

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



دانشگاه تهران

دانشکده شیمی

گروه شیمی تجزیه

پایان نامه

برای دریافت درجه کارشناسی ارشد در رشته شیمی تجزیه

عنوان

کاربرد الکتروود آلومینیوم پالادیزه اصلاح شده با اورانیل هگزاسیانوفرات در
اندازه گیری اورانیوم، آسکوربیک اسید و دوپامین به روش ولتامتری برهنه سازی
و کروئوپتانسیومتری

اساتید راهنما

دکتر محمد حسین پورنقی آذر

دکتر حسین داستانگو

مجلس اساتید دانشکده شیمی تهران
شعبه تهران

۱۳۸۸ / ۶ / ۱۱

پژوهشگر

رضا فداکار باجه باج

تابستان ۱۳۸۸

۱۱۶۰۹۷

تقریم به:

پدر و مادر عزیزم

و برادر

و خواهرانم

با سپاس فراوان از:

اساتید راهنمای بزرگووارم جناب آقای دکتر محمد حسین پورنقی آذر و

جناب آقای دکتر حسین داستانگو که در طول دوره از محضر علمی و اخلاقی

ایشان بهره‌مند بوده‌ام و همواره از راهنمایی‌های ارزنده‌شان استفاده کرده‌ام.

با تشکر و سپاس فراوان از :

- استاد محترم جناب آقای دکتر کریم اسدپور زینالی که امر داوری این پایان‌نامه را تقبل نموده‌اند.
- مدیریت محترم گروه شیمی تجزیه جناب آقای دکتر کریم اسدپور زینالی.
- اساتید محترم گروه شیمی تجزیه دانشکده شیمی که در دوران تحصیل همواره از محضر علمی و اخلاقی ایشان بهره برده‌ام.
- اساتید گرانقدر گروه های شیمی فیزیک، شیمی آلی، شیمی معدنی و شیمی کاربردی.
- ریاست محترم دانشکده شیمی جناب آقای دکتر نمازی، معاونت محترم پژوهشی دانشکده شیمی جناب آقای دکتر نیائی و معاونت محترم آموزشی دانشکده شیمی جناب آقای دکتر خاندان.
- دوستان و همکاران ارجمندم در آزمایشگاه شیمی تجزیه در حلال‌های ناآبی دانشکده شیمی و تمامی دوستانی که در به ثمر رسیدن این پایان‌نامه همکاری داشتند.
- خانواده عزیزم که همواره در طول زندگی از حمایت‌های بی دریغ ایشان برخوردار بوده‌ام.

