction



### ۱-۳- تاریخچه استخراج

روش استخراج از زمان‌های بسیار قدیم در صنعت تهیه و تصفیه اسانس‌ها، داروها و مواد رنگی به کار می‌رفته است اما معلوم نیست که از چه زمانی در شیمی مورد استفاده قرار گرفته است. در شیمی معدنی روش‌های استخراج مایع-مایع برای اولین بار در سال ۱۸۴۳ برای جداسازی و استخراج اورانیوم از محلول اسید نیتریک به وسیله اثر به کار رفت [۹]. با سنتز دی‌تیزون در سال ۱۹۲۵، استفاده از استخراج مایع-مایع به عنوان یک روش جداسازی مهم مطرح شد و گسترش زیادی یافت. دلیل گسترش سریع این روش سادگی، سرعت اجرا و دستگاهوری بسیار ساده آن است [۷].

### ۱-۴- استخراج مایع-مایع

استخراج مایع-مایع فرآیندی است که طی آن جسمی از یک حلال مایع به یک حلال مایع دیگر انتقال می‌یابد این پدیده را توزیع<sup>۱</sup> و یا تقسیم<sup>۲</sup> مایع-مایع می‌نامند. دو حلال مورد استفاده در استخراج مایع-مایع غیرقابل امتزاج بوده و یکی از آن‌ها معمولاً آب و دیگری یک حلال آلی است که نقش استخراج کننده<sup>۳</sup> را بر عهده دارد. استخراج کننده‌ها بر اساس واکنش-هایی مانند حلال‌پوشی، تشکیل کی‌لایت، تشکیل زوج یون<sup>۴</sup>، مبادله یون<sup>۵</sup> و غیره با جسم استخراج شونده وارد واکنش می‌شوند و محصولی تولید می‌کنند که با ورود به فاز آلی استخراج می‌شود [۱۰]. استخراج مایع-مایع به طور گسترده‌ای به عنوان یک تکنیک پیش آماده سازی برای جداسازی و پیش‌تغلیظ آنالیت در نمونه‌های آبی برای ترکیبات آلی و معدنی استفاده می‌شود.

---

1- Distribution  
2- Partition  
3- Extractant  
4- Ion Association  
5- Ion Exchange

### ۱-۴-۱- معایب استخراج مایع-مایع

در گذشته استخراج مایع-مایع در جدا نمودن نمونه مورد اندازه‌گیری از عوامل مزاحم و تغلیظ آن نقش عمده‌ای داشت، اما بازیابی اجزاء نمونه به وسیله استخراج مایع-مایع بندرت به طور کامل صورت می‌گیرد. استخراج مایع-مایع به کندی صورت می‌گیرد و مستلزم کار زیادی است. نگرانی‌های زیست محیطی نیز بکارگیری و دفع مقادیر زیاد حلال‌های آلی را مشکل‌تر نموده است [۱۱].

### ۱-۵-۱- استخراج فاز جامد

استخراج فاز جامد تکنیک رایجی است که برای جداسازی سریع و گزینش پذیر نمونه قابل استفاده است. تطبیق پذیری استخراج فاز جامد به این تکنیک اجازه می‌دهد که برای اهداف بسیاری مانند خالص‌سازی و غنی‌سازی مقادیر ناچیز<sup>۱</sup> استفاده شود [۱۲].

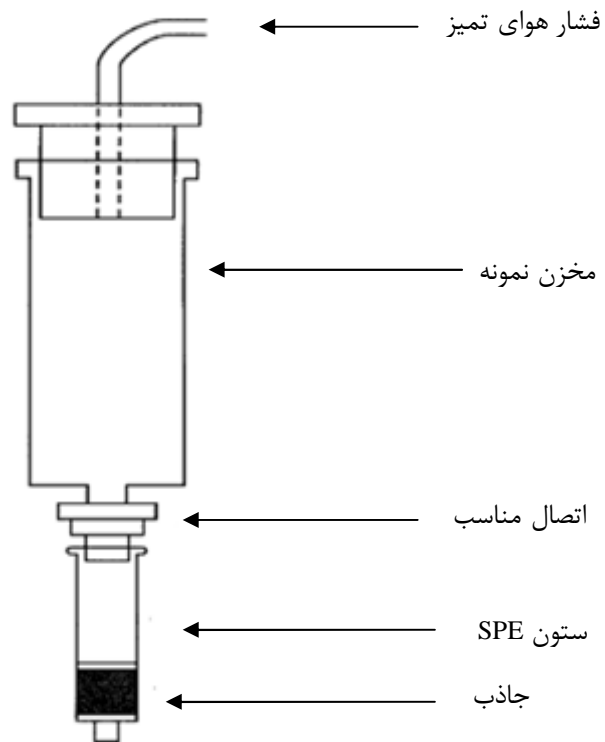
در استخراج فاز جامد، آنالیت‌ها از یک فاز مایع به درون یک فاز جامد استخراج می‌شوند. معمولاً فاز جامد شامل ذرات کوچک و متخلخلی از سیلیکا می‌باشد که به یک فاز آلی یا یک پلیمر آلی (مانند پلی استیرن دارای پیوند عرضی<sup>۲</sup>) پیوند داده شده‌اند. این استخراج را می‌توان به صورت ناپیوسته انجام داد که در آن ماده جامد استخراج کننده، به خوبی با محلول نمونه مایع مخلوط می‌شود.

