



دانشکده علوم پایه
پایان نامه کارشناسی ارشد

الکتروود خمیر کربنی اصلاح شده با نانوذرات طلا و کاربرد آن به عنوان حسگر

از
محمد دهسراینی

استاد راهنما
دکتر مجید آرونند

خرداد ماه 1392

سورة الاحقاف

دانشکده علوم پایه
گروه شیمی
گرایش شیمی تجزیه

الکتروود خمیر کربنی اصلاح شده با نانوذرات طلا و کاربرد آن به عنوان حسگر

از
محمد دهسرائی

استاد راهنما
دکتر مجید آروند

استاد مشاور
دکتر شبینم سهراب نژاد

خرداد ماه 1392

تقدیم به مادرم

که نمونه ای کم نظیر است، از آنچه نعمت و برکت زندگی می پندارم

سپاس پروردگار مهربان را که زندگی را به کمال آفرید و فرصت حضور در این همه زیبایی را ارزانی‌ام داشت. پروردگاری که در نظر دیگران بزرگم داشت، عیوبم را پوشانید و با چشم پوشی از خطاها و اعطای نعمت‌ها، تربیتم نمود. پاک و منزه است و سزاوار خداوندی.

سپاس گزار جناب آقای دکتر آروند، استاد عزیز و بزرگووارم هستم که راهنمایی پروژه کارشناسی ارشدم را بر عهده گرفتند و نه تنها در درس و تحقیق، که در بسیاری موارد الگو و استاد بی بدیل من بوده و هستند.

از مشاور مهربانم، خانم دکتر سهراب نژاد سپاس گزارم، چراکه راهنمایی‌های کارگشا و نکات فراوانی از ایشان فراگرفته‌ام. از اساتید گرامی جناب آقای دکتر زنجانچی و جناب آقای دکتر محمدخواه که زحمت داوری پایان نامه ام را پذیرفتند، و آقای دکتر فلاح معافی، نماینده تحصیلات تکمیلی که در جلسه دفاع حضور داشتند کمال تشکر را دارم. فرصتی است تا ادای دینی به تمامی معلمان و اساتید دوران تحصیلم داشته باشم که عبور گام به گام این مسیر، حاصل زحمات و راهنمایی‌های آنان است.

از تمام دوستان پرمهر دوران تحصیلم، خصوصاً دانشجویان آزمایشگاه تحقیقاتی دکتر آروند، خانم قلیزاده (که مدیون همیشگی صبر و راهنمایی‌هایشان هستم)، آقای قدسی (که برادرانه همراه و پشتیبان من بودند)، خانم فلاحی، آقای انواری و خانم‌ها پالیزکار و حسن نژاد که جو صمیمی آزمایشگاه مدیون حضور گرمشان بود، صمیمانه تشکر می‌کنم و از پروردگار مهربان برایشان سلامتی، شادی و موفقیت خواهانم.

از مادر صبور و برادر عزیزم که همراهان خوب من در این سال‌های سخت‌ شیرین بودند سپاسگزارم و امیدوارم سعادت و سلامت و موفقیت و شادی، نصیب هر روزه‌شان باشد.

و... سپاس بی پایان از همراه مهربانم، سیده منا سعیدی دوست داشتنی، برای تمام محبت‌ها، همراهی‌ها و انگیزه‌ها.

محمد دهنسرای

خرداد 1392

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
ش	چکیده فارسی
ص	چکیده انگلیسی
فصل اول: مقدمه	
2	1-1 کلیات
4	2-1 مقیاس نانو و نانوفناوری
5	1-2-1 تعریف مقیاس نانو
5	1-2-1 تعریف نانوفناوری
7	3-1 نانومواد
7	1-3-1 روش های ساخت نانو مواد
7	1-1-3-1 روش های اصلی جهت ساخت نانومواد
7	2-1-3-1 دومین دسته بندی روش های ساخت نانومواد
9	2-3-1 روش های شناسایی نانو مواد
9	1-2-3-1 میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)
10	2-2-3-1 میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)
11	3-3-1 خواص نانو مواد
11	1-3-3-1 خواص مکانیکی
11	2-3-3-1 خواص الکتریکی
12	3-3-3-1 خواص مغناطیسی
12	4-3-3-1 خواص حرارتی
12	5-3-3-1 خواص نوری
12	6-3-3-1 خواص شیمیایی
13	4-1 طبقه بندی نانومواد
13	1-4-1 دسته بندی کلی نانو مواد
13	2-1-4-1 نانومواد یک بعدی

