

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشگاه اراک

دانشکده علوم پایه گروه شیمی

پایان نامه دوره کارشناسی ارشد رشته شیمی (گرایش تجزیه)

**عنوان:**

**ساخت و کاربرد حسگرهای الکتروشیمیایی جدید بر پایه الکترودهای کربنی اصلاح شده با کامپوزیت نانوذرات و پلیمرهای هادی در اندازه گیری همزمان مقادیر کم تریپتوفان و استامینوفن و یا سایر ترکیبات.**

**استاد راهنما:**

**دکتر علی بابایی**

**استاد مشاور:**

**دکتر مازیار مرندی**

**پژوهشگر:**

**مریم مشکانی فراهانی**

مهر ۱۳۹۳

بسم الله الرحمن الرحيم



### « صورت جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد »

با تأییدات خداوند متعال و با استعانت از حضرت ولی عصر (عجل الله تعالی فرجه الشریف)

جلسه دفاعیه پایان نامه کارشناسی ارشد خانم مریم مشکاتی فراهانی شماره دانشجویی ۹۱۱۲۳۳۵۱۰۹ رشته شیمی گرایش تجزیه

**تحت عنوان:** ساخت و کاربرد حسگرهای الکتروشیمیایی جدید بر پایه الکترودهای کربنی اصلاح شده با کامپوزیت نانوذرات و پلیمرهای هادی در اندازه گیری همزمان مقادیر کم تربیتوفان و استامینوفن و با سایر ترکیبات

با حضور هیأت داوران در محل سالن دفاعیه دانشکده علوم پایه در تاریخ ۱۳۹۳/۷/۶ تشکیل گردید.

در این جلسه، پایان نامه با نمره (به عدد ...۸۸.۷۰...) به حروف...هجری... و...صص... مورد قبول (P) در مورد (F) تمدید مهلت دفاع (طبق صورت جلسه) (EP) و با درجه: عالی (P-Ex) بسیار خوب (P-VG) خوب (P-Go) قابل قبول غیر قابل قبول مورد دفاع قرار گرفت.

نام و نام خانوادگی	سمت	مرتبۀ علمی	امضاء
دکتر علی بابایی	استاد راهنمای اول	دانشیار	
دکتر مازیار مرندی	استاد مشاور اول	استادیار	
دکتر محمد رضا سنگی	داور داخلی پایان نامه	استادیار	
دکتر مهران شاه منصور	نماینده تحصیلات تکمیلی	استادیار	

دفاع مطابق مجوز اخذ شده و ضوابط و آیین نامه دوره کارشناسی ارشد صورت پذیرفته است و نتیجه آن مورد تأیید است.

تحصیلات تکمیلی دانشکده

و من ... التوفیق





شورا اعلیٰ فقهی

با استانت از خدای سبحان و با اعتماد راسخ بر انکله عالم محضر خدایست و او بخواهد نامگر بر احوال است و بر مشور و انجام شایسته پژوهش های اسل، تولید دانش جدید و بهسازی زندگی بشر، ما با انجمنان و اصنافی بیات علمی و دانشگاهی و پژوهشگاه های کشور:

تمام تلاش خود برای کشف حقیقت و حفظ حقیقت بکار خواهیم بست و از حرکت پس نماندیم و تعریف و خاست های علمی پژوهشی کنیم. حقوق پژوهشگران، پژوهشگران (انسان، حیوان، گیاه و آب و هوا) انسانان نو سیر صاحبان حقوق را بر رعایت می نمایم و در حفظ آن می کوشیم. به باور ما که علم و معرفت برای پیشرفت و رفاه و سعادت و از سرقت علمی و ارجاع نامناسب اعتبار می کنیم. ضمن پایبندی به انصاف و اجتناب از حرکت تمیز و تعصب، در کفایت های پژوهشی، ریسک پذیری، تعادل و اعتدال خواهیم کرد. ضمن امانت داری، از منابع و امکانات اقتصادی، انسانی و فنی موجود استفاده بهر دراز خواهیم کرد. از امتیازهای اخلاقی نتایج پژوهش نظیر انتشار عمومی، بهوشان و چنگا زدن های پژوهشی، اصل همزیستی، اصل همزیستی و رفاه و از داری را محور تمام خاست های پژوهشی خود قرار می دهیم. در به خاست های پژوهشی و انیم. رعایت می توجه کرده و برای تحقق آن می کوشیم. خویش را ملزم به رعایت کلیه ی بندهای علمی رفته خود، قوانین و مقررات، سیاست های حزبی، ساتانی، دولتی، و در اسبدهای ملی و درسی ممال پژوهش می دانیم. رعایت اصول اخلاق پژوهش را اقلای فرنگی می دانیم و به مشور بالنگی این فرنگ به ترویج و اناده می آن در جامعه اهتم می ورزیم.

