



۱۳۸۲/۰۴/۰۹

وزارت اطلاعات آذربایجان  
موسسه آذربایجان

دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی-درمانی تهران  
دانشکده داروسازی

### پایان نامه :

جهت دریافت درجه Ph.D شیمی مواد خوراکی و آشناسی پزشکی

### عنوان :

توسعه و بهینه سازی روش های ولتامتری برای اندازه گیری سرب ، کادمیوم ، روی ،  
مس ، سلنیوم و آهن و کاربرد آن در کنترل کیفیت شیر خشک

### اساتید راهنما :

جناب آقای دکتر محمدرضا اویسی

جناب آقای دکتر منوچهر حامدی

جناب آقای دکتر علیرضا شفاعتی

### نگارش :

دکتر بهروز جنت

۴۵۹۵۵

**به نام او**

**سپاس بیکران یگانه رحمان را**

**که هر چه هست از اوست**

۴۵۹۵۵

**تقدیم به :**

**پدر و مادر مهربان و فداکارم که بدون لطف و همراهی و  
گذشتشان در پیچ و خم زندگی سرگردانی بیش نیستم**

**همسر گرامیم که مونس و همراه من است  
فرزند مهربانم که امید آینده ام می باشد**

**خانواده گرامی همسرم**

**خواهر و برادر مهربان و خوش قلبم  
که چون جان عزیزشان می دارم**

**تقدیم به استاد گرانمایه ام  
جناب آقای دکتر محمد رضا اویسی  
که در این مسیر راهنمای من بودند**

**با تشکر و قدردانی از  
اساتید کرانقدر جناب آقای دکتر شفاعتی و دکتر حامدی  
که راهنمایی این پایان نامه را پذیرا شدند**

**آقایان دکتر شریعت پناهی - دکتر کمیلی زاده - دکتر دهجور  
دکتر عبدالمی - دکتر حسینی و دکتر رویینی که در قضاوت  
این رساله مشارکت نمودند**

**با تقدیر از دوستان بخش مواد خوراکی  
آقایان دکتر بهفر - دکتر شعیبی - دکتر نعمتی  
دکتر خوشایند و خانم دکتر حاجی محمودی  
و آقایان نعمتی و صیادی**

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
	۱ - مقدمه
۱-۱-۱	قلمرو الکتروشیمی
۱-۱-۲	طبیعت واکنش‌های الکترودی
۱-۱-۳	ترمودینامیک و کینتیک
۱-۱-۴	روش‌هایی برای مطالعه واکنش‌های الکترودی
۱-۱-۵	کاربردهای الکتروشیمی
	۲ - سل‌های الکتروشیمیایی (خصوصیات ترمودینامیک و پتانسیل الکترو)
۲-۱-۱	مقدمه
۲-۱-۲	پتانسیل سلولی یک سل الکتریکی
۲-۱-۳	محاسبه پتانسیل سل: فعالیت یا غلظت؟
۲-۱-۴	محاسبه پتانسیل سل: پتانسیل الکتروشیمیایی
۲-۱-۵	سل‌های گالوانیک و الکترولیتیک
۲-۱-۶	تقسیم بندی الکترودها
۲-۱-۷	الکترودهای رفرانس

مرکز اطلاعات انرژی علمی ایران  
موسسه انرژی

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۲۴	۲-۸- حرکت یون‌ها در محلول: دیفوزیون و مهاجرت
۲۷	۲-۹- رسانایی و قابلیت تحرک
۳۱	روش هیتورف (شکل ۲-۶):
۳۲	روش حرکت مرزی (شکل ۲-۷):
۳۴	۲-۱۰- پتانسیل اتصال مائی
۳۷	۲-۱۱- پتانسیل اتصال مائی، الکترودهای یون سلکتیو و بیوغشاءها
۳۸	۲-۱۲- پتانسیل الکتروود و دیاگرام‌های حالت اکسیداسیون
<b>۳- برخی از اصول طراحی آزمایشات الکتروشیمیایی</b>	
۴۳	۳-۱- مقدمه
۴۳	۳-۲- جنس الکتروود برای ولتامتری
۴۳	فلزات
۴۴	کربن
۴۸	دیگر مواد جامد
۴۸	جیوه
۴۹	دو آزمایش ساده برای خلوص جیوه
۵۰	۳-۳- الکتروود کار: آماده سازی و تمیز کردن

