



۱۱۸۳۸۲



۱۳۸۸/۱/۱۷
۲۶-۱۱

دانشکده علوم-گروه شیمی
پایان نامه دوره کارشناسی ارشد شیمی تجزیه

جداسازی و گونه شناسی مقادیر بسیار کم Se(VI)/ Se(IV) در نمونه های زیست محیطی با
استفاده از ED-ETAAS و ED-HPLC

نگارش
شهرام صیدی

استاد راهنما
خانم دکتر ناهید مشکوری نجفی

ادبیات درک شده
تست شده

۱۳۸۸ / ۱ / ۲۱

استاد مشاور
آقای دکتر علیرضا قاسم پور

شهریور ماه ۱۳۸۷

۱۱۵۳۸۶



دانشگاه شهید بهشتی

تاریخ
شماره
پرست
.....

بسمه تعالی

« صورتجلسه دفاع پایان نامه دانشجویان دوره کارشناسی ارشد »

تیران ۱۹۸۳۹۰۳۱۱۳ وین

تلفن: ۲۹۰۰۱

بازگشت به مجوز دفاع شماره ۲۴۳۹/۲۰۰۱/د مورخ ۸۷/۶/۴ جلسه هیأت داوران
ارژانی پایان نامه آقای شهرام صیدی به شماره شناسنامه ۲۰۱۳ صادره از ساوه
متولد ۱۳۶۲ دانشجوی دوره کارشناسی ارشد ناپیوسته رشته شیمی - شیمی تجزیه
با عنوان:

جداسازی و گونه شناسی ترکیبات معدنی $Se(IV)/Se(VI)$ در نمونه های زیست محیطی با
روشهای تراکمی ED-ETAAS و ED-HPLC

به راهنمایی:

دکتر ناهید مشکوری نجفی

طبق دعوت آقای در تاریخ ۶/۱۰/۱۳۸۲ تشکیل گردید و براساس رأی هیأت داوران و با
عنایت به ماده ۲۰ آیین نامه کارشناسی ارشد مورخ ۷۵/۱۰/۲۵ پایان نامه مزبور با
نمره ۱۹/۹ و درجه عالی مورد تصویب قرار گرفت.

۱- استاد راهنما: خانم دکتر ناهید مشکوری نجفی

۲- استاد مشاور: آقای دکتر علیرضا قاسم پور

۳- استاد داور: خانم دکتر زیلا آزاد

۴- استاد داور و نماینده تحصیلات تکمیلی: خانم دکتر حمیرا ابراهیم زاده

تقدیم به

یاس کبود و نوگل باغ وجودش مهدی موعود (عج)

و

پدرو مادر عزیزم

که سایه شان بر سرم همه مهر است و نثارم به پایشان همه شرم

سپاس و ستایش آفریننده بی همتا را

سپاس و تقدیر از:

استاد راهنمای عزیزم، سرکار خانم دکترمشکوری نجفی که با گشاده رویی و صبر و شکیبایی بسیار مرا از راهنمایی های ارزنده خویش در انجام این پروژه بهره مند ساختند و بی شک بدون مساعدت ایشان این امر میسر نمی شد.

استاد مشاور گرانقدرم، جناب آقای دکتر قاسم پور که از تجارب شایان ایشان بهره مند شدم.

خواهر و برادرانم، که مهر و عشق آن ها مرا مایه بقاست.

و

تمامی دوستان و همکلاسی های مهربانم، که آشنایی و بودن در کنار آن ها افتخاری بزرگ برای من است.

چکیده :