13 3-1-4-1 نانومواد دو بعدی
13 4-1-4-1 نانومواد سه بعدی
14 2-4-1 انواع نانو مواد
14 1-2-4-1 فولرن ها
14 2-2-4-1 نانولوله ها
15 3-2-4-1 دندریمرها
16 4-2-4-1 نانوالیاف
16 5-2-4-1 نانوسیم ها
16 6-2-4-1 نانو کامپوزیت ها
17 7-2-4-1 نانوذرات
18 1-7-2-4-1 منشأ تولید نانوذرات
18 2-7-2-4-1 انواع نانوذرات
19 3-7-2-4-1 سطح ویژه نانوذرات
19 4-7-2-4-1 اندازه و شکل نانوذرات
19 5-7-2-4-1 واکنش پذیری نانوذرات
20 6-7-2-4-1 رفتار مغناطیسی نانوذرات
20 7-7-2-4-1 خواص نوری نانوذرات
20 8-7-2-4-1 خواص الکتریکی نانوذرات
21 9-7-2-4-1 کاربردهای نانوذرات
22 10-7-2-4-1 خطرات نانوذرات
22 5-1 نانوذرات طلا
23 1-5-1 پیشینه تاریخی نانوذرات طلا
24 2-5-1 سنتز نانوذرات طلا
24 1-2-5-1 روش تورکوپیچ
24 2-2-5-1 روش براست
25 3-2-5-1 روش پرولت
25 4-2-5-1 سونولیز

25 3-5-1 کاربرد نانوذرات طلا
27 6-1 نانوذرات طلا در الکتروشیمی
27 1-6-1 انواع روش ها در الکتروشیمی
27 1-1-6-1 روش های پتانسیومتری
27 2-1-6-1 روش های گالوانواستاتیک
27 1-2-1-6-1 کرونیوپتانسیومتری
27 2-2-1-6-1 کرونیوکولومتری
27 3-1-6-1 روش های پتانسیواستاتیک
27 1-3-1-6-1 کرونیوآمپرومتری
27 2-3-1-6-1 ولتامتری
28 2-6-1 الکتروود کار
28 3-6-1 الکتروود خمیر کربنی اصلاح شده با نانوذرات طلا (GNPs/CPE)
29 7-1 فولیک اسید، اوریک اسید و آسکوربیک اسید
29 1-7-1 فولیک اسید (FA)
30 1-1-7-1 موارد مصرف، نقص ها و بیماری های مرتبط با فولیک اسید
30 2-1-7-1 روش های اندازه گیری فولیک اسید
31 2-7-1 اوریک اسید (UA)
31 1-2-7-1 نقص ها و بیماری های مرتبط با اوریک اسید
32 2-2-7-1 روش های اندازه گیری اوریک اسید
32 3-7-1 آسکوربیک اسید (AA)
33 1-3-7-1 نقص ها و بیماری های مرتبط با آسکوربیک اسید
33 2-3-7-1 روش های اندازه گیری آسکوربیک اسید
33 4-7-1 نمونه هایی از روش های الکتروشیمیایی در اندازه گیری UA، FA و AA

فصل دوم: بخش تجربی

36 1-2 مواد شیمیایی و دستگاه های مورد استفاده
36 1-1-2 مواد شیمیایی
37 2-1-2 دستگاه ها