نام خانوادگی دانشجو: فداکار باجه باج نام: رضا
عنوان پایان نامه: کاربرد الکتروکاتود آلومینیوم پالادیزه اصلاح شده با اورانیل هگزاسیانوفرات در اندازه گیری اورانیوم، آسکوربیک اسید و دوپامین به روش ولتامتری برهنه سازی و کرونیپتانسیومتری
اساتید راهنما: دکتر محمد حسین پورنقی آذر، دکتر حسین داستانگو
مقطع تحصیلی: کارشناسی ارشد رشته: شیمی گرایش: شیمی تجزیه دانشگاه: تبریز دانشکده: شیمی تاریخ فارغ التحصیلی: ۱۳۸۸/۴/۱۴ تعداد صفحه: ۱۰۳
کلید واژه ها: الکتروکاتود اصلاح شده، کاتیون اورانیل، اسید آسکوربیک، دوپامین، ولتامتری عاری سازی، کرونیپتانسیومتری.
چکیده: در این کار پژوهشی، الکتروکاتود آلومینیوم پالادیزه (Pd-Al) اصلاح شده با اورانیل هگزاسیانوفرات (UHCF/Pd-Al) برای اندازه گیری کاتیون اورانیل و گونه های اسید آسکوربیک و دوپامین به کار برده شد. در بخش اول این کار رفتار الکتروشیمیایی الکتروکاتود (UHCF/Pd-Al) با ولتامتری چرخه ای و ولتامتری پالس تفاضلی مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به اینکه اکسایش فیلم UHCF بر روی الکتروکاتود Pd-Al طی روبش آندی پتانسیل سبب عاری شدن سطح الکتروکاتود از فیلم می شود، از این خاصیت با بهینه سازی عوامل موثر بر ضخامت فیلم UHCF و با استفاده از تکنیک های ولتامتری پالس تفاضلی و کرونیپتانسیومتری برای اندازه گیری کمی کاتیون اورانیل استفاده شد. محدوده خطی این روش ۷۰۰-۱۰ μM و حد تشخیص آن $۶/۲۵ \mu\text{M}$ به دست آمد. این روش بطور رضایت بخشی برای اندازه گیری مقدار کاتیون اورانیل در نمونه های سنگ معدن بکار گرفته شد. در بخش دیگری از این کار پژوهشی، با توجه به اینکه اسید آسکوربیک و دوپامین با پتاسیم فری سیانید موجود در محلول ترسیب UHCF بطور شیمیایی اکسید می شوند و محصول اکسایش آنها (دهیدروآسکوربیک اسید و آمینوکروم) اثر بازدارندگی بر ترسیب فیلم UHCF نشان می دهد و با توجه به اینکه این اثر بازدارندگی متناسب با غلظت گونه های اسید آسکوربیک و دوپامین در محلول است، روشی برای اندازه گیری اسید آسکوربیک و دوپامین ابداع گردید. محدوده خطی این روش برای اسید آسکوربیک $۱-۵۰ \mu\text{M}$ و حد تشخیص آن $۰/۴۹ \mu\text{M}$ به دست آمد. همچنین محدوده خطی این روش برای دوپامین $۱-۳۵ \mu\text{M}$ و حد تشخیص آن $۰/۵۵ \mu\text{M}$ به دست آمد. کارایی این روش اندازه گیری مقادیر اسید آسکوربیک در نمونه های دارویی آبمیوه های طبیعی به اثبات رسید.

فهرست مطالب

فصل اول: بررسی منابع

صفحه	عنوان
۱.....	۱-۱- کلیات.....
۳.....	۲-۱- الکترودهای اصلاح شده شیمیایی توسط کمپلکس‌های فروسیانیدی عناصر واسطه.....
۴.....	۱-۲-۱- روش‌های اصلاح سطوح الکترودی با کمپلکس‌های فروسیانیدی عناصر واسطه.....
۴.....	۲-۱-۱- روش تک مرحله‌ای.....
۵.....	۲-۱-۲- روش دو مرحله‌ای.....
۶.....	۳-۱- الکترودهای اصلاح شده با اورانیل هگزاسیانوفرات.....
۷.....	۴-۱- خواص فیزیکوشیمیایی اورانیوم و اهمیت اندازه‌گیری آن.....
۸.....	۱-۴-۱- فلز اورانیوم.....
۸.....	۲-۴-۱- ترکیبات اورانیوم در طبیعت.....
۱۰.....	۳-۴-۱- یون‌های اورانیوم در محلول.....
۱۰.....	۴-۴-۱- انحلال اورانیوم.....
۱۱.....	۵-۴-۱- کاربرد اورانیوم.....
۱۲.....	۶-۴-۱- اهمیت اندازه‌گیری اورانیوم.....
۱۳.....	۵-۱- روش‌های اندازه‌گیری اورانیوم.....
۱۴.....	۱-۵-۱- وزن سنجی.....
۱۴.....	۲-۵-۱- تیتراسیون‌های اکسیداسیون-احیا.....

۱۶.....	۳-۵-۱- اسپکتروفتومتری
۱۷.....	۴-۵-۱- فلوئوریمتری
۱۸.....	۵-۵-۱- اسپکتروسکوپی نشری
۱۸.....	۶-۵-۱- اسپکتروسکوپی جذب اتمی
۱۹.....	۷-۵-۱- رادیوشیمی
۱۹.....	۸-۵-۱- کولومتری با پتانسیل کنترل شده
۲۰.....	۹-۵-۱- پلاروگرافی
۲۲.....	۱۰-۵-۱- ولتامتری با عاری سازی کاتدی (CSV)
۲۳.....	۱۱-۵-۱- کروئوپتانسیومتری
۲۳.....	۶-۱- آسکوربیک اسید و اهمیت اندازه گیری آن
۲۴.....	۱-۶-۱- روش های حجم سنجی اندازه گیری آسکوربیک اسید
۲۵.....	۲-۶-۱- روش های اسپکتروفتومتری اندازه گیری آسکوربیک اسید
۲۶.....	۳-۶-۱- روش های الکتروشیمیایی اندازه گیری آسکوربیک اسید
۲۸.....	۷-۱- شیمی دوپامین و اهمیت اندازه گیری آن
۳۰.....	۸-۱- اهداف پروژه حاضر

