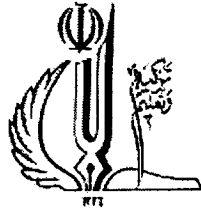




۱۹۹۹۱۲ - ۲۰۲۲۷۴



دانشگاه تبریز

دانشگاه تبریز

دانشکده شیمی

گروه شیمی تجزیه

پایاننامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد در رشته شیمی تجزیه

عنوان:

بررسی سامانه طیف‌سنجی کاهش چرخه‌ای در فیبرنوری حلقه‌ای برای کاربرد در

شیمی تجزیه

اساتید راهنما:

دکتر محمدحسین سرورالدین

دکتر علی رستمی

۱۳۸۹/۸/۱۷

استاد مشاور:

دکتر محمد امجدی

پژوهشگر:

مجتبی کریمی کارگر

شهریور ۱۳۸۹

توسط هیئت داوران
تبریز

اینجانب بر خود لازم می‌دانم که از اشخاص حقیقی و حقوقی ذیل که در طی مراحل انجام این پروژه یاری‌دهنده بوده‌اند سپاسگزاری نموده و مراتب قدردانی خویش را ابراز نمایم:

- ❖ استاد گرانمایه جناب آقای دکتر سرورالدین که انجام پروژه‌ای نو و جدید را با تمامی مشکلات آن قبول نموده و در تمامی مراحل کار با صبر و متانت مثال زدنی حامی و پشتیبانی محکم برای گروه تحقیقاتی بودند و همیشه تجربیات و دانش ارزشمند خویش را با کمال صمیمیت در اختیار قرار می‌دادند.
- ❖ استاد ارجمند جناب آقای دکتر رستمی که علم و دانش آمیخته به تجربه فراوان خویش را در راه پیش‌برد کار تحقیقاتی نهادند و صبورانه در هر مکان و زمانی به نظرات و پیشنهادات توجه کرده و نکات مبهم را به بهترین شکل ممکن برای دیگر اعضاء گروه تشریح نمودند و بهترین امکانات را در اختیار قرار دادند.
- ❖ استاد گرامی جناب آقای دکتر امجدی که مشاوره و سئوالات مطرح شده از جانب ایشان در طول کار زوایای پنهانی را برای گروه نمایان ساخت که بررسی و تحقیق در مورد آنها راه‌گشای مراحل بعدی کار بود.
- ❖ جناب آقای دکتر اسدپور مدیریت محترم گروه شیمی تجزیه که از آغاز پروژه مشتاقانه مراحل کار را دنبال نموده و همیشه با محبت به حمایت از طرح پرداختند که باعث دلگرمی فراوان بود.
- ❖ استاد عالی‌مقام جناب آقای دکتر منظوری که همیشه پیگیر پیشرفت کار بوده و با مطرح نمودن نظرات دقیق و موشکافانه خود در طی مراحل انجام پروژه موجب دلگرمی روزافزون برای اینجانب بودند.
- ❖ جناب آقای مهندس دوستعلی که پیشنهادات برآمده از تجربه بیست ساله خویش را در کمال فروتنی و متانت در اختیار گروه قرار دادند و با تمام وجود از هیچ کوششی در پیشرفت پروژه دریغ نکردند.
- ❖ شرکت برش و حکاکی لیزری نورآذران که تمام علم، تجربه و امکانات فنی خود را در راه پیش‌برد پروژه صرف نمود و هیچ‌گاه مسائل مالی را ارجح بر گسترش علم نکرد.
- ❖ عینک طبی شایان که با صبر و حوصله مته‌کاری روی شیشه را آموزش داد.
- ❖ جناب آقای میرزاده که تجهیزات و پیشینه خود در ساخت پروتزهای دندانی را در اختیار نهاد.
- ❖ دوستان و هم‌آزمایشگاهی‌های محترم آقایان دکتر ایرانی‌فام، سعادت‌ی، ایمانی، فداکار و خانم‌ها آب‌بسته و فاضلی که با ایجاد محیطی دوستانه و صمیمی پیگیر و مشوق طرح بودند و با پرسش، راهنمایی و پیشنهاد درباره پروژه، روحیه کار و تلاش را در اینجانب ارتقاء دادند.
- ❖ دوست عزیزم آقای رزاقی طباطبائی که پیشنهادات و ایرادات خود نسبت به طرح را دوستانه و برادرانه مطرح می‌نمود که باعث ایجاد ایده‌هایی جدید گشت.
- ❖ آقایان صفی و حافظی که در موقعیت‌هایی که نیاز به حضور فردی آگاه و باتجربه شد، مددکار پروژه بودند.