نام و نام خانوادگی دانشجو: *محمد علی...*  
تاریخ: ۱۹ / ۱۱ / ۹۳  
امضاء: *[Signature]*

استاد راهنما: *علی...*  
تاریخ: ۱۴ / ۱۱ / ۹۳  
امضاء: *[Signature]*



فرم تمد نام اصالت رساله ایلمان نام

ایجاب مریم سخنی زلفانی دانش آموخته سطح کارشناسی ارشد مایوسه زشمی کراش تبریز که در تاریخ ۱۳۹۳/۰۷/۰۶ از ایلمان نام خواص عنوان نامت کابرد محکهای الکترو شمیلی عبیر برید اکسودوی کرنی اصلاخ شده با کمیزت ناموزات و پیرای ایلمی د انداره کمیری بزبان صایر کم ترهنگان و استاینن و یامایر ترکیات بانامو ۱۸/۷۶ و درج ..... قلاخ نومو ام ایلمن و یلا شمندی نوم:

- ۱- این ایلمان نام حاصل تحقیق و پژوهش ایجاب تحت تعلات و راهنمایی استاد دانشگاه ارگ بوده و در موردی که از دستاوردهای علمی پژوهشی گیران (معم از ایلمان نام کتاب و مقال) استفاده نموده ام. مطابق ضوابط و روال متعارف نام منج مورد استفاده سایر شخصات آن را در فرست مروط ذکر و درج کرده ام.
- ۲- این ایلمان نام قطار برای دینت پیچ کردک تسخیلی امم صل پایین تر یامالقا در سایر دانشگاهها و موسسات عالی ارز نموده است.
- ۳- بعد از فراغت از تحصیل، شمندی نوم مرکز سرو بودی امم از چاپ کتاب، ثبت و استخراج و کولاری اطلاعات، ویران، ترجمه و اقتباس با مفاقت کپی دانشگاه ارگ انجام پذیرد از حوزه معاونت پژوهشی دانشگاه ارگ بجزئی مروط رانده نام و در صورت ارز ساله و یا مشاوره جلات با ذکر نام دانشگاه ارگ و کله نام نویسنده کان به نومی که تسلیق اثر به دانشگاه ارگ بجز کمال شکل باشد، تسلیق و یا نقل و ارجاحت نام.
- ۴- چنانچه در تسلیق نامی طواف مروط فون ثبت نموده، مواب نامی از آن رای پذیرم و واحد دانشگاهی مجاز است ایجاب مطابق با ضوابط و مقررات رفتار نموده و صورت ابطال مارک تسخیلی ام بیکوز ادعایی نومام داشت.
- ۵- کیه تسلیق و تسلیق حاصل از این ایلمان نام تسلیق به دانشگاه ارگ است.
- ۶- تسلیق مطالب با ذکر نامده جانوخ است

نام و نام خانوادگی دانشجو: مریم سخنی زلفانی  
تاریخ و امضاء: ۱۳۹۳، ۱۱، ۱۸

این مجموعه را تقدیم میکنم به:

پدر و مادر عزیزم

به آن دو که سایه بان عشق و آرامشند

و تکیه گاه امن و آسایش

به برترین آموزگاران خوش بینی و امید

به پاس، محبت ها و زحمات بی دریغشان....

همسر عزیزم

که وجودش شادی، بخش و صفایش مایه آرامش من است

به پاس عاطفه سرشار و گرمای امید بخش وجودش که در این سردترین روزگاران بهترین پشتیبان

است.

به مصداق «من لم یسکر المخلوق لم یسکر الخالق»:

بسی شایسته است از استاد فریخته و فرزانه جناب آقای دکتر علی بیایی که با نکته های دلاویز و

کفته های بلند، صحیفه های سخن را علم پرور نمود و همواره راهبنا و راه کشای نثارنده در اتمام و اکمال

پایان نامه بوده است تقدیر و تشکر نمایم.