37 2-2 آماده سازی الکترودها
38 3-2 بهینه سازی ها
38 1-3-2 خالص سازی پودر گرافیت
38 2-3-2 سنتز و مقدار بهینه نانوذرات طلا
38 3-3-2 بررسی اثر pH
39 4-3-2 بررسی اثر سرعت روبش پتانسیل
39 4-2 پارامترهای الکتروشیمیایی و تجزیه ای
39 1-4-2 محاسبه مساحت سطح الکترودها
39 2-4-2 پیش بینی مکانیسم واکنش آنالیت ها
40 3-4-2 محاسبه ضریب و ثابت انتقال الکترون و ضریب نفوذ گونه ها
40 4-4-2 گستره خطی و حدتشخیص
40 5-2 بررسی اثر مزاحمت ها
41 6-2 تکرارپذیری الکترودها
41 7-2 آماده سازی نمونه های حقیقی
41 1-7-2 آماده سازی نمونه پلاسمای خون
فصل سوم: نتایج و بحث	
43 بخش اول: سنتز و ویژگی های نانوذرات طلا- اندازه گیری الکتروشیمیایی فولیک اسید
44 1-3 ویژگی ها و اثرات نانوذرات طلا
44 1-1-3 تخمین اندازه نانوذرات طلا
45 2-1-3 اثر نانوذرات طلا بر الکترودهای خمیر کربنی
45 3-1-3 اثر نانوذرات طلا در تشخیص کیفی فولیک اسید
47 4-1-3 تعیین مقدار بهینه نانوذرات طلا
47 5-1-3 اثر نانوذرات طلا بر مساحت سطح الکترودها
48 2-3 بهینه سازی و محاسبه پارامترهای الکتروشیمیایی FA
48 1-2-3 بررسی اثر pH
49 1-1-2-3 pH بهینه
49 2-1-2-3 تعیین مکانیسم اکسایش فولیک اسید

51 2-2-3 بررسی اثر سرعت پیمایش پتانسیل
51 1-2-2-3 تعیین فرآیند رسیدن FA به سطح الکتروود
53 2-2-2-3 تعیین زمان تجمع (t_{acc}) و پتانسیل تجمع (E_{acc}) فولیک اسید
55 3-2-2-3 محاسبه ضریب انتقال الکترون (α) و ثابت انتقال الکترون (k_s) فولیک اسید
57 3-2-3 مطالعات کروئوآمپرومتری و اندازه گیری ضریب نفوذ فولیک اسید (D_{FA})
59 3-3 گستره خطی و حد تشخیص FA
62 4-3 بررسی اثر مزاحمت ها در اندازه گیری FA
63 5-3 تکرارپذیری الکتروود
64 6-3 اندازه گیری FA در نمونه های حقیقی توسط GNP/s/CPE
66 7-3 مقایسه و نتیجه گیری نهایی
68 بخش دوم: اندازه گیری همزمان فولیک اسید، اوریک اسید و آسکوربیک اسید
69 8-3 بهینه سازی و محاسبه پارامترهای الکتروشیمیایی UA
69 1-8-3 بررسی اثر pH
70 1-1-8-3 pH بهینه
70 2-1-8-3 بررسی اثر pH بر پتانسیل پیک آندی
71 2-8-3 بررسی اثر سرعت پیمایش پتانسیل (v)
71 1-2-8-3 بررسی شیوه رسیدن UA به سطح الکتروود
74 2-2-8-3 تعیین مکانیسم اکسایش اوریک اسید
76 3-8-3 مطالعات کروئوآمپرومتری و اندازه گیری ضریب نفوذ اوریک اسید (D_{UA})
76 9-3 گستره خطی و حد تشخیص UA
79 10-3 بهینه سازی و محاسبه پارامترهای الکتروشیمیایی AA
79 1-10-3 بررسی اثر pH
79 1-1-10-3 تعیین pH بهینه
81 2-1-10-3 تعیین مکانیسم اکسایش آسکوربیک اسید
82 2-10-3 بررسی اثر سرعت پیمایش پتانسیل (v)
82 1-2-10-3 بررسی شیوه رسیدن AA به سطح الکتروود
83 2-2-10-3 نمودار لایبرون و محاسبه n