مجتبی کریمی کارگر

شهریور ۱۳۸۹

نام خانوادگی: کریمی کارگر		نام: مجتبی	
عنوان پایاننامه: بررسی سامانه طیفسنجی کاهش چرخه‌ای در فیبرنوری حلقه‌ای برای کاربرد در شیمی تجزیه			
اساتید راهنما: دکتر محمدحسین سرورالدین ، دکتر علی رستمی			
استاد مشاور: دکتر محمد امجدی			
مقطع تحصیلی: کارشناسی ارشد	رشته: شیمی	گرایش: تجزیه	دانشگاه: تبریز
دانشکده: شیمی	تاریخ فارغ التحصیلی: ۱۳۸۹/۶/۲۴	تعداد صفحه: ۱۰۵	
کلیدواژه‌ها: طیفبینی کاهش چرخه‌ای در تارنوری حلقه‌ای، FLRDS، چیپ ریزسیالی، اتصال حلالی، گلوکز			
چکیده:			
<p>طیفبینی جذبی کاهش چرخه‌ای یکی از روشهای شناسایی در حال رشد برای ساختارهای ریز تجزیه‌ای مانند ساختارهای تجزیه کل می‌باشد. روشهای کاهش چرخه‌ای بر پایه تارهای نوری برای نمونه‌های مایع حدود تشخیص پائین، حساسیت بالا و پاسخ سریع را ارائه می‌کنند. طیفبینی کاهش چرخه‌ای در تارنوری حلقه‌ای (FLRDS) یکی از تکنیکهای کاهش چرخه‌ای بر پایه تارنوری است که توسط Loock در سال ۲۰۰۲ معرفی شده است. روشهای مختلفی برای تنظیم تارهای نوری در مقابل یکدیگر برای تشخیص شیمیایی پیشنهاد شده‌اند که بیشترین گزارشات در مورد سلهای میکرونی نگهداشته شده در چیپ‌های ریزسیالی یا آداپتورهای تجاری تارنوری بوده است.</p> <p>هدف این پایاننامه، گسترش این شیوه طیفبینی لیزری به توسط شکافنده‌های نوری تجاری و قطعات الکترو نوری مانند GBIC برای انجام آزمایشات تجزیه‌ای در ۱۵۵۰ نانومتر پروژه بوده است. دو شکافنده نوری با درصد شکافت ۱۰۰:۹۰ و ۵:۹۵ به طول ۵۰ متری از تار نوری تک‌مد از طریق متصل‌کننده‌های SC وصل شده است تا حلقه تار نوری ایجاد گردد. یک میکروکنترلر AVR ساخته شد تا پالسهای با پهنای ۱۰۰ نانوثانیه را از لیزر موج‌پیوسته GBIC تولید نماید. در مرحله اول برای ساخت یک چیپ ریزسیالی، یک سیستم حک لیزری دی‌اکسیدکربن برای ایجاد یک دسته کانال بر روی لایه‌های PMMA استفاده شد. سه لایه پلیمری چیپ ریزسیالی به وسیله یک شیوه غیرپیوسته به کمک کلروفرم به عنوان عامل جوش حلالی به همدیگر متصل شدند. برای ساختن یک رابط مناسب بدون نشست مابین تارنوری و نمونه درون حال پمپ در درون کانال ریزسیالی توسط یک پمپ سرنگی، یک آداپتور تارنوری بریده شد تا لوله استوانه‌ای سفیدرنگ درونی آن در درون چیپ قرار بگیرد. به کمک ساختار معرفی شده، ۶ پیک در حال کاهش توسط یک اسیلوسکوپ ۱۰۰ MHz قابل تشخیص بود.</p> <p>آنالیت D-(+)-گلوکز حل شده در DMSO بود. تزریق این آنالیت با غلظتهای متفاوت درون رابط استوانه‌ای شدت پالس در حال چرخش در درون تار را تغییر می‌دهد. نرم‌افزار MATLAB برای انجام برازش مقادیر پیکها بر روی یک تابع دونمائی بکار برده شد. برای ترسیم منحنی زمان کاهش چرخه‌ای (RDT) برحسب غلظت، زمان کاهش چرخه‌ای برای دامنه گسترده‌ای از غلظتهای گلوکز محاسبه شد. نمودار نشان داد که گلوکز با غلظت ۶۰۰۰ ppm می‌تواند زمان کاهش چرخه‌ای برای DMSO خالص (۲۱۶ نانوثانیه) را در حدود ۱۰۰ نانوثانیه بکاهد. حدتشخیص برابر با ۵۵۴/۸۷ ppm گلوکز در DMSO بود.</p>			

فهرست مطالب

IV	فهرست اشکال و جداول
VIII	فهرست اختصارات
IX	مقدمه
۱	فصل اول : بررسی منابع و پیشینه نظری
۲	۱-۱- آشنایی با اصول طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای حفره‌ای
۳	۱-۱-۱- زمان کاهش چرخه‌ای
۴	۲-۱- پدیده بازتابش درونی کل در طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای حفره‌ای
۵	۱-۲-۱- پدیده بازتابش درونی کل
۵	۲-۲-۱- بکارگیری پدیده بازتابش درونی کل در CRDS
۷	۳-۱- کاربرد هدایتگرهای موج در CRDS
۹	۱-۳-۱- طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای با تار نوری خطی
۱۰	۲-۳-۱- طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای در تارنوری حلقه‌ای
۱۲	۴-۱- انواع FLRDS
۱۲	۱-۴-۱- FLRDS پالسی
۱۴	۱-۱-۴-۱- رابطه زمان کاهش چرخه‌ای FLRDS پالسی
۱۶	۲-۱-۴-۱- حد تشخیص در FLRDS پالسی
۱۷	۲-۴-۱- FLRDS جابجائی فاز
۱۸	۱-۲-۴-۱- روابط ریاضی حاکم بر PS-FLRDS
۲۰	۲-۲-۴-۱- حد تشخیص برای PS-FLRDS
۲۱	۳-۴-۱- FLRDS تقویت‌شده
۲۳	۵-۱- سرچسگرهای بکار برده شده در FLRDS
۲۴	۱-۵-۱- اندازه‌گیری مستقیم جذب مایعات در ریزظرف نمونه
۲۹	۲-۵-۱- جذب میدان یا موج میرا
۳۳	۶-۱- هدف از پژوهش
۳۴	فصل دوم : مواد و روشها
۳۵	۱-۲- لوازم و وسایل مورد مصرف
۳۶	۲-۲- مواد مورد مصرف
۳۶	۳-۲- روش کار
۳۶	۱-۳-۲- تارنوری
۳۶	۲-۳-۲- لیزر و آشکارساز
۳۸	۳-۳-۲- نحوه ورود و خروج نور حلقه

