

استفاده از تکنیک میکرواستخراج فاز جامد کوپل شده با کروماتوگرافی گازی- اسپکترومتری جرمی برای استخراج، تغلیظ و شناسایی ترکیبات فرار آزاد شده در اثر تخریب ترمو اکسیداسیونی پلی متیل متا کریلات

ماشالله رحمانی^{۱*}، مسعود کیخوائی^۲

تاریخ دریافت: ۱۳۹۳/۰۳/۲۴ تاریخ پذیرش: ۱۳۹۳/۰۶/۱۱

چکیده

در این تحقیق، ترکیبات آلی فرار آزاد شده در اثر تخریب ترمو اکسیداسیونی پلی متیل متا کریلات با دستگاه کروماتوگرافی گازی- اسپکترومتری جرمی آنالیز شدند. تخریب ترمو اکسیداسیونی این پلیمر در ویال‌های شیشه‌ای با سبوم‌های سیلیکونی انجام شد. برای استخراج و تغلیظ محصولات فرار آزاد شده در اثر حرارت دادن پلی متیل متا کریلات، فیبر جاذب میکرو استخراج فاز جامد از جنس پلی آکریلات با ضخامت فاز ۸۵ میکرومتر، در معرض فضای فوقانی بالای نمونه قرار گرفت و سپس برای ورود ترکیبات استخراج شده به دستگاه، در منطقه تزریق کروماتوگرافی گازی قرار داده شد. پارامترهای موثر بر استخراج، از قبیل جنس فیبرهای میکرو استخراج فاز جامد، دما و زمان استخراج و دما و زمان واجدبی از فیبر بررسی و بهینه‌سازی شدند. نتایج نشان داد که محصولات اصلی تخریب این پلیمر، مخلوط پیچیده‌ای شامل مونومر و الیگومرهای متیل متا کریلات، تعدادی از ترکیبات آروماتیک و افزودنی‌های مختلف پلیمری می‌باشند.

واژه‌های کلیدی: تخریب گرمایی، پلی متیل متا کریلات، کروماتوگرافی گازی- اسپکترومتری جرمی، میکرو استخراج فاز جامد از فضای فوقانی

^{۱*} نویسنده‌ی مسئول: استادیار شیمی، گروه شیمی، دانشکده‌ی علوم پایه، دانشگاه سیستان و بلوچستان؛

Email: rahmani341@hamoon.usb.ac.ir

^۲ استاد شیمی، گروه شیمی، دانشکده‌ی علوم پایه، دانشگاه سیستان و بلوچستان

۱- مقدمه

پلی متیل متاکریلات^۱ یک پلیمر چند کاره بوده و به طور وسیع در دندان سازی، لنزهای چشمی، شیشه عینک، زیور آلات، کالاهای لوکس و تزئینی، اسباب بازی‌ها و غیره استفاده می‌شود (ابالیراج^۲ و همکاران، ۲۰۱۴).

یکی از مهمترین فاکتورهایی که استفاده از پلیمرها را چه تحت شرایط استفاده معمولی و علی‌الخصوص شرایط گرمایی بالا، محدود می‌نماید، تخریب آنها می‌باشد. پلیمرها می‌توانند از طریق مکانیسم‌های مختلفی تخریب شوند که به ساختمان آنها و شرایطی که در آن قرار می‌گیرند، بستگی دارد (کنان^۳ و همکاران، ۲۰۰۹).

در هر صورت، در اثر تخریب، پلیمر وارد واکنش غیر قابل برگشتی می‌شود که منجر به از هم پاشیده شدن آن می‌گردد، چرا که تخریب تقریباً همواره با واکنش‌های شیمیایی همراه است. میزان تخریب انجام شده، طول عمر و زمان مفید استفاده از یک پلیمر را تعیین می‌نماید. واضح است که با زیادتر شدن تنش‌های محیطی، منجمله بالاتر رفتن دما، سرعت تخریب افزایش یافته و مکانیسم آن تغییر می‌کند. بدون شک مهمترین عامل تخریب پلیمرها، تأثیرات حرارت بر آنهاست. جنس و خواص هر پلیمر، بر میزان پیشرفت و سرعت تخریب آن، اثرگذار می‌باشد. هر چند حرارت به تنهایی از لحاظ تخریب پلیمر مهم است، لیکن اگر حرارت دیدن پلیمر در حضور اتمسفر واجد اکسیژن انجام شود، همزمان فعل و انفعالات حرارتی - اکسیداسیونی نیز اتفاق می‌افتند. ترکیب با اکسیژن به عنوان واکنشگر و گرما به عنوان چشمه انرژی، مهمترین فاکتور تخریب پلیمرها قلمداد می‌شود. واضح است که بر اثر تخریب حرارتی، ترکیبات فرار و نیمه فراری نیز از پلیمرها آزاد می‌شوند که از چند جنبه قابل بررسی می‌باشند. نخست آنکه استحکام دادن بیشتر به پلیمر و جلوگیری از تخریب آن، در گرو یافتن مکانیسمی است که تحت آن، عمل تخریب صورت می‌گیرد. برای پیدا کردن مکانیسم صحیح تخریب حرارتی، نیازمند به تجزیه گازهای آزاد شده از پلیمر در حین تخریب هستیم (ماتیسن^۴ و همکاران، ۲۰۱۴).

