



دانشگاه ساری
پایه

روش‌های جداسازی در شیمی تجزیه

دکتر محمدعلی کریمی

دکتر فرهنگ میزانی

امروز کتابخوانی و علم‌آموزی نه تنها یک وظیفه‌ی ملی، که یک واجب دینی است.^۱

مقام معظم رهبری

در عصر حاضر یکی از شاخصه‌های ارزیابی رشد، توسعه و پیشرفت فرهنگی هر کشوری میزان تولید کتاب، مطالعه و کتابخوانی مردم آن مرز و بوم است. ایران اسلامی نیز از دیرباز تاکنون با داشتن تمدنی چندهزارساله و مراکز متعدد علمی، فرهنگی، کتابخانه‌های معتبر، علما و دانشمندان بزرگ با آثار ارزشمند تاریخی، سرآمد دولت‌ها و ملت‌های دیگر بوده و در عرصه فرهنگ و تمدن جهانی به‌سان خورشیدی تابناک همچنان می‌درخشد و با فرزندان نیک‌نهاد خویش هنرنمایی می‌کند. چه کسی است که در دنیا با دانشمندان فرزانه و نام‌آور ایرانی همچون ابوعلی سینا، ابوریحان بیرونی، فارابی، خوارزمی و ... همچنین شاعران برجسته‌ای نظیر فردوسی، سعدی، مولوی، حافظ و ... آشنا نباشد و در مقابل عظمت آنها سر تعظیم فرود نیاورد. تمامی این افتخارات ارزشمند، برگرفته از میزان عشق و علاقه فراوان ملت ما به فراگیری علم و دانش از طریق خواندن و مطالعه منابع و کتاب‌های گوناگون است. به شکرانه الهی، تاریخ و گذشته ما، همیشه درخشان و پر بار است. ولی اکنون در این زمینه در چه جایگاهی قرار داریم؟ آمار و ارقام ارائه‌شده از سوی مجامع و سازمان‌های فرهنگی در مورد سرانه مطالعه هر ایرانی، برایمان چندان امیدوارکننده نمی‌باشد.

کتاب، دروازه‌ای به سوی گستره دانش و معرفت است و کتاب خوب، یکی از بهترین ابزارهای کمال بشری است. همه دستاوردهای بشر در سراسر عمر جهان، تا آنجا که قابل کتابت بوده است، در میان دست‌نوشته‌هایی است که انسان‌ها پدید آورده و می‌آورند. در این مجموعه بی‌نظیر، تعالیم الهی، درس‌های پیامبران به بشر، و همچنین علوم مختلفی است که سعادت بشر بدون آگاهی از آنها امکان‌پذیر نیست. کسی که با دنیای زیبا و زندگی‌بخش کتاب ارتباط ندارد بی‌شک از مهم‌ترین دستاورد انسانی و نیز از بیشترین معارف الهی و بشری محروم است. با این دیدگاه، به‌روشنی می‌توان ارزش و مفهوم رمزی عمیق در این حقیقت تاریخی را دریافت که اولین خطاب خداوند متعال به پیامبر گرامی اسلام (ص) این است که «بخوان!» و در اولین سوره‌ای که بر آن فرستاده عظیم‌الشان خداوند، فرود آمده، نام «قلم» به تجلیل یاد

1. <https://farsi.khamenei.ir/message-content?id=2696>

شده است: «إِقْرَأْ وَ رَبُّكَ الْأَكْرَمُ. الَّذِي عَلَّمَ بِالْقَلَمِ» در اهمیت عنصر کتاب برای تکامل جامعه انسانی، همین بس که تمامی ادیان آسمانی و رجال بزرگ تاریخ بشری، از طریق کتاب جاودانه مانده اند.

دانشگاه پیام نور با گستره جغرافیایی ایران شمول خود با هدف آموزش برای همه، همه جا و همه وقت، به عنوان دانشگاهی کتاب محور در نظام آموزش عالی کشورمان، افتخار دارد جایگاه اندیشه سازی و خردورزی بخش عظیمی از جوانان جویای علم این مرز و بوم باشد. تلاش فراوانی در ایام طولانی فعالیت این دانشگاه انجام پذیرفته تا با بهره گیری از تجربه های گرانقدر استادان و صاحب نظران برجسته کشورمان، کتاب ها و منابع آموزشی درسی شاخص و خودآموز تولید شود. در آینده هم، این مهم با هدف ارتقای سطح علمی، روزآمدی و توجه بیشتر به نیازهای مخاطبان دانشگاه پیام نور با جدیت ادامه خواهد داشت. به طور قطع استفاده از نظرات استادان، صاحب نظران و دانشجویان محترم، ما را در انجام این وظیفه مهم و خطیر یاری رسان خواهد بود. پیشاپیش از تمامی عزیزانی که با نقد، تصحیح و پیشنهادهای خود ما را در انجام این وظیفه خطیر یاری می رسانند، سپاسگزاری می نمایم. لازم است از تمامی اندیشمندانی که تاکنون دانشگاه پیام نور را منزلگاه اندیشه سازی خود دانسته و ما را در تولید کتاب و محتوای آموزشی درسی یاری نموده اند، صمیمانه قدردانی گردد. موفقیت و بهروزی تمامی دانشجویان و دانش پژوهان عزیز آرزوی همیشگی ما است.