در مطالعه و کنترل اثرات سمی فلزات سنگین با مقادیر کم، ارتباط کمی بین مقادیر یک عنصر در نمونه های زیست محیطی و نوع گونه آن عنصر، با اثرات سمی وجود دارد. این امر به دلیل تفاوت بزرگی است که در خواص سمیت بین گونه های مختلف یک عنصر دیده شده است. گونه شناسی صحیح سelenium مهمترین مشکل برای شیمی دانان تجزیه بوده است و آگاهی از چرخه آن در محیط زیست و زندگی موجودات زنده هنوز کاملا مشخص نشده است. در میان منابع مختلف محتوی ترکیبات سelenium، منابع آب و خاک به دلیل ارتباط مستقیم با میزان سelenium در مواد غذایی و در نتیجه بدن انسان از اهمیت بسزایی برخوردار هستند. عمده ترین گونه های سelenium که در آب و خاک یافت می شوند گونه های یونی سelenite (IV) و سelenate (VI) می باشند. لذا با توجه به اهمیت گونه شناسی سelenium در این نمونه های زیست محیطی، در این پروژه یک روش جدید به منظور شناسایی و اندازه گیری گونه های معدنی و آلی سelenium، در نمونه های آب و خاک طراحی و ارائه شده است. در نمونه های آب از یک مرحله جداسازی انتخابی به وسیله ترسیب الکتریکی با الکتروود جیوه قبل از اندازه گیری با تکنیک های اسپکترومتری جذب اتمی الکتروترمال (ETAAS) به منظور جداسازی و اندازه گیری گونه های معدنی (IV) و (VI) استفاده شده است. جهت شناسایی پارامترهای موثر و بهینه سازی آنها در اندازه گیری سelenium با ETAAS از تکنیک های طراحی آزمایش و روش Central Composite به کمک نرم افزار STATGRAPHICS استفاده گردید. در مورد نمونه های خاک، به دلیل حضور گونه های ارگانومتالیک سelenium از HPLC جهت جداسازی (IV) و سelenium سیستئین (Se-Cys) از سایر گونه های موجود استفاده گردید. به علت استفاده از ستون C₁₈ ابتدا گونه (IV) که به صورت کاملا انتخابی، حتی در حضور مقادیر بالا از (VI) با لیگاند آمونیوم پیرولیدین دی تیو کاربامات (APDC) واکنش می دهد به صورت کمپلکس درآورده شد. همچنین پارامترهای موثر بر میزان تشکیل کمپلکس (IV) با لیگاند APDC قبل از به کارگیری

HPLC با روش های شیمی سنجی فوق مشخص و بهینه شد. حد تشخیص (LOD) اندازه گیری Se(VI) در تکنیک ED-ETAAS، ۰/۹۴ (ppb) و برای Se(IV) در ED-HPLC، ۱۰ (ppb) می باشد. حساسیت جذب اتمی (m_0) در تکنیک ED-ETAAS، ۲۰۰ pg و میانگین درصد بازیافت روش ۹۴±۸٪ محاسبه گردید. رنج خطی منحنی کالیبراسون در ED-ETAAS و ED-HPLC به ترتیب (ppm) ۰/۱-۱/۲ و (ppb) ۴۵-۱۱۵ و متوسط RSD های محاسبه شده برای Se(IV) و Se(VI) در نمونه های آب، به ترتیب ۴/۵۹٪ و ۲/۹۵٪ و در نمونه های خاک ۴/۲۵٪ و ۴٪ نشان داده شده است. روش های ارائه شده برای آنالیز گونه های معدنی Se(IV) و Se(VI) در نمونه های واقعی آب و خاک کشاورزی منطقه صالح آباد (اسلامشهر) مورد استفاده قرار گرفت.

فهرست مطالب

۱	مقدمه
۱-۱	۱-۱- خصوصیات عمومی سلینیوم
۲-۱	۲-۱- تولید و کاربردهای سلینیوم
۳-۱	۳-۱- فراوانی طبیعی سلینیوم
۳-۱-۱	۳-۱-۱- سلینیوم در آب
۳-۱-۲	۳-۱-۲- سلینیوم در نمونه های بیولوژیکی
۳-۱-۳	۳-۱-۳- سلینیوم در ذرات معلق در هوا
۳-۱-۴	۳-۱-۴- سلینیوم در خاک و رسوب ها
۳-۱-۵	۳-۱-۵- سلینیوم در مواد غذایی
۳-۱-۵-۱	۳-۱-۵-۱- سلینیوم در گیاهان
۳-۱-۵-۲	۳-۱-۵-۲- مکمل های غذایی و سلینیوم
۳-۱-۵-۳	۳-۱-۵-۳- گونه شناسی سلینیوم در مخمر
۳-۱-۵-۴	۳-۱-۵-۴- آنالیز ترکیبات سلینیوم با جرم مولکولی زیاد
۳-۱-۵-۵	۳-۱-۵-۵- آنالیز ترکیبات سلینیوم با جرم مولکولی پایین
۳-۱-۵-۶	۳-۱-۵-۶- آنالیز گونه های فرار سلینیوم
۳-۱-۵-۳	۳-۱-۵-۳- گیاهان تجمع کننده سلینیوم
۳-۱-۵-۳-۱	۳-۱-۵-۳-۱- گیاهان دسته سیر
۳-۱-۵-۳-۱-۱	۳-۱-۵-۳-۱-۱- گونه شناسی سلینیوم در سیر
۳-۱-۶	۳-۱-۶- سلینیوم در انسان
۳-۱-۶-۱	۳-۱-۶-۱- هضم روده ای - معده ای
۳-۱-۶-۲	۳-۱-۶-۲- سلینیوم در خون
۳-۱-۶-۲-۱	۳-۱-۶-۲-۱- گونه شناسی سلینیوم در خون