روش متداول‌تر در شیمی تجزیه به این صورت است که، ماده استخراج کننده‌ی جامد را در یک لوله کوچک انباشته می‌کنند و نمونه مایع را از درون این لوله عبور می‌دهند. نمونه‌ای از دستگاه SPE در شکل (۱-۱) نشان داده شده است.

1- Trace enrichment

2- Crosslinked polystyrene

استخراج فاز جامد فقط به کاربرد ذرات جامد برای استخراج مواد حل شده از نمونه‌های مایع محدود نمی‌شود. هوا یا دیگر نمونه‌های گازی را نیز می‌توان به منظور استخراج بخارات آلی یا دیگر موادی که در نمونه وجود دارند از یک ستون انباشته عبور داد.



شکل (۱-۱): دستگاه استخراج فاز جامد

موادی که به وسیله ذرات جامد استخراج می‌شوند را می‌توان با شستشو توسط یک حلال مناسب جدا نمود. برای مثال، بیشتر آنالیت‌های آلی را می‌توان از یک ستون SPE با یک حلال آلی مانند استون، استونیتریل یا متانول شستشو داد. معمولاً حجم حلال مورد نیاز برای شویش کامل آنالیت‌ها، بسیار کمتر از حجم نمونه‌ی اصلی می‌باشد. به این ترتیب محلول تغلیظ شده‌ای از آنالیت‌ها به دست می‌آید.

اغلب می‌توان ملکول‌های استخراج شده را به وسیله حرارت دادن از طریق جریان ملایمی از یک گاز حامل بی‌اثر از ذرات جامد جدا نمود. این کار روش مناسبی برای انتقال ملکول‌ها به درون یک دستگاه گاز کروماتوگرافی برای تجزیه آن‌ها می‌باشد [۱۳، ۱۴].

### ۱-۵-۱- مزایای استخراج فاز جامد نسبت به استخراج مایع-مایع

۱- نیاز به مقدار زیاد حلال آلی را حذف می‌کند. مقادیر زیادی از حلال‌های آلی که در جداسازی‌های تجزیه‌ای مورد استفاده قرار می‌گیرند به مشکلات زیست محیطی مهمی تبدیل شده‌اند. نمونه‌های آبی به‌وسیله حلال‌های آلی آلوده می‌شوند و تغلیظ این مخلوط به وسیله تبخیر حلال آن، سبب آلودگی هوا با بخارات حلال‌های آلی می‌گردد. دفع صحیح حلال‌های آلی به‌کار برده شده، پرزحمت و پرهزینه است. حذف تمام ناخالصی‌های آلی و فلزی از مایعات آلی مشکل می‌باشد. هنگامی که حجم نسبتاً زیادی از حلال‌های آلی مورد استفاده قرار می‌گیرند، نمونه‌ی استخراج شده به وسیله این ناخالصی‌ها آلوده خواهد شد، در حالی که میزان حلال مصرفی در روش‌های استخراج فاز جامد بسیار کم می‌باشد [۱۵].

۲- در این روش برای انتقال آنالیت یک کارتریج کوچک نیاز است در حالی که استخراج مایع-مایع به بطری‌های شیشه‌ای آزمایشگاهی زیادی نیاز دارد [۱۶].

۳- استفاده از این روش آسان است و با استفاده از یک کارتریج تنها انجام می‌شود. یک نمونه را می‌توان با استفاده از یک پمپ یا به وسیله فشار یا مکش ملایم، سریعاً از ستون یا کارتریج عبور داد. پس از یک شستشوی سریع، مواد استخراج شده را می‌توان به وسیله حجم اندکی از یک حلال آلی یا یک ماده شستشو دهنده مناسب دیگر از ستون شویش داد. این مرحله را می‌توان به سادگی خودکار نمود. اما بر خلاف این روش، در استخراج مایع-مایع با استفاده از حلال، لازم است که کار زیادی به صورت افزایش مایع استخراج کننده، هم‌زدن، صبر کردن تا