

صلى الله عليه وسلم

برتالی

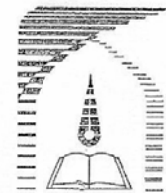


دانشگاه آزاد علوم پایه

## تاییدیه اعضای هیأت داوران حاضر در جلسه دفاع از رساله دکتری

آقای/خانم مهناز قمبریان رساله واحدی خود را با عنوان: « معرفی و توسعه روش جدید ریز استخراج سه فازی بر پایه استفاده از فیبرهای توخالی و بررسی کاربرد آن برای استخراج برخی آلاینده ها از جمله ترکیبات کلروفل» در تاریخ ۹۰/۴/۲۷ ارائه کردند. اعضای هیأت داوران نسخه نهایی این رساله را از نظر فرم و محتوا تایید کرده است و پذیرش آنرا برای تکمیل درجه دکتری پیشنهاد می کند.

اعضای هیأت داوران	نام و نام خانوادگی	رتبه علمی	امضاء
۱- استاد راهنما	آقای دکترید اله یمنی	استاد	
۲- استاد ناظر داخلی	آقای دکتر نادر علیزاده مطلق	استاد	
۳- استاد ناظر داخلی	آقای دکتر میر فضل اله موسوی	استاد	
۴- استاد ناظر خارجی	آقای دکتر حبیب باقری	استاد	
۵- استاد ناظر خارجی	خانم دکتر فرزانه شمیرانی	استاد	
۶- نماینده تحصیلات تکمیلی	آقای دکتر نادر علیزاده مطلق	استاد	



دانشگاه تربیت مدرس  
معاونت پژوهشی

بسمه تعالی  
جمهوری اسلامی ایران

شماره .....  
تاریخ .....  
پیوست .....

### آیین نامه حق مالکیت مادی و معنوی در مورد نتایج پژوهشهای علمی دانشگاه تربیت مدرس

**مقدمه:** با عنایت به سیاست‌های پژوهشی و فناوری دانشگاه در راستای تحقق عدالت و کرامت انسانها که لازمه شکوفایی علمی و فنی است و رعایت حقوق مادی و معنوی دانشگاه و پژوهشگران، لازم است اعضای هیأت علمی، دانشجویان، دانش‌آموختگان و دیگر همکاران طرح، در مورد نتایج پژوهشهای علمی که تحت عناوین پایان‌نامه، رساله و طرحهای تحقیقاتی با هماهنگی دانشگاه انجام شده است، موارد زیر را رعایت نمایند:

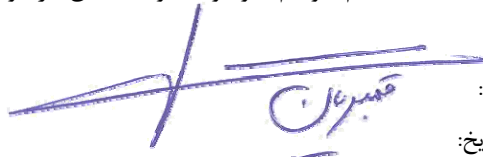
**ماده ۱-** حق نشر و تکثیر پایان‌نامه/ رساله و درآمدهای حاصل از آنها متعلق به دانشگاه می باشد ولی حقوق معنوی پدید آورندگان محفوظ خواهد بود.

**ماده ۲-** انتشار مقاله یا مقالات مستخرج از پایان‌نامه/ رساله به صورت چاپ در نشریات علمی و یا ارائه در مجامع علمی باید به نام دانشگاه بوده و با تایید استاد راهنمای اصلی، یکی از اساتید راهنما، مشاور و یا دانشجو مسئول مکاتبات مقاله باشد. ولی مسئولیت علمی مقاله مستخرج از پایان‌نامه و رساله به عهده اساتید راهنما و دانشجو می باشد. تبصره: در مقالاتی که پس از دانش‌آموختگی بصورت ترکیبی از اطلاعات جدید و نتایج حاصل از پایان‌نامه/ رساله نیز منتشر می‌شود نیز باید نام دانشگاه درج شود.

**ماده ۳-** انتشار کتاب، نرم افزار و یا آثار ویژه (اثری هنری مانند فیلم، عکس، نقاشی و نمایشنامه) حاصل از نتایج پایان‌نامه/ رساله و تمامی طرحهای تحقیقاتی کلیه واحدهای دانشگاه اعم از دانشکده‌ها، مراکز تحقیقاتی، پژوهشکدهها، پارک علم و فناوری و دیگر واحدها باید با مجوز کتبی صادره از معاونت پژوهشی دانشگاه و براساس آئین نامه‌های مصوب انجام شود. **ماده ۴-** ثبت اختراع و تدوین دانش فنی و یا ارائه یافتهها در جشنواره‌های ملی، منطقه‌ای و بین‌المللی که حاصل نتایج مستخرج از پایان‌نامه/ رساله و تمامی طرحهای تحقیقاتی دانشگاه باید با هماهنگی استاد راهنما یا مجری طرح از طریق معاونت پژوهشی دانشگاه انجام گیرد.

**ماده ۵-** این آیین‌نامه در ۵ ماده و یک تبصره در تاریخ ۸۷/۴/۱ در شورای پژوهشی و در تاریخ ۸۷/۴/۲۳ در هیأت رئیسه دانشگاه به تایید رسید و در جلسه مورخ ۸۷/۷/۱۵ شورای دانشگاه به تصویب رسیده و از تاریخ تصویب در شورای دانشگاه لازم‌الاجرا است.