دانشگاه پیام نور

فهرست مطالب

پیشگفتار	سیزده
فصل اول. روش های استخراج.....	۱
هدف کلی	۱
هدف های یادگیری.....	۱
مقدمه.....	۲
۱-۱ استخراج مایع - مایع.....	۱۴
۱-۱-۱ فرایند استخراج مایع - مایع.....	۱۴
۱-۱-۲ ثابت توزیع (Kd).....	۱۶
۱-۱-۳ نسبت توزیع (D).....	۱۷
۱-۱-۴ تأثیر واکنش های مختلف بر نسبت توزیع.....	۱۸
۱-۴-۱-۱ تأثیر pH بر استخراج اسید ضعیف.....	۱۸
۱-۴-۱-۲ تأثیر pH بر استخراج باز ضعیف.....	۱۹
۵-۱-۱ کارایی استخراج.....	۲۰
۶-۱-۱ مکانیسم فرایندهای استخراج.....	۲۰
۱-۶-۱-۱ استخراج به روش حلال پوشی.....	۲۱
۲-۶-۱-۱ استخراج به روش تعویض کاتیون.....	۲۲
۳-۶-۱-۱ استخراج به روش تعویض آنیون.....	۲۳
۴-۶-۱-۱ استخراج با تشکیل جفت یون.....	۲۳
۵-۶-۱-۱ استخراج تعاونی.....	۲۴
۷-۱-۱ انواع روش های استخراج مایع - مایع.....	۲۵
۱-۷-۱-۱ استخراج ساده.....	۲۵
۲-۷-۱-۱ استخراج پیوسته.....	۲۶

۲۶	۳-۷-۱-۱ استخراج با جریان مخالف
۲۷	۲-۱ روش های میکرواستخراج
۲۷	۱-۲-۱ میکرواستخراج با فاز مایع (LPME)
۲۸	۱-۱-۲-۱ میکرواستخراج فاز مایع با تک قطره
۳۲	۲-۱-۲-۱ میکرواستخراج فاز مایع توسط فیبر توخالی
۳۳	۳-۱-۲-۱ میکرواستخراج فاز مایع پخشی
۳۴	۳-۱ استخراج با فاز جامد
۳۶	۱-۳-۱ اهداف استفاده از استخراج با فاز جامد
۳۶	۲-۳-۱ مراحل روش استخراج با فاز جامد
۳۹	۳-۳-۱ مکانیسم های بازداري در استخراج با فاز جامد
۴۲	۴-۳-۱ انواع جاذب های مورد استفاده در استخراج با فاز جامد
۴۲	۱-۴-۳-۱ جاذب های فاز نرمال
۴۲	۲-۴-۳-۱ جاذب های فاز معکوس
۴۳	۳-۴-۳-۱ جاذب های طرد مولکولی
۴۳	۴-۴-۳-۱ جاذب های تبادل یون
۴۳	۵-۳-۱ استفاده از نانوذرات، نانوذرات اصلاح شده و کامپوزیت ها به عنوان جاذب در استخراج با فاز جامد
۴۵	۶-۳-۱ اشکال مختلف استخراج با فاز جامد
۴۷	۷-۳-۱ انواع روش های انجام استخراج با فاز جامد
۴۹	۴-۱ میکرواستخراج با فاز جامد
۵۱	۱-۴-۱ انواع روش های میکرواستخراج با فاز جامد
۵۱	۱-۱-۴-۱ میکرواستخراج مستقیم
۵۱	۲-۱-۴-۱ میکرواستخراج فضای فوقانی
۵۲	۳-۱-۴-۱ میکرواستخراج با محافظت غشایی
۵۲	۲-۴-۱ تعیین زمان استخراج در میکرواستخراج با فاز جامد
۵۳	۵-۱ استخراج توسط حلال کمک شده با امواج میکروویو
۵۵	۱-۵-۱ مزایا و معایب روش استخراج به کمک امواج میکروویو
۵۵	۶-۱ استخراج سوکسله
۵۷	۱-۶-۱ محاسن استخراج با سوکسله
۵۷	۲-۶-۱ معایب استخراج با سوکسله
۵۷	۷-۱ روش استخراج با حلال پرشتاب
۵۸	۱-۷-۱ مزایا و معایب استخراج با حلال شتاب یافته
۵۹	۲-۷-۱ کاربردهای بالقوه استخراج با حلال شتاب یافته
۶۰	۸-۱ استخراج با نقطه ابری
۶۱	۱-۸-۱ سورفکتانت
۶۲	۲-۸-۱ برهم کنش گونه ها با ساختارهای مایسلی

۶۳	۸-۳-۱ دسته‌بندی سورفکتانت‌ها.....
۶۴	۸-۴-۱ بررسی رفتار فازی سیستم‌های سورفکتانتی.....
۶۵	۸-۵-۱ مراحل روش استخراج با نقطه ابری.....
۶۷	۸-۶-۱ مزایا و کاربردهای روش استخراج با نقطه ابری.....
۶۸	۹-۱ پدیده اسمز.....
۷۱	۱۰-۱ دیالیز.....
۷۲	۱۰-۱-۱ اساس دیالیز.....
۷۳	۱۰-۲-۱ دستورالعمل انجام دیالیز.....
۷۳	۱۰-۳-۱ مراحل کلی در دیالیز.....
۷۳	۱۰-۴-۱ بهینه‌سازی فرایند دیالیز.....
۷۴	۱۰-۵-۱ سرعت دیالیز.....
۷۴	۱۰-۶-۱ انواع دیالیز.....
۷۵	۱۰-۶-۱ همودیالیز.....
۷۶	۱۱-۱ الکترودیالیز.....
۷۶	۱۱-۱-۱ اساس روش الکترودیالیز.....
۷۷	۱۱-۲-۱ دستگاه‌وری الکترودیالیز.....
۷۷	۱۱-۲-۱ غشاء.....
۷۸	۱۱-۲-۲ الکترودها.....
۷۸	۱۱-۲-۳ جداکننده پلیمری.....
۷۸	۱۱-۳-۱ سیستم الکترودیالیز صنعتی.....
۷۹	۱۲-۱ الکتروفورز.....
۸۰	۱۳-۱ الکتروفورز موئین.....
۸۲	۱۳-۱-۱ جریان الکترواسموتیک.....
۸۴	۱۳-۲-۱ دستگاه‌وری الکتروفورز موئین.....
۸۴	۱۳-۲-۱ منبع الکتریکی ولتاژ بالا.....
۸۵	۱۳-۲-۲ تزریق کننده.....
۸۶	۱۳-۲-۳ موئینه.....
۸۶	۱۳-۲-۴ آشکارسازها.....
۸۷	۱۳-۳-۱ زمان مهاجرت در الکتروفورز موئین.....
۸۸	۱۳-۴-۱ انواع روش‌های الکتروفورز.....
۸۸	۱۳-۴-۱ الکتروفورز موئین ناحیه‌ای.....
۸۸	۱۳-۴-۲ کروماتوگرافی موئین الکتروسیستیک مایسلی.....
۸۹	۱۳-۴-۳ الکتروفورز موئین ژلی.....
۸۹	۱۳-۴-۴ الکتروفورز موئین تمایلی.....
۹۰	۱۳-۵-۱ مزایای الکتروفورز موئین نسبت به روش کلاسیک.....
۹۰	خلاصه فصل اول.....

