

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

دانشگاه یزد

دانشکده علوم

گروه شیمی

پایان نامه

برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

عنوان:

اندازه‌گیری اسپکترومتری جذب اتمی شعله‌ای گونه‌های آهن بعد از استخراج فاز
جامد با نانو ذرات آلومینای اصلاح شده

استاد راهنما:

دکتر علی محمد حاجی شعبانی

استاد مشاور:

دکتر شایسته دادفرنیا

پژوهش و نگارش:

زینب کیهاندوست

مهر ۱۳۹۲

کلیه‌ی حقوق مادی و معنوی مترتب بر نتایج مطالعات، ابتکارات و نوآوری‌های ناشی از تحقیق موضوع این پایان‌نامه / رساله متعلق به دانشگاه یزد است و هرگونه استفاده از نتایج علمی و عملی از این پایان‌نامه / رساله برای تولید دانش فنی، ثبت اختراع، ثبت اثر بدیع هنری، همچنین چاپ و تکثیر، نسخه برداری، ترجمه و اقتباس و ارائه مقاله در سمینارها و مجلات علمی از این پایان‌نامه / رساله منوط به موافقت کتبی دانشگاه یزد است.

تقدیم بہ تک تک

شہیدان

پاک این خاک

و تقدیم بہ:

پدر و مادرم،

ہمسرم،

و برادرانم

کہ وجودشان تفسیر آرامش، صبر و دلگریست

تقدیر و تشکر

سپاس خدای را که به انسان، آنچه را نمی دانست آموخت
سپاس گزارم از استاد راهنمای گرامتقدیرم، جناب آقای دکتر علی محمد حاجی شعبانی که این موفقیت نتیجه تعهد و تلاش ایشان است. راهنمایی های خوب و راهنمایی ایشان نه فقط در انجام پایان نامه بلکه در تمام دو سال تحصیل شامل حال بنده قرار گرفته است و امیدوارم هم در زمینه علم و هم اخلاق از ایشان الگو بگیرم. از خداوند سبحان سعادت در هر دو دنیا برایشان آرزو مندم.
کمال تشکر و قدردانی دارم از استاد مشاور فریخته ام، سرکار خانم دکتر شایسته دادفرنی که نظرات و مشاوره های مفید و حکیمانانه و همکاری صمیمانه خودشان را در این مقطع تحصیلی و خصوصاً در انجام این پایان نامه از بنده دریغ نکردند. توفیق روز افزون الهی را از درگاه ایزدی برایشان خواهانم.

تشکر می کنم و می بوسم دست پدر و مادرم را که از آغازین لحظات عمر تکلیف گاه، همراه و مشوق اصلی من در زمینه تحصیل و تمامی زمینه ها بوده و هستند و وجودشان شایسته آن آیه است می گوید "حتی به آنها افهم نگو". اگر تاکنون به موفقیتی دست یافته ام همه از وجود آرامشی بوده که آنان برایم فراهم کرده اند امید آنکه بتوانم روزی گوشه ای از زحمات و دلسوزی و صبوری ایشان را جبران کنم و دعای همیشگی ام سعادت و عاقبت به خیری عمر با عزت برای این دو لطف الهی است.

تشکر میکنم از همسرم که با حضور مهربان و آرامش بخش خود هستی و سختی این کار را بی رنگ کردند. سعادت و سلامتی ایشان آرزوی همیشگی ام است.

تشکر و قدردانی میکنم از برادر عزیزم که همواره همراه و پشتیبانم بوده و هستند. شیرین ترین زندگی و عمری طولانی پر از حضور خدا را برایشان آرزو میکنم.

سپاس گزارم از آقایان دکتر زارع و دکتر بنویدی که داور این پایان نامه را به عهده داشتند.
تشکر از دکتر جعفری که ناظر تحصیلات تکمیلی این پایان نامه بودند.