85 3-10-3 مطالعات کرونوآمپرومتري و اندازه گيري ضريب نفوذ آسکوربيک اسيد (D_{AA})
87 11-3 گستره خطي و حد تشخيص AA
89 12-3 بررسي رفتار FA در برابر غلظت ثابتي از UA و AA
90 13-3 بررسي رفتار UA در برابر غلظت ثابتي از FA و AA
92 14-3 بررسي رفتار AA در برابر غلظت ثابتي از FA و UA
93 15-3 اندازه گيري همزمان AA، UA و FA
96 14-3 نتيجه گيري نهايي
97 15-3 پيشنهاداتي براي کارهاي آينده
98 مراجع
103 پيوست ها

فهرست جدول ها

عنوان	صفحه
جدول 1-1 دوره های علمی در طی اعصار مختلف و پیش بینی آینده دانش بشر	2
جدول 2-1 نام و مشخصات چند الکتروود کار متداول	28
جدول 1-2 مواد شیمیایی مورد استفاده	36
جدول 1-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های چرخه ای محلول های FA در pH های مختلف	49
جدول 2-3 داده های حاصل از تعدادی از CV های شکل 3-9 جهت ترسیم نمودار $i_{pa}-v$	52
جدول 3-3 داده های حاصل از ثبت CV های محلول $3/8 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ FA در گستره زمان های تجمع 10-110 s	53
جدول 4-3 داده های حاصل از ثبت CV های محلول $3/8 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ FA در گستره پتانسیل های تجمع -0/4-0/5 V	54
جدول 5-3 داده های حاصل از ثبت CV های محلول $3/8 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ FA در گستره زمانی 10-110 s و در $E_{acc}=0.2 \text{ V}$	54
جدول 6-3 داده های مربوط به v (V s^{-1})، $\log v$ و E_{pa} (V) جهت رسم منحنی $E_{pa}-\log v$	56
جدول 7-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های موج مربعی FA در گستره $6/0 \times 10^{-8} - 8/0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$	60
جدول 8-3 داده های محلول های شاهد، به دست آمده از آنالیز ولتامتری موج مربعی	61
جدول 9-3 گونه های بررسی شده جهت مطالعه میزان مزاحمت و حد عدم تداخل آن ها در محلول $1/0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ فولیک اسید در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر 6/5	63
جدول 10-3 داده های ولتاموگرام چرخه ای مربوط به 10 اندازه گیری متناوب محلول $2/0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ فولیک اسید در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر 6/5	64
جدول 11-3 داده های به دست آمده از دو روش پیشنهادی و مرجع مربوط به آنالیز نمونه های حقیقی	65
جدول 12-3 مقایسه غلظت فولیک اسید در نمونه های حقیقی، به دست آمده به روش پیشنهادی و روش مرجع	65
جدول 13-3 مقایسه الکترودهای مختلف در اندازه گیری فولیک اسید	67
جدول 14-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های چرخه ای محلول های UA در pH های مختلف	70
جدول 15-3 داده های حاصل از CV های شکل 3-19 جهت ترسیم نمودارهای $E_{pa}-\log v$ و $i_{pa}-v^{1/2}$	73
جدول 16-3 داده های به دست آمده از منحنی های تافل برای محاسبه n در مکانیسم اکسایش اوریک اسید	75
جدول 17-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های موج مربعی UA در گستره $2/0 \times 10^{-7} - 1/0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$	78
جدول 18-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های چرخه ای محلول های AA در pH های مختلف	80
جدول 19-3 داده های حاصل از CV های شکل 3-19 جهت ترسیم نمودارهای $E_{pa}-\log v$ و $i_{pa}-v^{1/2}$	84
جدول 20-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های موج مربعی AA در گستره $2/0 \times 10^{-7} - 1/0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$	88