1. Poly(Methyl Methacrylates)

2. Obuliraj & et al

3. Kannan & et al

4. Mathiesen & et al

از سوی دیگر، با توجه به اینکه این پلیمر بطور وسیعی در صنایع گوناگون استفاده می‌شود، در صورت عدم کنترل شرایط، محصولات آزاد شده در اثر تخریب پلیمر می‌تواند زندگی انسان را به خطر بیندازد و با توجه به سمیت این ترکیبات، دانستن مقدار آنها حتی در غلظت‌های کم حائز اهمیت می‌باشد. از آنجایی که مقادیر ناچیز آنها در محدوده حد تشخیص دستگاه‌ها نمی‌باشند، آماده سازی نمونه پیش از ورود آن به دستگاه، نقش مهمی در تعیین و اندازه‌گیری این ترکیبات دارد. در این تحقیق، میکرو استخراج فاز جامد از فضای فوقانی^۱ (پاولیشین^۲، ۱۹۹۷) به عنوان یک روش عاری از حلال، برای استخراج و تغلیظ ترکیبات آلی فرار و نیمه فرار آزاد شده در اثر تخریب ترمواکسیداسیونی پلی‌متیل متاکریلات و انتقال آنها به اسپکترومتر جرمی استفاده شده است. در این تکنیک از یک سرنگ اصلاح شده^۳، استفاده می‌شود. لایه نازکی از فازهای ساکن پلیمری بر روی یک فیبر سیلیکای جوش خورده پوشش داده می‌شود، سپس فیبر پوشش داده شده به انتهای سرنگ متصل می‌گردد. با قرار دادن فیبر در معرض نمونه یا در فضای فوقانی آن، گونه‌های هدف از بافت نمونه به سطح فیبر جذب^۴ می‌شوند، لایه فیبر مشابه اسفنج عمل نموده و در طی استخراج، گونه‌ها در سطح آن تغلیظ می‌گردند. پس از استخراج و پیش تغلیظ در یک دوره زمانی معین، فیبر به قسمت تزریق یک دستگاه کروماتوگرافی منتقل می‌شود و گونه‌های جذب شده، پس از جداسازی، شناسایی و تعیین مقدار می‌گردند (کیخوایی و رحمانی، ۱۳۸۶). عدم نیاز به حلال آلی، سهولت کار، سریع بودن، استفاده مجدد از فاز استخراجی، حساسیت و دامنه خطی مناسب از جمله مزایای میکرو استخراج فاز جامد می‌باشد (مرادی و همکاران، ۲۰۱۲).

¹. Headspace Solid Phase Microextraction (HS-SPME)

². Pawliszyn

³. Modified Syring

⁴. Adsorb

۲- مواد و روش‌ها

۲-۱- مواد شیمیایی

همه مواد شیمیایی مورد استفاده در این تحقیق از درجه خلوص تجزیه‌ای برخوردار بوده و از شرکت مرک آلمان خریداری شدند. پلیمر پلی‌متیل متاکریلات، با وزن مولکولی ۵۰۰۰ از شرکت فلوکا سوئیس تهیه شد.