« اینجانب **مهناز قمبریان** دانشجوی رشته شیمی تجزیه ورودی سال تحصیلی ۸۶ مقطع دکتری دانشکده علوم پایه متعهد میشوم کلیه نکات مندرج در آئین نامه حق مالکیت مادی و معنوی در مورد نتایج پژوهشهای علمی دانشگاه تربیت مدرس را در انتشار یافته‌های علمی مستخرج از پایان‌نامه / رساله تحصیلی خود رعایت نمایم. در صورت تخلف از مفاد آئین نامه فوق‌الاشعار به دانشگاه وکالت و نمایندگی می‌دهم که از طرف اینجانب نسبت به لغو امتیاز اختراع بنام بنده و یا هر گونه امتیاز دیگر و تغییر آن به نام دانشگاه اقدام نماید. ضمناً نسبت به جبران فوری ضرر و زیان حاصله بر اساس برآورد دانشگاه اقدام خواهم نمود و بدینوسیله حق هر گونه اعتراض را از خود سلب نمودم»

امضا:   
تاریخ:

تهران، بلوار آل‌احمد، پل نصرت  
مردوق پستی: ۳۱۸-۱۴۱۱۵  
تلفن: ۸۸۰۱۱۰۰۱  
دورنگار: ۸۸۰۰۵۰۳۵  
res@modares.ac.ir  
www.modares.ac.ir

بسمه تعالی



## آیین نامه چاپ پایان نامه (رساله) های دانشجویان دانشگاه تربیت مدرس

نظر به اینکه چاپ و انتشار پایان نامه (رساله) های تحصیلی دانشجویان دانشگاه تربیت مدرس، مبین بخشی از فعالیتهای علمی - پژوهشی دانشگاه است بنابراین به منظور آگاهی و رعایت حقوق دانشگاه، دانش آموختگان این دانشگاه نسبت به رعایت موارد ذیل متعهد می شوند:

ماده ۱: در صورت اقدام به چاپ رساله‌ی خود، مراتب را قبلاً به طور کتبی به «دفتر نشر آثار علمی» دانشگاه اطلاع دهد.

ماده ۲: در صفحه سوم کتاب (پس از برگ شناسنامه) عبارت ذیل را چاپ کند:

«کتاب حاضر، حاصل رساله دکتری نگارنده در رشته شیمی تجزیه است که در سال ۱۳۹۰ در دانشکده

علوم پایه دانشگاه تربیت مدرس به راهنمایی سرکار جناب آقای دکتر یداله یمینی و مشاوره سرکار

خانم/جناب آقای دکتر --- از آن دفاع شده است.»

ماده ۳: به منظور جبران بخشی از هزینه‌های انتشارات دانشگاه، تعداد یک درصد شمارگان کتاب (در هر نوبت چاپ) را به «دفتر

نشر آثار علمی» دانشگاه اهدا کند. دانشگاه می تواند مازاد نیاز خود را به نفع مرکز نشر در معرض فروش قرار دهد.

ماده ۴: در صورت عدم رعایت ماده ۳، ۵۰٪ بهای شمارگان چاپ شده را به عنوان خسارت به دانشگاه تربیت مدرس، تأدیه

کند.

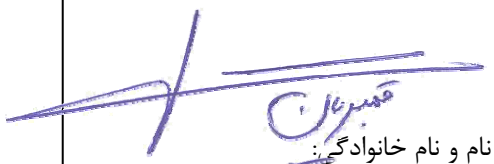
ماده ۵: دانشجو تعهد و قبول می کند در صورت خودداری از پرداخت بهای خسارت، دانشگاه می تواند خسارت مذکور را از طریق

مراجع قضایی مطالبه و وصول کند؛ به علاوه به دانشگاه حق می دهد به منظور استیفای حقوق خود، از طریق دادگاه،

معادل وجه مذکور در ماده ۴ را از محل توقیف کتابهای عرضه شده نگارنده برای فروش، تامین نماید.

ماده ۶: اینجانب **مهناز قمبریان** دانشجوی رشته **شیمی تجزیه** مقطع **دکتری** تعهد فوق و ضمانت اجرایی آن

را قبول کرده، به آن ملتزم می شوم.

  
نام و نام خانوادگی:

تاریخ و امضا:



دانشگاه تربیت مدرس

دانشکده علوم پایه

رساله دکتری شیمی (تجزیه)

عنوان

معرفی و توسعه روش جدید ریزاستخراج سه‌فازی بر پایه استفاده از فیبرهای

توخالی و بررسی کاربرد آن برای استخراج آلاینده‌ها

نگارش

مهناز قمبریان

استاد راهنما:

دکتر یدالله یمینی

تیر ۱۳۹۰

تقدیم به

## پدر و مادر بزرگوار و مهربانم

ای پدر از تو هر چه می گویم باز هم کم می آورم  
خورشیدی شدی و از روشناییات جان گرفتم و در نا امیدی ها ناام را  
کشیدی و لبریزم کردی از شوق  
اکنون حاصل دستان خسته ات رمز موفقیتیم شد  
به خودم تبریک می گویم که تو را دارم و دنیا با همه بزرگیش مثل تو را  
ندارد.....