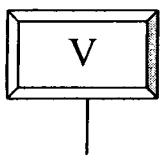
۳۹ تولیدکننده پالس
۴۰ اسیلوسکوپ و منبع تغذیه
۴۰ اتصال تارهای نوری
۴۱ چگونگی نگهداری تارهای نوری در درون آداپتور
۴۱ سوراخکاری استوانه درون آداپتور
۴۱ سوراخ نمودن با لیزر دی‌اکسیدکربن
۴۲ سوراخکاری با مته ویژه فلزات
۴۲ سوراخکاری با مته ویژه شیشه
۴۲ سوراخکاری با مته دندانپزشکی کاربیدی
۴۳ بستن شیار استوانه
۴۳ بستن شیار با چسب سیلیکونی
۴۳ بستن شیار با پرکننده دندان کامپوزیت
۴۴ بستن شیار با ماده پلیمری مورد مصرف در ساخت پروتزهای دندانی
۴۴ چسب نگهدارنده استوانه
۴۴ لایه‌های چسب
۴۶ اتصال لایه‌های پلیمری به یکدیگر
۴۶ ترتیب اتصال لایه‌ها به همدیگر
۴۶ بکار بردن وزنه برای ایجاد فشار بر روی لایه‌ها
۴۷ بکارگیری لایه‌های ضخیم PMMA برای ایجاد فشار بر روی لایه‌های چسب
۴۸ نگهدارنده چسب
۴۹ لوله‌های ارتباطی به چسب
۴۹ رزوه زن لوله تفلونی
۴۹ استفاده از کوپلر تجاری
۴۹ ایجاد کوپلر از سرسنگ
۵۰ واشرهای آب‌بندی
۵۰ واشر سیلیکونی نازک
۵۰ واشر اسفنجی
۵۰ واشر سیلیکونی ضخیم
۵۱ قراردادن استوانه در درون چسب
۵۱ سوراخ نمودن لایه بالا و پائین چسب
۵۱ جاگذاری استوانه در چسب
۵۱ ساخت حدواسط سیلیکونی در بین دو متصل‌کننده درون استوانه داخل چسب
۵۳ واردسازی انتهای متصل‌کننده‌ها به استوانه
۵۳ اندازه‌گیری تجزیه‌ای
۵۴ فصل سوم : نتایج و بحث
۵۵ ۱-۳- تارنوری

۵۶	۲-۳- لیزر و آشکارساز
۵۶	۳-۳- شکافنده نوری
۵۷	۴-۳- میکروپالسر
۵۸	۵-۳- ساخت محل نمونه
۵۹	۶-۳- عامل نگهداری تارها در مقابل یکدیگر در آداپتور
۶۱	۷-۳- سوراخکاری استوانه
۶۳	۸-۳- چپ نگه‌دارنده استوانه و دارای کانالهای ریز میکروبی
۶۴	۱-۸-۳- اتصال دائمی ورقه‌ها برای ساخت چپ کامل و بدون نشت
۶۶	۲-۸-۳- ترتیب اتصال لایه‌های پلیمری
۷۰	۹-۳- پرنمودن شیار طولی استوانه درون آداپتور
۷۴	۱۰-۳- جاگذاری استوانه در چپ
۷۵	۱۱-۳- واردسازی نمونه به چپ
۸۳	۱۲-۳- ساخت کانال میکرونی در یک سطح شفاف دایره‌ای سیلیکونی
۸۶	۱-۱۲-۳- بررسی کارائی لایه چسب ایجاد شده
۸۷	۱۳-۳- واردسازی انتهای متصل‌کننده‌ها به استوانه با چسب
۸۹	۱۴-۳- اندازه‌گیری تجزیه‌ای با سیستم FLRDS ساخته شده
۸۹	۱-۱۴-۳- محلول مادر گلوکز
۸۹	۲-۱۴-۳- تزریق نمونه به چپ
۸۹	۳-۱۴-۳- داده‌گیری از نمونه توسط اسپلوسکوپ و یافتن رابطه زمان کاهش چرخه‌ای
۹۷	۴-۱۴-۳- حد تشخیص سامانه ساخته شده
۹۸	۵-۱۴-۳- دقت سیستم طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای در تارنوری حلقه‌ای ساخته شده
۹۹	نتایج حاصل از پروژه
۱۰۱	پیشنهادات برای فعالیتهای پژوهشی آینده
۱۰۲	منابع و ماخذ

فهرست اشکال و جداول

- فصل اول : بررسی منابع و پیشینه نظری..... ۱
- شکل (۱-۱) خروجی نوعی یک سیستم CRDS و منحنی حاصل از برازش نوک پیک‌ها..... ۳
- شکل (۲-۱) تغییرات بازتابش یک آینه مناسب برای طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای بر حسب طول موج..... ۴
- شکل (۳-۱) استفاده از منشور PELLIN-BROCA در درون حفره CRDS..... ۶
- شکل (۴-۱) استفاده از منشور DOVE در درون حفره CRDS..... ۶
- شکل (۵-۱) CRDS مینیاتوری شده به کمک یک مکعب نوری..... ۷
- شکل (۶-۱) بالا: شبکه براگ در تار نوری تک‌مُد. وسط: تغییرات ضریب شکست هسته تارنوری در محل شبکه براگ. پائین چپ: بازه طول موج‌های ورودی به شبکه. پائین وسط: بازه طول موج‌های عبوری از شبکه بدون بازتابش. پائین راست: بازه طول موجی بازتاب یافته توسط شبکه که بیشترین بازتابش مخصوص λ_B است..... ۹
- شکل (۷-۱) سیستم طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای با حفره ساخته شده از دو FBG..... ۱۰
- شکل (۸-۱) طرح شماتیکی از FLRDS که دو تار انتقال نور در خارج از حلقه را به عهده دارند..... ۱۲
- شکل (۹-۱) خروجی اسیلوسکوپ برای طول‌های متفاوتی از حلقه تارنوری در شرایط کاری یکسان لیزر و آشکارساز..... ۱۳
- شکل (۱۰-۱) خروجی PMT قرارگرفته در مقابل خمیدگی دوم حلقه‌ای با طول ۱۲ متر در FLRDS..... ۱۴
- شکل (۱۱-۱) سامانه طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای جابجائی فاز در تارنوری حلقه‌ای..... ۱۸
- شکل (۱۲-۱) نورهای ورودی و خروجی به حلقه به همراه پارامترهای موجود در روابط ذکر شده..... ۱۹
- شکل (۱۳-۱) نحوه اتصال لوله‌های موئین و تارهای نوری به رابط ریز چهارراهی..... ۲۵
- شکل (۱۴-۱) مراحل ایجاد حفره در بدنه لوله‌های موئین برای واردکردن تار نوری..... ۲۶
- شکل (۱۵-۱) اتصال FLRDS به تراشه‌های ریزسیالی به عنوان آشکارساز..... ۲۷
- شکل (۱۶-۱) چگونگی وارد ساختن نور از لیزر به حلقه توسط یک تار دیگر..... ۲۸
- شکل (۱۷-۱) بالا راست: تارنوری با پوشش خورده شده. بالا چپ: بلوک شیشه‌ای مناسب برای تشخیص موج میرا توسط تارنوری یک طرف خراشیده شده. پائین: تارنوری باریک شده..... ۲۹
- شکل (۱۸-۱) سامانه FLRDS به همراه تارنوری باریک شده به عنوان محل وقوع تغییرات در موج میرا..... ۳۰
- شکل (۱۹-۱) تبدیل مدهای هسته و پوشش به یکدیگر در یک سرچسگر حاوی LPG..... ۳۱
- شکل (۲۰-۱) استفاده از LPG به عنوان سرچسگر در FLRDS..... ۳۲