و همچنین از استاد با کمال و شایسته؛ جناب آقای دکتر "نازیار مزمی" که در کمال سعه صدر، با حسن

خلق و فروتنی، از بیچ لگی در این عرصه بر من دریغ نمودند و زحمت مشاوره این پایان نامه را بر

عمده گرفتند کمال تشکر را دارم.

## چکیده:

ساخت و کاربرد حسگرهای الکتروشیمیایی جدید بر پایه الکترودهای کربنی اصلاح شده با کامپوزیت نانوذرات و پلیمرهای هادی در اندازه گیری همزمان مقادیر کم تریپتوفان و استامینوفن و یا سایر ترکیبات.

**مقدمه:** روش های متداول برای اندازه گیری ترکیبات بیولوژیکی و دارویی وقت گیر و پیچیده اند، نیاز به آماده سازی نمونه دارند و برای آنالیز در محل نامناسب هستند. از طرفی، بسیاری از الکترودهای اصلاح شده دارای معایبی مانند ناپایداری پاسخ الکتروود در مدت زمان طولانی، کنده شدن حد واسط های موجود در سطح الکتروود و عدم حساسیت کافی در نمونه های حقیقی هستند. بنابراین طراحی و ساخت الکتروود های اصلاح شده جدید با کارایی بالا ضروری است. در این تحقیق برای اولین بار از کامپوزیت نانو ذرات شامل نانو لوله های کربنی چند دیواره ، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید با توجه به ویژگی ها و مزایای منحصر به فرد آن ها در اصلاح سطح الکتروود ها برای تهیه نانو زیست حسگرهای الکتروشیمیایی برای بررسی رفتار الکتروشیمیایی و اندازه گیری هم زمان مقادیر کم تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید استفاده شده است.

**مواد و روش ها:** بررسی های الکتروشیمیایی برای اندازه گیری هم زمان مقادیر کم تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید به وسیله روش های ولتامتری چرخه ای، ولتامتری پالس تفاضلی و کروماتوگرافی انجام شده است.

**نتایج:** در روش ولتامتری پالس تفاضلی، جریان پیک آندی تریپتوفان، یک رابطه ی خطی برای غلظت در گستره ۰/۴ تا ۹۰ میکرو مولار نشان داد. دامنه خطی برای استامینوفن، از غلظت ۰/۰۴ تا ۹۰ میکرو مولار به دست آمد. حد تشخیص روش برابر ۰/۳۸ میکرو مولار برای تریپتوفان و برای استامینوفن برابر ۰/۰۳۲ میکرو مولار محاسبه گردیده است.

**بحث:** پارامترهای موثر بر اندازه گیری شامل سرعت روبش پتانسیل، pH محلول و زمان تغلیظ، بررسی شده اند. مشخصات تجزیه ای الکترودهای اصلاح شده پیشنهادی تحت شرایط بهینه برای اندازه گیری گونه های مورد نظر، مورد ارزیابی قرار گرفته است. میزان مزاحمت احتمالی در اندازه گیری ترکیبات مورد مطالعه، در نتیجه حضور سایر گونه های موجود در نمونه های حقیقی مورد بررسی قرار گرفت و نشان داده شد که روش های ارائه شده عاری از مزاحمت اکثر گونه های مزاحم می باشند.

**کلمات کلیدی:** استامینوفن، تریپتوفان، آسکوربیک اسید، کره های توخالی تیتانیوم دی اکسید، پلی گلوتامیک



## فهرست مطالب

عنوان..... صفحه

فصل اول : مقدمه

- ۱-۱ مقدمه ..... ۱
- ۲-۱ حسگر ..... ۲
- الف) حسگرهای نوری ..... ۳
- ب) حسگرهای جرمی ..... ۳
- ج) حسگرهای گرمایی ..... ۳
- ۱-۳-۱ روش های تهیه الکترودهای اصلاح شده شیمیایی ..... ۷
- ۱-۳-۱-۱ تک لایه ها ..... ۷
- الف) جذب سطحی برگشت ناپذیر ..... ۷
- ب) اتصال کووالانسی ..... ۷
- ۱-۳-۱-۲ پوشاندن سطح الکتروود با پلیمر ..... ۸
- ۱-۳-۱-۳ فیلم های معدنی ..... ۸
- ۱-۳-۱-۴ افزودن اصلاح گر شیمیایی به بافت الکتروود ..... ۸
- ۱-۳-۱-۵ نانو کامپوزیت ها ..... ۹
- ۴-۱ سل - ژل ..... ۹
- ۵-۱ اهداف اصلاح الکتروودها ..... ۹
- الف) پیش تغلیظ آنالیت ..... ۹
- ب) نفوذ پذیری ..... ۱۰
- ج) تبدیلات شیمیایی ..... ۱۰