۲-۲- دستگاه‌وری

جهت انجام آزمایشات ترموگراویمتری^۱ و کالری سنجی پویس تفاضلی^۲، دستگاه تجزیه حرارتی همزمان^۳ مدل STA1500⁺، ساخت شرکت رتومتریک (انگلستان) به کار رفت. جداسازی و شناسایی ترکیبات با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی گازی - اسپکترومتر جرمی مدل ترموتریس، ساخت شرکت ترمو (آمریکا)، مجهز به ستون موئینه DB-5 (قطر داخلی ۰/۲ میلی‌متر، طول ۳۰ متر و ضخامت فیلم فاز ساکن ۰/۲۵ میکرومتر) انجام شد. تریق در حالت غیر انشعابی^۴ انجام شد و گاز نیتروژن با سرعت جریان ثابت ۱/۰ میلی لیتر بر دقیقه به عنوان گاز حامل مورد استفاده قرار گرفت. ستون به مدت ۵ دقیقه در دمای اولیه ۷۰ درجه سانتیگراد باقی مانده و سپس با سرعت ۱۰ درجه در دقیقه به دمای ۲۸۰ درجه سانتیگراد افزایش داده می شد و در این دما ۱۰ دقیقه نگه داشته شد. اسپکترومتر جرمی چهار قطبی با دمای خط عبور ۲۷۰ درجه سانتیگراد با منبع یونش الکترونی (۷۰ الکترون ولت) در محدوده ۶۰۰-۱۰ دالتون بکار رفت. جهت استخراج ترکیبات از ابزار میکرو استخراج فاز جامد ساخت شرکت ساپلکو (آمریکا) استفاده گردید.

به منظور بهینه‌سازی‌های اولیه برای یافتن بهترین شرایط میکرواستخراج، از دستگاه کروماتوگرافی گازی واریان مدل ۳۴۰۰ (ساخت آمریکا) مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای و ستون موئینه DB-5 (قطر داخلی ۰/۲ میلی‌متر، طول ۳۰ متر و ضخامت فیلم فاز ساکن ۰/۲۵ میکرومتر) استفاده شد. برنامه ریزی حرارتی ستون به این صورت بود که ستون به مدت ۵ دقیقه در دمای اولیه ۷۰ درجه سانتیگراد باقی مانده و سپس با سرعت ۱۰ درجه در

1. Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

2. Differential Scanning Calorimetry (DSC)

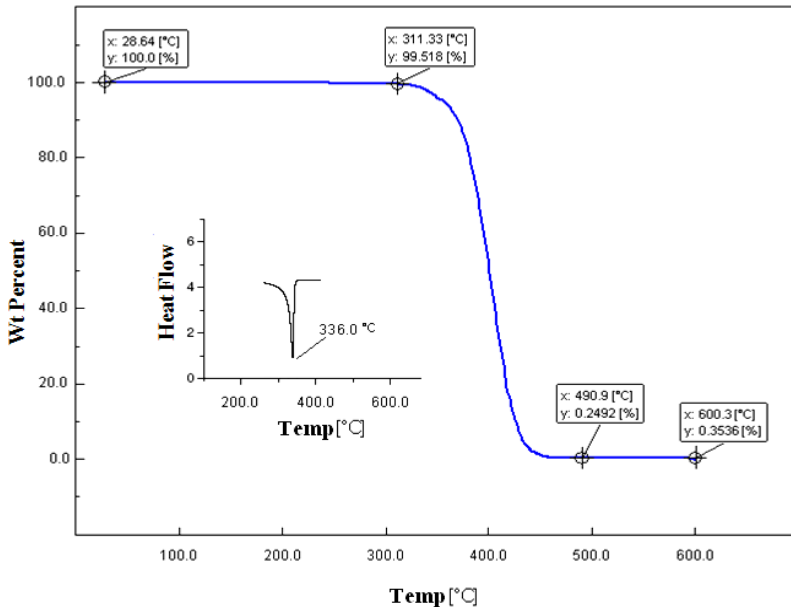
3. Simultaneous Thermal Analysis (STA)

4. Splitless

دقیقه به دمای ۲۸۰ درجه سانتیگراد افزایش داده می شد و در این دما ۱۰ دقیقه نگه داشته شد. دمای محل تزریق و آشکارساز به ترتیب بر روی ۲۷۰ و ۲۸۰ درجه سانتی گراد تنظیم شد.

۲-۳- ترموگراویمتری و کالری سنجی پویش تفاضلی

برای مطالعه تخریب پلی متیل متاکریلات و بررسی تغییرات فیزیکی و شیمیایی آن در طی اعمال حرارت، ۱۰ میلی گرم از این پلیمر، به کروزه آلومینا منتقل شده و تخریب آن، تحت اتمسفر هوا، از دمای ۲۵ تا ۶۰۰ درجه سانتیگراد و با سرعت ۱۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه مورد بررسی قرار گرفت (شکل ۱). ترموگرام DSC، نقطه ذوب پلی متیل متا کریلات را در دمای ۳۳۶ درجه سانتیگراد نشان می دهد. در ترموگرام TGA، درصد کاهش وزن پلیمر، در مدت تخریب ترمواکسیداسیونی دیده می شود.

