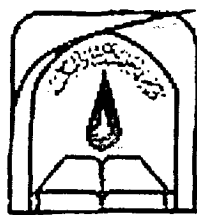


3/25

81913



دانشگاه تربیت مدرس

دانشکده علوم پایه

پایان نامه دوره کارشناسی ارشد شیمی تجزیه

طراحی و ساخت یک حسگر پتانسیومتری و یک حسگر آمپرومتری

۱۳۸۱ / ۸ / ۲۷

برای اندازه گیری اسکوربیک اسید

علیرضا محدثی زرنندی

وزارتخانه فرهنگ و ارشاد اسلامی
تعمیرات

استاد راهنما:

دکتر میرفضل ا... موسوی

استاد مشاور:

دکتر نادر علیزاده مطلق

تابستان ۱۳۸۱

۴۱۶۷۵

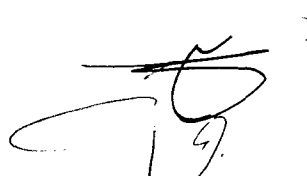

تأییدیه اعضای هیأت داوران حاضر در جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد

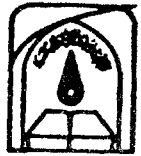
اعضای هیئت داوران نسخه نهایی پایان نامه خانم/ آقای علیرضا محدثی زرنندی

تحت عنوان: طراحی و ساخت یک حسگر پتانسیومتری و یک حسگر آمپرومتری برای اسکوربیک اسید

را از نظر فرم و محتوا بررسی نموده و آنرا برای اخذ درجه کارشناسی ارشد مورد تأیید قرار دادند.

اعضای هیأت داوران نام و نام خانوادگی رتبه علمی امضاء

	استاد	آقای دکتر میرفضل... موسوی	۱- استاد راهنما
	دانشیار	آقای دکتر نادر علیزاده	۲- استاد مشاور
	دانشیار	آقای دکتر ید... یمینی	۳- استاد ناظر
	استاد	آقای دکتر مجتبی شمسپور	۴- استاد ناظر
	دانشیار	آقای دکتر ید... یمینی	۵- نماینده تحصیلات تکمیلی



بسمه تعالی

آیین نامه چاپ پایان نامه (رساله) های دانشجویان دانشگاه تربیت مدرس

نظر به اینکه چاپ و انتشار پایان نامه (رساله) های تحصیلی دانشجویان دانشگاه تربیت مدرس، مبین بخشی از فعالیتهای علمی - پژوهشی دانشگاه است بنابراین به منظور آگاهی و رعایت حقوق دانشگاه، دانش آموختگان این دانشگاه نسبت به رعایت موارد ذیل متعهد می شوند:

ماده ۱ در صورت اقدام به چاپ پایان نامه (رساله) ی خود، مراتب را قبلاً به طور کتبی به «دفتر نشر آثار علمی» دانشگاه اطلاع دهد.

ماده ۲ در صفحه سوم کتاب (پس از برگ شناسنامه)، عبارت ذیل را چاپ کند:
«کتاب حاضر، حاصل پایان نامه کارشناسی ارشد / رساله دکتری نگارنده در رشته سیستم های خبری است که در سال ۸۱ در دانشکده علوم رایج دانشگاه تربیت مدرس به راهنمایی سرکار خانم / جناب آقای دکتر مصطفی مومنی، مشاوره سرکار خانم / جناب آقای دکتر بندار سطلی و مشاوره سرکار خانم / جناب آقای دکتر _____ از آن دفاع شده است.»

ماده ۳ به منظور جبران بخشی از هزینه های انتشارات دانشگاه، تعداد یک درصد شمارگان کتاب (در هر نوبت چاپ) را به «دفتر نشر آثار علمی» دانشگاه اهدا کند. دانشگاه می تواند مازاد نیاز خود را به نفع مرکز نشر در معرض فروش قرار دهد.

ماده ۴ در صورت عدم رعایت ماده ۳، ۵۰٪ بهای شمارگان چاپ شده را به عنوان خسارت به دانشگاه تربیت مدرس، تأدیه کند.