۱۰	.....(د)الکتروکاتالیز
۱۲	.....۱-۶-۱ نانو لوله های کربنی
۱۳	.....۱-۶-۱ کاربرد نانو لوله های کربنی در الکترو شیمی
۱۴	.....۱-۶-۲ ساختار نانو لوله های کربنی
۱۴	.....۱-۶-۲-۱ نانو لوله های کربنی تک دیواره
۱۶	.....۱-۶-۲-۲ نانو لوله های کربنی چند دیواره
۱۸	.....۱-۶-۳ ویژگی های نانو لوله های کربنی
۱۸	.....۱-۶-۳-۱ خواص الکتریکی
۱۹	.....۱-۶-۳-۲ خواص حرارتی
۱۹	.....۱-۶-۳-۳ خواص مکانیکی
۲۰	.....۱-۶-۳-۴ خواص شیمیایی
۲۱	.....۱-۶-۴ روشهای سنتز وخالص سازی نانولوله ها
۲۲	.....۱-۶-۴-۱ تخلیه قوس الکتریکی
۲۵	.....۱-۶-۴-۲ سایش لیزری
۲۷	.....۱-۶-۴-۳ رسوب گذاری بخار شیمیایی
۳۰	.....۱-۶-۴-۴ الکترولیز
۳۱	.....۱-۶-۴-۵ استفاده از انرژی خورشیدی
۳۲	.....۱-۷ خصوصیات بیوشیمیایی و الکتروشیمیایی آنالیت های مورد مطالعه
۳۲	.....۱-۷-۱ تریپتوفان
۳۳	.....۱-۷-۲ استامینوفن

#### فصل دوم : تاریخچه

۳۸	.....۱-۲ مروری بر کارهای انجام شده برای اندازه گیری تریپتوفان
۳۹	.....۲-۲ مروری بر کارهای انجام شده برای اندازه گیری استامینوفن

فصل سوم : بخش تجربی

- ۱-۳ اندازه گیری تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید بر سطح الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، پلی گلوتامیک اسید و کره های توخالی تیتانیوم اکساید ..... ۴۳
- ۱-۱-۳ مواد و واکنشگرها ..... ۴۳
- ۱-۲-۳ محلول مادر تریپتوفان ..... ۴۳
- ۱-۳-۳ محلول مادر استامینوفن ..... ۴۴
- ۱-۳-۴ محلول مادر آسکوربیک اسید ..... ۴۴
- ۱-۳-۵ محلول بافر آمونیاکی ..... ۴۴
- ۱-۳-۶ محلول بافر فسفات ..... ۴۴
- ۱-۳-۶ محلولهای بررسی مزاحم ها : ..... ۴۵
- ۲-۳ تهیه اصلاحگرها ..... ۴۵
- ۱-۲-۳ تهیه کره های توخالی  $TiO_2$  با ابعاد 300 nm ..... ۴۵
- ۲-۲-۳ تهیه نانو کره های کربنی ..... ۴۵
- ۳-۲-۳ بررسی ویژگی های کره های کربنی تهیه شده ..... ۴۶
- ۲-۳-۴ تهیه کره های  $C/TiO_2$  و کره های توخالی  $TiO_2$  ..... ۴۸
- ۳-۳ دستگاه ها ..... ۵۰
- ۴-۳ تهیه خمیر کربن ..... ۵۲
- ۵-۳ تهیه الکتروود خمیر کربن (CPE) ..... ۵۲
- ۶-۳ روش عمومی اندازه گیری تریپتوفان ..... ۵۳
- ۷-۳ روش عمومی اندازه گیری استامینوفن ..... ۵۳