مَشْکَرِ فَرَاوانِ دارم از آقای سلمان زاده که در انجام پایان نامه از راهنمایی های خوبشان استفاده کردم.
و در پایان مَشْکَرِ میکنم از تک تک دوستان و عزیزانی که در طول مدت تحصیل همراه لذات تلخ و شیرین زندگی ام بودند و در اتمام
رسانیدن این پایان نامه همکاری داشتند بویژه هم اتاقی های عزیز و هم آزمایشگاهی های خوبم و از خداوند سبحان خوشبختی و سعادت
را برایشان خواهانم.

چکیده

روشی ساده، سریع و قابل اعتماد برای اندازه‌گیری گونه‌های آهن در نمونه‌های آب پیشنهاد شده است. روش بر اساس بازداري آهن (III) روی میکروستون نانوذرات اصلاح شده با سدیم دودسیل سولفات و *N*-بنزوئیل-*N*-فنیل هیدروکسیل آمین و شویش متعقب این یون‌ها با محلول هیدروکلریک اسید $2/0 \text{ mol L}^{-1}$ و اندازه‌گیری با طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای استوار است. آهن کل بعد از اکسیداسیون آهن (II) به آهن (III) توسط H_2O_2 در محیط اسیدی اندازه‌گیری می‌شود. عوامل موثر بر استخراج مانند pH، سرعت جریان نمونه و شوینده، نوع و غلظت شوینده و حجم نمونه بررسی شدند. در شرایط بهینه، ضریب تغلیظ ۱۰۰ برای حجم نمونه ۳۰۰/۰ mL به دست آمد. حد تشخیص $1/5 \mu\text{g L}^{-1}$ و انحراف استاندارد نسبی برای ۶ اندازه‌گیری تکراری در سطح غلظت $20 \mu\text{g L}^{-1}$ آهن (III) ۱/۷٪ بود. این روش با موفقیت برای اندازه‌گیری گونه‌های آهن در نمونه‌های آب به کار برده شد.

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱	فصل اول: مروری بر استخراج فاز جامد و روش‌های جداسازی و پیش‌تغلیظ آهن
۲	۱-۱- تجزیه کمی
۳	۱-۱-۱- نمونه‌برداری
۳	۱-۱-۱- نگهداری نمونه
۳	۱-۱-۱- آماده‌سازی نمونه
۴	۱-۱-۱- آنالیز
۵	۲-۱- استخراج فاز جامد
۵	۱-۲-۱- اصول و تئوری استخراج فاز جامد
۶	۲-۲-۱- تاریخچه استخراج فاز جامد
۶	۳-۲-۱- مراحل اصلی در استخراج فاز جامد
۸	۴-۲-۱- انواع جاذب و کاربرد آنها
۱۴	۵-۲-۱- ابزارهای مورد استفاده در SPE
۱۶	۳-۱- آهن و روش‌های جداسازی و پیش‌تغلیظ آن
۱۶	۱-۳-۱- خصوصیات آهن
۱۶	۲-۳-۱- تاریخچه آهن
۱۷	۳-۳-۱- حالت‌های اکسایش آهن
۱۸	۴-۳-۱- ایزوتوپ‌های آهن
۱۸	۵-۳-۱- کاربرد آهن در صنعت
۱۸	۶-۳-۱- نقش آهن در اتمسفر
۱۹	۷-۳-۱- نقش آهن در رشد گیاهان