- ۳-۶-۳-۱- سلنیوم در ادرار..... ۲۵
- ۳-۶-۳-۱- گونه شناسی سلنیوم در ادرار..... ۲۵
- ۳-۶-۴-۱- سلنیوم در بافت ها..... ۲۷
- ۳-۶-۴-۱- گونه شناسی سلنیوم در بافت ها..... ۲۸
- ۴-۱- پایداری گونه های شیمیایی در ماتریس های زیست محیطی..... ۲۹
- ۴-۱- پایداری گونه های سلنیوم..... ۳۱
- ۵-۱- دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکتروترمال..... ۳۶
- ۶-۱- شرایط اتمیزاسیون و جزئیات تجزیه ای برای اندازه گیری عناصر مختلف با ETAAS..... ۳۷
- ۷-۱- نقش کوره گرافیتی در اندازه گیری سلنیوم..... ۳۸
- ۷-۱- ملاحظات ترمودینامیکی..... ۳۸
- ۷-۲- برهمکنش بین سلنیوم و گرافیت..... ۴۰
- ۸-۱- مزاحمت ها در اسپکترومتری جذب اتمی الکتروترمال و نحوه حذف آن ها..... ۴۳
- ۸-۱-۱- اصلاحگرهای شیمیایی..... ۴۴
- ۸-۲- تصحیح زمینه..... ۴۶
- ۹-۱- استخراج و پیش تغلیظ..... ۴۶
- ۱۰-۱- روش های الکتروشیمیایی و نقش آن ها در پیش تغلیظ عناصر..... ۴۷
- ۱۰-۱-۱- انواع الکترودها..... ۴۸
- ۱۰-۱-۱-۱- الکترودهای جیوه..... ۴۸
- ۱۰-۱-۲- الکترودهای جامد..... ۴۸
- ۱۰-۲- ترکیب روش ترسیب الکتریکی با روش های اسپکترومتری..... ۴۹
- ۱۱-۱- بهینه سازی روش های اندازه گیری به کمک تکنیک های شیمی سنجی..... ۵۰
- ۱۲-۱- نتیجه گیری..... ۵۰

بخش تجربی - فصل اول

اندازه گیری گونه های معدنی $Se(IV)/Se(VI)$ در نمونه های آب

- ۱-۲-۱-۲- روش آزمایش ۵۳
- ۱-۱-۲- دستگاهوری ۵۳
- ۱-۱-۱-۲- دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکتروترمال ۵۳
- ۱-۱-۲- سیستم الکترولیز ۵۳
- ۱-۱-۳- سیستم آماده سازی نمونه واقعی ۵۳
- ۱-۱-۴- دستگاه SEM ۵۴
- ۲-۲- مواد و معرف های به کار رفته ۵۴
- ۳-۲- فرآیندهای تجزیه ای ۵۵
- ۱-۳-۲- تهیه محلول های استاندارد ۵۵
- ۲-۳-۲- تهیه و آماده سازی نمونه آب ۵۵
- ۳-۳-۲- جدا سازی $Se(IV)$ از $Se(VI)$ با استفاده از ترسیب الکتریکی ۵۶
- ۱-۳-۳-۲- تهیه محلول از نمونه واقعی جهت انجام الکترولیز در سل ۵۷
- ۲-۳-۳-۲- تهیه الکتروود جیوه ۵۸
- ۴-۲- فرآیند اندازه گیری ۵۹
- ۱-۴-۲- بهینه سازی شرایط دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکتروترمال جهت اندازه گیری غلظت $Se(IV)$ و سلنیوم کل ۵۹
- ۲-۴-۲- بررسی کارایی روش ۶۰
- ۳-۴-۲- اندازه گیری میزان $Se(IV)$ و سلنیوم کل ۶۰
- ۴-۴-۲- اندازه گیری علامت زمینه ۶۱
- ۵-۲- بحث و نتیجه گیری ۶۱
- ۱-۵-۲- نحوه نمونه برداری ۶۱
- ۲-۵-۲- آماده سازی نمونه ۶۱