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۵۲	۳-۴- سل اندازه‌گیری در تعادل
۵۳	۳-۵- سل: اندازه‌گیری دور از تعادل
۵۳	الکتروود
۵۵	الکتروولیت پایه
۵۸	خارج کردن اکسیژن
۶۰	۳-۶- کالیبراسیون الکتروودها و سلها
۶۱	۳-۷- دستگاه
۶۲	۳-۸- دستگاه‌های آنالوگ
۶۶	پتانسیواستت
۶۸	گالوانواستت
۶۹	جبران مقاومت محلول سل
۶۹	۳-۹- دستگاه دیجیتال
<b>۴- ولتامتری چرخش و تکنیک‌های جاروب خطی</b>	
۷۱	۴-۱- مقدمه
۷۱	۴-۲- اصول تجربی
۷۳	۴-۳- ولتامتری چرخه‌ای در الکترودهای تخت

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۷۴	سیستم برگشت پذیر
۸۰	سیستم برگشت ناپذیر
۸۲	سیستم نیمه برگشت پذیر
۸۵	گونه‌های جذب شده
۸۸	۴-۴- الکترودهای کروی
۸۹	۴-۵- میکروالکترودها
۹۰	۴-۶- سیستم‌هایی که بیش از یک ترکیب دارند
۹۱	۴-۷- سیستم‌هایی که واکنش همگن همراه دارند
۹۴	۴-۸- تکنیک حلقه‌ای در ولتامتری جاروب خطی
۹۶	۴-۹- جاروب خطی پتانسیل با الکترودهای هیدرودینامیک
۹۸	۴-۱۰- جاروب خطی پتانسیل در سل‌های لایه نازک

### ۱۰- تکنیک‌های گامی و پالسی

۱۰۳	۵-۱- مقدمه
۱۰۳	۵-۲- گام پتانسیل: کرو نوآمپرومتری
۱۰۶	سیستم برگشت پذیر
۱۰۸	سیستم نیمه برگشت پذیر و برگشت ناپذیر



## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱۱۰	مکانیزم‌های پیچیده‌تر
۱۱۰	۵-۳- گام دو گانه پتانسیل
۱۱۲	۵-۴- کروئوکولومتری
۱۱۶	۵-۵- گام جریان: کروئوپتانسیومتری
۱۱۸	سیستم برگشت پذیر
۱۱۹	سیستم‌های نیمه برگشت‌پذیر و برگشت‌ناپذیر
۱۲۰	۵-۶- گام دو گانه جریان
۱۲۲	۵-۷- روش‌هایی با مشتقات کروئوپتانسیوگرام
۱۲۲	۵-۸- پالس‌های کولوستاتیک
۱۲۴	۵-۹- ولتامتری پالسی
۱۲۴	پلاروگرافی تست
۱۲۵	ولتامتری پالس نرمال ( <i>NPV</i> )
۱۲۷	ولتامتری پالسی دیفرانسیلی ( <i>DPV</i> )
۱۳۱	ولتامتری موج مربعی ( <i>SWV</i> )
۱۳۳	ولتامتری پالس معکوس ( <i>RPV</i> )
۱۳۴	ولتامتری دیفرانسیلی پالس نرمال ( <i>DNPV</i> )
۱۳۵	ولتامتری دیفرانسیلی پالس دو گانه ( <i>DDPV</i> )