و تو ای مادر، ای شوق زیبایی نفس کشیدن  
ای روح مهربان هستی ام  
تو رنگ شادی هایم شدی و لحظه ها را با تمام وجود از من دور کردی و  
عمری خستگی ها را به جان خریدی تا اکنون توانستی طعم خوش  
پیروزی را به من بچشانی

و به :

**همسرم**، اسطوره زندگیم، پناه خستگیم و امید بودنم

## تقدیر و سپاس

شکر و سپاس به درگاه خداوندی که جهان ما را با نور دانش و معرفت روشنایی بخشید.

تقدیر و سپاس از استاد راهنمای بزرگوار جناب دکتر یدالله یمینی و همچنین اساتید محترم دکتر موسوی، دکتر علیزاده مطلق و هیأت داوران خارجی محترم، جناب آقای دکتر باقری و خانم دکتر شمیرانی و نیز تمامی اساتید ارجمندی که در طول تحصیل از محضرشان کسب فیض نموده‌ام.

تقدیر و سپاس از همسر و خانواده عزیزم که همواره در تمامی مراحل زندگی مشوقم بوده‌اند و هر آنچه که دارم مرهون محبت و فداکاری‌های بی‌دریغ آنهاست.

تقدیر و سپاس از همه دوستان عزیزم که این فصل از کتاب زندگی من را با خاطرات خوش و به یاد ماندنی پُر کردند.

و در نهایت از خداوند منان آرزوی توفیق خدمت و سعادت‌مندی برای همه دانش پژوهان را خواستارم.

## چکیده

تحقیق حاضر شامل چهار قسمت اصلی می‌باشد: در قسمت اول یک روش میکرواستخراج سه‌فازی توسط فیبرهای توخالی بر اساس بکارگیری دو حلال آلی غیرقابل امتزاج معرفی شد. روش پیشنهادی برای استخراج و اندازه‌گیری ترکیبات کلروفنل، داروی ضد درد ترامادول، داروهای ضدافسردگی و مقادیر بسیار کم کروم(VI) در نمونه‌های گوناگون محیط زیستی و بیولوژیکی مورد استفاده قرار گرفت. در این روش گونه مورد نظر به درون لایه نازکی از حلال نرمال-دودکان که به عنوان غشاء نگهدارنده در منافذ دیواره فیبر قرار گرفته استخراج شده و سپس به داخل فاز گیرنده (حلال‌های استونیتریل و متانول) در داخل فیبر وارد می‌شود. این روش می‌تواند بر اساس مکانیسم‌های گرادیان غلظت، گرادیان pH و تشکیل زوج یون با ترکیب حامل گونه‌های مورد نظر را استخراج نماید. همچنین مقایسه روش پیشنهادی با روش میکرواستخراج سه‌فازی توسط فیبرهای توخالی به همراه فاز گیرنده آبی در اندازه‌گیری داروهای ضدافسردگی نشان داد که روش فوق کارایی استخراج بیشتری را ارائه می‌نماید. این روش علاوه بر دارا بودن دقت، صحت و پیش‌تغلیظ بالا، می‌تواند برای استخراج ترکیبات گوناگون از بافت‌های پیچیده بکار رود. روش فوق برای اندازه‌گیری کلروفنل‌ها، داروی ضد درد ترامادول، چهار داروی ضدافسردگی و مقادیر بسیار کم کروم(VI) بهینه‌سازی شد و قابلیت کاربرد آن برای استخراج و پیش‌تغلیظ مقادیر بسیار کم گونه‌ها از بافت‌های گوناگون مانند آب، عسل، برنج، خاک، ادرار و پلاسما مورد ارزیابی قرار گرفت.

در قسمت دوم، روش میکرواستخراج با حلال آلی منجمدشونده به منظور استخراج و اندازه‌گیری آرسنیک(III) و (V)، ترکیبات تری‌آزین و PCBs به کمک دستگاه‌های جذب اتمی کوره‌ای و کروماتوگرافی گازی بهینه شد. سپس روش فوق بطور موفقیت آمیز در استخراج و اندازه‌گیری ترکیبات فوق از محیط‌های مختلف آبی با صحت و دقت بالا بکار گرفته شد. در ادامه مقایسه‌ای بین روش فوق و استخراج مایع-مایع همگن برای استخراج و اندازه‌گیری پلاستی‌سایزرها در نمونه‌های آب معدنی داخل بطری پلی‌اتیلنی انجام پذیرفت. نتایج بدست آمده نشان داد که هر دو روش دارای مزایایی از قبیل سادگی، دقت و صحت خوب، هزینه کم و حساسیت بالا با حد تشخیص‌های پایین هستند و می‌توانند با موفقیت برای جداسازی، پیش‌تغلیظ و اندازه‌گیری پلاستی‌سایزرها در نمونه‌های آبی مختلف بکار روند.



در قسمت سوم با استفاده از روش استخراج با نقطه ابری شدن مقادیر بسیار ناچیز سلنیوم (IV) در نمونه‌های آبی و بیولوژیکی و آنالیز آن با جذب اتمی کوره‌ای معتبرسازی شد. در این روش، سلنیوم (IV) موجود در نمونه با اورتوفنیلن‌دی‌آمین در شرایط اسیدی واکنش داده شد تا مشتق پیازسلنول حاصل شود. پیازسلنول با استفاده از روش استخراج با نقطه ابری شدن به درون فاز سورفکتانت Triton X-114 استخراج و با استفاده از GF-AAS آنالیز شد. پارامترهای موثر در استخراج، با روش طراحی آزمایش‌های Taguchi بهینه شدند. در نهایت، قابلیت کاربرد روش پیشنهادی برای استخراج و اندازه‌گیری مقادیر ناچیز سلنیوم (IV) در نمونه‌های پلاسما، ادرار و آب مورد ارزیابی قرار گرفت.