- ۶۲.....۳-۵-۲- روش ترسیب الکتریکی
- ۶۲.....۴-۵-۲- جدا سازی Se(IV) از Se(VI)
- ۶۵.....۵-۵-۲- ساخت الکتروود جیوه
- ۶-۵-۲- بهینه سازی شرایط و پارامترهای دستگاهی موثر بر اندازه گیری غلظت سلنیوم توسط دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکترو ترمال..... ۶۸
- ۷۵.....۷-۵-۲- نتایج حاصل از اندازه گیری های تجزیه ای..... ۷۵
- ۷۵.....۱-۷-۵-۲- بررسی کارایی روش..... ۷۵
- ۷۸.....۲-۷-۵-۲- اندازه گیری نمونه های حقیقی..... ۷۸
- ۷۹.....۳-۷-۵-۲- ارزیابی نتایج تجربی..... ۷۹
- ۸۰.....۸-۵-۲- نتیجه گیری..... ۸۰

بخش تجربی - فصل دوم

اندازه گیری گونه های معدنی Se(IV)/Se(VI) در نمونه های خاک

- ۸۳.....۱-۳- روش آزمایش..... ۸۳
- ۸۳.....۱-۱-۳- دستگاهوری..... ۸۳
- ۸۳.....۱-۱-۳- دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکترو ترمال..... ۸۳
- ۸۳.....۲-۱-۳- سیستم کروماتوگرافی..... ۸۳
- ۸۳.....۳-۱-۳- دستگاه UV-Vis..... ۸۳
- ۸۳.....۴-۱-۳- دستگاه سانتریفیوژ..... ۸۳
- ۸۳.....۵-۱-۳- سیستم الکترو لیز..... ۸۳
- ۸۳.....۶-۱-۳- سیستم آماده سازی نمونه واقعی..... ۸۳
- ۸۳.....۲-۳- مواد و معرف های به کار رفته..... ۸۳
- ۸۴.....۳-۳- فرایندهای تجزیه ای..... ۸۴
- ۸۴.....۱-۳-۳- تهیه محلول های استاندارد..... ۸۴

- ۳-۳-۲- بهینه سازی شرایط تشکیل کمپلکس Se(IV)-APDC ۸۵
- ۳-۳-۳- بهینه سازی پارامترهای موثر بر جداسازی گونه های سلنیوم توسط دستگاه HPLC ۸۵
- ۳-۳-۴- آماده سازی نمونه حقیقی ۸۵
- ۳-۳-۴-۱- استخراج گونه های موجود در نمونه خاک با استفاده از هضم اسیدی سرد ۸۵
- ۳-۳-۴-۲- فرایند کاهش Se(VI) به Se(IV) ۸۷
- ۳-۴-۴- انجام فرایند اندازه گیری ۸۷
- ۳-۴-۱- جداسازی Se(IV) و Se-Cys از Se(VI) و Se-Met ۸۷
- ۳-۴-۲- بررسی کارایی روش ۸۷
- ۳-۵-۵- بحث و نتیجه گیری ۸۷
- ۳-۵-۱- آماده سازی نمونه ۸۷
- ۳-۵-۲- فرایند اندازه گیری ۸۹
- ۳-۵-۲-۱- مرحله اول ; اندازه گیری میزان کل Se(VI) و Se-Met ۸۹
- ۳-۵-۲-۲- مرحله دوم ; احیاء Se(VI) به Se(IV) به منظور اندازه گیری Se(VI) و Se-Met ۹۰
- ۳-۵-۲-۳- مرحله سوم ; اندازه گیری Se(IV) با استفاده از HPLC ۹۰
- ۳-۵-۲-۱- بهینه سازی شرایط موثر بر روی تشکیل کمپلکس Se(IV)-APDC ۹۱
- ۳-۵-۲-۲- اندازه گیری Se(IV) به صورت کمپلکس با APDC به وسیله HPLC ۹۸
- ۳-۵-۳- نتیجه گیری ۱۰۲