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱۳۶	کاربردهای تکنیک‌های پالسی
۱۳۶	۵-۱۰- افزایش در حساسیت: تکنیک‌های تغلیظ مقدماتی
۱۴۲	۵-۱۱- الکتروآنالیز آمپرومتری و ولتامتری
<b>۶- بررسی و ارزیابی یک روش آنالیز</b>	
۱۴۵	۶-۱- مقدمه
۱۴۷	۶-۲- پروتوکل یک ارزیابی
۱۵۰	۶-۳- اختصاصی بودن و منحنی استاندارد
۱۵۰	اختصاصی بودن
۱۵۰	روش
۱۵۰	منحنی استاندارد
۱۵۰	تعریف:
۱۵۰	روش
۱۵۱	۶-۴- دقت
۱۵۱	تعریف:
۱۵۲	تکرار پذیری یا تجدید پذیری
۱۵۲	روش

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱۵۲	اندازه‌گیری یگانه
۱۵۲	اندازه‌گیری دوگانه
۱۵۵	۵-۶-صحت
۱۵۵	تعریف
۱۵۵	تعریف جایگزین
۱۵۵	اندازه‌گیری هنگامی که مواد تائید شده یا رفرانس‌های دیگر در دسترس می‌باشد
۱۵۵	روش
۱۵۶	تفسیر
۱۵۷	اندازه‌گیری هنگامی که روش‌های رفرانس در دسترس می‌باشند:
۱۵۷	تعریف:
۱۵۷	اندازه‌گیری هنگامی که آزمایشات تخصصی در دسترس می‌باشند:
۱۵۷	روش
۱۵۷	اندازه‌گیری هنگامی که هیچ ماده رفرانس یا تست اختصاصی در دسترس نمی‌باشد:
۱۵۷	روش
۱۵۹	۶-۶-محدوده غلظتی یا اندازه‌گیری
۱۵۹	تعریف

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱۶۰	۶-۷- حد شناسایی.....
۱۶۰	تعریف.....
۱۶۰	روش.....
۱۶۱	۶-۸- حد اندازه گیری کمی.....
۱۶۱	تعریف.....
۱۶۱	روش.....
۱۶۲	۶-۹- استحکام.....
۱۶۲	تعریف.....
۱۶۲	روش.....
۱۶۳	۶-۱۰- حساسیت.....
۱۶۳	تعریف.....
۱۶۳	روش.....
<b>۷- توسعه و بهینه سازی روش های ولتامتری برای اندازه گیری سرب، کادمیوم، روی، مس، سلنیوم و آهن</b>	
۱۶۴	۷-۱- اندازه گیری عناصر مس، سرب، کادمیوم و روی با روش.....
۱۶۶	۷-۱-۱- اثر pH بر روی محل پیک چهار عنصر سرب، کادمیوم، مس و روی.....

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱۶۷	۷-۱-۲- اثر pH بر روی ارتفاع پیک چهار عنصر سرب، کادمیوم، مس و روی
۱۶۹	۷-۱-۳- روش اعمال ولتاژ در اندازه گیری عناصر.....
۱۷۸	۷-۱-۴- انتخاب ارتفاع پالس در روش دیفرانسیل پالس.....
۱۸۱	۷-۱-۵- انتخاب بهترین عرض پالس در روش دیفرانسیل پالس.....
۱۸۲	۷-۱-۶- تعیین بهترین زمان جذب و الکترولیز.....
۱۸۵	۷-۱-۷- روش اندازه گیری عناصر مس، سرب، کادمیوم و روی.....
۱۸۷	۷-۱-۸- بررسی محدوده خطی و اختصاصی بودن پاسخ.....
۱۹۱	۷-۱-۹- بررسی تداخلات در اندازه گیری سرب، کادمیوم، مس و روی.....
۱۹۶	۷-۱-۱۰- تعیین دقت روش اندازه گیری چهار عنصر.....
۱۹۶	۷-۱-۱۱- تعیین صحت روش اندازه گیری چهار عنصر.....
۱۹۷	۷-۱-۱۲- تعیین حد شناسایی (limit of detection).....
۱۹۷	۷-۱-۱۳- تعیین حد اندازه گیری کمی (limit of determination) چهار عنصر.....
۱۹۷	۷-۱-۱۴- تعیین حساسیت (Sensitivity) روش اندازه گیری چهار عنصر.....
۱۹۸	۷-۱-۱۵- استحکام روش برای اندازه گیری چهار عنصر.....
۱۹۸	۷-۱-۱۶- روش آماده سازی نمونه های شیرخشک برای اندازه گیری عناصر.....
۲۰۲	۷-۲- اندازه گیری سلنیوم به روش کاتدیک استریپینگ ولتامتری.....
۲۰۳	۷-۲-۱- اثر pH بر روی محل پیک سلنیوم در روش.....