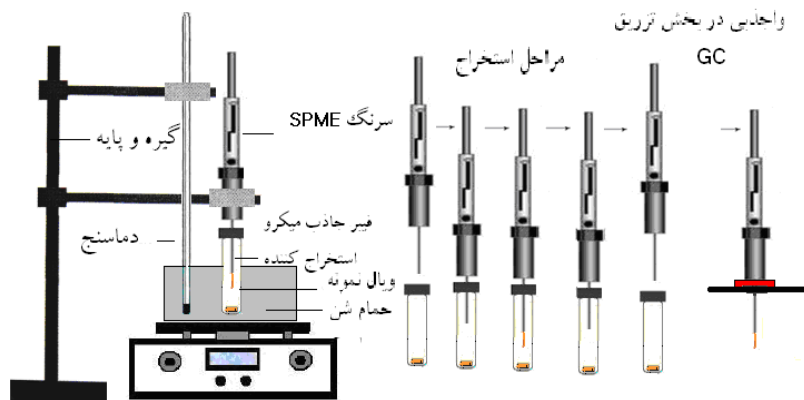


شکل ۱. ترموگرام TGA / DSC پلی متیل متاکریلات

۲-۴- مراحل میکرو استخراج فاز جامد از فضای فوقانی

جهت انجام میکرواستخراج فاز جامد از فضای فوقانی، نمونه پلی متیل متاکریلات در ویال-های شیشه ای با سپتوم های سیلیکونی قرار گرفته و سپس در دمای مورد نظر، برای استخراج محصولات فرار ناشی از تخریب ترمواکسیداسیونی پلی متیل متاکریلات، فیبر جاذب میکرو استخراج فاز جامد، در معرض فضای فوقانی بالای نمونه قرار گرفت و سپس برای واجذب

گرمایی ترکیبات استخراج شده، در منطقه تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی قرار داده شد. جزئیات میکرواستخراج فاز جامد از فضای فوقانی و تزریق به دستگاه کروماتوگرافی در شکل ۲ نشان داده شده است.



شکل ۲. مراحل انجام میکرو استخراج فاز جامد از فضای فوقانی و انتقال نمونه به سیستم کروماتوگرافی گازی

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بهینه‌سازی شرایط میکرواستخراج فاز جامد از فضای فوقانی

به منظور به دست آوردن بیشترین بازده استخراج پارامترهای تجربی مهمی که می‌توانند به طور بالقوه بر روی کارایی استخراج و در نتیجه اندازه‌گیری مقادیر ترکیباتی با غلظت‌های ناچیزتر موثر باشند، از قبیل جنس فیبر، دما و زمان استخراج، دما و زمان واجب‌ی مورد ارزیابی قرار گرفته و بهینه‌سازی شدند.

۳-۱-۱- انتخاب جنس فیبر جاذب میکرواستخراج فاز جامد

برای بررسی اثر جنس فیبر بر بازده نسبی استخراج محصولات فرآر ناشی از تخریب ترمواکسیداسیونی پلیمر، ابتدا یک گرم نمونه آن در ظرف شیشه‌ای قرار داده شده و در پوش سپتوم دار آن محکم بسته می‌شود. سپس نمونه به مدت ۵ دقیقه در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد قرار گرفته و آنگاه جهت استخراج محصولات آزاد شده از تخریب ترمواکسیداسیونی پلیمر، به طور جداگانه هر کدام از فیبرهای تجاری پلی دی متیل سیلوکسان^۱ با ضخامت روکش

^۱. Polydimethylsiloxan (PDMS)

۱۰۰ میکرومتر، پلی آکریلات^۱ با ضخامت روکش ۸۵ میکرومتر، کربوواکس - پلی دی متیل سیلوکسان^۲ با ضخامت روکش ۷۰ میکرومتر و پلی دی متیل سیلوکسان با ضخامت روکش ۷ میکرومتر، به مدت ۵ دقیقه در معرض فضای فوقانی بالای نمونه قرار گرفت. پس از استخراج، فیبر جاذب در منطقه تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی قرار داده شد. ترکیبات استخراج شده توسط فیبر، در اثر گرمای منطقه تزریق، به همراه گاز حامل، به ستون کروماتوگرافی رفته و جداسازی انجام گردید. طبق نتایج آزمایش، بازده استخراج ترکیبات توسط پلی آکریلات با ضخامت روکش ۸۵ میکرومتر بالاتر از بقیه بود. بنابراین، در ادامه تحقیقات، پلی آکریلات به عنوان فیبر جاذب میکرو استخراج فاز جامد به کار رفت.