فصل دوم: مواد و روشها

۳۲.....	۱-۲- ترکیبات و مواد شیمیایی
۳۳.....	۲-۲- وسایل و تجهیزات

عنوان	صفحه
۱-۲-۲- دستگاه‌های مورد استفاده در اجرای تکنیک‌های الکتروشیمیایی.....	۳۳
۲-۲-۲- الکترودها.....	۳۳
۳-۲- تهیه محلول‌های مختلف.....	۳۴
۴-۲- ساخت الکترودها صفحه آلومینیم.....	۳۵
۵-۲- روند اصلاح الکترودها آلومینیم با اورانیل هگزا سیانوفرات.....	۳۶
۶-۲- تکنیک ولتامتری چرخه‌ای و ولتامتری پالس تفاضلی.....	۳۶
۷-۲- کرومپتانسیومتری.....	۳۷
۸-۲- اندازه‌گیری اسید آسکوربیک در نمونه دارویی به روش ولتامتری پالس تفاضلی.....	۳۷
۱-۸-۲- اندازه‌گیری اسید آسکوربیک در نمونه قرص جویدنی و جوشان.....	۳۷
۹-۲- اندازه‌گیری اورانیوم در نمونه سنگ معدن.....	۳۸
۱۰-۲- روش بررسی مزاحمت‌ها.....	۳۸

فصل سوم: نتایج و بحث

۱-۳- تهیه و مطالعه رفتار الکتروشیمیایی فیلم اورانیل هگزا سیانوفرات بر روی الکترودها Pd-Al .	۴۰
۱-۱-۳- ترسیب غیر الکترولیزی پالادیم فلزی در سطح الکترودها آلومینیوم.....	۴۰
۲-۱-۳- ترسیب فیلم UHCF بر روی الکترودها Pd-Al.....	۴۱
۱-۲-۱-۳- ترسیب غیر الکترولیزی فیلم UHCF بر روی الکترودها Pd-Al.....	۴۱
۲-۲-۱-۳- ترسیب الکترولیزی فیلم UHCF بر روی الکترودها Pd-Al.....	۴۲

- ۳-۱-۳- رفتار الکتروشیمیایی الکتروود اصلاح شده UHCF/Pd-Al با استفاده از تکنیک ولتامتری
چرخه‌ای ۴۳
- ۳-۱-۴- ولتامتری پالس تفاضلی ۴۵
- ۳-۱-۵- تاثیر غلظت UO_2^{2+} ۴۶
- ۳-۱-۵-۱- بهینه‌سازی متغیرهای تجربی موثر بر ضخامت فیلم اورانیل هگزا سیانوفرات ۴۸
- الف: تاثیر pH ۴۸
- ب: تاثیر غلظت پتاسیم فری سیانید ۴۹
- ج: تاثیر پتانسیل ترسیب UHCF ۵۰
- د: تاثیر مدت زمان ترسیب UHCF ۵۰
- ه: نمودار معیارگیری و تعیین حد تشخیص روش ۵۱
- ۳-۲- بررسی مزاحمت‌ها ۵۵
- ۳-۲-۱- استتار Fe^{3+} و Cu^{2+} با استفاده از عوامل استتار کننده ۵۶
- ۳-۲-۲- تاثیر pH بر روی تشکیل فیلم‌های آهن هگزا سیانوفرات و مس هگزا سیانوفرات بر سطح
الکتروود Pd-Al ۵۶
- ۳-۲-۳- اندازه‌گیری کاتیون اورانیل در نمونه سنگ معدن با استفاده از روش ولتامتری عاری‌سازی
پالس تفاضلی ۶۰
- ۳-۲-۳-۱- محاسبات آماری مربوط به اندازه‌گیری کاتیون اورانیل در نمونه کانی به روش
ولتامتری پالس تفاضلی ۶۱
- ۳-۳- بررسی کروئوپتانسیومتری الکتروود UHCF/Pd-Al ۶۲