- شکل ۱-۲۱) انتخابی شدن LPG نسبت به آنالیت با کمک لایه پلیمری..... ۳۲
- فصل دوم : مواد و روشها..... ۳۴
- شکل ۲-۱) سمت راست: GBIC برای طول موج ۱۵۵۰ نانومتر. چپ: مقطع کناری GBIC که ورودی آشکارساز و خروجی لیزر از نوع مادگی SC در آن قرار دارد..... ۳۷
- شکل ۲-۲) سطح مقطع GBIC به همراه جدول نشانگر پایه‌های متصل به لیزر و آشکارساز..... ۳۷
- شکل ۲-۳) بالا: شماتیک اتصالات الکتریکی برای راه‌اندازی و کنترل لیزر و آشکارساز درون GBIC برای استفاده در سامانه FLRDS. پائین: سیم‌های متصل شده به پایه‌های GBIC جهت استفاده از آن در سامانه ساخته شده..... ۳۸
- شکل ۲-۴) طرح شماتیک اتصال تارهای نوری از طریق شکافنده‌ها برای ساخت حلقه FLRDS..... ۳۹
- شکل ۲-۵) شرایط پالس‌های ایجاد شده توسط تولیدکننده پالس..... ۳۹
- شکل ۲-۶) سمت راست: متصل کننده SC متصل به تارنوری تک‌مد. سمت چپ: یک آداپتور مادگی SC به SC متناسب با متصل کننده سمت راست..... ۴۱
- شکل ۲-۷) مته کاربیدی بکار رفته برای سوراخ نمودن استوانه در کنار استوانه سوراخ شده..... ۴۲
- شکل ۲-۸) سمت راست: لایه PMMA با روکش کاغذی، سمت چپ: لایه PMMA بعد از شستشو..... ۴۶
- شکل ۲-۹) پوشاننده‌های لایه‌های اصلی چیپ که فشار ثابت و یکنواختی را بر لایه‌ها وارد می‌کنند. قطعه سمت راست دارای فضاهای باز در اطراف دایره‌های ورودی و خروجی چیپ و قطعه سمت چپ دارای فضای باز در حوالی دایره مرکزی چیپ است..... ۴۷
- شکل ۲-۱۰) راست: فشرده شدن لایه زیرین و لایه حاوی کانالهای ریز در بین دو لایه ضخیم برای انجام مرحله چسباندن این دو لایه در حوالی دایره مرکزی چیپ. چپ: فشرده شدن لایه بالائی به دو لایه قبلی چسبانده شده در مرحله پیشین به منظور اتمام مرحله چسباندن چیپ در اطراف دایره مرکزی چیپ..... ۴۸
- شکل ۲-۱۱) قرار دادن مو در درون استوانه جاسازی شده در درون پلیمر..... ۵۲
- شکل ۲-۱۲) چگونگی قرار دادن متصل کننده‌ها به صورت عمود بر تار مو برای ساخت لایه نازک چسبی حاوی کانال میکرونی..... ۵۲
- فصل سوم : نتایج و بحث..... ۵۴
- شکل ۳-۱) طیف گذردهی تارنوری شیشه‌ای در منطقه مادون قرمز نزدیک..... ۵۵
- شکل ۳-۲) شکافنده نوری 2×1 با نسبت شکافت ۵:۹۵..... ۵۷



شکل ۳-۳) میکروپالسر با توانایی ایجاد پالسهای با پهنای ۱۰۰ نانو ثانیه و فاصله بین پالسی ۱ میلی ثانیه ۵۸

شکل ۳-۴) از بالا به پایین: آداپتور اولیه که دارای یک قاب مستطیلی با دو نگهدارنده چفت‌شونده در کنارین و یک استوانه با سطح مقطع گرد است. بریدن قاب مستطیلی و رسیدن به نگهدارنده‌های متصل‌کننده SC. بریدن دو نگهدارنده و جدار پلاستیکی استوانه داخلی و رسیدن به استوانه سفید رنگ درونی ۶۰

شکل ۳-۵) I: استوانه اولیه، II: قرار گرفتن مته بر روی سطح جانبی استوانه، III: عقب و جلو بردن مته برای افزایش تأثیر مته بر روی استوانه، IV: منظره دیگری از استوانه از سمت شیار استوانه که نحوه ایجاد سوراخ در مقابل شیار را نمایان می‌کند ۶۲

شکل ۳-۶) تصویر اجزاء اصلی کانال ریزسیالی مورد نظر برای ساخت چپ ۶۵

شکل ۳-۷) بالا: تصویر ماکروسکوپیک از چپ کامل شده در کنار لوله موئین با قطر خارجی ۳۵۰ میکرومتر. وسط: تصویر تهیه شده از بالای کانال اصلی توسط یک میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ۱۰۰. پایین: تصویر SEM از سطح مقطع کانال اصلی ۶۹