فصل چهارم : بحث و نتیجه گیری

- ۱-۴ بررسی الکتروود اصلاح شده توسط کامپوزیت نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید..... ۵۵
- ۱-۴-۱ شناسایی توسط روش میکروسکوپ الکترونی روبشی..... ۵۵
- ۱-۴-۲ شناسایی فیلم پلیمری گلوتامیک اسید توسط روش IR..... ۵۶
- ۱-۴-۳ بررسی رفتار الکتروشیمیایی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید بر الکترودهای خمیرکربن اصلاح نشده و اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید..... ۵۷
- ۱-۴-۴ بررسی اثر سرعت روبش پتانسیل بر جریان پیکهای تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید..... ۵۹
- ۱-۴-۱-۴ محاسبه ضریب انتقال بار برای استامینوفن در سطح الکتروود اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید..... ۶۲
- ۱-۴-۲-۴ محاسبه ثابت سرعت انتقال الکترون برای استامینوفن در سطح الکتروود اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید..... ۶۲
- ۱-۴-۳-۴ محاسبه ضریب انتقال بار برای تریپتوفان در سطح الکتروود اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید..... ۶۳
- ۱-۴-۴-۴ محاسبه ثابت سرعت انتقال الکترون برای تریپتوفان در سطح الکتروود اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید..... ۶۴
- ۱-۴-۵ بررسی مقاومت سطح الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با کامپوزیت نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید و الکتروود خمیر کربن اصلاح نشده..... ۶۵
- ۱-۴-۶ نفوذ..... ۶۸
- ۱-۴-۱-۶ محاسبه ضریب نفوذ برای استامینوفن :..... ۷۱
- ۱-۴-۲-۶ محاسبه ضریب نفوذ برای تریپتوفان..... ۷۲

۷-۱-۴ بهینه سازی عوامل مؤثر بر حساسیت روش اندازه گیری تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید.....	۷۳
۱-۷-۱-۴ تاثیر pH محلول بر جریان پیک اکسایشی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید.....	۷۳
۲-۷-۱-۴ تاثیر زمان پیش تغلیظ بر جریان پیک اکسایشی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید.....	۷۵
۸-۱-۴ بررسی پایداری الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید.....	۷۶
۹-۱-۴ بررسی میزان تکرار پذیری الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید.....	۷۸
۱۰-۱-۴ مطالعات گستره دینامیکی خطی و حد تشخیص تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید با استفاده از تکنیک ولتامتری پالس تفاضلی.....	۷۹
۱۱-۱-۴ بررسی اثر مزاحم ها.....	۸۱
۱۲-۱-۴ کاربرد تجزیه ای الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید در اندازه گیری تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید در نمونه ی حقیقی.....	۸۲
۱-۱۲-۱-۴ نمونه سرم انسانی.....	۸۲
۱۳-۱-۴ نتیجه گیری.....	۸۳
مراجع.....	۸۶

## فهرست جداول

عنوان.....	صفحه.....
جدول ۱-۱ دسته‌بندی نانولوله‌ها بر اساس جهت لوله شدن صفحه‌ی گرافن.....	۱۵
جدول (۱-۴) محاسبه ضریب انتقال بار ( $\alpha a, \alpha c$ ) و ثابت سرعت انتقال بار (Ks) استامینوفن در سطح الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با کامپوزیت نانو لوله های کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید.....	۶۳
جدول (۲-۴) بررسی اثر پایداری الکتروود داخل محلول بافر ۰/۱ مولار فسفاتی در زمانهای متفاوت.....	۷۷
جدول (۳-۴) بررسی اثر پایداری الکتروود در خارج از محلول با اندازه‌گیری جریان در زمانهای متفاوت.....	۷۸
جدول (۴-۴) جریان پیک آندی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید مربوط به ۱۰ بار اندازه گیری مکرر.....	۷۸
جدول (۵-۴) نتایج محدوده کالیبراسیون خطی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید با استفاده از تکنیک ولتامتری پالس تفاضلی.....	۸۰
جدول (۶-۴) نتایج حاصل از تکرار آزمایش محلول شاهد جهت محاسبه حد تشخیص مربوط به تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید با استفاده از تکنیک ولتامتری پالس تفاضلی.....	۸۱
جدول (۵-۴) نتایج بررسی مزاحمت تعدادی از گونه های مختلف روی شدت جریان پیک اکسایشی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید ۱۰۰ میکرو مولار در بافر ۰/۱ مولار فسفاتی (pH=۷).....	۸۲
جدول (۶-۴) نتایج اندازه گیری و بازیابی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید در نمونه.....	۸۳