ماده ۵ دانشجو تعهد و قبول می کند در صورت خودداری از پرداخت بهای خسارت، دانشگاه می تواند خسارت مذکور را از طریق مراجع قضایی مطالبه و وصول کند؛ به علاوه به دانشگاه حق می دهد به منظور استیفای حقوق خود، از طریق دادگاه، معادل وجه مذکور در ماده ۴ را از محل توقیف کتابهای عرضه شده نگارنده

ماده ۶ برای فروش، تأمین نماینده اینجانب علیرضا محمدی دانشجوی رشته سیستم های خبری مقطع کارشناسی ارشد تعهد فوق و ضمانت اجرایی آن را قبول کرده، به آن ملتزم می شوم.

نام و نام خانوادگی: علیرضا محمدی
تاریخ و امضا: _____

تقدیم به خانواده عزیزم

به ویژه پدر مهربان

و مادر عزیزتر از جانم

خدایا: عقیده مرا از دست عقده ام مصون بدار.

خدایا: خودخواهی را چندان در من بکش،

یا چندان برکش،

تا خودخواهی دیگران را احساس نکنم، و از آن در رنج نباشم.

خدایا: مرا هرگز مراد بیشعورها و محبوب نمک های میوه مگردان.

خدایا: در برابر هر آنچه انسان مانند را به تباهی میکشاند،

مرا با "ندانستن و نخواستن" رویین تن کن.

خدایا: به هر که دوست میداری بیاموز

که عشق از زندگی کردن بهتر است،

و به هر که دوست تر میداری بچشان،

دوست داشتن از عشق برتر!

خدایا: رحمتی کن تا ایمان نان و نام برایم نیاورد،

قوتم بخش تا نانم را و حتی نامم را در خطر ایمانم افکنم.

خدایا: به من زیستنی عطا کن،

که در لحظه مرگ بر بی ثمری لحظه ای که برای زیستن گذشته است،

حسرت نخورم،

و مردنی عطا کن که بر بیهودگیش سوگوار نباشم...

با تشکر از جناب آقای دکتر میرفضل ... موسوی و جناب آقای محمدصافی رحمانی فر
که انجام این پایان نامه را مدیون بذل توجه، مساعدت و همفکری ایشان هستم.

همچنین بر خود لازم و واجب می دانم که از کلیه اساتید و دوستان عزیزم که در طول دو سال
تحصیل در دانشگاه تربیت مدرس هر یک به نوعی مرا مورد لطف و عنایت خود قرار دادند
تشکر کنم:

- جناب آقایان دکتر شمس پور، دکتر علیزاده، دکتر یمینی و سرکار خانم بطحائی به
خاطر مطالعه پایان نامه و شرکت در جلسه دفاعیه اینجانب.
- اساتید محترم بخش شیمی دانشگاه تربیت مدرس بویژه جناب آقایان دکتر قلیوند، دکتر
هادیپور و دکتر قائمی.
- گروه تحقیقاتی دکتر موسوی بویژه جناب آقای خواجه شریفی و سرکار خانم اکبری.
- دوستان عزیزم در دانشگاه تربیت مدرس بویژه جناب آقایان: رسمی، مستعان زاده،
قادری، اخوان، حاجی حسینی، سجادی، عرب، حاجیلو، عبدالرضائی و سرکار خانم ها:
حجازی، شفیع، چگینی، بیگی و حاجی نصیری.
- مسئولین آزمایشگاه شیمی: آقایان شمس، حسنی و عابدینی.

چکیده:

بخاطر اهمیت زیاد اسکورییک اسید در بیوشیمی، شیمی عصب و آسیب شناسی بالینی مطالعات زیادی روی خصوصیات و تعیین آن انجام شده است. به همین جهت روشهای مختلفی برای اندازه گیری اسکورییک اسید پیشنهاد شده است. در این پایان نامه یک حسگر پتانسیومتری و یک حسگر آمپرومتری برای تعیین اسکورییک اسید ارائه شده است.

اندازه گیری پتانسیومتری بر پایه یک الکتروود اصلاح شده پلی آنیلین می باشد. این الکتروود اصلاح شده، با استفاده از روش ولتامتری چرخه ای و با اعمال پتانسیل بین ۲۰۰- و ۸۵۰ میلی ولت نسبت به مرجع Ag/AgCl به یک الکتروود پلاتین، قرار داده شده در محلولی شامل منومرهای آنیلین و m-آمینو بنزوئیک اسید در اسید سولفوریک ۰/۵ M تهیه می شود. الکتروود تهیه شده در مرحله بعد برای اندازه گیری پتانسیومتری اسکورییک اسید به کار برده شد. این الکتروود دارای شیب ۷۱ mV/decade، گستره خطی 1×10^{-5} - 1×10^{-1} مولار و RSD ۱/۸٪ می باشد. زمان پاسخ این الکتروود ۲۹ ثانیه است.