۱۹.....	۸-۳-۱- نقش آهن در بدن.....
۲۲.....	۹-۳-۱- روش‌های جداسازی و استخراج آهن.....
۲۲.....	۱-۹-۳-۱- استخراج فاز جامد.....
۲۲.....	۲-۹-۳-۱- استخراج نقطه ابری.....
۲۴.....	۳-۹-۳-۱- استخراج مایع-مایع.....
۲۴.....	۴-۹-۳-۱- روش‌های الکتروشیمیایی.....
۲۶.....	۱۰-۳-۱- گونه‌شناسی آهن.....
	فصل دوم: اندازه‌گیری اسپکترومتری جذب اتمی شعله‌ای گونه‌های آهن بعد از استخراج فاز جامد
۲۷.....	با نانوذرات آلومینای اصلاح شده.....
۲۷.....	۱-۲- هدف تحقیق.....
۲۹.....	۲-۲- بخش تجربی.....
۲۹.....	۱-۲-۲- دستگاه‌های مورد استفاده.....
۳۰.....	۲-۲-۲- مواد شیمیایی مورد استفاده.....
۳۰.....	۳-۲-۲- تهیه محلول‌های مورد استفاده.....
۳۱.....	۴-۲-۲- تهیه جاذب.....
۳۱.....	۵-۲-۲- روش تهیه میکروستون.....
۳۱.....	۶-۲-۲- آماده‌سازی نمونه‌های حقیقی.....
۳۲.....	۷-۲-۲- روش پیشنهادی.....
۳۲.....	۳-۲- نتایج و بحث.....
۳۲.....	۱-۳-۲- نحوه جذب SDS بر روی آلومینا و تثبیت لیگاند بر روی آن.....
۳۷.....	۲-۳-۲- بهینه‌سازی عوامل موثر در استخراج آهن.....
۳۷.....	۱-۲-۳-۲- اثر pH محلول در استخراج یونهای آهن (II) و آهن (III).....

۳۹ (III) آهن	۲-۲-۳-۲- اثر نوع، غلظت و حجم شوینده بر بازیابی آهن
۴۲ (III) آهن	۳-۲-۳-۲- اثر سرعت عبور محلول نمونه بر بازیابی آهن
۴۲	۴-۲-۳-۲- اثر سرعت عبور محلول شوینده
۴۴ (III) آهن	۵-۲-۳-۲- اثر حجم نمونه بر بازیابی آهن
۴۵	۶-۲-۳-۲- بررسی مقدار و ظرفیت جاذب
۴۶ (III) آهن	۷-۲-۳-۲- اثر یون‌های بیگانه در بازیابی آهن
۴۸	۳-۳-۲- عملکرد تجزیه‌ای سیستم
۵۱	۳-۳-۲- کاربرد روش برای نمونه حقیقی
۵۱	۴-۲- نتیجه‌گیری
۵۳	منابع و مآخذ

فهرست جداول

عنوان	صفحه
جدول ۱-۱- برخی از کاربردهای نانوالومینا در جداسازی و پیش‌تغلیظ عناصر	۱۵.....
جدول ۲-۱- خواص فیزیکی آهن	۱۷.....
جدول ۳-۱- برخی از روش‌های استخراج فاز جامد در جداسازی و پیش‌تغلیظ آهن	۲۳.....
جدول ۴-۱- برخی از روش‌های استخراج مایع-مایع در جداسازی و پیش‌تغلیظ آهن	۲۵.....
جدول ۵-۱- برخی از کاربردهای استخراج نقطه ابری در جداسازی و پیش‌تغلیظ آهن	۲۵.....
جدول ۶-۱- برخی از روش‌های استفاده شده برای گونه‌شناسی آهن	۲۶.....
جدول ۱-۲- اثر شوینده‌های مختلف بر بازیابی Fe(III) از روی جاذب	۳۹.....
جدول ۲-۲- اثر یون‌های بیگانه بر بازیابی Fe(III)	۴۷.....
جدول ۳-۲- ارقام شایستگی روش پیشنهادی برای اندازه‌گیری آهن	۵۰.....
جدول ۴-۲- اندازه‌گیری گونه‌های آهن در نمونه‌های آب (حجم ۳۰/۰ mL)	۵۱.....
جدول ۵-۲- مقایسه روش پیشنهادی با برخی از روش‌های کار شده برای گونه‌شناسی آهن	۵۲.....