۹۲	خودآزمایی چهارگزینه‌ای فصل اول
۹۳	خودآزمایی تشریحی فصل اول
۹۴	منابع فصل اول
۹۵	فصل دوم. مقدمه‌ای بر روش‌های کروماتوگرافی
۹۵	هدف کلی
۹۵	هدف‌های یادگیری
۹۵	مقدمه
۹۶	۱-۲ اصول و مفاهیم کروماتوگرافی
۹۹	۲-۲ دسته‌بندی روش‌های کروماتوگرافی
۹۹	۱-۲-۲ کروماتوگرافی مسطح
۹۹	۲-۲-۲ کروماتوگرافی ستونی
۱۰۲	۳-۲ ثابت توزیع
۱۰۳	۱-۳-۲ کروماتوگرافی خطی
۱۰۴	۲-۳-۲ کروماتوگرافی غیرخطی
۱۰۵	۴-۲ کروماتوگرافی شویشی
۱۰۶	۵-۲ کروماتوگرام
۱۰۶	۶-۲ زمان بازداری
۱۰۷	۱-۶-۲ رابطه بین زمان بازداری و ثابت توزیع
۱۰۸	۲-۶-۲ ارتباط بین زمان‌های بازداری و زمان مرده
۱۰۸	۷-۲ ضریب گزینش‌پذیری
۱۰۹	۸-۲ تئوری‌های کروماتوگرافی
۱۱۰	۱-۸-۲ نظریه بشقابک فرضی
۱۱۲	۲-۸-۲ نظریه سرعت در کروماتوگرافی
۱۱۴	۱-۲-۸-۲ نفوذ گردابی یا ادی یا اثر چندراهی
۱۱۴	۲-۲-۸-۲ نفوذ طولی (B)
۱۱۵	۳-۲-۸-۲ انتقال جرم غیرتبادل (C)
۱۱۷	۹-۲ قدرت تفکیک در کروماتوگرافی
۱۱۹	۱-۹-۲ اثر تغییر N بر قدرت تفکیک
۱۱۹	۲-۹-۲ اثر تغییر k' بر قدرت تفکیک
۱۱۹	۳-۹-۲ اثر تغییر α در قدرت تفکیک
۱۲۱	۱۰-۲ کاربردهای کروماتوگرافی
۱۲۱	۱-۱۰-۲ شناسایی کیفی
۱۲۲	۲-۱۰-۲ شناسایی کمی
۱۲۳	خلاصه فصل دوم
۱۲۴	خودآزمایی چهارگزینه‌ای فصل دوم

۱۲۴	خودآزمایی تشریحی فصل دوم.....
۱۲۵	منابع فصل دوم.....
۱۲۷	فصل سوم. کروماتوگرافی گازی.....
۱۲۷	هدف کلی.....
۱۲۷	هدف‌های یادگیری.....
۱۲۷	مقدمه.....
۱۲۸	۱-۳ کروماتوگرافی گاز- جامد.....
۱۲۸	۲-۳ کروماتوگرافی گاز- مایع.....
۱۲۹	۱-۲-۳ اصول کروماتوگرافی گاز مایع.....
۱۲۹	۲-۲-۳ اجزای دستگاهی در کروماتوگرافی گاز- مایع.....
۱۳۰	۱-۲-۲-۳ مخزن گاز حامل.....
۱۳۱	۲-۲-۲-۳ سیستم تزریق نمونه.....
۱۳۳	۳-۲-۲-۳ ستون‌های کروماتوگرافی گازی.....
۱۳۶	۴-۲-۲-۳ فازهای ساکن در کروماتوگرافی.....
۱۴۰	۵-۲-۲-۳ آشکارسازهای مورد استفاده در کروماتوگرافی گازی.....
۱۴۸	۳-۳ کنترل دمایی در کروماتوگرافی گازی.....
۱۴۹	۴-۳ کاربردهای کروماتوگرافی گازی.....
۱۵۰	۱-۴-۳ تجزیه کیفی در کروماتوگرافی گازی.....
۱۵۱	۵-۳ کروماتوگرافی چندبعدی.....
۱۵۲	خلاصه فصل سوم.....
۱۵۳	خودآزمایی چهارگزینه‌ای فصل سوم.....
۱۵۴	خودآزمایی تشریحی فصل سوم.....
۱۵۵	منابع فصل سوم.....
۱۵۷	فصل چهارم. کروماتوگرافی مایع با عملکرد بالا.....
۱۵۷	هدف کلی.....
۱۵۷	هدف‌های یادگیری.....
۱۵۸	مقدمه.....
۱۶۰	۱-۴ پهن‌شدگی اضافی نوار در ستون در HPLC.....
۱۶۲	۲-۴ اجزای دستگاهی در کروماتوگرافی مایع با عملکرد بالا.....
۱۶۲	۱-۲-۴ سیستم ذخیره و کنترل حلال در HPLC.....
۱۶۵	۲-۲-۴ سیستم‌های پمپ‌کننده در HPLC.....
۱۶۵	۱-۲-۲-۴ پمپ‌های پیستونی.....
۱۶۶	۲-۲-۲-۴ پمپ‌های جابه‌جایی یا سرنگی.....
۱۶۷	۳-۲-۲-۴ پمپ‌های بادی یا هوای فشرده.....