- شکل (۱-۱) دسته بندی عناصر برای بدن انسان..... ۱
- شکل (۲-۱) طرح شماتیک از متابولیسم Se در گیاهان ۱۴
- شکل (۳-۱) طرح شماتیک از تکنیک مورد استفاده توسط چری و همکارانش..... ۱۶
- شکل (۴-۱) طرح شماتیک از شناسایی گونه های سلنیوم ناشی از هضم معدی و هضم روده ای..... ۲۲
- شکل (۵-۱) طرح شماتیک از مسیر متابولیکی سلنیوم در بدن ۲۹
- شکل (۶-۱) شمایی از دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکتروترمال..... ۳۷
- شکل (۷-۱) توزیع گونه های Se به عنوان تابعی از دما برای سه فشار جزئی مختلف اکسیژن در کوره..... ۳۹
- شکل (۸-۱) باز یافت ۲ ng از ^{77}Se در محلول آبی، در حضور گازهای عبوری متفاوت در کوره به عنوان تابعی از دمای آماده سازی..... ۴۰
- شکل (۹-۱) پروفیل جذب بر حسب زمان برای ۵ ng از Se(IV) با استفاده از دو مرحله اتمیزاسیون..... ۴۱
- شکل (۱۰-۱) پروفیل جذب بر حسب زمان برای فنجان پوشش داده شده با گرافیت پیرولیتیکی تحت دو مرحله اتمیزاسیون..... ۴۳
- شکل (۱-۲) طرح شماتیک از سیستم الکترولیز..... ۵۴
- شکل (۲-۲) نمودار شماتیک آماده سازی نمونه آب جهت اندازه گیری..... ۵۷
- شکل (۳-۲) طرح شماتیک از فرایند (a) کاهش (b) اکسایش یک گونه..... ۶۴
- شکل (۴-۲) تصویر SEM عناصر ترسیب شده به روش الکتريکی بر سطح الکتروود کربن تحت شرایط کاملا یکسان..... ۶۵
- شکل (۵-۲) نمودار Pareto Chart حاصل از آزمون سه سطحی..... ۷۰
- شکل (۶-۲) نمودار Residual Plot نتایج مربوط به آزمون سه سطحی..... ۷۰
- شکل (۷-۲) نمودار Estimated Response Surface مربوط به تاثیرات غلظت اصلاحگر و دمای خاکستر سازی..... ۷۲
- شکل (۸-۲) خطوط کانتور (Contours) مربوط به نمودار Estimated Response Surface تغییرات غلظت اصلاحگر و دمای خاکستر سازی..... ۷۲