فهرست شکل‌ها

عنوان	صفحه
شکل ۱-۱- فرآیند تجزیه کمی نمونه‌های حقیقی.....	۲
شکل ۲-۱- مراحل ممکن در آماده‌سازی نمونه.....	۴
شکل ۳-۱- مراحل استخراج فاز جامد.....	۸
شکل ۱-۲- ساختار <i>N</i> -بنزوئیل- <i>N</i> -فنیل هیدروکسیل آمین (BPHA).....	۲۹
شکل ۲-۲- شمایی از گیر افتادن BPHA در تجمعات تک‌لایه‌ای و دولایه‌ای سورفکتانت SDS بر روی نانوذرات آلومینا.....	۳۴
شکل ۳-۲- طیف‌های FT-IR.....	۳۵
شکل ۴-۲- تصویر میکروسکوپ الکترونی (SEM).....	۳۶
شکل ۵-۲- اثر PH محلول بر بازیابی گونه‌های آهن.....	۳۸
شکل ۶-۲- اثر غلظت شوینده بر بازیابی Fe(III).....	۴۰
شکل ۷-۲- اثر حجم شوینده بر بازیابی Fe(III).....	۴۱
شکل ۸-۲- اثر سرعت عبور نمونه بر بازیابی Fe(III).....	۴۳
شکل ۹-۲- اثر سرعت عبور شوینده بر بازیابی Fe(III).....	۴۳
شکل ۱۰-۲- حجم نمونه بر بازیابی Fe(III).....	۴۴
شکل ۱۱-۲- اثر مقدار جاذب بر بازیابی Fe(III).....	۴۶
شکل ۱۲-۲- نمودار معیارگیری آهن بدون پیش‌تغلیظ.....	۴۹
شکل ۱۳-۲- نمودار معیارگیری آهن بعد از تغلیظ ۳۰۰ mL از نمونه در شرایط بهینه.....	۴۹
شکل ۱۴-۲- بررسی تکرارپذیری روش.....	۵۰

جدول نام اختصاری ترکیبات، دستگاه‌ها و روش‌های استفاده شده در متن به همراه نام کامل

نام اختصاری	نام کامل
ADHTS	Acetophenone 2',5'-dihydroxy thiosemicarbazone
AMP	2-((2-Aminoethylamino)methyl)phenol
ANPAP	2-Amino-4-(3-nitrophenylazo)pyridine-3-ol
BHAPDMPD	Bis(2-hydroxyacetophenone)-2,2-dimethyl-1,3- propanediimine
BPADEAP	2-(5-Bromo-2-pyridylazo)- 5-diethylaminophenol
BPHA	<i>N</i> -benzoyl- <i>N</i> -phenylhydroxylamine
CZE	Capillary zone electrophoresis
DCBABT	2-(2,4-Dichlorobenzylideneamino) benzenethiol
DDTC	Diethyldithiocarbamate
DLLME	Dispersive liquid-liquid microextraction
DNPH	2,4-Dinitrophenylhydrazine
ECR	Eriochrome Cyanine R
FAAS	Flame atomic absorption spectroscopy
MRT	Molecular recognition technology
MWCNT _s	Multi-walled carbon nanotubes
Neutral Red, NR	3-Amino-7-dimethylamino-2-methylphenazine
PAN	1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol
PMBP	1-Phenyl-3-methyl-4-benzoyl-5-pyrazolone
PONPE 7.5	Polyethyleneglycol-mono- <i>p</i> -nonylphenylether
1-PTSC	1-Phenylthiosemicarbazide
PUF	Polyurethane foam
SDS	Sodium dodecyl sulfate
SPDA	<i>N,N</i> -bis(salicylidene)-1,3-propanediamine
SWCNT _s	Single-walled carbon nanotube
TPI	<i>N</i> -[3-(Triethoxysilyl) propyl] isonicotinamide
TPTZ	2,4,6-Tri(2'-pyridyl)-1,3,5-triazine