در قسمت چهارم شرایط روش میکرواستخراج مایع-مایع پخشی برای استخراج و اندازه‌گیری آکریل‌آمید پس از مشتق‌سازی به کمک دستگاه کروماتوگرافی گازی بهینه شد. تحت شرایط بهینه (۱۰ میکرولیتر تتراکلرواتیلن، ۱ میلی‌لیتر متانول و ۱ مولار سدیم کلرید) منحنی کالیبراسیون در محدوده ۶ - ۰/۰۵ میکروگرم بر لیتر و حد تشخیص برابر ۱ نانوگرم بر لیتر برای 2,3-DBPA می‌باشد.

**کلمات کلیدی:** میکرواستخراج سه‌فازی توسط فیبرهای توخالی با دو حلال آلی غیرقابل امتزاج، میکرواستخراج

با حلال آلی منجمد شونده، استخراج با نقطه ابری شدن، میکرواستخراج مایع - مایع پخشی، آلاینده‌های آلی و فلزی

## فهرست مطالب

فصل اول: مروری بر روش‌های میکرواستخراج با حلال

- ۱-۱- مقدمه ..... ۱
- ۲-۱- دسته‌بندی روش‌های استخراجی ..... ۲
  - ۱-۲-۱- روش‌های استخراجی کامل ..... ۲
  - ۲-۲-۱- روش‌های استخراجی ناکامل ..... ۲
- ۳-۱- استخراج با حلال ..... ۴
- ۴-۱- روش‌های میکرواستخراج ..... ۵
  - ۱-۴-۱- میکرواستخراج با فاز جامد (SPME) ..... ۵
  - ۲-۴-۱- میکرواستخراج با فاز مایع (LPME) ..... ۶
    - ۱-۲-۴-۱- میکرواستخراج با قطره حلال آلی (SDME) ..... ۷
    - ۱-۱-۲-۴-۱- میکرواستخراج با قطره حلال آلی بصورت مستقیم (DI-SDME) ..... ۷
    - ۲-۱-۲-۴-۱- میکرواستخراج با قطره حلال آلی از فضای فوقانی (H-SDME) ..... ۹
    - ۳-۱-۲-۴-۱- میکرواستخراج با فاز مایع و استخراج برگشتی همزمان (SME/BE) ..... ۱۰
    - ۲-۲-۴-۱- میکرواستخراج با استفاده از فیبرهای توخالی (HF-LPME) ..... ۱۱
    - ۱-۲-۲-۴-۱- میکرواستخراج دو فازی با استفاده از فیبرهای توخالی ..... ۱۲
    - ۱-۱-۲-۲-۴-۱- میکرواستخراج دو فازی مستقیم ..... ۱۲
    - ۲-۱-۲-۲-۴-۱- میکرواستخراج دوفازی از فضای فوقانی ..... ۱۳
    - ۳-۱-۲-۲-۴-۱- میکرواستخراج دو فازی به روش SBME ..... ۱۴
    - ۲-۲-۲-۴-۱- میکرواستخراج سه فازی با استفاده از فیبرهای توخالی ..... ۱۴
    - ۱-۲-۲-۲-۴-۱- میکرواستخراج سه فازی مایع-مایع-مایع (HF-LLLME) ..... ۱۴
    - ۱-۲-۲-۲-۴-۱- میکرواستخراج سه فازی مایع-گاز-مایع (HF-LGLME) ..... ۱۷

- ۱۸-۳-۲-۴-۱ میکرواستخراج با حلال استخراجی منجمد شونده (SFDME).....
- ۱۹-۴-۲-۴-۱ استخراج مایع - مایع همگن (HLLE).....
- ۲۱-۵-۲-۴-۱ میکرواستخراج مایع- مایع پخشی (DLLME).....
- ۲۴-۶-۲-۴-۱ میکرواستخراج مایع- مایع پخشی با امواج ماوراء صوت (USAEME).....
- ۲۶-۷-۲-۴-۱ میکرواستخراج مایع- مایع پخشی با استفاده از سورفکتانت (SADLLME).....
- ۲۷-۸-۲-۴-۱ استخراج با نقطه ابری شدن (CPE).....

فصل دوم: معرفی و توسعه روش میکرواستخراج سه فازی با فیبرهای توخالی بر پایه استفاده از دو حلال آلی غیرقابل امتزاج

بخش اول: پیش تغلیظ و اندازه گیری کلروفنلها با روش میکرواستخراج سه فازی توسط فیبرهای توخالی بر پایه استفاده از دو حلال آلی امتزاج ناپذیر