شکل ۳-۸) شیار استوانه پر شده توسط ماده COMPOSITE LIGHT CURE ۷۲

شکل ۳-۹) استوانه مته‌کاری شده برای افزایش اندرکنش میان ماده پلیمر پرکننده و دیواره استوانه ۷۳

شکل ۳-۱۰) جایگیری استوانه در درون چپ ۷۴

شکل ۳-۱۱) راست پایین: مته فلزی با قطر ۲/۵ میلی‌متر. راست بالا: فلاویز با قطر ۳ میلی‌متر. چپ: لوله تفلونی پیچانده شده در داخل پلیمر شیاردار شده ۷۵

شکل ۳-۱۲) راست: نگهدارنده با دو سوراخ جهت ورود و خروج چپ. چپ: نگهدارنده بریده شده از لایه PMMA به ضخامت ۵ میلی‌متر ۷۶

شکل ۳-۱۳) بالا: سوراخ ورودی شیاردار نگهدارنده. چپ: کوپلر متصل شده به لوله موئین پیچانده شده در سوراخ نگهدارنده ۷۷

شکل ۳-۱۴) لایه الاستیک ساخته شده در سر تیوب چسب سیلیکونی ۷۸

شکل ۳-۱۵) راست: چسب سیلیکونی بعد از یک روز قرارگیری در هوای اتاق. چپ: تکه بریده شده از چسب خشک شده به ارتفاع ۴ میلی‌متر ۷۹

شکل ۳-۱۶) راست: سرسرنگ قبل از پیچانده شدن در سوراخ شیاردار نگهدارنده. چپ: سرسرنگ بعد از پیچانده شدن در سوراخ شیاردار نگهدارنده ۸۰

شکل ۳-۱۷) نحوه قرار گرفتن واشر سیلیکونی در سر سرسرنگ ۸۰

- شکل ۳-۱۸) چگونگی اتصال لوله‌های ارتباطی به چیپ که دارای محلول آبی رنگ برای مشخص شدن است..... ۸۱
- شکل ۳-۱۹) انتهای متصل‌کننده که کاملاً مسطح نبوده و در کنارین دارای حالتی اریب‌گونه است..... ۸۲
- شکل ۳-۲۰) مشابهت‌سازی نحوه قرارگیری سر متصل‌کننده‌ها در مقابل هم در خارج از استوانه درون چیپ..... ۸۲
- شکل ۳-۲۱) بالا: تصویر ماکروسکوپی موی درون چسب سفت شده داخل استوانه. پائین: تصویر میکروسکوپی موی درون چسب با بزرگنمایی ۱۰۰..... ۸۴
- شکل ۳-۲۲) کوچک شدن حرف انگلیسی O هنگام نگاه کردن از طریق لایه چسب سفت شده در درون استوانه..... ۸۴
- شکل ۳-۲۳) لایه چسب سفت شده در کنار تارنوری تک‌مد با قطر ۱۲۵ میکرومتر. پائین: تصویر میکروسکوپی کانال بدون تارمو با بزرگنمایی ۱۰۰..... ۸۵
- شکل ۳-۲۴) کانال با قطر تقریبی ۳۰۰ میکرومتر ساخته شده از سرسرنگ هامیلتون که دیواره‌های کانال با همان سرسرنگ خراشیده شده است..... ۸۷
- شکل ۳-۲۵) متصل شدن تارهای نوری به چیپ ریزسیالی نگهداشته شده در میان نگهدارنده و در کنار لوله‌های ارتباطی..... ۸۸
- نمودار ۳-۱) خروجی اسیلوسکوپ ثبت شده به کمک نرم‌افزار FREE CAPTURE برای پالس تولید شده توسط میکروکنترلر و نمونه‌ای با غلظت ۷۵۰ PPM گلوکز در DMSO..... ۹۰
- نمودار ۳-۲) میانگین‌گیری از قله پیک ده داده مجزای ثبت شده برای غلظت ۷۵۰ PPM از گلوکز در DMSO..... ۹۱
- نمودار ۳-۳) برازش نوک پیک‌های حاصل از سیستم FLRDS محلول ۷۵۰ PPM گلوکز در DMSO..... ۹۲
- نمودار ۳-۴) نمودار زمان کاهش چرخه‌ای بر حسب غلظت‌های متفاوت گلوکز در DMSO..... ۹۴
- جدول ۳-۱) داده‌های حاصل برای محاسبه دقت سیستم FLRDS ساخته شده برای اندازه‌گیری گلوکز در DMSO ۹۸

فهرست اختصارات

Fiber Loop Ring Down Spectroscopy	FLRDS
Cavity Ring Down Spectroscopy	CRDS
Total Internal Reflection	TIR
Ring Down Time	RDT
Transverse Electric	TE
Transverse Magnetic	TM
Fiber Bragg Grating	FBG
Phase shift - Fiber Loop Ring Down Spectroscopy	PS-FLRDS
High Performance Liquid Chromatography	HPLC
Capillary Electrophoresis	CE
Optical Spectrum Analyser	OSA
Erbium Doped Fiber Amplifier	EDFA
Polymethyl-methacrylate	PMMA
Polydimethylsiloxane	PDMS
Human Serum Albumin	HSA

مقدمه:

نوشته پیش رو کار مشترک و گروهی میان دو دانشکده شیمی و مهندسی فناوریهای نوین دانشگاه تبریز است که در راستای گسترش دامنه تحقیقات به روز در زمینه‌های تجزیه‌ای و با هدف بکارگیری توانمندیهای روز دنیا در کارهای پژوهشی، بررسی و به مرحله اجرا در آمده است. با توجه به روی آوردن جوامع علمی به کاربردهای فراوان منابع لیزری و همچنین ایجاد سیستمهای تجزیه‌ای کوچک با کیفیت و دقت بالا، سامانه طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای در تار نوری حلقه‌ای که روشی نوپا و نوظهور می‌باشد، مورد مطالعه قرار گرفت و با توجه به توانمندیهای موجود و قابلیت‌های سامانه، تصمیم به ساخت و بررسی کاربرد آن در زمینه تجزیه مواد گرفته شد.