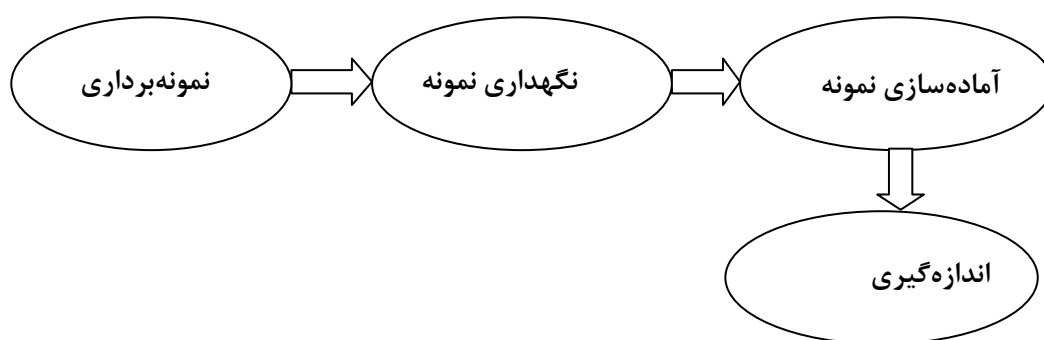
فصل اول

مروری بر استخراج فاز جامد و روش‌های جداسازی و

پیش‌تغلیظ آهن

۱-۱- تجزیه کمی

تشخیص و اندازه‌گیری عناصر و گونه‌های سازنده نمونه‌های مختلف در علوم چون پزشکی، صنعت، کشاورزی، تغذیه و داروسازی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. نمونه‌های غذایی، بیولوژیکی، زیست‌محیطی و صنعتی اغلب بافت پیچیده‌ای دارند که بیشتر مواقع اندازه‌گیری و تشخیص را با مشکل مواجه می‌کند و حساسیت و دقت کار را پایین می‌آورد. از طرف دیگر بعضی از اجزاء موجود در این بافت‌ها می‌تواند در اندازه‌گیری گونه مورد بررسی مزاحمت ایجاد کند. در برخی موارد غلظت گونه مورد بررسی و نمونه آن قدر کم است که با دستگاه‌های اندازه‌گیری موجود قابل تشخیص نمی‌باشد. با وجود رشد چشم‌گیر در ساخت دستگاه‌های کروماتوگرافی، طیف‌سنجی و حسگرها، حساسیت اندازه‌گیری اغلب برای اندازه‌گیری مقادیر ناچیز مناسب نیست و در اکثر موارد به یک یا چند مرحله آماده‌سازی نمونه احتیاج است. با کمک روش‌های جداسازی می‌توان گونه مورد نظر را از بافت اولیه جداسازی کرده و در حجم کمتری از حلال مناسب حل کرد تا تغلیظ صورت گیرد و سپس این محلول جهت تعیین مقدار گونه مورد نظر به دستگاه اندازه‌گیری معرفی می‌شود. مراحل تجزیه کمی نمونه‌های حقیقی که شامل مرحله آماده‌سازی نمونه است در شکل ۱-۱ نشان داده شده است.



شکل ۱-۱- فرایند تجزیه کمی نمونه‌های حقیقی

۱-۱-۱- نمونه برداری

اولین مرحله در هر تجزیه کمی، نمونه برداری می باشد. نمونه باید به نحوی جمع آوری شود که داده های حاصل از آن نشان دهنده ویژگی و مشخصات کل نمونه باشد. نمونه برداری باید با در نظر گرفتن همه عوامل تاثیرگذار بر غلظت انجام شود. به طور مثال برای جمع آوری نمونه جهت تعیین مس در یک دریاچه باید به خاطر داشت که غلظت آن می تواند بسته به محل، عمق، و زمان نمونه برداری در سال متفاوت باشد.

۱-۱-۲- نگهداری نمونه

دومین مرحله که اهمیت فراوانی دارد نگهداری نمونه است چون معمولاً بین نمونه برداری و تجزیه، فاصله زمانی وجود دارد. نگهداری نمونه باید به گونه ای باشد که تضمین کننده حفظ ویژگی های فیزیکی و شیمیایی نمونه باشد تا نتیجه اندازه گیری به واقعیت نزدیک باشد.