- ۲۹-۱-۲ معرفی روش میکرواستخراج سه فازی با فیبرهای توخالی با استفاده از دو حلال آلی امتزاج ناپذیر.....
- ۳۲-۱-۱-۲-۱ مواد شیمیایی و استانداردها.....
- ۳۳-۲-۱-۲-۲ تجهیزات و دستگاهها.....
- ۳۴-۳-۱-۲-۳ مراحل روش میکرواستخراج سه فازی با فیبر و دو حلال آلی امتزاج ناپذیر.....
- ۳۵-۴-۱-۲-۴ بهینه سازی شرایط استخراج.....
- ۳۵-۱-۴-۱-۲-۱ انتخاب غشاء و فاز گیرنده آلی مناسب.....
- ۳۶-۲-۴-۱-۲-۲ تنظیم PH محلول نمونه.....
- ۳۶-۳-۴-۱-۲-۳ بررسی اثر طول فیبر توخالی.....
- ۳۸-۴-۴-۱-۲-۴ بررسی اثر قدرت یونی.....
- ۳۹-۵-۴-۱-۲-۵ بررسی اثر سرعت همزدن.....
- ۳۹-۶-۴-۱-۲-۶ بررسی اثر حجم محلول نمونه.....
- ۴۰-۷-۴-۱-۲-۷ بررسی اثر زمان استخراج.....
- ۴۱-۸-۴-۱-۲-۸ اثر افزایش متانول به محلول نمونه.....
- ۴۲-۵-۱-۲-۵ محاسبه کارایی استخراج و نسبت توزیع کلروفنلها با استفاده از روش پیشنهادی.....

۴۳-۱-۲-۶- تعیین ارقام شایستگی روش .....

۴۴-۱-۲-۷- بررسی قابلیت روش در استخراج از نمونه‌های آبی، عسل، برنج و خاک .....

۴۶-۱-۲-۸- نتیجه‌گیری .....

بخش دوم: پیش تغلیظ و اندازه‌گیری داروی ترامادول با روش میکرواستخراج سه‌فازی توسط فیبرهای توخالی بر پایه استفاده از دو حلال آلی امتزاج ناپذیر

۴۷-۲-۲- مقدمه .....

۴۸-۱-۲-۲- مواد شیمیایی و استانداردها .....

۴۸-۲-۲-۲- تجهیزات دستگاهی .....

۵۰-۲-۲-۳- مراحل روش میکرواستخراج سه‌فازی HF-LPME .....

۵۱-۲-۲-۴- طراحی آزمایش .....

۵۳-۲-۲-۵- بهینه‌سازی عوامل مؤثر بر استخراج .....

۵۴-۲-۲-۱-۵- گزینش حلالهای آلی مناسب به عنوان غشاء و فاز گیرنده .....

۵۴-۲-۲-۲-۵- اثر pH محلول آبی نمونه .....

۵۵-۲-۲-۳-۵- تحلیل نتایج طراحی آزمایش .....

۵۹-۲-۲-۶- تعیین ارقام شایستگی روش .....

۶۱-۲-۲-۷- اندازه‌گیری ترامادول در نمونه‌های حقیقی .....

۶۲-۲-۲-۸- نتیجه‌گیری .....

بخش سوم: مقایسه دو روش میکرواستخراج سه‌فازی توسط فیبرهای توخالی بر پایه استفاده از فازهای گیرنده آبی و آلی در تعیین برخی از داروهای ضدافسردگی

۶۴-۳-۲- مقدمه .....

۶۶-۱-۳-۲- مواد شیمیایی و استانداردها .....

۶۶-۲-۳-۲- تجهیزات و دستگاهها .....

۶۷-۳-۳-۲- مراحل روش میکرواستخراج سه‌فازی با فیبرهای توخالی .....

۶۸	..... ۴-۳-۲- بهینه‌سازی متغیرهای مؤثر بر استخراج
۶۸	..... ۱-۴-۳-۲- انتخاب حلال آلی غشاء
۶۹	..... ۲-۴-۳-۲- انتخاب pH مناسب فاز دهنده و گیرنده
۷۰	..... ۳-۴-۳-۲- بهینه‌سازی با طراحی آزمایش به روش CCD
۷۶	..... ۵-۳-۲- تعیین ارقام شایستگی روش
۷۷	..... ۶-۳-۲- کارایی روش پیشنهادی در آنالیز نمونه‌های حقیقی
۸۰	..... ۷-۳-۲- نتیجه‌گیری

بخش چهارم: توسعه و کاربرد روش میکرواستخراج سه‌فازی با فیبرتوخالی به همراه دستگاه جذب اتمی کوره‌ای برای پیش‌تغلیظ و اندازه‌گیری کروم(VI)

۸۱	..... ۴-۲- مقدمه
۸۳	..... ۱-۴-۲- بخش تجربی
۸۳	..... ۱-۱-۴-۲- مواد شیمیایی و استانداردها
۸۳	..... ۲-۱-۴-۲- تجهیزات و دستگاهها
۸۴	..... ۲-۴-۲- مراحل روش میکرواستخراج سه‌فازی با فیبرهای توخالی
۸۵	..... ۳-۴-۲- بهینه‌سازی عوامل مؤثر بر روش استخراجی
۸۵	..... ۱-۳-۴-۲- تعیین روش استخراج
۸۷	..... ۲-۳-۴-۲- اثر pH محلول آبی نمونه
۸۸	..... ۳-۳-۴-۲- اثر غلظت Aliquat 336
۸۹	..... ۴-۳-۴-۲- بررسی ترکیب فاز گیرنده
۹۱	..... ۵-۳-۴-۲- اثر سرعت همزدن محلول
۹۲	..... ۶-۳-۴-۲- اثر قدرت یونی محلول نمونه
۹۲	..... ۷-۳-۴-۲- اثر زمان استخراج
۹۳	..... ۴-۴-۲- بررسی اثر مزاحمت یونهای خارجی
۹۴	..... ۵-۴-۲- تعیین ارقام شایستگی روش