روش آمپرومتری بر اساس واکنش بین اسکورییک اسید و ۲و۶-دی کلرو فنل ایندوفنل و اندازه گیری این معرف به صورت آمپرومتری می باشد. در واقع در اینجا اسکورییک اسید به طور غیر مستقیم در سطح الکتروود اندازه گیری انجام شد. اندازه گیری ها در سطح یک الکتروود پلاتین و در پتانسیل ثابت ۱۱۰ mV نسبت به مرجع Ag/AgCl انجام شد. گستره خطی در اینجا 1×10^{-6} M تا $1/4 \times 10^{-3}$ و RSD ۱/۳٪ می باشد.

اندازه گیری ها در هر دو روش بالا در بافر فسفات با pH = ۷ انجام شده و هر دو روش جهت اندازه گیری مقدار اسکورییک اسید در نمونه های قرص جوشان و قرص های ویتامین ث موجود در بازار به کار رفت و با روش استاندارد مقایسه شد که نتایج رضایت بخشی بدست آمد.

فهرست مطالب

فصل اول- اسکوربیک اسید: خصوصیات و روشهای اندازه گیری

۱-۱ مقدمه.....	۲
۲-۱ ویتامین ث.....	۲
۳-۱ خواص فیزیکی و شیمیائی ویتامین ث.....	۲
۴-۱ پایداری اسکوربیک اسید.....	۴
۵-۱ سمیت.....	۵
۶-۱ بیوستز اسکوربیک اسید.....	۵
۷-۱ اکسیداسیون اسکوربیک اسید.....	۶
۸-۱ کاربردهای اسکوربیک اسید.....	۷
الف- تشکیل بافت کلاژن.....	۷
ب- اثر اسکوربیک اسید روی میزان آهن و کلسیم بدن.....	۸
ج- ایمنی بدن.....	۸
د- سایر عملکردهای اسکوربیک اسید در بدن.....	۸
پ- کاربردهای صنعتی.....	۹
۲-۱ مروری بر روشهای اندازه گیری اسکوربیک اسید در سالهای اخیر.....	۹

فصل دوم- حسگر های شیمیایی: انواع و ویژگی ها

۱-۱ مقدمه.....	۲۱
۲-۲ یک حسگر چیست.....	۲۱
۳-۲ اجزاء یک حسگر.....	۲۱
۴-۲ طبقه بندی حسگرها.....	۲۲
۵-۲ حسگرهای الکتروشیمیایی.....	۲۳
۶-۲ معیارهای کارایی یک حسگر.....	۲۴
۱-۶-۲ خصوصیات معیاربندی شامل حساسیت، گستره خطی و حد تشخیص.....	۲۴
۲-۶-۲ گزینش پذیری و قابلیت اطمینان.....	۲۶
۳-۶-۲ زمانهای پاسخ لحظه ای و حالت ایستا و ظرفیت اندازه گیری نمونه.....	۲۷
۴-۶-۲ تکرار پذیری، پایداری و زمان عمر.....	۲۸