۱۶۷	۳-۲-۴ سیستم‌های تزریق جریان.....
۱۶۸	۴-۲-۴ ستون‌ها در HPLC.....
۱۶۹	۱-۴-۲-۴ ستون‌های محافظ.....
۱۶۹	۲-۴-۲-۴ پرکننده‌های ستون HPLC.....
۱۷۰	۳-۴ آشکارسازی در HPLC.....
۱۷۱	۱-۳-۴ آشکارساز طیف‌سنج مرئی - ماوراءبنفش.....
۱۷۲	۲-۳-۴ آشکارساز فلورسانس (FD).....
۱۷۳	۳-۳-۴ آشکارساز مادون قرمز.....
۱۷۳	۴-۳-۴ آشکارساز ضریب شکست (RID).....
۱۷۴	۵-۳-۴ آشکارساز پراکندگی نور تبخیری ELSD.....
۱۷۴	۶-۳-۴ آشکارسازهای الکتروشیمیایی.....
۱۷۵	۷-۳-۴ آشکارساز طیف‌سنج جرمی.....
۱۷۶	۱-۷-۳-۴ روش تزریق مستقیم.....
۱۷۶	۲-۷-۳-۴ روش حذف حلال با تبخیر.....
۱۷۷	۳-۷-۳-۴ سیستم افشانه گرمایی.....
۱۷۷	۴-۷-۳-۴ روش یونیزاسیون افشانه الکتریکی (ESI).....
۱۷۹	۵-۷-۳-۴ روش یونش شیمیایی در فشار اتمسفر (APCI).....
۱۷۹	۶-۷-۳-۴ روش یونش فوتونی در فشار اتمسفر (APPI).....
۱۸۱	۷-۷-۳-۴ کروماتوگرافی مایع - طیف‌سنج جرمی (LC-MS).....
۱۸۲	۴-۴ قلمرو کاربرد شیوه‌های مختلف کروماتوگرافی مایع.....
۱۸۲	۱-۴-۴ کروماتوگرافی تقسیمی با عملکرد بالا.....
۱۸۳	۱-۱-۴-۴ ستون‌های کروماتوگرافی فاز پیوندی.....
۱۸۵	۲-۱-۴-۴ کاربردهای کروماتوگرافی تقسیمی.....
۱۹۰	۲-۴-۴ کروماتوگرافی جذب سطحی با کارایی بالا.....
۱۹۲	۳-۴-۴ کروماتوگرافی تبادل یونی با کارایی بالا (HPIC).....
۱۹۳	۱-۳-۴-۴ رزین‌های تبادل یونی.....
۱۹۴	۲-۳-۴-۴ تعادل‌های تبادل یونی.....
۱۹۶	۳-۳-۴-۴ کاربرد رزین‌های تبادل یونی در کروماتوگرافی.....
۱۹۶	۴-۴-۴ کروماتوگرافی یونی مبتنی بر فرونشاندن‌ها.....
۱۹۸	۵-۴-۴ کروماتوگرافی یونی تک ستونی.....
۲۰۰	۵-۴ کروماتوگرافی اندازه طردی (SEC) با عملکرد بالا.....
۲۰۰	۱-۵-۴ مکانیزم جداسازی در کروماتوگرافی اندازه طردی.....
۲۰۳	۲-۵-۴ پرکننده‌های ستون کروماتوگرافی اندازه طردی.....
۲۰۴	۳-۵-۴ کاربرد کروماتوگرافی اندازه طردی.....
۲۰۵	۶-۴ کروماتوگرافی لایه نازک با عملکرد بالا.....
۲۰۶	۱-۶-۴ مراحل انجام کروماتوگرافی لایه نازک با عملکرد بالا.....

۲۰۷	۴-۶-۱ تهیه نمونه.....
۲۰۷	۴-۶-۱-۲ انتخاب فاز ساکن و صفحات کروماتوگرافی.....
۲۰۷	۴-۶-۳ انتخاب فاز متحرک.....
۲۰۸	۴-۶-۴ پیش شویی و آماده سازی فاز ساکن.....
۲۰۸	۴-۶-۵ نمونه گذاری.....
۲۰۹	۴-۶-۶ ظاهر کردن صفحه و بسط کروماتوگرافی.....
۲۱۰	۴-۶-۷ تعیین موقعیت آنالیت ها روی صفحه.....
۲۱۰	۴-۶-۲ روابط موجود در کروماتوگرافی لایه نازک.....
۲۱۲	۴-۶-۳ کاربردهای کروماتوگرافی لایه نازک.....
۲۱۳	۴-۶-۴ کروماتوگرافی مسطح دو بعدی.....
۲۱۴	۴-۷ کروماتوگرافی کاغذی.....
۲۱۵	۴-۷-۱ اساس کروماتوگرافی کاغذی.....
۲۱۵	۴-۷-۲ فاکتور بازداری.....
۲۱۶	۴-۷-۳ مراحل کروماتوگرافی کاغذی.....
۲۱۸	۴-۷-۴ کاربردهای کروماتوگرافی کاغذی.....
۲۱۸	۴-۷-۵ انواع کروماتوگرافی کاغذی.....
۲۱۹	۴-۷-۶ معایب کروماتوگرافی کاغذی.....
۲۱۹	خلاصه فصل چهارم.....
۲۲۱	خودآزمایی چهارگزینه ای فصل چهارم.....
۲۲۲	خودآزمایی تشریحی فصل چهارم.....
۲۲۴	منابع فصل چهارم.....
۲۲۷	فصل پنجم. استخراج و کروماتوگرافی سیال فوق بحرانی.....
۲۲۷	هدف کلی.....
۲۲۷	هدف های یادگیری.....
۲۲۷	مقدمه.....
۲۲۹	۵-۱ تعریف سیال فوق بحرانی.....
۲۳۰	۵-۲ ویژگی ها سیال در حالت فوق بحرانی.....
۲۳۱	۵-۳ دی اکسید کربن فوق بحرانی.....
۲۳۱	۵-۴ تئوری استخراج فوق بحرانی.....
۲۳۲	۵-۵ روش عملیاتی استخراج با سیال فوق بحرانی.....
۲۳۴	۵-۶ مزایا و معایب استخراج با دی اکسید کربن فوق بحرانی.....
۲۳۵	۵-۷ کاربردهای استخراج سیال فوق بحرانی.....
۲۳۷	۵-۸ کروماتوگرافی با سیال فوق بحرانی.....
۲۳۷	۵-۸-۱ دستگاهوری کروماتوگرافی با سیال فوق بحرانی.....
۲۳۸	۵-۸-۱-۱ فازهای ساکن در کروماتوگرافی با سیال فوق بحرانی.....