- ۹۴.....۶-۴-۲- ارزیابی کارایی روش در آنالیز نمونه‌های حقیقی
- ۹۵.....۷-۴-۲- نتیجه‌گیری
- ۹۶.....۵-۲- نتیجه‌گیری کلی فصل

### فصل سوم: توسعه و کاربرد روش استخراج با حلال منجمدشونده

بخش اول: توسعه و کاربرد روش میکرواستخراج با حلال آلی منجمد شونده برای پیش تعلیظ و اندازه‌گیری آرسنیک (III) و (V)

- ۹۷.....۱-۳- مقدمه
- ۹۹.....۱-۱-۳- بخش تجربی
- ۹۹.....۱-۱-۱-۳- مواد شیمیایی مورد استفاده
- ۹۹.....۲-۱-۱-۳- تجهیزات و دستگاه‌های مورد استفاده
- ۱۰۰.....۲-۱-۳- آماده‌سازی نمونه و حلال استخراج‌کننده
- ۱۰۲.....۳-۱-۳- بهینه‌سازی شرایط دستگاه جذب اتمی کوره‌ای
- ۱۰۳.....۴-۱-۳- عوامل مؤثر بر کارایی استخراج
- ۱۰۴.....۱-۴-۱-۳- اثر غلظت HCl در محلول نمونه
- ۱۰۵.....۲-۴-۱-۳- اثر نسبت لیگاند به فلز
- ۱۰۵.....۳-۴-۱-۳- اثر قدرت یونی
- ۱۰۶.....۴-۴-۱-۳- اثر سرعت همزدن محلول نمونه
- ۱۰۶.....۵-۴-۱-۳- اثر دمای محلول نمونه
- ۱۰۷.....۶-۴-۱-۳- اثر حجم حلال استخراجی
- ۱۰۸.....۷-۴-۱-۳- اثر زمان استخراج
- ۱۰۸.....۵-۱-۳- اثر یونهای حاضر در محلول نمونه بر استخراج As(III)
- ۱۰۸.....۶-۱-۳- کارایی تجزیه‌ای روش پیشنهادی
- ۱۰۹.....۷-۱-۳- اندازه‌گیری آرسنیک در نمونه‌های حقیقی
- ۱۱۱.....۸-۱-۳- نتیجه‌گیری

بخش دوم: توسعه و کاربرد روش میکرواستخراج با حلال آلی منجمدشونده برای پیش تغلیظ و اندازه‌گیری ترکیبات آترازین، سیانازین، PCB 101 و PCB 153 در نمونه‌های آبی و شیر

۱۱۲	۲-۳-۲- مقدمه
۱۱۴	۳-۲-۱- بخش تجربی
۱۱۴	۳-۲-۱-۱- مواد شیمیایی مورد استفاده
۱۱۴	۳-۲-۱-۲- وسایل مورد استفاده
۱۱۴	۳-۲-۲- روش کار استخراج
۱۱۴	۳-۲-۲-۱- آماده‌سازی نمونه و حلال استخراج‌کننده
۱۱۵	۳-۲-۲-۲- دستگاهوری استخراج
۱۱۵	۳-۲-۲-۳- آزمایش‌های اولیه و بهینه‌سازی شرایط جداسازی و استخراج
۱۱۶	۳-۲-۳- عوامل مؤثر بر استخراج
۱۱۶	۳-۲-۳-۱- نوع حلال استخراج‌کننده
۱۱۶	۳-۲-۳-۲- طراحی آزمایش و تحلیل نتایج
۱۱۸	۳-۳-۲-۳- دمای محلول نمونه
۱۱۹	۳-۳-۲-۴- سرعت همزدن محلول نمونه
۱۲۱	۳-۳-۲-۵- حجم حلال استخراج‌کننده
۱۲۲	۳-۳-۲-۶- قدرت یونی محلول نمونه
۱۲۲	۳-۳-۲-۷- زمان استخراج
۱۲۳	۳-۲-۴- تعیین فاکتور تغلیظ
۱۲۴	۳-۲-۵- رسم منحنی کالیبراسیون و ارزیابی کارایی روش
۱۲۴	۳-۲-۶- استخراج از نمونه‌های حقیقی
۱۲۵	۳-۲-۷- نتیجه‌گیری

بخش سوم: مقایسه دو روش میکرواستخراج با حلال آلی منجمد شونده و استخراج مایع-مایع هموزن در تعیین برخی پلاستی سائزها در بطری های آب معدنی