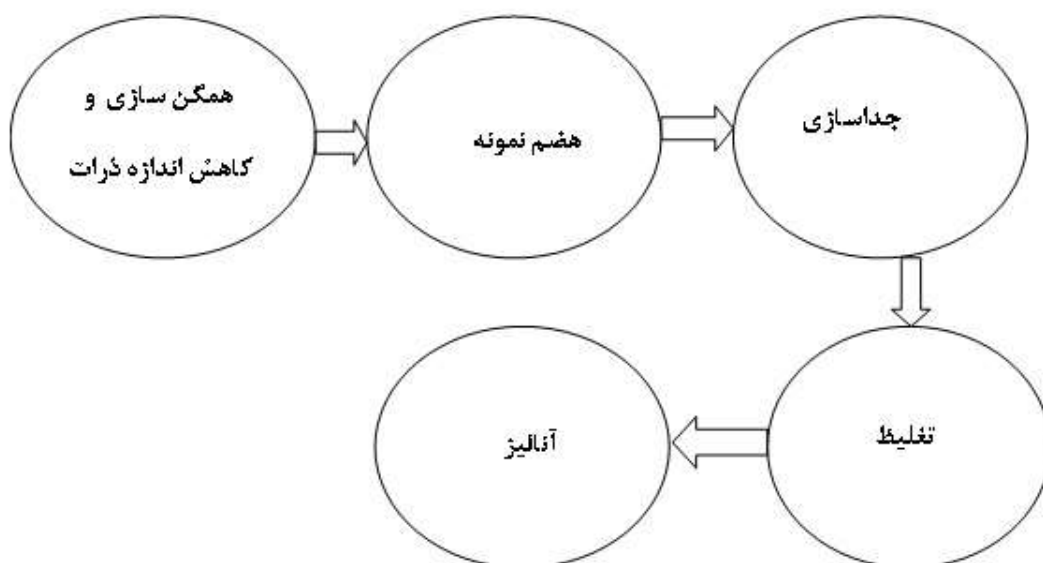
۱-۱-۳- آماده سازی نمونه

اغلب نمونه ها برای معرفی مستقیم به دستگاه اندازه گیری مناسب نیستند و نیازمند آماده سازی جهت اندازه گیری می باشند. مرحله آماده سازی می تواند خود شامل یک یا چند بخش باشد که رایج ترین آن ها در شکل ۱-۲ نشان داده شده است. با این حال این بخش ها به نوع نمونه و سطح غلظتی که برای تجزیه مورد نیاز است وابسته می باشد. قسمت عمده ای از زمان تجزیه نمونه صرف آماده سازی آن می شود. بنابراین بهبود روش های آماده سازی جهت سریع تر کردن تجزیه مورد توجه می باشد. در گذشته استخراج مایع-مایع در زدودن نمونه مورد اندازه گیری از عوامل مزاحم و تغلیظ آن نقش عمده ای داشت. توجه اخیر شیمی دانان به روش های آماده سازی نمونه باعث شده این روش ها دستخوش اصلاحات شوند. امروزه از انواع روش های استخراج فاز جامد [۱۰-۱]، روش های استخراج مایع-مایع [۱۶-۱۱] و استخراج نقطه ابری [۲۱-۱۷] به منظور جداسازی و تغلیظ گونه مورد نظر استفاده می شود. کاهش مصرف حلال های آلی، خودکارسازی و

سازگاری با محیط زیست از جمله اهداف مهم روش‌های جدید است. از آنجا که در کار حاضر از استخراج فاز جامد استفاده شده است، در این فصل بیشتر به این روش پرداخته می‌شود.

۴-۱-۱- آنالیز

نمونه پس از آماده‌سازی با دستگاه مورد نظر اندازه‌گیری می‌شود. انواع تکنیک‌های دستگاهی جهت اندازه‌گیری و تعیین عناصر و ترکیبات در تجزیه کمی به کار گرفته می‌شود که به عنوان مثال می‌توان به طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای (FAAS) [۲۲ و ۲۳]، طیف‌سنجی جذب اتمی الکتروترمال (ET-AAS) [۲۴]، طیف‌سنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES) [۲۵]، اسپکتروفوتومتری [۲۶] و روش‌های الکتروشیمیایی [۲۷] اشاره کرد.