۲۳۹	۵-۸-۱-۲ فازهای متحرک به کار رفته در کروماتوگرافی با سیال فوق بحرانی
۲۴۰	۵-۸-۱-۳ آشکارسازهای متداول در کروماتوگرافی با سیال فوق بحرانی
۲۴۰	۵-۸-۲ مقایسه کروماتوگرافی با سیال فوق بحرانی با سایر روش های کروماتوگرافی
۲۴۳	۵-۸-۳ کاربردهای کروماتوگرافی سیال فوق بحرانی
۲۴۴	خلاصه فصل پنجم
۲۴۶	خودآزمایی چهارگزینه ای فصل پنجم
۲۴۷	خودآزمایی تشریحی فصل پنجم
۲۴۷	منابع فصل پنجم
۲۴۹	پاسخنامه

پیشگفتار

علم شیمی تجزیه برای اندازه‌گیری آنالیت‌های مختلف شامل مراحل متعددی از جمله نمونه‌برداری، آماده‌سازی، انتخاب روش، سنجش کمی، ارزیابی آماری داده‌های تجزیه‌ای و گزارش نهایی است که تمامی این مراحل مکمل هم بوده و هرگونه اشکال در یکی از مراحل فوق می‌تواند در دستیابی به نتیجه مطلوب و تصمیم‌گیری نهایی مشکل جدی ایجاد کند.

از آنجایی که اغلب گونه‌های مورد اندازه‌گیری در بافت‌های پیچیده‌ای هستند که بعضاً حضور سایر گونه‌های موجود می‌توانند مزاحمت جدی در اندازه‌گیری ایجاد کنند، آماده‌سازی نمونه قبل از سنجش کمی یکی از مراحل مهم در آنالیز نمونه‌ها است که به منظور کم کردن اثر ماتریس در آنالیز نمونه به وسیله دستگاه‌های تجزیه‌ای انجام می‌گیرد.

هدف اصلی روش‌های آماده‌سازی حذف مزاحمت‌ها از نمونه به منظور افزایش انتخاب‌گری روش، پیش‌تغلیظ گونه مورد اندازه‌گیری و افزایش غلظت آن به دلیل قابلیت دستگاه تجزیه‌ای در اندازه‌گیری نمونه و همچنین تبدیل نمونه به شکلی مناسب برای شناسایی و اندازه‌گیری با دستگاه است.

روش‌های جداسازی در شیمی بسیار متعدد و متنوع می‌باشند و پرداختن به تمامی این روش‌ها با ذکر جزئیات کامل در یک کتاب نمی‌گنجد، اما سعی شده به طور اجمالی برخی از روش‌های پرکاربرد جداسازی معرفی شوند. از آنجایی که روش‌های استخراج

از روش های مهم و نسبتاً قدیمی در جداسازی می باشند در فصل اول کتاب به معرفی این روش ها شامل استخراج مایع- مایع، استخراج با فاز جامد و برخی روش های دیگر استخراج پرداخته شده است.

روش های کروماتوگرافی نیز از جمله روش های قدیمی و در عین حال پرکاربرد در جداسازی هستند که استفاده فراوانی در اندازه گیری های پژوهشی و صنعتی دارند. بدین جهت تئوری و انواع شیوه های کروماتوگرافی شامل کروماتوگرافی گازی، کروماتوگرافی مایع و HPLC، اجزای تشکیل دهنده آن ها و نیز کاربردهایشان در فصول دوم تا چهارم کتاب معرفی شده اند. در فصل پنجم کتاب نیز با توجه به ویژگی های منحصر به فرد سیال های فوق بحرانی و به ویژه توسعه روزافزون آن در بررسی های پژوهشی و استفاده های صنعتی به معرفی آن و برخی کاربردهای آن در صنایع مختلف پرداخته شده است.

این اثر حاصل سال های متوالی تدریس و تحقیق پدیدآورندگان آن در این حوزه از دانش تجزیه می باشد که امید است مورد استفاده دانشجویان و محققان قرار گیرد. همچنین لازم به ذکر است که اگرچه با صرف وقت و حوصله کافی سعی شده اشکالات و نواقص آن به حداقل تعداد ممکن برسد ولی قطعاً اثر نهایی خالی از اشکال نیست، لذا از همه دانشجویان و خوانندگان عزیز استدعا دارم اشکالات موجود را به پدیدآورندگان آن منعکس نموده تا ان شاء الله در چاپ های بعدی اصلاح گردند.

مؤلفان

فصل اول

روش‌های استخراج

هدف کلی

هدف کلی این فصل آشنایی دانشجویان با مهم‌ترین و پرکاربردترین روش‌های جداسازی است.

هدف‌های یادگیری

دانشجویان عزیز پس از مطالعه این فصل با مفاهیم زیر آشنا خواهند شد:

۱. فرایند استخراج مایع-مایع، مراحل، تعاریف و عوامل مؤثر بر آن.
۲. مکانیسم‌های مختلف استخراج مایع-مایع.
۳. انواع روش‌های استخراج حلالی.
۴. روش میکرواستخراج با فاز مایع یا میکرواستخراج حلالی و مراحل و انواع آن.
۵. استخراج با فاز جامد و مراحل انجام آن.
۶. انواع روش‌های استخراج با فاز جامد و مکانیسم‌های مختلف آن.
۷. روش میکرواستخراج با فاز جامد و مراحل مختلف آن.
۸. روش استخراج با نقطه ابری و مکانیسم انجام آن.
۹. تعریف سورفاکتانت و آشنایی با انواع آن و نحوه عملکرد سورفاکتانت در استخراج نقطه بحرانی.
۱۰. پدیده اسمز و کاربرد آن در جداسازی.
۱۱. تکنیک دیالیز و کاربردهای آن.
۱۲. روش الکترودیالیز و کاربردهای آن.

۱۳. روش‌های الکتروفورز کلاسیک و الکتروفورز لوله موئین و مزایا و معایب هر یک از آن‌ها.