- ۶۴..... $K_3Fe(CN)_6$ و غلظت pH تاثیر ۱-۳-۳
- ۶۵.....UHCF تاثیر عوامل موثر بر ترسیب الکتروشیمیایی فیلم ۲-۳-۳
- ۶۷.....تاثیر شدت جریان اعمال شده برای عاری سازی در کرونیپتانسیومتری ۳-۳-۳
- ۶۸..... UO_2^{2+} تاثیر غلظت ۴-۳-۳
- ۷۱..... تعیین حد تشخیص (LOD) روش کرونیپتانسیومتری در اندازه گیری یون اورانیل ۵-۳-۳
- ۷۲..... بررسی مزاحمتها ۶-۳-۳
- ۴-۳- اندازہ گیری اورانیوم در نمونه سنگ معدن با استفاده از روش کرونیپتانسیومتری عاری سازی
- ۷۲.....
- ۱-۴-۳ محاسبات آماری مربوط به اندازه گیری یون اورانیل در نمونه های کانی به روش
- ۷۳..... کرونیپتانسیومتری ۱-۴-۳
- ۵-۳- استفاده از $K_2UO_2[Fe(CN)_6]/Pd/Al$ برای اندازه گیری اسید آسکوربیک و دوپامین ۵-۳-۳
- ۱-۵-۳ اثر اسید آسکوربیک بر تشکیل فیلم اورانیل هگزاسیانوفرات بر روی الکتروود آلومینیوم
- ۷۴..... پالادیزه ۱-۵-۳
- ۱-۱-۵-۳ مطالعه چگونگی تاثیر اسید آسکوربیک بر تشکیل فیلم $K_2UO_2[Fe(CN)_6]$ بر
- ۷۵..... روی الکتروود Pd-Al ۱-۱-۵-۳
- ۲-۵-۳ اثر دوپامین بر تشکیل فیلم اورانیل هگزاسیانوفرات بر روی الکتروود آلومینیوم پالادیزه ۲-۵-۳
- ۷۹..... اندازه گیری اسید آسکوربیک و حد تشخیص روش ۳-۵-۳
- ۸۰..... اندازه گیری دوپامین و حد تشخیص روش ۵-۵-۳
- ۷-۵-۳ بررسی مزاحمتها ۷-۵-۳
- ۸۲.....

۸۳.....	۳-۶-اندازه‌گیری اسید آسکوربیک در نمونه‌های دارویی.....
۸۳.....	۳-۶-۱- قرص جویدنی (۲۵۰mg).....
۸۵.....	۳-۶-۲- قرص جوشان (۵۰۰mg).....
۸۵.....	۳-۷-اندازه‌گیری اسیدآسکوربیک در نمونه‌های دارویی به روش استاندارد.....
۸۶.....	۳-۸-اندازه‌گیری اسیدآسکوربیک در برخی آبمیوه‌ها.....
۸۶.....	۳-۷-۱- اندازه‌گیری اسیدآسکوربیک در سیب، انگور، گوجه‌فرنگی، پیاز، هویج و تربچه.....
۸۹.....	۳-۷-۲- اندازه‌گیری اسیدآسکوربیک موجود در آبمیوه‌ها و سبزیجات به روش استاندارد.....
۹۱.....	نتیجه‌گیری.....
۹۲.....	پیشنهادهایی جهت ادامه این کار پژوهشی.....
۹۳.....	منابع.....