- شکل (۲-۹) نمودار تاثیرات پارامترهای اصلی موثر بر میزان علامت تجزیه ای..... ۷۳
- شکل (۲-۱۰) نمودار مربوط به برهمکنش پارامترهای اصلی با یکدیگر..... ۷۳
- شکل (۲-۱۱) نمودار **Noraml Probability** حاصل از نتایج آزمون سه سطحی..... ۷۳
- شکل (۲-۱۲) نمودارهای جذب محلول های سelenium پس از ترسیب الکتریکی بر روی الکتروود جیوه..... ۷۶
- شکل (۲-۱۳) منحنی کالیبراسیون حاصل از جذب محلول های استاندارد **Se(VI)** تحت شرایط بهینه شده دستگاه **ETAAS**..... ۷۸
- شکل (۳-۱) نمودار مربوط به فرایند هضم اسیدی از نمونه های خاک..... ۸۶
- شکل (۳-۲) نمودار شماتیک اندازه گیری گونه های سelenium موجود در خاک..... ۸۸
- شکل (۳-۳) مربوط به پیک جذبی کمپلکس **Se(IV)**..... ۹۱
- شکل (۳-۴) نمودار **Pareto Chart** مربوط به آزمایش سه سطحی..... ۹۵
- شکل (۳-۵) نمودار مربوط به تاثیرات پارامترهای اصلی..... ۹۶
- شکل (۳-۶) نمودار **Estimated Response Surface** مربوط به تغییرات حجم **APDC** بر حسب دما..... ۹۶
- شکل (۳-۷) خطوط کانتور مربوط به تغییرات دما بر حسب **APDC**..... ۹۷
- شکل (۳-۸) مربوط به برهمکنش پارامترهای موثر در تشکیل کمپلکس بر یکدیگر..... ۹۷
- شکل (۳-۹) پیک های حاصل از تزریق نمونه **Se(IV)-APDC** استاندارد به دستگاه **HPLC**..... ۹۹
- شکل (۳-۱۰) نمودار کالیبراسیون حاصل به منظور اندازه گیری مقدار **Se(IV)** در نمونه های خاک..... ۹۹
- شکل (۳-۱۱) پیک های حاصل از تزریق نمونه های خاک به دستگاه **HPLC**..... ۱۰۰

- جدول (۱-۱) ترکیبات سلیوم و فرمول های ساختاری آن..... ۹
- جدول (۱-۲) پارامترهای موثر بر روی میزان علامت جذبی سلیوم و سطوح آن ها ۶۰
- جدول (۲-۲) آزمایشات طراحی شده جهت بهینه سازی پارامترهای دستگاه ETAAS به روش Central Composite و میزان پاسخ هر آزمایش ۷۱
- جدول (۳-۲) تحلیل واریانس طراحی آزمایش جهت بهینه سازی پارامترهای دستگاه ETAAS ۷۴
- جدول (۴-۲) مقدار بهینه فاکتورهای موثر بر میزان علامت تجزیه ای و سایر پارامترهای دستگاهی..... ۷۵
- جدول (۵-۲) مقادیر محاسبه شده برای میزان Se(IV), Se(VI) و سلیوم کل در نمونه های آب نمونه برداری شده از محل زمین های کشاورزی پس از سمپاشی زمین های کشاورزی..... ۷۹
- جدول (۶-۲) نتایج مربوط به ارقام شایستگی..... ۸۰
- جدول (۱-۳) فاکتورهای موثر بر تشکیل کمپلکس Se(IV)-APDC و محدوده تغییرات مربوط به هر فاکتور..... ۹۲
- جدول (۲-۳) آزمایشات و نتایج مربوط به طراحی آزمایش به منظور بهینه سازی شرایط تشکیل کمپلکس Se(IV)-APDC ۹۳
- جدول (۳-۳) تحلیل واریانس طراحی آزمایش انجام شده به منظور بهینه سازی شرایط تشکیل کمپلکس-Se(IV)-APDC ۹۴
- جدول (۴-۳) آزمایشات و نتایج مربوط به طراحی آزمایش به منظور بهینه سازی شرایط تشکیل کمپلکس Se(IV)-APDC..... ۹۵
- جدول (۵-۳) نتایج حاصل از اندازه گیری گونه های معدنی سلیوم در خاک های کشاورزی..... ۱۰۱