جدول 21-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های موج مربعی FA در گستره $1/0 \times 10^{-6} - 1/0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ در حضور UA و AA با غلظت $2/0 \times 10^{-7}$	90
جدول 22-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های موج مربعی UA در گستره $1/0 \times 10^{-6} - 1/0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ در حضور AA و FA با غلظت $2/0 \times 10^{-7}$	91
جدول 23-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های موج مربعی AA در گستره $1/0 \times 10^{-6} - 1/0 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ در حضور UA و FA با غلظت $2/0 \times 10^{-7}$	93
جدول 24-3 داده های حاصل از ولتاموگرام های موج مربعی اندازه گیری همزمان فولیک اسید، اوریک اسید و آسکوربیک اسید	95

فهرست شکل ها

صفحه	عنوان
3	شکل 1-1 جام مشهور لیکورگوس (شکل سمت چپ) و پنجره کلیسایی مربوط به قرون وسطا (شکل سمت راست)
5	شکل 2-1 مقایسه مقیاس ها و رسیدن به مقیاس نانو
6	شکل 3-1 گستره مقیاس ها (نانومتر و سایر ابعاد)
14	شکل 4-1 یک مولکول C ₆₀
15	شکل 5-1 تصویر نانولوله های کربنی تک دیواره (SWCNTs) و چند دیواره (MWCNTs)
15	شکل 6-1 ساختار فرضی یک دندریمر
16	شکل 7-1 شکل کلی دستگاه الکتروریسندگی و نانوالیاف تولید شده به کمک این روش
17	شکل 8-1 ساختار نانوسیم ها
17	شکل 9-1 نحوه ایجاد یک ساختار نانوکامپوزیت
18	شکل 10-1 چند نمونه از انواع نانوذرات
23	شکل 11-1 گستره رنگ محلول های کلئید نانوذرات طلا در ابعاد مختلف
30	شکل 12-1 ساختار شیمیایی فولیک اسید
31	شکل 13-1 ساختار شیمیایی اوریک اسید
32	شکل 14-1 ساختار شیمیایی آسکوربیک اسید
37	شکل 2-1 ارتالون و الکتروود کار تهیه شده
44	شکل 1-3 الف-کلئید حاوی نانوذرات طلای سنتز شده و ب-تصویر TEM نانوذرات سنتز شده
45	شکل 2-3 طیف UV-Vis کلئید حاوی نانوذرات طلای سنتز شده
46	شکل 3-3 الف-تصویر SEM خمیر کربنی و ب-تصویر SEM خمیر کربنی اصلاح شده با نانوذرات طلا
46	شکل 4-3 مقایسه ولتاموگرام های چرخه ای محلول $3/8 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ فولیک اسید با استفاده از CPE (a) و GNP/CPE (b)
47	شکل 5-3 جریان پیک آندی برحسب حجم نانوذرات طلای افزوده شده به خمیر کربنی
48	شکل 6-3 ولتاموگرام های چرخه ای فولیک اسید $10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ در محلول های بافر با pH: (a) 5/5, (b) 6, (c) 6/5, (d) 7 و (e) 7/5
50	شکل 7-3 الف-منحنی i_{pa} -pH و ب-منحنی E_{pa} -pH
51	شکل 8-3 مکانیسم پیشنهادی برای اکسایش FA در سطح GNP/CPE