## فهرست شکل ها

عنوان	صفحه
شکل (۱-۱) شمایی از واکنش اکسایش $A \rightarrow B + e$ در شرایط اصلاح نشده (A) و اصلاح شده (B و C) در واکنش هموزن (B)، حد واسط و واکنشگر در فاز محلول قرار دارند؛ در حالیکه در واکنش هتروژن (C) P/Q و به سطح الکتروود متصل شده است.	۶
شکل (۲-۱) الکتروکاتالیز در الکتروود اصلاح شده: واکنش انتقال الکترون کاتالیز شده بین آنالیت هدف و کاتالیزور	۱۱
شکل (۳-۱) تشکیل نانو لوله های کربن از لایه های گرافیتی	۱۳
شکل (۴-۱) تشکیل نانو لوله کربن از لایه گرافیتی	۱۴
شکل (۵-۱) اشکال مختلف نانو لوله های کربنی (آرمچر، زیگزاگ، کایرال)	۱۵
شکل (۶-۱) بردار های $a_1$ و $a_2$ که $m, n$ مضرب صحیحی از آن هستند.	۱۶
شکل (۷-۱) ساختار نانو لوله های کربنی چند دیواره (MWCNTs)	۱۷
مقایسه اجمالی بین دو نوع نانو لوله	۱۷
شکل ۱-۷ رآکتور	۲۳
شکل ۱-۹ مقایسه دو محصول	۲۴
شکل ۱-۱۰ دستگاه تولید نانو لوله های کربنی با روش سایش لیزری	۲۶
شکل ۱-۱۱	۲۸
شکل ۱-۱۲ دستگاه روش رسوب شیمیایی	۲۹
شکل (۱۳-۱) دستگاه تولید نانو لوله های کربنی به وسیله روش الکترولیز	۳۰
شکل (۱۴-۱) دستگاه تولید نانو لوله های کربنی با انرژی خورشیدی	۳۱
شکل (۱۵-۱) درون لوله ی گرافیتی دستگاه	۳۲
شکل (۱۶-۱) ساختار شیمیایی تریپتوفان	۳۲

- شکل (۱-۱۷) واکنش اکسایش الکترو شیمیایی تریپتوفان ..... ۳۳
- شکل (۱-۱۸) ساختار شیمیایی استامینوفن ..... ۳۴
- شکل (۱-۱۹) واکنش اکسایش الکترو شیمیایی استامینوفن ..... ۳۴
- شکل (۱-۳): تصاویر مربوط به نانوکره های کربنی تهیه شده با غلظت ۱M محلول آبی گلوکز قبل و بعد از خشک شدن، پس از انجام فرایند هایدروترومال به مدت زمان ۸h (الف و ب). ..... ۴۶
- شکل (۲-۳): تصاویر SEM تهیه شده از نانوکره های کربنی تهیه شده با غلظت ۰/۵ M محلول آبی گلوکز و زمان فرایند هایدروترومال ۸ h در مقیاس ۳μm (الف) و در مقیاس ۱ μm (ب). ..... ۴۷
- شکل (۳-۳): هیستوگرام توزیع اندازه ذرات نانوکره های کربنی تهیه شده با غلظت ۰/۵ M و زمان فرایند هایدروترومال ۸ h ..... ۴۸
- شکل (۳-۴): ساختار مولکولی ماده تترا ایزوپروپوکساید TTIP ..... ۴۸
- شکل (۳-۵): تصویری از پودر کره های Carbon/ TiO2 (الف) و کره های توخالی TiO2 (ب). ..... ۴۹
- شکل (۳-۶): طرح واره ای از مراحل تشکیل کره های کربنی (الف)، کره های کربن / TiO2 (ب) و در نهایت کره های توخالی TiO2 (پ). ..... ۵۰
- شکل (۳-۷) دستگاه Palm sense ..... ۵۱
- شکل (۳-۸) دستگاه Autolab 30V پتانسیواستات/گالوانواستات متصل به VA Stand Metrhom ..... ۵۱
- شکل (۳-۹) متر pH Metrhom 744 ..... ۵۲
- شکل (۴-۱) تصویر SEM تهیه شده از کره های توخالی TiO2 ..... ۵۵
- شکل (۴-۲) طیف IR پلی گلوتامیک اسید ..... ۵۶
- شکل (۴-۳) طیف فیلم پلیمری گلوتامیک اسید ..... ۵۷
- شکل (۴-۴) ولتاموگرام های پالس تفاضلی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید ۳۰ میکرو مولار در بافر ۰/۱ M فسفاتی (pH=۷) با سرعت روبش ۱۰ میلی ولت بر ثانیه و دامنه پالس ۰/۵ و با فاصله زمانی پالس ۰/۲ ثانیه بر روی الکتروده های (a) خمیرکربن اصلاح نشده (b) خمیر کربن اصلاح شده با نانولوله های کربنی چند دیواره (c) خمیر کربن اصلاح شده با نانولوله های کربنی چند دیواره و کره های