طراحی سامانه الکترونیکی و نوری توسط دانشکده مهندسی فناوریهای نوین و با توجه به امکانات در دسترس انجام گردید و در کل فرآیند سعی بر این بود که از تجهیزات استاندارد تارهای نوری استفاده گردد. با توجه به راحتی اندازه‌گیری در ساختارهای در جریان، طراحی محل قرارگیری نمونه بر اساس اصول سیستمهای ریزسیالی، طوری انجام گرفت که بتوان نمونه را به صورت پیوسته از میان دو تارنوری عبور داده و غلظت آنالیت در طول موج مورد نظر براساس روابط حاکم بر این سیستم محاسبه گردیده است.

در اولین فصل به تاریخچه و بررسی منابع موجود برای این سامانه طیف‌بینی اشاره خواهد شد. فصل دوم به روش ساخت، تجهیزات و شیوه داده‌گیری از سامانه خواهد پرداخت و نهایتاً در فصل سوم نتایج حاصل از هر فعالیتی که در جهت انجام پروژه انجام گرفته است، ارائه و بررسی تجزیه‌ای برای تأیید عملکرد سامانه ارائه خواهد شد. تصاویر تهیه شده در حین ساخت سامانه نیز در درون فصول گنجانده شده‌اند تا تجسم شرایط و عملیات انجام گرفته امکان‌پذیر باشد.

فصل اول : بررسی منابع و پیشینه نظری

فصل اول : بررسی منابع و پیشینه نظری

روش طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای در فیبرنوری حلقه‌ای^۱ یکی از زیر شاخه‌های نوظهور روش طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای حفره‌ای^۲ (CRDS) می‌باشد. روش CRDS بیش از چند دهه توسط شیمیدانان با هدفهای متنوع بکار برده شده است و اهمیت آن تا بدان جائیست که بیش از ده گروه تحقیقاتی در دانشگاهها و موسسات معتبر دنیا بر روی آن کار می‌کنند و در کتابها و مراجع زیادی از آن به عنوان یک روش اندازه‌گیری فوق‌حساس^۳ نام برده شده است و در سال ۲۰۰۹ کتابی با همین نام به صورت ویژه توانمندیهای آن در عرصه‌های متنوع علوم تجزیه‌ای را مورد بررسی قرار داده است؛ در یک فصل از این کتاب به استفاده نمودن از حفره^۴ های بر پایه پدیده بازتابش درونی کل^۵ پرداخته شده است که استفاده از فیبر یا تارنوری^۶ یکی از پرکاربردترین‌ها در این زمینه بوده است [۱]. با توجه به اینکه اصول ابتدائی و نحوه عمل طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای در فیبرنوری حلقه‌ای با روش کاهش چرخه‌ای حفره‌ای یکسان است، اطلاعات مختصری از CRDS در اختیار قرار می‌گیرد تا به روشن شدن موضوع کمک گردد.

۱-۱- آشنایی با اصول طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای حفره‌ای:

در روش اولیه CRDS که توسط O'Keefe و Deacon [۲] در سال ۱۹۸۸ مطرح شد، پالسی از یک لیزر به درون حفره (که محفظه‌ای متشکل از دو آئینه با بازتابش بالا ($R > 99/9\%$) است) وارد می‌گردد. بدلیل برخورد پالس به آئینه‌ها و بازتاب از سطح آنها، رفت و برگشت‌های متعددی در میان دو آئینه توسط پالس انجام خواهد شد و در هر برخورد میزانی برابر با $(T=1-R)$ از آئینه‌ها به بیرون منتشر خواهد گردید. رفت و برگشت‌های متعدد در راستای حفره باعث افزایش طول مسیر جذبی به میزان چندین صد برابر می‌گردد. در هر چرخه، نور عبوری از آئینه دوم توسط یک آشکارساز به صورت تابعی از زمان آشکارسازی می‌شود. اگر به کمک یک اسپلوسکوپ با سرعت بالا سیگنال‌های

۱ - Fiber Loop Ring Down Spectroscopy (FLRDS)

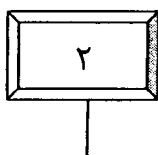
۲ - Cavity Ring Down Spectroscopy (CRDS)

۳ - Ultra Sensitive

۴ - Cavity

۵ - Total Internal Reflection (TIR)

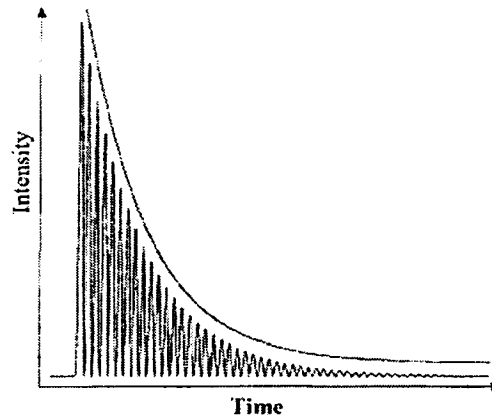
۶ - Optical Fiber





فصل اول : بررسی منابع و پیشینه نظری

خارج شده از آشکارساز را به رایانه منتقل و ثبت نماییم، یک سری پیک مشاهده خواهد شد که با گذشت زمان از شدت آنها کم می‌شود و با انجام برازش^۱ روی مقدار قله پیکها، یک تابع تک‌نمایی^۲ حاصل خواهد شد [۳].



شکل (۱-۱) خروجی نوعی یک سیستم CRDS و منحنی حاصل از برازش نوک پیکها [۴].