۷-۲ روشهای تجزیه نمونه توسط یک حسگر..... ۳۰

فصل سوم-اندازه گیری پتانسیومتری اسکوربیک اسید

۱-۳ مقدمه ۳۳

۱-۱-۳ روشهای پتانسیومتری..... ۳۳

۲-۱-۳ ملاحظات عملی در روشهای پتانسیومتری..... ۳۴

۳-۱-۳ اندازه گیری اسکوربیک اسید به روش پتانسیومتری..... ۳۵

۴-۱-۳ پلی آنیلین خود دپه به عنوان یک حدواسط ردوکس ۳۷

۲-۳ بخش تجربی ۳۸

۱-۲-۳ مواد و وسایل مورد استفاده..... ۳۸

۲-۲-۳ نحوه تهیه الکتروود..... ۳۹

۳-۲-۳ روش انجام آزمایش های پتانسیومتری و بهینه سازی الکتروود..... ۴۰

۴-۲-۳ اثر نوع بستر..... ۴۰

۵-۲-۳ اثر اندازه گیری در بافر و آب مقطر..... ۴۱

۶-۲-۳ اثر شرایط نگهداری الکتروود در بین اندازه گیری ها..... ۴۲

۷-۲-۳ اثر اکسیژن..... ۴۳

۸-۲-۳ اثر نوع و ضخامت فیلم روی سطح الکتروود..... ۴۳

۹-۲-۳ تکرارپذیری و محاسبات آماری..... ۴۶

۱۰-۲-۳ زمان پاسخ..... ۴۶

۱۱-۲-۳ بررسی اثر مزاحمت ها ۴۷

۱۲-۲-۳ کاربرد تجزیه ای روش..... ۴۷

فصل چهارم- اندازه گیری آمپرومتری اسکوربیک اسید

۱-۴ مقدمه ۵۰

۱-۱-۴ روشهای آمپرومتری ۵۰

۲-۱-۴ ملاحظات عملی در روش های آمپرومتری..... ۵۱

۳-۱-۴ اندازه گیری آمپرومتری اسکوربیک اسید..... ۵۲

۴-۱-۴ معرف ۲ و ۶-دی کلروفنل ایندوفنل (DCIP)..... ۵۳

۲-۴ بخش تجربی ۵۵

۱-۲-۴ مواد و وسایل مورد استفاده ۵۵

۵۵.....	۲-۲-۴ بررسی خصوصیات الکتروشیمیایی DCIP در محلول.....
۵۷.....	۳-۲-۴ بررسی اثر اسکوربیک اسید روی رفتار الکتروشیمیایی DCIP.....
۵۷.....	۴-۲-۴ بررسی اثر pH روی رفتار الکتروشیمیایی DCIP.....
۵۹.....	۵-۲-۴ اثر قدرت یونی.....
۶۱.....	۶-۲-۴ بهینه کردن پارامترهای دستگاهی جهت کار آمپرومتری.....
۶۲.....	۷-۲-۴ انجام آزمایش آمپرومتری در غلظت های مختلف از DCIP.....
۶۳.....	۸-۲-۴ تکرارپذیری و محاسبات آماری.....
۶۴.....	۹-۲-۴ بررسی اثر مزاحمت ها.....
۶۵.....	۱۰-۲-۴ کاربرد عملی.....
۷۰.....	مراجع.....

فهرست جداول

- جدول ۱-۱: نتایج مربوط به اثرات ۴ عامل pH، دما، زمان و O₂ روی میزان تخریب اسکوربیک اسید ۵
- جدول ۱-۲: روشهای مختلف اندازه گیری اسکوربیک اسید ۱۱
- جدول ۱-۳: اثر نوع بستر روی پاسخ الکتروود ۴۱
- جدول ۲-۳: اندازه گیری اسکوربیک اسید در بافر فسفات (E_a) و آب مقطر (E_b) ۴۲
- جدول ۳-۳: اثر نگهداری الکتروود در آب مقطر (E_a) و بافر فسفات (E_b) ۴۲
- جدول ۳-۴: اندازه گیری اسکوربیک اسید در حضور اکسیژن ۴۳
- جدول ۳-۵: اثر ترکیب درصد و ضخامت فیلم (تعداد چرخه ها) روی پاسخ الکتروود ۴۵
- جدول ۳-۶: ضرایب گرینش پذیری با استفاده از روش پتانسیل سازگار ۴۷
- جدول ۳-۷: نتایج مربوط به نمونه حقیقی قرص ویتامین ث و قرص جوشان ۴۹
- جدول ۴-۱: داده های مربوط به اثر pH روی کارایی کاتالیزوری و پتانسیل پیک اکسیدی DCIP ۵۸
- جدول ۴-۲: داده های مربوط به اثر قدرت یونی روی کارایی کاتالیزوری و پتانسیل پیک اکسیدی DCIP ۶۰
- جدول ۴-۳: بدست آوردن مقدار بهینه برای پارامترهای دستگامی برای انجام یک آزمایش آمپرومتری. ۶۱
- جدول ۴-۴: ارزیابی اثر غلظت DCIP روی کارایی روش برای تعیین اسکوربیک اسید. ۶۳
- جدول ۴-۵: درصد مزاحمت گونه های مختلف روی اندازه گیری اسکوربیک اسید ۶۹
- جدول ۴-۶: داده های مربوط به اندازه گیری اسکوربیک اسید در نمونه های حقیقی به روش افزایش استاندارد ۶۶