توخالی تیتانیوم اکساید (d) خمیرکربن اصلاح شده با نانو لوله های کربن چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید. .... ۵۸

شکل (۵-۴) ولتاموگرامهای چرخهای الکتروود اصلاح شده در سرعتهای روبش (از داخل به خارج) ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰، ۵۰، ۶۰، ۷۰، ۸۰، ۹۰، ۱۰۰، ۱۱۰ و ۱۲۰ میلی ولت بر ثانیه در محلول شامل ۵۰ میکرو مولار تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید در بافر فسفاتی ۰/۱ مولار (pH=۷). .... ۵۹

شکل (۸-۴) تغییرات پتانسیل پیکهای اکسایش و کاهش استامینوفن بر حسب لگاریتم سرعت روبش در بافر فسفاتی ۰/۱ مولار (pH=۷) ..... ۶۱

شکل (۹-۴) نمودار نایکویست محلول ۵ میلی مولار پتاسیم فرو / فریک سیانید و پتاسیم کلراید ۰/۱ مولار در بافر ۰/۱ مولار فسفاتی (pH = ۷) مربوط به الکتروود خمیر کربن اصلاح نشده. .... ۶۶

شکل (۱۰-۴) نمودار نایکویست محلول ۵ میلی مولار پتاسیم فرو / فریک سیانید و پتاسیم کلراید ۰/۱ مولار در بافر ۰/۱ مولار فسفاتی (pH = ۷) مربوط به الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با نانو لوله های کربنی. .... ۶۶

شکل (۱۱-۴) نمودار نایکویست محلول ۵ میلی مولار پتاسیم فرو / فریک سیانید و پتاسیم کلراید ۰/۱ مولار در بافر ۰/۱ مولار فسفاتی (pH = ۷) مربوط به الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با نانو لوله های کربنی و کره های توخالی تیتانیوم اکساید. .... ۶۷

شکل (۱۲-۴) نمودار نایکویست محلول ۵ میلی مولار پتاسیم فرو / فریک سیانید و پتاسیم کلراید ۰/۱ مولار در بافر ۰/۱ مولار فسفاتی (pH = ۷) مربوط به الکتروود خمیر کربن اصلاح شده با نانو لوله های کربنی و کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید. .... ۶۷

شکل (۱۳-۴) فرایند نفوذ. .... ۶۸

شکل (۱۴-۴) نمودار کروئوآمپرومتری الکتروود خمیر کربن اصلاح شده در غلظتهای ۲ ..... ۶۹

میلی مولار (a) ۳ میلی مولار (b) ۴ میلی مولار (c) و ۵ میلی مولار (d) تریپتوفان و ..... ۶۹

بافر فسفاته ۰/۱ مولار pH=۷ ..... ۶۹

شکل (۱۵-۴) نمودار کروئوآمپرومتری الکتروود خمیر کربن اصلاح شده در غلظتهای ..... ۷۰

۲ میلی مولار (a) ۳ میلی مولار (b) ۴ میلی مولار (c) و ۵ میلی مولار (d) استامینوفن ..... ۷۰

و بافر فسفاته ۰/۱ مولار pH=۷ ..... ۷۰

شکل (۱۶-۴) نمودار تغییرات شدت جریان بر حسب زمان استامینوفن در غلظت های ۲، ۴، ۳ و ۵ میلی مولار با استفاده از تکنیک کروئوآمپرومتری و بافر فسفاتی ۰/۱ مولار pH=۷ ..... ۷۱