فهرست شکل‌ها

عنوان	صفحه
شکل (۱-۱) ساختار شیمیایی اسید آسکوربیک	۲۳
شکل (۲-۱) ساختار شیمیایی دوپامین	۲۸
شکل (۱-۲) مراحل ساخت الکترود صفحه آلومینیوم	۳۵
شکل (۱-۳) ولتاموگرام‌های چرخه‌ای الکترود Pd-Al در محلول حاوی $0/5\text{ M KNO}_3$ و $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ ، 10^{-4} M (a) در غیاب و (b) حضور $5 \times 10^{-6}\text{ M UO}_2(\text{NO}_3)_2$	۴۵
شکل (۲-۳) ولتاموگرام‌های پالس تفاضلی الکترود Pd-Al در محلول حاوی $0/5\text{ M KNO}_3$ و $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ ، 10^{-4} M (a) در غیاب و (b) حضور $5 \times 10^{-6}\text{ M UO}_2(\text{NO}_3)_2$	۴۶
شکل (۳-۳) ولتاموگرام‌های عاری‌سازی پالس تفاضلی الکترود UHCF/Pd-Al تهیه شده در حضور غلظت‌های مختلف UO_2^{2+}	۴۷
شکل (۴-۳) نمودار معیارگیری حاصل از شکل (۳-۳)	۴۷
شکل (۵-۳) نمودار تغییرات جریان دماغه‌های پیک‌های ولتامتری عاری‌سازی پالس تفاضلی الکترود UHCF/Pd-Al بر حسب pH محلول آماده‌سازی الکترود	۴۸
شکل (۶-۳) نمودار تغییرات جریان ولتامتری پالس تفاضلی الکترود UHCF/Pd-Al بر حسب غلظت $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ در محلول آماده‌سازی الکترود	۴۹
شکل (۷-۳) نمودار تغییرات جریان دماغه‌های ولتامتری پالس تفاضلی الکترود UHCF/Pd-Al بر حسب پتانسیل ترسیب	۵۰
شکل (۸-۳) نمودار تغییرات جریان دماغه‌های ولتامتری پالس تفاضلی الکترود UHCF/Pd-Al بر حسب زمان ترسیب فیلم UHCF	۵۱

- شکل (۹-۳) ولتاموگرام‌های عاری‌سازی پالس تفاضلی الکتروود UHCF/Pd-Al تهیه شده در حضور غلظت‌های مختلف UO_2^{2+} ، ۵۲
- شکل (۱۰-۳) نمودار معیارگیری حاصل از شکل (۹-۳)..... ۵۳
- شکل (۱۱-۳) ولتاموگرام‌های پالس تفاضلی الکتروود Pd-Al با پوشش سطحی فیلم (PB) تهیه شده در pHهای مختلف ۵۷
- شکل (۱۲-۳) نمودار تغییرات شدت جریان دماغه ولتاموگرام پالس تفاضلی الکتروود Pd-Al با پوشش سطحی فیلم (PB) تهیه شده در pHهای مختلف..... ۵۸
- شکل (۱۳-۳) ولتاموگرام‌های پالس تفاضلی الکتروود Pd-Al با پوشش سطحی فیلم مس هگزاسیانوفرات تهیه شده در pHهای مختلف ۵۹
- شکل (۱۴-۳) نمودار تغییرات شدت جریان دماغه ولتاموگرام پالس تفاضلی الکتروود Pd-Al با پوشش سطحی فیلم مس هگزاسیانوفرات تهیه شده در pHهای مختلف ۵۹
- شکل (۱۵-۳) منحنی معیارگیری UO_2^{2+} در غیاب (x) و حضور $2/5 \times 10^{-4} M$ از Cu^{2+} (Δ) و $2/5 \times 10^{-4} M$ از Fe^{3+} (\circ) در $pH=5$ ۶۰
- شکل (۱۶-۳) نمودار تغییرات جریان ولتامتری پالس تفاضلی الکتروود UHCF/Pd-Al در جریان افزایش استاندارد در آنالیز سنگ معدن (الف) ۱ ساغند کرمان، (ب) ۲ ساغند کرمان..... ۶۱
- شکل (۱۷-۳) (الف) کرونیپتانسیوگرام عاری‌سازی آندی الکتروود UHCF/Pd-Al الکتروود Pd/Al با اعمال جریان ثابت $I_{strip}=25\mu A$ ۶۳
- شکل (۱۸-۳) ارتفاع دماغه نمودارهای دیفرانسیلی کرونیپتانسیومتری عاری‌سازی فیلم $K_2UO_2[Fe(CN)_6]$ ترسیب شده بر روی الکتروود Pd-Al بر حسب pH محلول ۶۴
- شکل (۱۹-۳) نمودار تغییرات ارتفاع پیک‌های دیفرانسیلی کرونیپتانسیومتری $K_2UO_2[Fe(CN)_6]$ ترسیب شده بر روی الکتروود Pd-Al بر حسب غلظت‌های مختلف $K_3Fe(CN)_6$ ۶۵