فهرست نمودارها و شکل ها

- شکل ۱-۱: ساختمان اسکوربیک اسید ۳
- شکل ۲-۱: منحنی توزیع فرم های مختلف اسکوربیک اسید بر حسب pH ۴
- شکل ۳-۱: بیوسنتز اسکوربیک اسید در حیوانات و گیاهان ۶
- شکل ۴-۱: واکنش های اکسیداشدن اسکوربیک اسید در محیط آبی. ۶
- شکل ۱-۲: طرح کلی یک حسگر ۲۲
- شکل ۲-۲: نمایش گستره خطی و حساسیت در یک روش ۲۶
- شکل ۳-۲: طرح شماتیکی از حد تشخیص یک روش ۲۶
- شکل ۴-۲: تعیین حد تشخیص یک روش به صورت عملی. ۲۶
- شکل ۵-۲: زمان پاسخ یک الکتروود ۲۶
- شکل ۶-۲: روش پتانسیل سازگار ۲۹
- شکل ۱-۳: طرح گونه ئی از یک سل پتانسیومتری ۳۴
- شکل ۲-۳: اندازه گیری پتانسیومتری اسکوربیک اسید در سطح یک الکتروود اصلاح شده ۳۶
- شکل ۳-۳: ولتاموگرام های مربوط به سنتز پلی آنیلین از محلول 0.1 M آنیلین، 0.04 M -m-آمینوبنزویک اسید ۴۰
- شکل ۴-۳: اثر نوع سوبسترا روی پاسخ الکتروود ۴۱
- شکل ۵-۳: اندازه گیری اسکوربیک اسید در بافر فسفات با $\text{pH}=7$ و آب مقطر ۴۲
- شکل ۶-۳: اثر نگهداری الکتروود در آب مقطر و بافر فسفات ۴۳
- شکل ۷-۳: منحنی معیاربندی در حضور اکسیژن. ۴۴
- شکل ۸-۳: منحنی های معیاربندی برای الکترودهای بدست آمده از ترکیب درصد 0.01 M از m-آمینو بنزویک اسید و 0.1 M از آنیلین ۴۵

- شکل ۳-۹: بررسی زمان پاسخ الکتروود
۴۶
- شکل ۳-۱۰: واکنش بین اسکوربیک اسید و DCIP
۴۸
- شکل ۴-۱: نمودار طرح گونه یک ظرف آزمایشی برای کارهای آمپرومتری
۵۱
- شکل ۴-۲: فرم باز معرف DCIP
۵۴
- شکل ۴-۴: فرم پروتونه شده معرف DCIP
۵۴
- شکل ۴-۳: معرف DCIP در محیط بازی
۵۴
- شکل ۴-۵: منحنی توزیع فرم های مختلف DCIP در pH های مختلف
۵۴
- شکل ۴-۶: ولتاموگرام DCIP در محیط KOH
۵۶
- شکل ۴-۷: ولتاموگرام DCIP در محیط HCl
۵۶
- شکل ۴-۸: ولتاموگرام DCIP در بافر فسفات
۵۶
- شکل ۴-۹: اثر اسکوربیک اسید روی ولتاموگرامهای DCIP در بافر فسفات
۵۷
- شکل ۴-۱۰: منحنی اثر PH
۵۸
- شکل ۴-۱۱: رابطه بین پتانسیل پیک اکسیدی DCIP و pH
۵۹
- شکل ۴-۱۲: منحنی اثر قدرت یونی بر روی کارایی کاتالیزوری
۶۰
- شکل ۴-۱۳: اثر قدرت یونی روی پتانسیل پیک اکسیدی معرف DCIP
۶۰
- شکل ۴-۱۴: منحنی "جریان- زمان" بدست آمده در یک آزمایش آمپرومتری
۶۲
- شکل ۴-۱۵: منحنی های معیاربندی در غلظت های مختلف از DCIP
۶۳
- شکل ۴-۱۶: منحنی معیاربندی نهایی
۶۴
- شکل ۴-۱۷: نمونه ای از منحنی های مورد استفاده در روش افزایش استاندارد.
۶۶

فصل اول

اسکوریک اسید:

خصوصیات

و

روشهای اندازه گیری