۱۲۸	۳-۳-۳- مقدمه
۱۲۹	۳-۳-۱- بخش تجربی
۱۲۹	۳-۳-۱-۱- مواد شیمیایی مورد استفاده
۱۳۰	۳-۳-۲- وسایل مورد استفاده
۱۳۰	۳-۳-۲- آزمایش‌های اولیه و بهینه‌سازی شرایط جداسازی و استخراج
۱۳۱	۳-۳-۳- استخراج به روش SFDME
۱۳۲	۳-۳-۴- عوامل مؤثر بر روش استخراج SFDME
۱۳۲	۳-۳-۴-۱- نوع حلال استخراج‌کننده
۱۳۲	۳-۳-۴-۲- اثر دمای محلول نمونه
۱۳۳	۳-۳-۴-۳- اثر سرعت همزدن محلول نمونه
۱۳۴	۳-۳-۴-۴- اثر افزایش قدرت یونی
۱۳۴	۳-۳-۴-۵- اثر حجم حلال استخراج‌کننده
۱۳۵	۳-۳-۶- اثر زمان استخراج
۱۳۵	۳-۳-۵- استخراج به روش HLLC
۱۳۶	۳-۳-۶- عوامل مؤثر بر روش استخراج HLLC
۱۳۷	۳-۳-۶-۱- نوع حلال هموزن‌کننده
۱۳۷	۳-۳-۶-۲- حجم حلال هموزن‌کننده
۱۳۸	۳-۳-۶-۳- حجم حلال استخراج‌کننده
۱۳۸	۳-۳-۶-۴- غلظت عامل جداکننده فاز (NaCl)
۱۳۹	۳-۳-۶-۵- زمان استخراج (زمان کدر ماندن بعد از افزودن نمک)
۱۴۰	۳-۳-۷- تعیین فاکتور تغلیظ
۱۴۰	۳-۳-۸- رسم نمودار کالیبراسیون و ارزیابی کارایی روش
۱۴۱	۳-۳-۹- استخراج از نمونه‌های حقیقی
۱۴۵	۳-۳-۱۰- نتیجه‌گیری



۱۴۶	۴-۳- نتیجه‌گیری کلی فصل
	<b>فصل چهارم: توسعه و کاربرد روش استخراج در نقطه ابری شدن برای پیش تغلیظ و اندازه‌گیری مقادیر کم سلنیوم با استفاده از دستگاه جذب اتمی کوره‌ای</b>
۱۴۷	۴-۱- مقدمه
۱۵۰	۴-۲- مواد، تجهیزات مورد استفاده
۱۵۰	۴-۲-۱- مواد شیمیایی و استانداردها
۱۵۱	۴-۲-۲- تجهیزات
۱۵۳	۴-۳- پوشش سطح لوله گرافیتی توسط اصلاحگر دائمی
۱۵۴	۴-۴- مشتق‌سازی سلنیوم (IV) در نمونه
۱۵۴	۴-۵- روش استخراج
۱۵۵	۴-۶- بهینه‌سازی شرایط دستگاه جذب اتمی کوره‌ای
۱۵۵	۴-۷- طراحی آزمایش و بررسی نتایج
۱۵۷	۴-۷-۱- اثر pH محلول نمونه
۱۵۷	۴-۷-۲- اثر قدرت یونی
۱۶۰	۴-۷-۳- اثر غلظت سورفکتانت
۱۶۱	۴-۷-۴- اثر دما و زمان تعادل حرارتی
۱۶۳	۴-۸- مطالعه اثر مزاحمت‌های خارجی
۱۶۴	۴-۹- معتبرسازی روش
۱۶۴	۴-۹-۱- ارقام شایستگی روش
۱۶۶	۴-۱۰- اندازه‌گیری سلنیوم (IV) در نمونه‌های آب، ادرار و پلاسما
۱۶۷	۴-۱۱- نتیجه‌گیری

فصل پنجم: توسعه و کاربرد روش میکرواستخراج مایع - مایع پخشی برای پیش تغلیظ و اندازه‌گیری مقادیر کم آکريل آميد

- ۱-۵- مقدمه ..... ۱۶۸
- ۲-۵- بخش تجربی ..... ۱۶۹
- ۱-۲-۵- تهیه محلول‌ها و استانداردها ..... ۱۶۹
- ۲-۲-۵- وسایل و تجهیزات مورد نیاز ..... ۱۷۰
- ۳-۵- مشتق‌سازی آکريل آميد ..... ۱۷۱
- ۴-۵- روش میکرواستخراج مایع- مایع پخشی ..... ۱۷۱
- ۵-۵- عوامل مؤثر بر استخراج ..... ۱۷۲
- ۱-۵-۵- تأثیر نوع حلال آلی استخراج‌کننده ..... ۱۷۲
- ۲-۵-۵- تأثیر نوع حلال پخش‌کننده ..... ۱۷۳
- ۳-۵-۵- تأثیر حجم حلال آلی استخراج‌کننده ..... ۱۷۳
- ۴-۵-۵- تأثیر حجم حلال پخش‌کننده ..... ۱۷۴
- ۵-۵-۵- اثر زمان استخراج ..... ۱۷۵
- ۶-۵-۵- اثر قدرت یونی محلول نمونه ..... ۱۷۶
- ۶-۵- تعیین ارقام شایستگی روش ..... ۱۷۶
- ۷-۵- اندازه‌گیری آکريل آميد در نمونه‌های حقیقی ..... ۱۷۷
- ۸-۵- نتیجه‌گیری ..... ۱۸۰