۱-۱-۱- زمان کاهش چرخه‌ای [۵]:

زمان مورد نیاز برای اینکه مقدار سیگنال آشکارسازی شده (عموماً شدت) توسط آشکارساز به $1/e$ سیگنال اولیه برسد، زمان کاهش چرخه‌ای^۳ نامیده شده و با τ نشان داده می‌شود. در ساده‌ترین حالت می‌توان حفره را به کمک پمپ خلاء خالی کرده و پالس لیزر را به آن وارد نمود. در این شرایط، رابطه τ به صورت زیر خواهد بود که آن را τ_0 (زمان کاهش چرخه‌ای برای حفره خالی) که به ساختار سامانه بستگی دارد، می‌نامند:

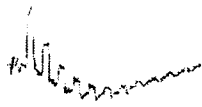
$$\tau_0 = \frac{d}{c(1-R)} \quad (1)$$

در این رابطه، d فاصله میان دو آئینه و c سرعت نور در خلاء است. اگر مایعی را که قادر به جذب طول موج نشری لیزر است، در ظرفی با پهنای l ریخته و آن ظرف نمونه را در وسط حفره نوری قرار دهیم، رابطه زمان کاهش چرخه‌ای تغییر خواهد کرد:

۱ - Fitting

۲ - Single Exponential

۳ - Ring Down Time (RDT)



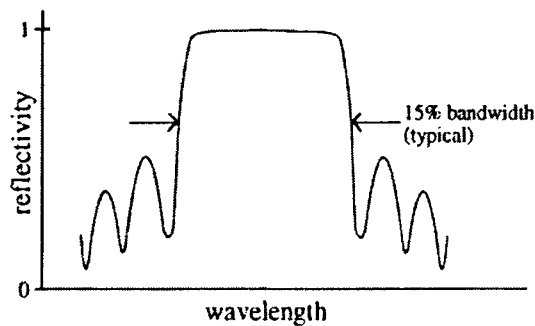
فصل اول: بررسی منابع و پیشینه نظری

$$\tau = \frac{d}{c[(1-R)+\alpha l]} \quad (2)$$

این معادله به خوبی بیان می‌کند که با دانستن فاصله میان دو آینه (d)، بازتابش آینه‌ها (R)، سرعت نور (c) و پهنای ظرف نمونه داخل حفره (l)، α یا همان ضریب جذب^۱ قانون بیر-لامبر که برای نمونه‌های مایع برابر با $2/3 \cdot 0.3 \text{ } \epsilon C$ است، تعیین می‌گردد که با مشخص بودن ضریب جذب مولی جاذب، غلظت نمونه قابل تشخیص است.

۱-۲- پدیده بازتابش درونی کل در طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای حفره‌ای:

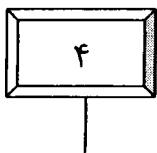
محدودیت روش CRDS حساس بودن آن به جنس و میزان انعکاس آینه است. اکثر آینه‌های با بازتابش مناسب (بزرگتر از ۹۹ درصد) در محدوده طول‌موج‌های IR تولید می‌شوند و متأسفانه این آینه‌ها در بازه‌های بسیار باریکی از طول موجها قادر به پاسخگویی به سیستم CRDS می‌باشند.

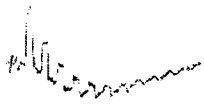


شکل (۱-۲) تغییرات بازتابش یک آینه مناسب برای طیف‌بینی کاهش چرخه‌ای بر حسب طول موج [۶].

این مشکل باعث خواهد شد که برای اندازه‌گیری در محدوده دیگری از طول موجها که این آینه قادر به پاسخگویی مناسب نیست، آینه‌های جدیدی تهیه شده و کار تنظیم حفره نوری برای این آینه‌ها بر اساس طول موج کاری دوباره انجام بگیرد. این یک مشکل بسیار بزرگ برای این روش در نظر گرفته می‌شود و باعث شده است که دانشمندان تلاش بسیاری برای یافتن جایگزینهای مناسب برای آینه انجام دهند. یکی از این راه‌حل‌ها استفاده از پدیده بازتابش درونی کل است.

۱ - Absorption Coefficient





فصل اول : بررسی منابع و پیشینه نظری

۱-۲-۱- پدیده بازتابش درونی کل [۷]:

در سطح مشترک^۱ میان دو لایه دی‌الکتریک شفاف، عبور و یا بازتابش نور ممکن است رخ دهد. برای نور تابیده شده با زاویه غیر صفر به سطح میان دو محیط، زاویه‌ای به نام زاویه بحرانی (θ_c) تعریف می‌گردد:

$$\sin \theta_c = \frac{n_2}{n_1} \quad (3)$$

همانگونه که از معادله بر می‌آید، زاویه بحرانی به ضرایب شکست دو محیط وابسته است و با توجه به اینکه تابع سینوس دارای مقادیر بین مثبت یک تا منفی یک می‌باشد، شرایط بازتابش درونی کل زمانی حاصل خواهد شد که n_1 بزرگتر از n_2 باشد؛ به عبارت دیگر، این پدیده زمانی مشاهده خواهد شد که نور از یک محیط با ضریب شکست بالا به محیط با ضریب شکست پایین بتابد.

۱-۲-۲- بکارگیری پدیده بازتابش درونی کل در CRDS:

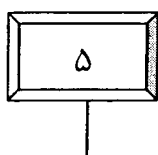
یک روش جایگزین برای اندازه‌گیری کاهش چرخه‌ای در فازهای مایع و حتی جامد (به جای قرار دادن یک ظرف حاوی نمونه در مرکز حفره)، تنظیم حفره به صورتی است که موج میرا^۲ نشر شده از یک سطح که نور در آن به دام افتاده و در درون آن متحمل بازتابش درونی کامل می‌شود، توسط نمونه جذب گردد. Pipino و همکاران در سال ۱۹۹۷ یک منشور Pellin-Broca را در میان دو آئینه که به صورت عمود بر هم قرار داشتند، جاسازی کرده و تک‌لایه‌های فرعی^۳ I_2 را به کمک جذب موج میرا در سطح منشور، تشخیص داده است [۸]. در این مقاله، Pipino سادگی این روش را نسبت به سایر روشهای تشخیص فرآیندهای سطح مانند طیف سنجی الکترونی و تکنیکهای نوری غیر خطی^۴ مورد بحث قرار داده است.