شکل ۱-۲- مراحل ممکن در آماده‌سازی نمونه

۱-۲- استخراج فاز جامد

۱-۲-۱- اصول و تئوری استخراج فاز جامد

استخراج فاز جامد^۱ (SPE) روشی است که برای جداسازی، تغلیظ و افزایش غلظت گونه مورد نظر در نمونه‌های گازی یا مایع به‌وسیله انتقال و جذب آن بر روی فاز جامد، استفاده می‌شود. سپس گونه جذب شده بر فاز جامد را با عبور یک شوینده مناسب از روی جاذب که در ستون نگه داشته می‌شود و یا از طریق واجذبی حرارتی بازیابی می‌کنند. در روش پیمانهای جاذب را در فاز مایع به حالت تعلیق درمی‌آورند تا استخراج انجام شود و سپس فاز جامد را از نمونه جدا می‌کنند و در نهایت گونه مورد نظر را با کمک شوینده و یا واجذبی حرارتی بازیابی می‌نمایند. هدف اصلی در استخراج فاز جامد تغلیظ مقادیر کم گونه مورد نظر، جداسازی گونه مزاحم موجود در بافت نمونه و تغییر محیط که با انتقال گونه مورد نظر از بافت نمونه به حلال متفاوت و یا فاز گازی صورت می‌گیرد، می‌باشد [۲۸].

همان‌طور که اشاره شد، استخراج فاز جامد یک روش جداسازی و پیش‌تغلیظ بر پایه استفاده از جاذب می‌باشد. امکان دستیابی به ضریب تغلیظ بالا، خودکارسازی آسان، سازگاری با روش‌های مختلف دستگاهی، مصرف کم حلال آلی، سرعت، ارزانی و سهولت باعث افزایش جذابیت این تکنیک شده است [۲۹]. جاذب مورد استفاده در فاز جامد می‌تواند در ستون [۳۰]، کارتریج [۳۱]، دیسک [۳۲] یا راکتور گره‌دار [۳۳] نگاهداشته شود.

SPE همچنین به‌سادگی می‌تواند با دستگاه‌های طیف‌سنجی جفت شود و در نتیجه جداسازی، استخراج و اندازه‌گیری به صورت خودکار انجام شود. با این حال فرایند تهیه نمونه به دلیل انعطاف‌پذیری و ارزانی اغلب به صورت دستی انجام می‌شود. SPE در حال حاضر رایج‌ترین روش استخراج می‌باشد که برای آماده‌سازی نمونه‌های مختلف مانند نمونه‌های زیست‌محیطی، داروسازی، غذایی و صنعتی مورد استفاده قرار می‌گیرد [۲۸].

^۱ Solid phase extraction

۱-۲-۲-تاریخچه استخراج فاز جامد

استفاده از جاذب جامد برای تهیه ستون کروماتوگرافی در سال ۱۹۰۶ توسط تسوت^۱ ابداع شد. اولین کاربرد مهم استخراج فاز جامد در اوایل دهه ۱۹۵۰ با معرفی بستر کربن فعال به عنوان فاز جامد برای جداسازی و تغلیظ ترکیبات آلی از آب شروع شد.

توسعه گسترده فاز جامد به اواخر دهه ۱۹۶۰ برمی‌گردد که در آن زمان ستون‌های پر شده با جاذب‌های پلیمری نظیر رزین آمبرلیت XAD توسط روهم و هاس^۲ به منظور تغلیظ مقادیر بسیار کم آلاینده‌های آلی موجود در آب مورد استفاده قرار گرفتند. در سال ۱۹۸۹ اصطلاح استخراج فاز جامد یا (SPE) اولین بار توسط زیف^۳ به کار برده شد [۳۴-۳۶].