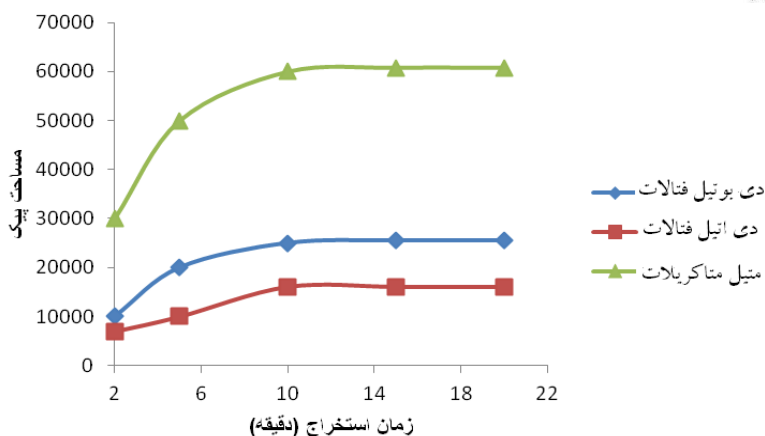
۳-۱-۲- زمان استخراج

زمان یک پارامتر مهم برای استخراج است و به تعادل رسیدن آنالیت بین فاز بخار و پوشش فیبر را نشان می دهد. به این منظور در محدوده زمانی ۲۰-۲ دقیقه و با دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد، عمل استخراج انجام گرفت. پس از ۱۰ دقیقه، اکثر سطوح نسبی زیر پیکها حالت ثابت پیدا می کرد که نمایانگر به تعادل رسیدن نسبی بخار آنالیتها، با غلظت آنها بر روی فیبر می باشد. زمان کوتاه با حداکثر توان عملیاتی و بیشترین حساسیت برای استخراج سریع، ارجح است. ضمن اینکه اگر برای مدت طولانی، فیبرها در دمای بالا نگه داشته شوند، احتمال برون روی^۳ فاز ساکن روی آنها نیز وجود دارد. بنابراین زمان استخراج ۱۰ دقیقه ای (شکل ۳) در ادامه کار انتخاب شد.

1. Poly Acrylate (PA)

2. Carbowax- Polydimethylsiloxan (CW - PDMS)

3. Bleeding



شکل ۳. تاثیر زمان بر بازده استخراج برای چند ترکیب انتخاب شده اصلی

۳-۱-۳- دمای واجذبی

برای بهینه‌سازی دمای واجذبی، دمای محل تزریق در محدوده ۲۵۰ تا ۲۸۰ درجه سانتیگراد مورد بررسی قرار گرفت. طبق نتایج آزمایش و با توجه به دمای تحمل فیبر جاذب و واجذبی سریع و اطمینان از آزاد شدن همه اجزای استخراج شده با فیبر و جلوگیری از صدمه ندیدن آن، دمای ۲۷۰ درجه سانتیگراد، به عنوان دمای واجذبی انتخاب شد.