- شکل (۲۰-۳) نمودار تغییرات ارتفاع پیک‌های دیفرانسیلی کروئوپتانسیومتری فیلم $K_2UO_2[Fe(CN)_6]$ ترسیب شده بر روی الکتروود Pd-Al بر حسب پتانسیل‌های ترسیب. ۶۶.....
- شکل (۲۱-۳) نمودار تغییرات ارتفاع پیک‌های دیفرانسیلی کروئوپتانسیومتری فیلم $K_2UO_2[Fe(CN)_6]$ ترسیب شده بر روی الکتروود Pd-Al بر حسب زمان ترسیب. ۶۶.....
- شکل (۲۲-۳) کروئوپتانسیوگرام‌های عاری‌سازی آندی الکتروود UHCF/Pd-Al با شدت جریان‌های عاری‌سازی مختلف از ۵ تا ۲۵ میکروآمپر. ۶۷.....
- شکل (۲۳-۳) رابطه میان عکس شدت جریان‌های عاری‌سازی و نمودار تغییرات ارتفاع پیک‌های دیفرانسیلی کروئوپتانسیوگرام‌های شکل (۲۲-۳) بر حسب شدت جریان عاری‌سازی. ۶۸.....
- شکل (۲۴-۳) نمودار دیفرانسیلی کروئوپتانسیوگرام‌های عاری‌سازی الکتروود UHCF/Pd-Al (منحنی dt/dE در مقابل E) برای غلظت‌های مختلف از اورانیل نیترات. ۶۹.....
- شکل (۲۵-۳) تاثیر مدت زمان ترسیب ($600s: \blacklozenge$ ، $400s: \blacktriangle$ ، $200s: \circ$) بر روی نمودارهای معیارگیری الکتروود UHCF/Pd-Al حاصل از روش دیفرانسیل کروئوپتانسیومتری. ۶۹.....
- شکل (۲۶-۳) نمودار دیفرانسیلی کروئوپتانسیوگرام‌های عاری‌سازی الکتروود UHCF/Pd-Al (منحنی dt/dE در مقابل E) برای غلظت‌های مختلف از اورانیل نیترات. ۷۰.....
- شکل (۲۷-۳) نمودار معیارگیری حاصل از نتایج شکل (۲۴-۳). ۷۰.....
- شکل (۲۸-۳) نمودارهای افزایش استاندارد برای سنگ معدن شماره ۱ و ۲. ۷۳.....
- شکل (۲۹-۳) الف - ولتاموگرام‌های عاری‌سازی پالس تفاضلی الکتروود UHCF/Pd-Al تهیه شده در حضور غلظت‌های مختلف اسید آسکوربیک. ۷۵.....

شکل (۳-۳۰) ولتاموگرام‌های چرخه‌ای الکتروکاتود Pd-Al، (a) در غیاب اسید آسکوربیک، (b) در حضور ۵۰ mM اسید آسکوربیک، (c) ۲۵ mM + b پتاسیم هگزا سیانوفرات، (d) ۵۰ mM + b پتاسیم هگزا سیانوفرات در pH=۵. ۷۶.....

شکل (۳-۳۱) الف-ولتاموگرام‌های عاری‌سازی پالس تفاضلی الکتروکاتود UHCF/Pd-Al تهیه شده در حضور غلظت‌های مختلف دوپامین. ۷۸.....

شکل (۳-۳۲) الف-ولتاموگرام‌های عاری‌سازی پالس تفاضلی الکتروکاتود UHCF/Pd-Al تهیه شده در حضور غلظت‌های مختلف اسید آسکوربیک. ۷۹.....