در اواخر دهه ۱۹۷۰ از سلیکای اصلاح شده فاز پیوندی به عنوان فاز جامد استفاده شد و این فاز جامد در تهیه کارتریج به کار رفت. در سال ۱۹۸۹ استفاده از دیسک برای جداسازی آلاینده‌های محیط زیست و داروها برای دستیابی به حجم‌های زیاد رایج شد. در اواخر دهه ۱۹۸۰ میکرو استخراج فاز جامد (SPME) توسط پالیزین^۴ پایه‌گذاری شد [۳۷].

در سال ۱۹۹۳ خودکارسازی SPME به نتیجه رسید و سرانجام تجزیه پیوسته، از طریق جفت کردن SPME با HPLC [۳۸] و GC-MS [۳۹] انجام گرفت. در سال‌های اخیر از روش استخراج فاز جامد به طور گسترده برای تغلیظ آلاینده‌های آلی مخصوصاً حشره‌کش‌ها استفاده شده است [۴۰]. همچنین این روش برای استخراج یون‌های فلزی [۴۱] و مطالعات گونه‌شناسی به کار رفته است [۴۲].

۱-۲-۳- مراحل اصلی در استخراج فاز جامد

در جداسازی و پیش‌تغلیظ با روش استخراج فاز جامد، ماده تجزیه‌ای بر روی فاز جامد جذب می‌شود و پس از شویش با شوینده مناسب با یک تکنیک مناسب دستگاهی اندازه‌گیری

¹ Tswett

² Rohm & Haas

³ Zife

⁴ Pawliszyn

می‌شود. اساس جداسازی، توزیع ماده تجزیه‌ای بین دو فاز مایع (نمونه حاوی ماده تجزیه‌ای) و جامد (جاذب) است که به طور کلی در چهار مرحله انجام می‌شود [۴۳]. در شکل ۱-۳ این مراحل نشان داده شده است.

(الف) آماده‌سازی جاذب^۱: اگر سطح جاذب آمادگی برهمکنش با گونه تجزیه‌ای را نداشته باشد جذب به صورت کامل و تکرارپذیر صورت نمی‌گیرد. بنابراین سطح جاذب باید با یک حلال مناسب مرطوب و فعال شود. به عنوان مثال جاذب اکتادسیل سیلیکا اگر با متانول شسته شود علاوه بر مرطوب شدن سطحش، زنجیرهای آلکیلی آن از حالت پیچ‌خورده خارج می‌شوند و سطح تماس مؤثر با محلول نمونه برقرار می‌کنند. یا در مورد کربن فعال و اکسیدهای فلزی مانند آلومینا، مرحله فعال‌سازی هم سبب آماده‌سازی فاز جامد می‌شود، و هم ناخالصی‌های جذب شده بر سطح آن جاذب را حذف می‌کند.

(ب) جذب گونه تجزیه‌ای توسط جاذب^۲: در این مرحله نمونه حاوی گونه تجزیه‌ای در تماس با سطح جاذب قرار می‌گیرد. در روش استخراج فاز جامد ستونی نمونه توسط نیروی ثقل یا مکش پمپ از روی جاذب عبور می‌کند و گونه مورد نظر بر سطح جاذب جذب می‌شود. برای اینکه جذب به طور کامل صورت گیرد باید عوامل مؤثر بر استخراج فاز جامد مثل pH، سرعت عبور محلول نمونه و شوینده، زمان و قدرت یونی بهینه شود. برهمکنش ماده تجزیه‌ای و جاذب ممکن است از نوع واندروالس، پیوند هیدروژنی، جذب سطحی، تشکیل کی‌لیت، تشکیل جفت یون، اندازه‌گردی یا تبادل یون باشد. در این مرحله ممکن است برخی از اجزای دیگر نمونه نیز بر روی جاذب باقی بمانند.

(ج) شستشو^۳: در این مرحله گونه‌های مزاحم که به طور ضعیفی بر روی جاذب باقی مانده‌اند را با محلول مناسبی که هیچ گونه برهمکنش با گونه مورد نظر ندارد شسته و از جاذب جدا می‌کنند.

¹ Conditioning

² Adsorbtion

³ Washing