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۲۰۵.....	۷-۲-۲- اثر pH بر روی ارتفاع پیک سلنیوم در روش
۲۰۷.....	۷-۲-۳- تعیین بهترین غلظت مس برای افزودن به الکترولیت پایه
۲۰۹....	۷-۲-۴- انتخاب روش اعمال ولتاژ در زمان استریپ کردن عنصر سلنیوم
۲۱۳.....	۷-۲-۵- تعیین بهترین ارتفاع پالس در روش دیفرانسیل پالس
۲۱۴.....	۷-۲-۶- تعیین بهترین عرض پالس
۲۱۵.....	۷-۲-۷- تعیین بهترین زمان جذب
۲۱۷.....	۷-۲-۸- روش اندازه‌گیری
۲۱۹.....	۷-۲-۹- بررسی محدوده خطی و اختصاصی بودن پاسخ
۲۲۱.....	۷-۲-۱۰- تعیین دقت روش اندازه‌گیری سلنیوم
۲۲۱.....	۷-۲-۱۱- تعیین صحت روش اندازه‌گیری سلنیوم
۲۲۱.....	۷-۲-۱۲- تعیین حد شناسایی (Limit of detection) برای روش اندازه‌گیری
۲۲۲.....	۷-۲-۱۲- تعیین حد اندازه‌گیری کمی (Limit of determination) برای روش
۲۲۲.....	۷-۲-۱۴- تعیین حساسیت (Sensitivity) روش اندازه‌گیری سلنیوم
۲۲۲.....	۷-۲-۱۵- استحکام روش اندازه‌گیری سلنیوم
۲۲۳.....	۷-۲-۱۶- روش آماده‌سازی نمونه‌های شیرخشک برای اندازه‌گیری سلنیوم
۲۲۴.....	۷-۳- اندازه‌گیری آهن به روش کاتدیک استریپینگ ولتامتری جذبی
۲۲۸.....	۷-۳-۱- اثر pH بر روی پیک آهن در روش کاتدیک استریپینگ

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۲۲۹	۷-۳-۲- تعیین بهترین غلظت شلاتور برای اندازه‌گیری آهن
۲۳۰	۷-۳-۳- تعیین بهترین ارتفاع پالس در روش دیفرانسیل پالس
۲۳۱	۷-۳-۴- تعیین بهترین زمان جذب
۲۳۲	۷-۳-۵- روش اندازه‌گیری
۲۳۴	۷-۳-۶- بررسی محدوده خطی و اختصاصی بودن پاسخ
۲۳۶	۷-۳-۷- تعیین دقت (Precision) روش اندازه‌گیری آهن
۲۳۶	۷-۳-۸- تعیین صحت (Accuracy) روش اندازه‌گیری آهن
۲۳۶	۷-۳-۹- تعیین حد شناسایی (limit of detection) برای روش
۲۳۷	۷-۳-۱۰- تعیین حد اندازه‌گیری کمی (limit of determination)
۲۳۷	۷-۳-۱۱- تعیین حساسیت (Sensitivity) روش اندازه‌گیری آهن
۲۳۷	۷-۳-۱۲- استحکام روش اندازه‌گیری آهن
۲۳۸	۷-۳-۱۲- روش آماده‌سازی نمونه‌های شیر خشک برای اندازه‌گیری آهن