## فهرست شکل‌ها

- شکل ۱-۱-۱- دسته‌بندی روش‌های استخراجی ..... ۳
- شکل ۱-۲-۱- دسته‌بندی انواع روش‌های میکرواستخراج ..... ۷
- شکل ۱-۳-۱- نمای جانبی از سیستم میکرواستخراج با فاز مایع با استفاده از میله تفلونی ..... ۸
- شکل ۱-۴-۱- نمایی از روش میکرواستخراج با قطره از درون محلول ..... ۹
- شکل ۱-۵-۱- نمایی از روش میکرواستخراج با قطره از فضای فوقانی ..... ۱۰
- شکل ۱-۶-۱- نمایش سیستم SME/BE ..... ۱۱
- شکل ۱-۷-۱- دسته‌بندی انواع روش‌های میکرواستخراج با فیبرتوخالی ..... ۱۲
- شکل ۱-۸-۱- شمایی از روش میکرواستخراج دوفازی با استفاده از فیبرهای توخالی ..... ۱۳
- شکل ۱-۹-۱- شمایی از سیستم SBME ..... ۱۴
- شکل ۱-۱۰-۱- میکرواستخراج با استفاده از فیبرهای توخالی (الف) روش سه فازی (ب) روش مبتنی بر اعمال پتانسیل الکتریکی در طرفین غشا ..... ۱۵
- شکل ۱-۱۱-۱- روش میکرواستخراج مایع-گاز-مایع با استفاده از فیبر توخالی ..... ۱۷
- شکل ۱-۱۲-۱- میکرواستخراج با استفاده از حلال آلی منجمد شونده ..... ۱۸
- شکل ۱-۱۳-۱- مراحل استخراج مایع-مایع همگن بر اساس سیستم سه‌تایی حلال ..... ۲۰
- شکل ۱-۱۴-۱- مراحل مختلف میکرواستخراج مایع-مایع پخشی: نمونه آبی پیش از تزریق مخلوط حلال استخراجی و حلال پخشی (A)، به ترتیب نمونه در مقطع شروع و تکمیل تزریق مخلوط (B و C)، ذرات حلال آلی در مرحله ابری شدن (تصویر میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ۱۰۰۰) (D)، نمونه پس از سانتریفوژ شدن (E) و نمای نزدیکتر از فاز آلی ته‌نشین شده (F) ..... ۲۲
- شکل ۱-۱۵-۱- نمایی از روش میکرواستخراج مایع-مایع پخشی با امواج ماوراء صوت ..... ۲۵
- شکل ۱-۱۶-۱- شمایی از استخراج نقطه ابری (A): انحلال آنالیت در مایسل‌ها، (B) ابری شدن، (C) جدایی فازها ..... ۲۸
- شکل ۱-۱-۲- شمایی از سیستم استخراج ..... ۳۵
- شکل ۲-۱-۲- بررسی اثر pH محلول نمونه بر روی کارایی استخراج ..... ۳۷
- شکل ۳-۱-۲- بررسی اثر طول فیبر بر میزان راندمان استخراج ..... ۳۷

- شکل ۲-۱-۴- بررسی اثر قدرت یونی بر کارایی استخراج کلروفنلها..... ۳۸
- شکل ۲-۱-۵- بررسی اثر سرعت همزدن بر کارایی استخراج..... ۳۹
- شکل ۲-۱-۶- بررسی اثر حجم محلول نمونه بر روی راندمان استخراج..... ۴۰
- شکل ۲-۱-۷- بررسی اثر زمان استخراج بر کارایی استخراج..... ۴۱
- شکل ۲-۱-۸- بررسی اثر افزودن متانول به محلول نمونه بر روی کارایی استخراج..... ۴۲
- شکل ۲-۱-۹- کروماتوگرام حاصل از استخراج نمونه برنج با روش پیشنهادی تحت شرایط بهینه..... ۴۷
- شکل ۲-۲-۱- ساختار داروی ترامادول..... ۴۹
- شکل ۲-۲-۲- نمایش گرافیکی طرحهای فاکتوریال کامل سه سطحی شامل ۲۷ آزمایش (الف)، مختلط مرکزی محیط شده شامل ۱۵ آزمایش (ب)، باکس- بنکن شامل ۱۳ آزمایش (ج) و دوهرلت شامل ۱۳ آزمایش (د)؛ هریک برای سه متغیر..... ۵۲
- شکل ۲-۲-۳- بررسی اثر pH محلول نمونه بر کارایی استخراج ترامادول..... ۵۴
- شکل ۲-۲-۴- نمودار پرتو..... ۵۶
- شکل ۲-۲-۵- نمودار اغتشاش..... ۵۸
- شکل ۲-۲-۶- توصیف اثر برهمکنش دوتایی BC بر پاسخ. نمودار کانتور (الف) و منحنی سه بعدی سطح پاسخ (ب). دو متغیر A و D در مقادیر میانی خود قرار دارند..... ۵۹
- شکل ۲-۲-۷- کروماتوگرام بدست آمده از نمونه ادرار شماره ۱ (A) قبل از افزودن ترامادول، (B) بعد از افزایش  $20 \mu\text{g L}^{-1}$  ترامادول..... ۶۲
- شکل ۲-۲-۸- طیف جرمی بدست آمده از آنالیز نمونه ادرار (طیف قرار داده شده در سمت راست تصویر، طیف مرجع برای ترکیب ترامادول می باشد)..... ۶۳
- شکل ۲-۳-۱- مشخصات داروهای ضدافسردگی مورد استفاده..... ۶۷
- شکل ۲-۳-۲- بررسی اثر تغییرات pH محلول آبی نمونه در فرآیند استخراج..... ۶۹
- شکل ۲-۳-۳- بررسی اثر غلظت  $\text{H}^+$  در فاز گیرنده بر کارایی استخراج..... ۷۰
- شکل ۲-۳-۴- نمودار اغتشاش..... ۷۴