شکل (۴-۱۷) نمودار تغییرات شدت جریان بر حسب زمان تریپتوفان در غلظت های ۳،۴،۵ میلی مولار با استفاده از تکنیک کروئوآمپرومتری و بافر فسفاتی ۰/۱ مولار pH=۷ ..... ۷۲

شکل (۴-۱۹) اثر pH بر پتانسیل پیک (الف) تریپتوفان و (ب) استامینوفن در بافر ۰/۱ مولار فسفاتی. .... ۷۴

شکل (۴-۲۰) منحنی جریان پیک اکسایش تریپتوفان (۶۰ میکرو مولار) و استامینوفن (۶۰ میکرو مولار) در بافر ۰/۱ مولار فسفاتی بر حسب تغییرات pH ..... ۷۵

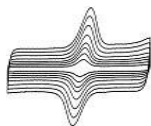
شکل (۴-۲۱) اثر زمان تغلیظ بر جریان پیک اکسایشی مربوط به محلول ۵۰ میکرو مولار تریپتوفان و استامینوفن در حضور ۴۰۰ میکرومولار آسکوربیک اسید توسط الکتروود خمیرکربن اصلاح شده با نانولولههای کربنی چند دیواره، کره های توخالی تیتانیوم اکساید و پلی گلوتامیک اسید در محلول ۰/۱ مولار بافر فسفاتی (pH=۷) ..... ۷۶

شکل (۴-۲۲) ولتاموگرامهای پالس تفاضلی محدوده خطی تریپتوفان و استامینوفن در حضور آسکوربیک اسید در بافر ۰/۱ مولار فسفاتی (pH=۷) با سرعت روبش ۱۰ میلی ولت بر ثانیه و دامنه پالس ۰/۰۵ ولت و با فاصله زمانی پالس ۰/۵ ثانیه. .... ۷۹

شکل (۴-۲۳) منحنیهای کالبراسیون (الف) تریپتوفان در دامنه غلظتی ۰/۴ تا ۹۰ میکرو مولار و (ب) استامینوفن در دامنه غلظتی ۰/۰۴ تا ۹۰ میکرو مولار ..... ۸۰

# فصل اول

مقدمه



## ۱-۱ مقدمه

الکتروشیمی شاخه‌ای از علم شیمی است که رابطه بین اثرات الکتریکی و شیمیایی را مورد بررسی قرار می‌دهد که شامل دامنه وسیعی از روش‌ها می‌باشد. هر یک از این روش‌ها بر اساس اندازه‌گیری یکی از کمیت‌های الکتریکی از قبیل جریان، مقاومت یا پتانسیل می‌باشد. اندازه‌گیری‌های الکتروشیمیایی، در تمامی این روش‌ها برای دستیابی به اهداف گوناگون انجام می‌گیرد. بخش بزرگی از این شاخه به بررسی تغییرات شیمیایی ناشی از عبور جریان الکتریکی و تولید انرژی الکتریکی توسط واکنش‌های شیمیایی مربوط می‌شود. در واقع، شاخه الکتروشیمی شامل تعداد زیادی از پدیده‌های مختلف (به عنوان مثال، الکتروفورز و خوردگی)، دستگاه‌ها (نمایشگرهای الکتروکرومیک، حسگرهای الکترو تجزیه‌ای، باتری‌ها و سلول‌های سوختی) و فن-آوری (آب‌کاری فلزات و تولید آلومینیوم و کلر در مقیاس بزرگ) می‌باشد [۱].

در طی سال‌های اخیر در سایه تلاش بی وقفه دانشمندان و پژوهشگران، برپایه اصول شناخته شده الکتروشیمی روش‌ها و تکنیک‌های متعددی برای شناسایی و اندازه‌گیری انواع گوناگونی از مواد فراهم شده است. در اکثر موارد تلاش بر این بوده است که مراحل اندازه‌گیری اندک، زمان آزمایش کوتاه، اجرای روش آسان، دقت روش بالا، گستره کاربرد آن وسیع و از یک سو محدود به مقادیر کم باشد. روش‌های متنوع و کارآمد بسیاری در این زمینه توسط محققین ارائه و به کار گرفته شده است. در این میان، روش‌های ولتامتری (و استفاده از حسگرها) از تواناترین روش‌های تجزیه‌ای در شاخه الکترو شیمی بوده اند [۲].