فهرست مطالب

مقدمه.....	۱
۱-۱- خصوصیات عمومی سلیوم	۳
۱-۲- تولید و کاربردهای سلیوم.....	۳
۱-۳- فراوانی طبیعی سلیوم	۴
۱-۳-۱- سلیوم در آب	۴
۱-۳-۲- سلیوم در نمونه های بیولوژیکی.....	۵
۱-۳-۳- سلیوم در ذرات معلق در هوا.....	۶
۱-۳-۴- سلیوم در خاک و رسوب ها.....	۷
۱-۳-۵- سلیوم در مواد غذایی.....	۷
۱-۳-۵-۱- سلیوم در گیاهان.....	۱۲
۱-۳-۵-۲- مکمل های غذایی و سلیوم.....	۱۳
۱-۳-۵-۲-۱- گونه شناسی سلیوم در مخمر.....	۱۴
۱-۳-۵-۲-۱-۱- آنالیز ترکیبات سلیوم با جرم مولکولی زیاد.....	۱۵
۱-۳-۵-۲-۱-۲- آنالیز ترکیبات سلیوم با جرم مولکولی پایین.....	۱۶
۱-۳-۵-۲-۱-۳- آنالیز گونه های فرار سلیوم.....	۱۷
۱-۳-۵-۳- گیاهان تجمع کننده سلیوم.....	۱۸
۱-۳-۵-۳-۱- گیاهان دسته سیر.....	۱۹
۱-۳-۵-۳-۱-۱- گونه شناسی سلیوم در سیر.....	۱۹
۱-۳-۶- سلیوم در انسان.....	۲۱
۱-۳-۶-۱- هضم روده ای - معده ای.....	۲۱
۱-۳-۶-۲- سلیوم در خون.....	۲۲
۱-۳-۶-۲-۱- گونه شناسی سلیوم در خون.....	۲۳

- ۳-۳-۳-۱- سلنیوم در ادرار..... ۲۵
- ۳-۳-۳-۱- گونه شناسی سلنیوم در ادرار..... ۲۵
- ۳-۳-۴-۱- سلنیوم در بافت ها..... ۲۷
- ۳-۳-۴-۱- گونه شناسی سلنیوم در بافت ها..... ۲۸
- ۴-۱- پایداری گونه های شیمیایی در ماتریس های زیست محیطی..... ۲۹
- ۴-۱- پایداری گونه های سلنیوم..... ۳۱
- ۵-۱- دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکتروترمال..... ۳۶
- ۶-۱- شرایط اتمیزاسیون و جزئیات تجزیه ای برای اندازه گیری عناصر مختلف با ETAAS..... ۳۷
- ۷-۱- نقش کوره گرافیتی در اندازه گیری سلنیوم..... ۳۸
- ۷-۱-۱- ملاحظات ترمودینامیکی..... ۳۸
- ۷-۲- برهمکنش بین سلنیوم و گرافیت..... ۴۰
- ۸-۱- مزاحمت ها در اسپکترومتری جذب اتمی الکتروترمال و نحوه حذف آن ها..... ۴۳
- ۸-۱-۱- اصلاحگرهای شیمیایی..... ۴۴
- ۸-۲- تصحیح زمینه..... ۴۶
- ۹-۱- استخراج و پیش تغلیظ..... ۴۶
- ۱۰-۱- روش های الکتروشیمیایی و نقش آن ها در پیش تغلیظ عناصر..... ۴۷
- ۱۰-۱-۱- انواع الکترودها..... ۴۸
- ۱۰-۱-۱- الکترودهای جیوه..... ۴۸
- ۱۰-۲- الکترودهای جامد..... ۴۸
- ۱۰-۲- ترکیب روش ترسیب الکتریکی با روش های اسپکترومتری..... ۴۹
- ۱۱-۱- بهینه سازی روش های اندازه گیری به کمک تکنیک های شیمی سنجی..... ۵۰
- ۱۲-۱- نتیجه گیری..... ۵۰

بخش تجربی - فصل اول

اندازه گیری گونه های معدنی Se(IV)/Se(VI) در نمونه های آب

- ۱-۲-۱-۲- روش آزمایش ۵۳
- ۱-۲-۱-۱-۲- دستگاهوری ۵۳
- ۱-۲-۱-۱-۱-۲- دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکتروترمال ۵۳
- ۱-۲-۱-۱-۲- سیستم الکترولیز ۵۳
- ۱-۲-۱-۱-۳- سیستم آماده سازی نمونه واقعی ۵۳
- ۱-۲-۱-۱-۴- دستگاه SEM ۵۴
- ۲-۲- مواد و معرف های به کار رفته ۵۴
- ۳-۲- فرآیندهای تجزیه ای ۵۵
- ۱-۳-۲- تهیه محلول های استاندارد ۵۵
- ۲-۳-۲- تهیه و آماده سازی نمونه آب ۵۵
- ۳-۳-۲- جدا سازی Se(IV) از Se(VI) با استفاده از ترسیب الکتریکی ۵۶
- ۱-۳-۳-۲- تهیه محلول از نمونه واقعی جهت انجام الکترولیز در سل ۵۷
- ۲-۳-۳-۲- تهیه الکتروود جیوه ۵۸
- ۴-۲- فرآیند اندازه گیری ۵۹
- ۱-۴-۲- بهینه سازی شرایط دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکتروترمال جهت اندازه گیری غلظت Se(IV) و سلنیوم کل ۵۹
- ۲-۴-۲- بررسی کارایی روش ۶۰
- ۳-۴-۲- اندازه گیری میزان Se(IV) و سلنیوم کل ۶۰
- ۴-۴-۲- اندازه گیری علامت زمینه ۶۱
- ۵-۲- بحث و نتیجه گیری ۶۱
- ۱-۵-۲- نحوه نمونه برداری ۶۱
- ۲-۵-۲- آماده سازی نمونه ۶۱