- شکل 9-3 CVهای مربوط به FA در گستره سرعت های روبش پتانسیل $0/01-0/3 \text{ V s}^{-1}$ 52
- شکل 10-3 نمودار جریان پیک آندی (i_{pa}) بر حسب سرعت روبش پتانسیل (v) 53
- شکل 11-3 الف-منحنی تغییرات جریان پیک آندی بر حسب زمان تجمع در گستره 10-110 s و ب- منحنی تغییرات جریان پیک آندی بر حسب پتانسیل تجمع در گستره $-0/4-0/5 \text{ V}$ 55
- شکل 12-3 منحنی تغییرات پتانسیل پیک آندی بر حسب لگاریتم سرعت پیمایش پتانسیل 56
- شکل 13-3 الف-کرونوآمپروگرام های FA در سه غلظت (a) $4/0 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ (b) $8/0 \times 10^{-6}$ و (c) $2/0 \times 10^{-5}$ ، ب- نمودار $I-t^{1/2}$ مربوط به سه غلظت فوق و پ- رسم شیب های حاصل از سه خط شکل 13-3-ب بر حسب غلظت محلول های فولیک اسید 58
- شکل 14-3 ولتاموگرام های موج مربعی فولیک اسید در گستره ی غلظتی $8/0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1} - 6/0 \times 10^{-8}$ در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر با $6/5$ 59
- شکل 15-3 الف-نمودار حاصل از رسم جریان پیک آندی در گستره غلظت $2/0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1} - 6/0 \times 10^{-8}$ و ب-منحنی کالیبراسیون فولیک اسید در گستره $8/0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1} - 6/0 \times 10^{-8}$ 60
- شکل 16-3 الف- طیف های UV-Vis به دست آمده از روش مرجع اسپکتروفوتومتری و ب-منحنی کالیبراسیون به دست آمده در گستره غلظت $1/0 \times 10^{-4} - 1/0 \times 10^{-8}$ در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر با $6/5$ 66
- شکل 17-3 ولتاموگرام های چرخه ای اوریک اسید $10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ در محلول های بافر با pH: (a) 4, (b) 4/5, (c) 5, (d) 5/5, (e) 6, (f) 6/5, (g) 7 و (h) 7/5 69
- شکل 18-3 الف-منحنی i_{pa} -pH و ب-منحنی E_{pa} -pH 71
- شکل 19-3 CVهای مربوط به UA در گستره سرعت های روبش پتانسیل $0/02-1 \text{ V s}^{-1}$ 72
- شکل 20-3 نمودار جریان پیک آندی (i_{pa}) بر حسب سرعت روبش پتانسیل (v) 72
- شکل 21-3 نمودار پتانسیل پیک آندی بر حسب $\log v$ 74
- شکل 22-3 منحنی های تافل محلول $3/8 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ اوریک اسید در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH بهینه 5/5 در سرعت های پیمایش پتانسیل (a) 0/02, (b) 0/04, (c) 0/06, (d) 0/08 و (e) $0/1 \text{ V s}^{-1}$ 75
- شکل 23-3 مکانیسم پیشنهادی برای اکسایش UA در سطح GNPs/CPE 75
- شکل 24-3 الف-کرونوآمپروگرام های UA در سه غلظت (a) $2/0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ ، (b) $4/0 \times 10^{-5}$ و (c) $8/0 \times 10^{-5}$ ، ب- نمودار $I-t^{1/2}$ مربوط به سه غلظت فوق و پ- رسم شیب های حاصل از سه خط شکل 24-3-ب بر حسب غلظت محلول های اوریک اسید 77
- شکل 25-3 ولتاموگرام های موج مربعی اوریک اسید در گستره ی غلظتی $1/0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1} - 2/0 \times 10^{-7}$ در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر با $5/5$ 78