۱۴. دستگاهوری و اجزای مختلف الکتروفورز موئین.

۱۵. انواع روش‌های الکتروفورز موئین.

مقدمه

در شیمی می‌توان به کمک روش‌های جداسازی مواد، یک آنالیت یا دیگر ترکیبات شیمیایی را از یکدیگر جدا کرد. البته این کار زمانی انجام می‌شود که مواد، حداقل در یکی از خواص فیزیکی یا شیمیایی، اختلاف زیادی داشته باشند. در حقیقت، یکی از مهم‌ترین فعالیت‌های شیمیدان‌ها، شامل جداسازی مواد و خالص‌سازی ترکیبات شیمیایی است. به‌طور مثال، استخراج^۱ یکی از روش‌های پرکاربرد برای جداسازی ترکیباتی همچون I_2 و $KMnO_4$ از یکدیگر به‌شمار می‌آید که این دو ترکیب، قطبیت‌های متفاوتی دارند.

این ترکیبات را به کمک مخلوطی از حلال‌های قطبی مانند آب و حلال‌های ناقطبی همچون CCl_4 از یکدیگر جدا می‌کنند. ترکیبات I_2 در CCl_4 و $KMnO_4$ در آب حل می‌شوند. جدول ۱-۱، فهرستی از روش‌های جداسازی مواد را براساس خواص فیزیکی یا شیمیایی نشان می‌دهد.

الف) جداسازی براساس اندازه: از جمله روش‌های جداسازی مواد می‌توان به جداسازی براساس اندازه اشاره کرد. اندازه^۲، ساده‌ترین خاصیت فیزیکی است که می‌توان برای این منظور از آن بهره گرفت. برای دستیابی به این روش، از یک محیط متخلخل استفاده می‌کنیم که فقط یک جزء مانند آنالیت توانایی عبور از میان آن را دارد. از جمله نمونه‌های جداسازی مواد براساس اندازه می‌توان به فیلتراسیون^۳، دیالیز^۴ و کروماتوگرافی اندازه طردی^۵ اشاره کرد. در فیلتراسیون، اجزا را به کمک یک فیلتر از یکدیگر جدا می‌کنیم. ماده‌ای که از فیلتر عبور می‌کند، فیلترات نام دارد و ماده‌ای که در پشت فیلتر جمع می‌شود موسوم به کیک فیلتر است. در مواردی، به کیک فیلتر، پس‌آب^۶ نیز می‌گویند. فیلتراسیون ثقلی و خلأ از جمله نمونه‌های این نوع از روش‌های جداسازی مواد هستند. در مواردی که

1. Extraction

2. Size

3. Filtration

4. Dialysis

5. Size Exclusion

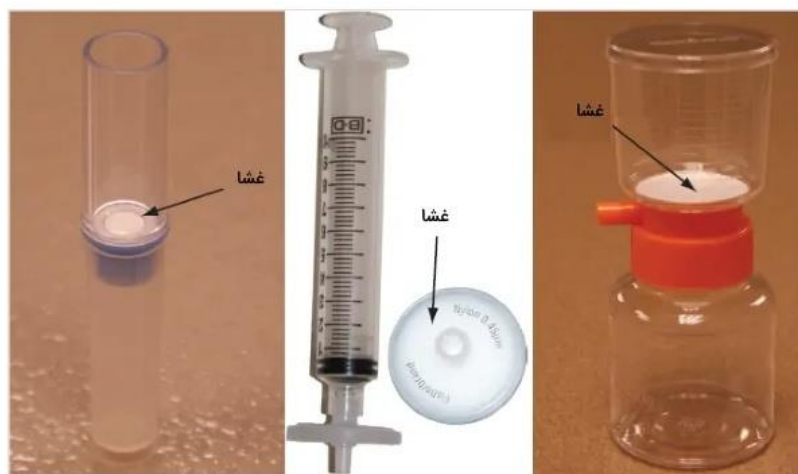
6. Retentate

۳ روش‌های استخراج

محلول، شامل ذرات بسیار ریزی باشد، از فیلترهای غشایی^۱ استفاده می‌شود. تصویر زیر، سه نوع مختلف از فیلترهای غشایی را نشان می‌دهد.

جدول ۱-۱. فهرستی از روش‌های جداسازی مواد را براساس خواص فیزیکی یا شیمیایی آن‌ها

روش جداسازی مواد	اساس جداسازی مواد
فیلتراسیون	اندازه
دیالیز	
کروماتوگرافی اندازه طردی	
سانتریفیوژ	
پوشش (Masking)	تشکیل کمپلکس
تقطیر	تغییر در حالت فیزیکی
تصعید	
تبلور مجدد	
تبخیر	
رسوب	تغییر در حالت شیمیایی
رسوب‌دهی الکتریکی	
استخراج	تقسیم‌بندی بین فازها
کروماتوگرافی	



شکل ۱-۱. سه نوع مختلف از فیلترهای غشایی

دیالیز، یکی دیگر از روش‌های جداسازی مواد براساس اندازه است. در این روش، از یک غشای دیالیزی ساخته شده از سلولز استفاده می‌کنند که این غشاء به شکل لوله، کاست یا کیسه وجود دارد. در تصویر زیر می‌توانید نمونه‌ای از کاست دیالیز را ببینید. نمونه به داخل غشای دیالیزی تزریق می‌شود. این غشاء از اطراف کاملاً عایق شده است. این کاست را داخل ظرفی پر شده از یک محلول قرار می‌دهند که محلول مورد نظر، ترکیب شیمیایی متفاوتی از نمونه دارد.

اگر غلظت ذرات در دو طرف غشاء متفاوت باشند، یک گرادیان غلظتی ایجاد و باعث می‌شود که نیرو محرکه‌ای برای نفوذ^۱ از طریق غشاء فراهم شود. در این حالت، ذرات کوچک‌تر، از غشاء عبور می‌کنند و ذرات بزرگ‌تر در طرف دیگر باقی می‌مانند. از دیالیز به‌طور معمول برای خالص‌سازی پروتئین‌ها، هورمون‌ها و آنزیم‌ها استفاده می‌شود. در زمان دیالیز کلیه‌های انسان، با عبور دادن خون از یک غشای دیالیزی، فراورده‌های حاصل از سوخت و ساز بدن همچون اوره، اسید اوریک و کراتینین^۲ را از خون حذف می‌کنند.