۶۲ روش ترسیب الکتریکی
۶۲ جدا سازی Se(IV) از Se(VI)
۶۵ ساخت الکتروود جیوه
۶۵-۲ بهینه سازی شرایط و پارامترهای دستگاهی موثر بر اندازه گیری غلظت سلنیوم توسط دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکترو ترمال
۷۵ نتایج حاصل از اندازه گیری های تجزیه ای
۷۵ بررسی کارایی روش
۷۸ اندازه گیری نمونه های حقیقی
۷۹ ارزیابی نتایج تجربی
۸۰ نتیجه گیری

بخش تجربی - فصل دوم

اندازه گیری گونه های معدنی Se(IV)/Se(VI) در نمونه های خاک

۸۳ روش آزمایش
۸۳ ۱-۱-۳- دستگاهوری
۸۳ ۱-۱-۱-۳- دستگاه اسپکترومتر جذب اتمی الکترو ترمال
۸۳ ۲-۱-۱-۳- سیستم کروماتوگرافی
۸۳ ۳-۱-۱-۳- دستگاه UV-Vis
۸۳ ۴-۱-۱-۳- دستگاه سانتریفیوژ
۸۳ ۵-۱-۱-۳- سیستم الکترو لیز
۸۳ ۶-۱-۱-۳- سیستم آماده سازی نمونه واقعی
۸۳ ۲-۳- مواد و معرف های به کار رفته
۸۴ ۳-۳- فرایندهای تجزیه ای
۸۴ ۱-۳-۳- تهیه محلول های استاندارد

- ۳-۲-۳- بهینه سازی شرایط تشکیل کمپلکس Se(IV)-APDC ۸۵
- ۳-۳-۳- بهینه سازی پارامترهای موثر بر جداسازی گونه های سلنیوم توسط دستگاه HPLC ۸۵
- ۳-۳-۴- آماده سازی نمونه حقیقی ۸۵
- ۳-۳-۴-۱- استخراج گونه های موجود در نمونه خاک با استفاده از هضم اسیدی سرد ۸۵
- ۳-۳-۴-۲- فرایند کاهش Se(VI) به Se(IV) ۸۷
- ۳-۴-۴- انجام فرایند اندازه گیری ۸۷
- ۳-۴-۱- جداسازی Se(IV) و Se-Cys از Se(VI) و Se-Met ۸۷
- ۳-۴-۲- بررسی کارایی روش ۸۷
- ۳-۵-۵- بحث و نتیجه گیری ۸۷
- ۳-۵-۱- آماده سازی نمونه ۸۷
- ۳-۵-۲- فرایند اندازه گیری ۸۹
- ۳-۵-۲-۱- مرحله اول ; اندازه گیری میزان کل Se(VI) و Se-Met ۸۹
- ۳-۵-۲-۲- مرحله دوم ; احیاء Se(VI) به Se(IV) به منظور اندازه گیری Se(VI) و Se-Met ۹۰
- ۳-۵-۲-۳- مرحله سوم ; اندازه گیری Se(IV) با استفاده از HPLC ۹۰
- ۳-۵-۲-۱- بهینه سازی شرایط موثر بر روی تشکیل کمپلکس Se(IV)-APDC ۹۱
- ۳-۵-۲-۲- اندازه گیری Se(IV) به صورت کمپلکس با APDC به وسیله HPLC ۹۸
- ۳-۵-۳- نتیجه گیری ۱۰۲