- شکل 26-3 منحنی کالیبراسیون UA با دو بخش خطی در گستره های غلظتی $2/0 \times 10^{-4}$ - $1/0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ و $2/0 \times 10^{-7}$ - $2/0 \times 10^{-4}$ 79
- شکل 27-3 ولتاموگرام های چرخه ای آسکوربیک اسید $10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ در محلول های بافر با pH: (a) 5, (b) 5/5, (c) 6, (d) 6/5, (e) 7 و (f) 7/5 80
- شکل 28-3 الف منحنی i_{pa} -pH و ب منحنی E_{pa} -pH 81
- شکل 29-3 مکانیسم پیشنهادی برای اکسایش AA در سطح GNP/CPE 82
- شکل 30-3 CV های مربوط به AA در گستره سرعت های روبش پتانسیل $0/02$ - 1 V s^{-1} 83
- شکل 31-3 نمودار جریان پیک آندی (i_{pa}) بر حسب جذر سرعت روبش پتانسیل (v) 83
- شکل 32-3 نمودار پتانسیل پیک آندی بر حسب $\log v$ 85
- شکل 33-3 الف-کروئوآمپروگرام های AA در سه غلظت $6/0 \times 10^{-7} \text{ mol L}^{-1}$ (a)، $4/0 \times 10^{-6}$ (b) و $8/0 \times 10^{-6}$ (c)، ب- نمودار $I-t^{1/2}$ مربوط به سه غلظت فوق و پ-رسم شیب های حاصل از سه خط شکل 33-3 ب بر حسب غلظت محلول های آسکوربیک اسید 86
- شکل 34-3 ولتاموگرام های موج مربعی آسکوربیک اسید در گستره ی غلظتی $1/0 \times 10^{-5}$ - $2/0 \times 10^{-7} \text{ mol L}^{-1}$ در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر 6 87
- شکل 35-3 منحنی کالیبراسیون AA با گستره غلظتی خطی $2/0 \times 10^{-7}$ - $1/0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$ 88
- شکل 36-3 ولتاموگرام های موج مربعی فولیک اسید در حضور غلظت ثابت اوریک اسید و آسکوربیک اسید در گستره ی غلظتی mol L^{-1} $1/0 \times 10^{-6}$ - $1/0 \times 10^{-4}$ در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر 6 89
- شکل 37-3 منحنی کالیبراسیون FA در حضور UA و AA در گستره ی غلظتی $1/0 \times 10^{-4}$ - $1/0 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ در بافر فسفاتی mol L^{-1} $0/1$ با pH برابر 6 90
- شکل 38-3 ولتاموگرام های موج مربعی اوریک اسید در حضور غلظت ثابت فولیک اسید و آسکوربیک اسید در گستره ی غلظتی mol L^{-1} $1/0 \times 10^{-6}$ - $1/0 \times 10^{-4}$ در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر 6 91
- شکل 39-3 منحنی کالیبراسیون UA در حضور FA و AA در گستره ی غلظتی $1/0 \times 10^{-4}$ - $1/0 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ در بافر فسفاتی mol L^{-1} $0/1$ با pH برابر 6 92
- شکل 40-3 ولتاموگرام های موج مربعی اندازه گیری آسکوربیک اسید در حضور غلظت ثابت فولیک اسید و اوریک اسید در گستره غلظتی mol L^{-1} $1/0 \times 10^{-6}$ - $1/0 \times 10^{-4}$ در بافر فسفاتی $0/1 \text{ mol L}^{-1}$ با pH برابر 6 92
- شکل 41-3 منحنی کالیبراسیون AA در حضور FA و UA در گستره ی غلظتی $1/0 \times 10^{-4}$ - $1/0 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$ در بافر فسفاتی mol L^{-1} $0/1$ با pH برابر 6 93

شکل 3-42 ولتاموگرام های موج مربعی اندازه گیری همزمان فولیک اسید، اوریک اسید و آسکوربیک اسید در گستره ی غلظتی mol L^{-1}

94 $10^{-5} \times 2/5 - 10^{-6} \times 1/2$ در بافر فسفاتی mol L^{-1} 0/1 با pH برابر 6

94 شکل 3-43 منحنی کالیبراسیون FA، UA و AA در اندازه گیری همزمان

الکتروود خمیر کربنی اصلاح شده با نانوذرات طلا و کاربرد آن به عنوان حسگر

محمد دهسرائی

امروزه الکتروودهای اصلاح شده با نانوذرات به عنوان جایگزینی در آنالیز الکتروشیمیایی ترکیبات آلی و معدنی مطرح شده است. نانوفلزات حداقل سه عملکرد مهم در آنالیز الکتروشیمیایی ظاهر می کنند که عبارتند از: زبر نمودن سطح مشترک رسانای حسگر، عملکردهای کاتالیتیکی و ویژگی رسانایی. در این مطالعه، از نانوذرات طلا (GNPs) به عنوان نانوذرات فلزی اصلاح کننده در الکتروود خمیر کربنی (CPE) استفاده شده است. به دلیل ویژگی های منحصر به فرد نوری، الکتريکی و تشخیص مولکولی GNPs، این ذرات موضوع بسیاری از تحقیقات مهم، در گستره وسیعی از مطالعات علمی است. در این مطالعه، ویژگی های GNPs و الکتروود خمیر کربنی اصلاح شده با نانوذرات طلا (GNPs/CPE) توسط اسپکتروفوتومتری UV-Vis، میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی شدند. شکل، اندازه و اثر نانوذرات طلا بر سطح الکتروود مورد مطالعه قرار گرفته است.