شکل ۱-۲. نمونه‌ای از کاست دیالیز

سومین نمونه از روش‌های جداسازی مواد براساس اندازه، روش کروماتوگرافی اندازه‌طردی است که در آن از یک ستون حاوی ریزمهره‌های^۱ پلی‌آکریل آمیدی استفاده می‌شود. اندازه حفرات را با استفاده از درجه اتصال عرضی^۲ کنترل می‌کنند. هر قدر اتصال عرضی ریزمهره‌ها بیشتر باشد، اندازه حفرات کوچک‌تر خواهد بود. نمونه مورد نظر را در مسیر جریان یک حلال قرار می‌دهند که با دبی جریان ثابتی به ستون کروماتوگرافی پمپ می‌شود. ذراتی که اندازه آن‌ها از حفرات بزرگ‌تر باشند، با همان سرعت حلال، از داخل ستون عبور می‌کنند. همچنین ذرات کوچک‌تر، زمان بیشتری را برای عبور از میان حفرات نیاز دارند. از کروماتوگرافی اندازه‌طردی به‌طور گسترده در آنالیز پلیمرها و همچنین جداسازی پروتئین‌ها استفاده می‌شود.

ب) جداسازی مواد براساس جرم یا چگالی: اگر دو ترکیبی که می‌خواهیم از یکدیگر جدا کنیم، در جرم یا چگالی با یکدیگر تفاوت داشته باشند، از سانتریفیوژ استفاده می‌کنیم. نمونه را در داخل لوله سانتریفیوژ قرار می‌دهند و این لوله با سرعت زاویه‌ای زیادی چرخش می‌کند. ذرات نمونه، بر اثر نیروی گریز از مرکزی که به آن‌ها اعمال می‌شود، به انتهای لوله سانتریفیوژ کشیده می‌شوند. ذراتی که نیروی گریز از مرکز بیشتری را حس می‌کنند، سریع‌تر در انتهای ظرف ته‌نشین خواهند شد. اگر دو ذره مختلف، چگالی یکسانی داشته باشند، جداسازی آن‌ها براساس جرم خواهد بود به‌گونه‌ای که ذره سنگین‌تر، دارای سرعت ته‌نشینی بیشتری است. اگر دو ذره، جرم‌های یکسانی داشته باشند، جداسازی مواد براساس چگالی صورت می‌گیرد و بر این اساس، ذره‌ای با بیشترین چگالی، سرعت ته‌نشینی بیشتری دارد.

سانتریفیوژ، از جمله مهم‌ترین روش‌های جداسازی مواد در بیوشیمی به‌شمار می‌آید. در جدول زیر، شرایط مختلف برای جداسازی مواد یک ترکیب سلولی خاص آورده شده است. به‌طور مثال می‌توانیم لیزوزوم‌ها^۳ را از دیگر ترکیبات سلولی جدا کنیم برای این کار نیاز به انجام چندین مرحله سانتریفیوژ افتراقی^۴ داریم.

1. Beads
2. Cross-linking
3. Lysosomes
4. Differential Centrifugation

جدول ۱-۲. شرایط مختلف برای جداسازی مواد یک ترکیب سلولی خاص

نام جزء	نیروی سانتریفیوژ (×g)	زمان (دقیقه)
سلول یوکاریوت ^۱	1000	5
هسته و غشای سلولی	4000	10
میتوکندری، سلول باکتریایی	15000	20
لیزوزوم‌ها، غشای باکتریایی	30000	30
ریبوزوم‌ها	100000	180

به‌عنوان مثالی دیگر برای جداسازی چربی از شیر نیز از روش سانتریفیوژ استفاده می‌شود که با چرخش روتور و اعمال نیروی گریز از مرکز، چربی از شیر جدا خواهد شد.

ج) جداسازی مواد براساس واکنش‌های تشکیل کمپلکس: یکی از روش‌هایی که به‌طور گسترده در جداسازی مورد استفاده قرار می‌گیرد، به‌هم‌پیوستگی یک ذره در داخل یک کمپلکس و جداسازی آن از ذره دیگر است. جدول زیر، یون‌ها و مولکول‌های مختلفی را به‌منظور تشکیل کمپلکس و عمل پوشاندگی^۲ نشان می‌دهد:

جدول ۱-۳. چند عامل کمپلکس‌کننده معروف به همراه یون‌هایی که توسط آن‌ها کمپلکس می‌شوند.

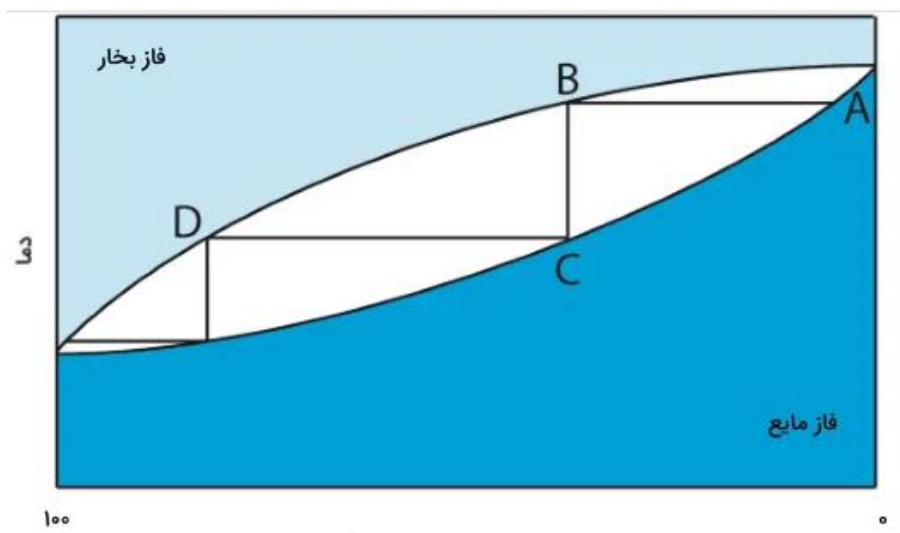
عامل پوشاننده	عنصری که یون‌های آن پوشیده می‌شوند
CN ⁻	Ag, Au, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pd, Pt, Zn
SCN ⁻	Ag, Cd, Co, Cu, Fe, Ni, Pd, Pt, Zn
NH ₃	Ag, Co, Ni, Cu, Zn
F ⁻	Al, Co, Cr, Mg, Mn, Sn, Zn
S ₂ O ₃ ²⁻	Au, Ce, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Pb, Pd, Pt, Sb, Sn, Zn
تارترات	Al, Ba, Bi, Ca, Ce, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Pb, Pd, Pt, Sb, Sn, Zn
اگزالات	Al, Fe, Mg, Mn
تیوگلاکولیک اسید	Cu, Fe, Sn