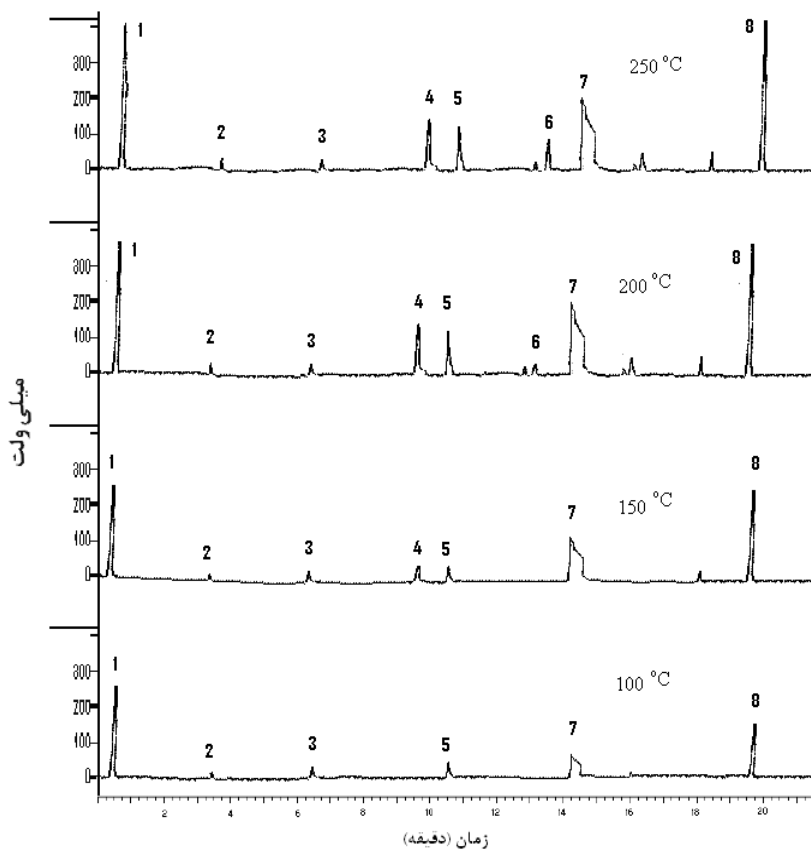
۳-۱-۴- زمان واجذبی

زمان واجذبی، پارامتر مؤثر بر کارایی استخراج نیست، زیرا در فرایند استخراج مشارکت مستقیم ندارد، اما بر زمان کل اندازه‌گیری آنالیت مؤثر است. به دلیل بالا بودن دمای محل تزریق، زمان واجذبی ۳ دقیقه‌ای به مقداری که همه آنالیت‌ها از پوشش فیبر آزاد شوند، کافی می‌باشد. لازم به ذکر است که در صورت باقی ماندن بیش از ۳ دقیقه، ترکیبات پلیمری روی فیبر جاذب، به آهستگی از روی آن جدا شده و در دستگاه اسپکترومتر جرمی تولید نویز می‌نمایند.

۳-۱-۵- دمای استخراج

دمای استخراج نقش مهمی را بر روی استخراج آنالیت‌ها ایفا می‌کند، زیرا بر سرعت انتقال جرم و ضریب توزیع آنالیت‌ها تأثیر می‌گذارد. در روش نمونه برداری از فضای فوقانی، لازم است که آنالیت‌ها قبل از اینکه به فیبر استخراج کننده برسند از سد هوا عبور کنند. زمانی که فیبر استخراج کننده در فضای فوقانی است، آنالیت‌ها ابتدا از فضای فوقانی جذب می‌شوند و