GNPs/CPE به عنوان حسگری جدید، ساده و حساس، برای مطالعه سه مولکول زیستی مهم مورد استفاده قرار گرفتند: فولیک اسید (FA)، اوریک اسید (UA) و آسکوربیک اسید (AA). پارامترهای آزمایشگاهی مانند pH، سرعت پیمایش پتانسیل (v) و مقدار اصلاح کننده به کمک ولتامتری چرخه ای (CV) بررسی و مقادیر بهینه آن ها انتخاب شد. پارامترهای الکتروشیمیایی همچون ضریب نفوذ این مولکول ها و مساحت سطح الکتروود (A) محاسبه شدند. ولتامتری موج مربعی (SWV) به عنوان روشی دقیق برای محاسبات کمی مورد استفاده قرار گرفت. رابطه خطی مطلوبی بین جریان پیک آندی (i_{pa}) و غلظت فولیک اسید ($6/0 \times 10^{-8}$ - $8/0 \times 10^{-5}$ mol L⁻¹)، اوریک اسید ($2/0 \times 10^{-7}$ - $2/0 \times 10^{-4}$ mol L⁻¹) و آسکوربیک اسید ($1/0 \times 10^{-5}$ - $2/0 \times 10^{-7}$ mol L⁻¹) مشاهده شد. اندازه گیری همزمان FA، UA و AA در گستره خطی مطلوبی به کمک GNPs/CPE انجام شد.

کلیدواژه: نانوذرات طلا، الکتروود خمیر کربنی، فولیک اسید، اوریک اسید، آسکوربیک اسید

Abstract

Gold nanoparticles modified carbon paste electrode and its application as a sensor

Mohammad Dehsaraei

Nowadays, modified electrodes with metal nanoparticles have emerged as an alternative for the electroanalysis of organic and inorganic compounds. Nanometals provide at least three important functions for electroanalysis; the roughening of the conductive sensing interface, catalytic features and conductivity properties. In this study, gold nanoparticles (GNPs) were chosen as the metal nanoparticles for modifying the carbon paste electrode (CPE). Due to the unique optical, electronic, and molecular-recognition properties of GNPs, they are the subject of substantial researches, with applications in a wide variety of scientific areas.

In this study, GNPs and the gold nanoparticles-modified carbon paste electrode (GNPs/CPE) were characterized by UV-Vis spectroscopy, transmission electron microscopy (TEM) and scanning electron microscopy (SEM). The shape, size and the effect of GNPs on the surface of electrode were investigated.

GNPs/CPE as a new, simple and sensitive electrode, was used to study of three important biological molecules: folic acid (FA), uric acid (UA) and ascorbic acid (AA). The experimental parameters such as pH, potential scan rate (ν) and amount of modifier were studied by cyclic voltammetry (CV) and the optimized values were chosen. The electrochemical parameters such as diffusion coefficient of these molecules and the electrode surface area (A) were calculated. Square wave voltammetry (SWV) was used as an accurate technique to quantitative calculations. A good linear relation was observed between anodic peak current (i_{pa}) and folic acid (6.0×10^{-8} – 8.0×10^{-5} mol L⁻¹), uric acid (2.0×10^{-7} – 2.0×10^{-4} mol L⁻¹) and ascorbic acid (2.0×10^{-7} – 1.0×10^{-5} mol L⁻¹) concentrations. The detection limit (LOD) of the molecules was comparable with recently studies. Simultaneous determination of FA, UA and AA were done by GNPs/CPE in a good linear dynamic range.

Keywords: Gold nanoparticles, Carbon paste electrode, Folic acid, Uric acid, Ascorbic acid

فصل اول

مقدمه