د) جداسازی مواد براساس تغییر حالت فیزیکی: زمانی که دو ماده‌ای که می‌خواهیم از یکدیگر جدا کنیم، مایع و در یکدیگر امتزاج‌پذیر^۳ باشند، می‌توان به

1. Eukaryotic Cell
2. Masking
3. Miscible

کمک تقطیر این دو ماده را از یکدیگر جدا کرد، البته باید نقطه جوش این دو ماده با یکدیگر اختلاف زیادی داشته باشند. شکل ۱-۳، پیشرفت یک فرایند تقطیر را به صورت نمودار دما در برابر ترکیب فاز بخار و مایع مخلوط نشان می‌دهد. در این حالت، دو ماده آنالیت و تداخل‌کننده در مخلوط حضور دارند. در مخلوط اولیه (نقطه A)، مقداری بیشتری تداخل‌کننده داریم.

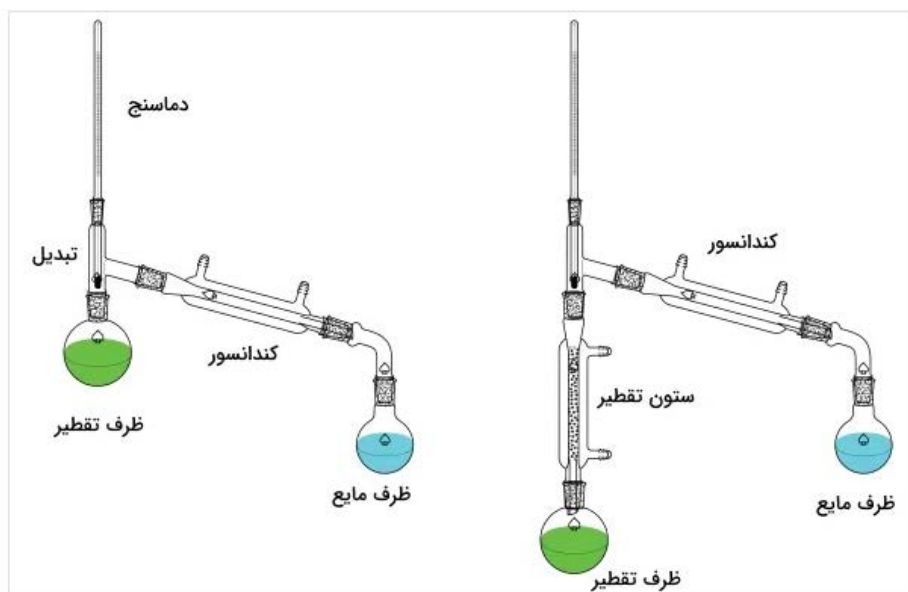
زمانی که محلول را به نقطه جوش خود می‌رسانیم، فاز بخار با فاز مایع در آنالیت به تعادل می‌رسند که این حالت در نقطه B نشان داده شده است. خطی که نقطه A را به B وصل می‌کند، این تعادل بخاری را نشان می‌دهد. با کاهش دما و میعان فاز بخار، فاز مایعی در نقطه C خواهیم داشت که ترکیب یکسانی با فاز بخار - نقطه B - دارد. فاز مایع در نقطه C، نقطه جوش پایین‌تری از مخلوط اصلی دارد و با فاز بخار در نقطه D در تعادل است. فرایند تکرار شونده تبخیر و میعان سبب می‌شود تا به تدریج آنالیت و تداخل‌کننده از یکدیگر جدا شوند.



شکل ۱-۳. درصد مولی آنالیت

نمونه‌ای از تنظیم دستگاه‌های آزمایش برای تقطیر در شکل ۱-۴ دیده می‌شود. دستگاهی که در سمت چپ تصویر قرار دارد، تقطیر مناسبی را به دست نمی‌دهد و تنها

برای جداسازی آنالیت و تداخل‌کننده فرار از غیرفرار مناسب است یا اینکه این مواد به‌منظور دستیابی به تقطیر مناسب، باید اختلاف نقطه جوشی بیش از ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد داشته باشند. به کمک تقطیر جزء به جزء که در تصویر سمت راست آمده است، جداسازی بهتری خواهیم داشت. اگر ستون تقطیر را به کمک موادی با سطح بیشتر، همچون سیم ظرف‌شویی یا ریزمهره پر کنیم، شرایط بهتری را برای انجام فرایندهای تکرارشونده تبخیر و میعان ایجاد کرده‌ایم که در نهایت بر انجام یک تقطیر کامل تأثیرگذار است.



شکل ۱-۴. تصویر سیستم تقطیر و تقطیر جزء به جزء

زمانی که نمونه مورد نظر، جامد باشد، به کمک تصعید می‌توانیم دو ماده را از یکدیگر جدا کنیم. نمونه را در دما و فشاری پایین‌تر از نقطه سه‌گانه^۱ آنالیت حرارت می‌دهیم. در نتیجه، نمونه جامد، بدون ورود به فاز مایع، تبخیر می‌شود. میعان بخار، آنالیت خالص را به دست می‌دهد. از کاربردهای این نوع از روش‌های جداسازی مواد می‌توان به تصعید آمینواسیدها از فسیل‌ها و رسوبات اشاره کرد.

¹ Triple-point