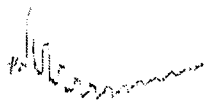
۱ - Interface

۲ - Evanescent Wave

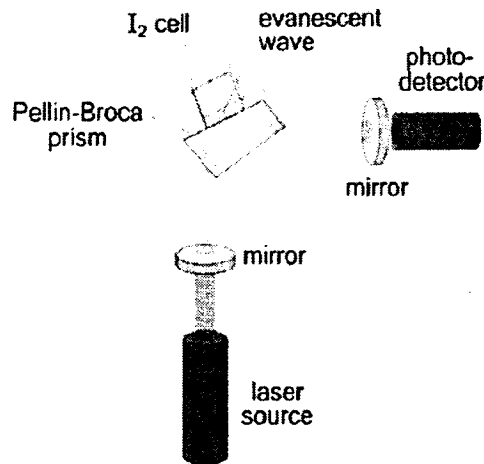
۳ - Sub-monolayer

۴ - Non-linear Optical Technique



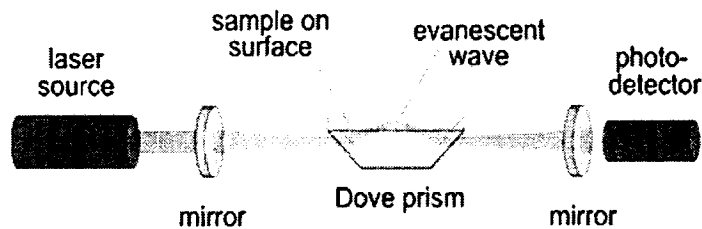


فصل اول : بررسی منابع و پیشینه نظری



شکل (۳-۱) استفاده از منشور Pellin-Broca در درون حفره CRDS [۹].

یک شیوه مشابه توسط Zare و همکاران بیان شده که در آن از منشور Dove بهره گرفته شده است [۱۰]. در این آزمایش، نمونه مورد نظر بر روی منشور نشانده شده و در مرکز حفره حاصل از دو آینه قرار گرفته بود و جذب موج میرا در نقطه‌ای که اشعه لیزر متحمل بازتابش درونی کل در سطح منشور می‌شود، معیار سنجش قرار گرفته است. حضور منشور در داخل حفره نوری باعث کم شدن زمان کاهش چرخه‌ای از حوالی ۱۵ میکروثانیه به ۱۵۰ الی ۲۰۰ نانوثانیه می‌گردد.

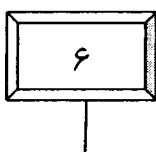


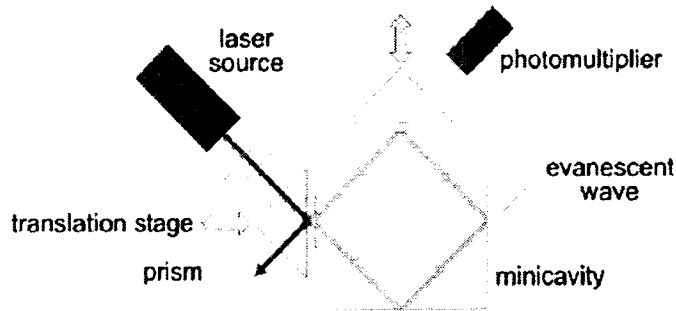
شکل (۴-۱) استفاده از منشور Dove در درون حفره CRDS [۹].

Pipino کار خود بر روی کاهش چرخه‌ای حفره‌ای موج میرا را با طراحی یک حفره مینیاتوری چرخه‌ای یکپارچه بر پایه‌ی بازتابش درونی کل، گسترش داد [۱۲، ۱۱]. حفره نمایش داده شده در شکل ۵-۱، شامل یک مکعب نوری^۱ با یک سطح منحنی می‌باشد که این سطح نور در حال چرخش در درون مکعب را دوباره متمرکز می‌کند تا یک تشدیدگر^۲ نوری پایدار بوجود بیاید.

۱ - Optical Cube

۲ - Resonator





شکل ۵-۱ CRDS مینیاتوری شده به کمک یک مکعب نوری [۹].

نور بوسیله‌ی دو منشور به داخل مکعب نوری وارد و از آن خارج می‌گردد. برای یک حفره با طول مسیر هر چرخش برابر با $2/12$ سانتی متر، زمان کاهش چرخه‌ای (RDT) در حد یک میکروثانیه ثبت شده است.

۳-۱- کاربرد هدایتگرهای موج در CRDS:

هدایتگرهای موج و در صدر آنها تارهای نوری مهمترین تجهیزات ساخته شده بر اساس پدیده TIR می‌باشند. تار نوری از دو استوانه که یکی در مرکز دیگری قرار دارد ساخته شده‌اند. استوانه مرکزی را هسته^۱ و استوانه بیرونی را پوشش^۲ می‌نامند. معمولاً ضریب شکست هسته اندکی از ضریب شکست پوشش بزرگتر انتخاب می‌گردد و این عمل شرایط بسیار ایده‌آلی برای پدیده بازتابش درونی کل فراهم می‌کند. با توجه به رابطه^۳ زمانیکه نور به هسته تارنوری داخل گردد متحمل بازتابش درونی کل در حدواسط بین دو استوانه خواهد شد چرا که نوری که از محیطی با ضریب شکست بالا به محیطی با ضریب شکست پائین بتابد متحمل بازتابش درونی کل می‌گردد.

تارهای نوری را می‌توان به دو دسته عمده تقسیم نمود؛ تارهای تک‌مد^۴ با قطر هسته‌هایی مابین ۶-۱۰ میکرومتر (معمولاً ۸ میکرومتر) و تارهای نوری چندمد^۴ با قطر هسته‌هایی در حد چند ده

- ۱ - Core
- ۲ - Cladding
- ۳ - Single Mode
- ۴ - Multi Mode