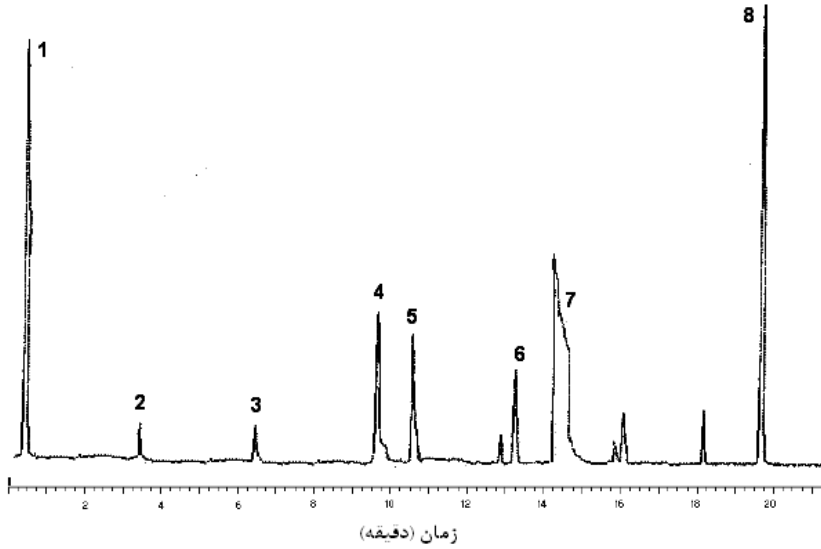
در ادامه، بوسیله استخراج غیر مستقیم از ماتریس نمونه، عمل استخراج (آزاد شدن آنالیت) صورت می‌گیرد. بنابراین آنالیت‌های فرار بر طبق فشار بخار و مقادیر ضرایب نفوذشان در سه فاز، جذب فیبر استخراج کننده می‌شوند. در صورتی که استخراج کامل نباشد، مقدار آنالیتی که جذب فیبر استخراج کننده می‌شود، تابعی از دمای استخراج می‌باشد. واضح است که با افزایش دما، نوع ترکیباتی که می‌توانند از پلیمر رها شوند، تغییر یافته و نیز میزان آنالیتی که به فاز فضای فوقانی وارد می‌شود، افزایش می‌یابد. برای بهینه‌سازی دمای استخراج، تخریب ترمواکسیداسیونی پلی‌متیل متاکریلات، در چهار دمای ۱۰۰، ۱۵۰، ۲۰۰ و ۲۵۰ درجه سانتیگراد بررسی شد. به این منظور یک نمونه یک گرمی از پلی‌متیل متاکریلات در ویال شیشه‌ای قرار داده شده و در پوش سپتوم دار آن محکم بسته شد. ابتدا نمونه به مدت ۵ دقیقه تحت دمای مورد نظر قرار گرفته و سپس فیبر جاذب میکرواستخراج فاز جامد، برای استخراج محصولات آزاد شده از تخریب ترمواکسیداسیونی این پلیمر، به مدت ۱۰ دقیقه در معرض فضای فوقانی بالای نمونه قرار گرفت. جهت واجذب گرمایی ترکیبات استخراج شده، فیبر به مدت ۳ دقیقه در دمای ۲۷۰ درجه سانتیگراد منطقه تزریق دستگاه کروماتوگرافی گازی قرار گرفت. ترکیبات استخراج شده در ستون کروماتوگرافی جداسازی و در اسپکترومتر جرمی شناسایی شدند. شکل ۴، اثر دما را بر تعداد و نوع ترکیبات آزاد شده از تخریب ترمواکسیداسیونی پلی‌متیل متاکریلات، نشان می‌دهد.



شکل ۴. اثر دما بر تعداد و نوع ترکیبات آزاد شده از تخریب ترمواکسیداسیونی پلی‌متیل متاکریلات (پیک‌های شماره دار در جدول ۱ تعیین ساختمان شده اند)

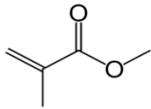
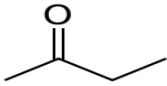
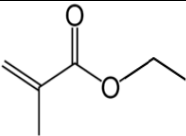
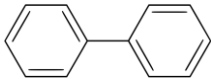
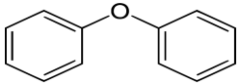
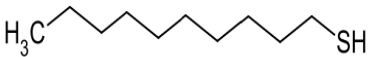
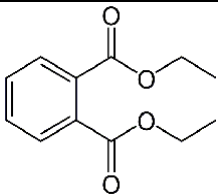
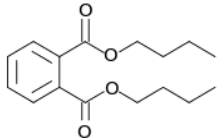
همان طور که در شکل دیده می‌شود، با افزایش دمای تخریب ترمواکسیداسیونی پلی‌متیل متاکریلات، پیک‌های قبلی بزرگتر شده و ترکیبات جدید نیز ظاهر می‌شوند. برای وضوح بیشتر، کروماتوگرام ترکیبات آزاد شده از تخریب ترمواکسیداسیونی پلی‌متیل متاکریلات در دمای ۲۵۰ درجه سانتیگراد، در شکل ۵ نشان داده شده است. برای شناسایی پیک‌های هر کروماتوگرام از کتابخانه اسپکترومتر جرمی استفاده شده است و در حد امکان، جهت اطمینان از صحیح بودن ساختمان پیک‌های تشخیص داده شده، از مقایسه با زمان بازداری محلول‌های استاندارد آنها نیز استفاده شد، مگر در مواردی که امکان تهیه استاندارد خالص وجود نداشت، به یافتن ساختمان از راه تفسیر طیف جرمی، اکتفا گردید. پیک‌های بدون شماره از لحاظ تعیین ساختار شیمیایی بررسی نشدند، زیرا این پیک‌ها یا خیلی کوچک

بودند و در بعضی از کروماتوگرام‌ها ظاهر می‌شدند و در بقیه حضور نداشتند و یا پیک آنها از طیف ایزومرهایشان قابل تشخیص نبود. برخی از ترکیبات نیز در کتابخانه اسپکترومتر جرمی موجود نبودند. در جدول ۱، فرمول و نام ترکیبات آزاد شده از تخریب ترمواکسیداسیونی پلی-متیل متا کریلات، در دمای ۲۵۰ درجه سانتیگراد نشان داده شده است.