شکل (۳-۳۳) الف-ولتاموگرام‌های عاری‌سازی پالس تفاضلی الکتروکاتود UHCF/Pd-Al تهیه شده در حضور غلظت‌های مختلف دوپامین. ۸۱.....

شکل (۳-۳۴) منحنی افزایش استاندارد برای (الف) قرص جویدنی ۲۵۰ mg (ب) قرص جوشان ۵۰۰ mg. ۸۴.....

شکل (۳-۳۵) منحنی افزایش استاندارد برای (الف) آب سیب، (ب) آب انگور. ۸۷.....

شکل (۳-۳۶) منحنی افزایش استاندارد برای (الف) آب گوجه فرنگی، (ب) آب هویج. ۸۸.....

شکل (۳-۳۷) منحنی افزایش استاندارد برای (الف) آب پیاز، (ب) آب تربچه. ۸۸.....

فهرست جداول

صفحه	عنوان
۳۲.....	جدول (۱-۲) مواد، فرمول شیمیایی، شرکت تولید کننده و کاربردها.....
۵۴....	جدول (۱-۳) داده‌های جریان-غلظت حاصل از اجرای روش ولتامتری پالس تفاضلی در $\text{pH}=2$
۵۶.....	جدول (۲-۳) مزاحمت گونه‌های مختلف روی سیگنال ولتامتری مربوط به غلظت $2/5\text{mM}$ کاتیون اورانیل.....
۶۲.....	جدول (۳-۳) نتایج اندازه‌گیری اورانیوم در نمونه اوآساغند کرمان. t بحرانی برای $P=0/05$ برابر با $4/3$ می باشد.....
۷۱.....	جدول (۴-۳) داده‌های dt/dE -غلظت حاصل از اجرای روش کروئوپتانسیومتری در $\text{pH}=2$
۷۳.....	جدول (۵-۳) نتایج اندازه‌گیری اورانیوم در نمونه اوآ ساغند کرمان. t بحرانی برای $P=0/05$ برابر با $4/3$ می باشد.....
۸۰....	جدول (۶-۳) داده‌های جریان-غلظت حاصل از اجرای روش ولتامتری پالس تفاضلی در $\text{pH}=5$
۸۱..	جدول (۷-۳) داده های جریان-غلظت حاصل از اجرای روش ولتامتری پالس تفاضلی در $\text{pH}=5$..
۸۳.....	جدول (۸-۳) نتایج مربوط به بررسی مزاحمت‌ها.....
۸۶.....	جدول (۹-۳) نتایج مربوط به اندازه‌گیری اسید آسکوربیک در نمونه‌های دارویی با روش پیشنهادی و استاندارد. مقادیر F و t بحرانی برای $P=0/05$ به ترتیب برابر با ۳۹ و $2/78$ میباشد.....
۹۰.....	جدول (۱۰-۳) نتایج مربوط به اندازه‌گیری اسید آسکوربیک در نمونه‌های آبمیوه و سبزی به روش پیشنهادی و استاندارد. مقادیر t و F برای $P=0/05$ و $n=3$ به ترتیب برابر با ۳۹ و $2/78$ می باشد.....

فصل اول

بررسی منابع

۱-۱- کلیات

استفاده از الکتروود جامد چه به منظور تجزیه کمی و چه به منظور مطالعه فرآیندهای الکتروودی، باعث می‌شود سطح الکتروود به مرور زمان و به علت جذب سطحی گونه‌های داخل محلول یا محصولات واکنش‌های الکتروشیمیایی، دستخوش تغییر شود. حضور اجتناب‌ناپذیر مواد فعال در سطح الکتروود می‌تواند منجر به مزاحمت‌های معنادار و مشکلات روئین شدن^۱ الکتروود شود. بویژه هنگامی که محلول نمونه دارای ترکیبات آلی از قبیل کربوهیدرات‌ها و الکل‌ها باشد، سطح الکتروود تغییرات جدی‌تری پیدا می‌کند. این تغییرات منجر به کاهش حساسیت یا تکرارپذیری پاسخ الکتروود می‌شود. یکی از راه‌های رهایی از پدیده جذب و اثرات آلوده شدن^۲ استفاده از الکتروودهای اصلاح شده است.