شکل ۵. کروماتوگرام ترکیبات آزاد شده از تخریب ترمواکسیداسیونی پلی متیل متا کریلات در دمای ۲۵۰ درجه سانتیگراد

جدول ۱. ترکیبات آزاد شده از تخریب ترمواکسیداسیونی پلی‌متیل متاکریلات در دمای ۲۵۰ درجه سانتیگراد

شماره	نام ترکیب	فرمول مولکولی	ساختار مولکولی
۱	متیل متا کریلات	$C_5H_8O_2$	
۲	متیل اتیل کتون	C_4H_8O	
۳	اتیل متا کریلات	$C_6H_{10}O_2$	
۴	دی فیل	$C_{12}H_{10}$	
۵	دی فیل اتر	$C_{12}H_{10}O$	
۶	دکان تیول	$C_{10}H_{22}S$	
۷	دی اتیل فتالات	$C_{12}H_{14}O_4$	
۸	دی بوتیل فتالات	$C_{16}H_{22}O_4$	

۴- نتیجه گیری

با توجه به حجم بالای مصرف پلی متیل متاکریلات در صنایع گوناگون، بررسی محصولات ناشی از تخریب ترمواکسیداسیونی این پلیمر حائز اهمیت است؛ چه در هنگام فرآوری محصولاتی که این پلیمر در ساخت آنها بکار رفته و چه در هنگام حرارت دهی آنها به منظور بازیافت در اتمسفر هوای معمولی، چهار دما برای بررسی تخریب ترمواکسیداسیونی پلی متیل متاکریلات مورد مطالعه قرار گرفتند که بر اساس نتایج بدست آمده از TGA، در حداکثر دمای آزمایش (۲۵۰ درجه سانتیگراد)، کمتر از یک درصد از پلیمر به محصولات فرار تبدیل شده است، با وجود این، میکرواستخراج فاز جامد از فضای فوقانی به عنوان یک تکنیک آماده سازی نمونه بدون حلال، سریع و حساس از خود این قابلیت را نشان داد که قادر است استخراج و تغلیظ آنالیت‌ها را در یک مرحله انجام داده و غلظت آنالیت‌ها را به حد قابل سنجش در دستگاه کروماتوگرافی گازی - اسپکترومتر جرمی برساند. این روش می تواند برای استخراج، تغلیظ و شناسایی برخی دیگر از ترکیبات در بافت پیچیده نمونه‌های مختلف مورد استفاده قرار گیرد.

منابع

- کیخوائی، مسعود و رحمانی، ماشالله. (۱۳۸۶). مشاهده محصولات ناشی از تخریب ترمواکسیداسیونی پلی اتیلن توسط تکنیک میکرو استخراج فاز جامد از فضای فوقانی - کروماتوگرافی گازی - اسپکترومتری جرمی. *مجله شیمی و مهندسی شیمی ایران*، ۳۲: ۶۶-۵۸.
- Kannan, P., Biernacki, J., Visco, D. and Lambert, W. (2009). Kinetics of thermal decomposition of expandable polystyrene in different gaseous environments, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 84: 139-144.
- Mathiesen, D., Vogtmann, D. and Dupaix, R. (2014). Characterization and constitutive modeling of stress-relaxation behavior of Poly(methyl methacrylate) (PMMA) across the glass transition temperature, *Mechanics of Materials*, 71: 74-84.
- Moradi, M., Kaykhah, M., Ghiasvand, A.R., Shadabi, S. and Salehinia, A. (2012). Comparison of Headspace Solid-phase Microextraction, Headspace Single-drop Microextraction and Hydrodistillation for Chemical Screening of Volatiles in Myrtus Communis L, *Phytochem. Anal.*, 23: 379-386.
- Obuliraj, S., Takada, N., Wang, Z.H., Kobayashi, K., Nagaoka, Y. and Kim, J. (2014). Surface characteristics and electrical properties of PMMA chips for incubation-type planar-patch-clamp biosensors, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 116: 193-200.

Pawliszyn, J. (1997). *Solid Phase Microextraction: Theory and Practice*; Wiley-VCH Inc: New York.