از زمان ابداع الکتروودهای اصلاح شده^۳ (CMES) در اواسط دهه ۱۹۷۰، تحقیق در رابطه با الکتروودهای اصلاح شده مورد توجه بوده است [۱]. اصلاح الکتروود به مفهوم پوشاندن سطح الکتروود با لایه‌ای از یک ترکیب شیمیایی به منظور تغییر رفتار الکتروشیمیایی الکتروود و گونه‌های شیمیایی محلول است. با اصلاح شیمیایی سطح الکتروود، خواص شیمیایی، الکتروشیمیایی، نوری و سایر خواص گونه تثبیت شده از الکتروود اصلاح شده بروز می‌کند.

تا اواسط سال ۱۹۷۰ الکتروودهای مرسوم در الکتروشیمی موادی چون کربن، طلا، جیوه و پلاتین بودند و اغلب از همین الکتروودها بعنوان بستر، برای تهیه الکتروودهای اصلاح شده استفاده شده است. از نیم‌رساناهایی مانند ITO^۴ و SnO هم برای تهیه الکتروودهای اصلاح شده استفاده شده است. علاوه بر بسترهای فوق محققان از بسترهای ارزان قیمت و مناسب دیگر مانند آلومینیوم و روی نیز

^۱ - Passivation

^۲ - Fouling

^۳ - Chemically modified electrodes

^۴ - Indium-Tin oxide

استفاده کرده‌اند [۲-۱۰]. این بسترها پایداری مکانیکی و شیمیایی خوبی دارند و قبل از اصلاح با فرآیندهایی نظیر صیقل دادن یا یک فرآیند شیمیایی و الکتروشیمیایی پیش‌تیمار می‌شوند.

تاکنون مواد مختلفی برای اصلاح الکترودها مورد استفاده قرار گرفته‌اند که می‌توان همه آنها را در دو دسته ترکیبات آلی و معدنی قرار داد. ترکیبات آلی به دو صورت عمده تک لایه از ترکیبات شیمیایی یا چند لایه از مواد پلیمری بکار گرفته شده‌اند. لایه‌های پلیمری مورد استفاده به دلیل قابلیت انتقال الکترون و یا انتقال یون‌ها، خصلت رسانایی از خود نشان می‌دهند.

تک لایه‌ها می‌توانند با روش‌هایی مانند جذب سطحی برگشت‌ناپذیر^۱، اتصال کووالانسی^۲ یا به شکل تجمع‌های سازمان یافته و از طریق انتقال لانگمویر - بلدگت^۳ و تکنیک‌های خودتجمعی^۴ در سطح الکتروود ایجاد شوند [۱۱].

فیلم‌های پلیمری هم از محلول حاوی مونومر و هم از محلول حاوی پلیمر در سطح الکتروود نشانداده می‌شوند. تهیه فیلم‌های پلیمری از محلول حاوی پلیمر، شامل مراحل از قبیل فروبردن الکتروود در محلول، چرخاندن الکتروود در محلول، اتصال کووالانسی از طریق گروه‌های عاملی و ترسیب الکتروشیمیایی می‌باشد. برای تهیه فیلم‌های پلیمری از محلول حاوی مونومر می‌توان از پلیمریزاسیون حرارتی، الکتروشیمیایی، پلازما یا فتوشیمیایی استفاده کرد.

انواع مختلفی از ترکیبات معدنی، از قبیل اکسیدهای فلزی، خاک‌های رس، زئولیت‌ها، متالوسیانین‌ها، ذرات فلزات واسطه، پلی اکسومتالات‌ها، سیانیدهای چند هسته‌ای فلزات واسطه نیز می‌توانند بعنوان اصلاح‌گر در سطح الکترودها نشانداده شوند. این لایه‌ها از آنجائیکه ساختارهای کاملاً

^۱ - Irreversible adsorption

^۲ - Covalent attachment

^۳ - Langmuir-Blodgett transfer

^۴ - Self-assembly