دانشکده شیمی

گروه شیمی تجزیه

رساله

برای دریافت درجه دکتری تخصصی(Ph.D) در رشته شیمی تجزیه

عنوان

ساخت رنگ سنجهای نوری قابل حمل بر پایه دیودهای نشرکننده نور برای اندازه گیری نمونه های حقیقی

استاد راهنما

دکتر محمد حسین سرورالدین

استادان مشاور

دکتر جمشید منظوری لشگر

دکتر علی رستمی

پژوهشگر

مسعود سعادتی

آبان ۱۳۸۹

تقدیم به مقتدرترین مظلوم عصر " سید خراسانی"

...خاک خاوران را خرمن سیم وزر و ترکان پارسی گو را یکدانه گوهرست. آذریان را سزد که به واسطه سید علی به آذرآبادگان خویش نازند و خراسانیان را زیبد که به پشت لشکر حسن او، علم پادشاهی افرازند....

" از ولایت باران" احمد عزیزی

تقدیم به :

- آنانکه با اخلاص رفتند تا با عزت بمانیم
- پدر و مادرعزیزتر از جانم
- همسر فداکارم
- فرزندان عزیزم طاها و اسرا

"من لم یشکر المخلوق لم یشکر الخالق"

- از استاد راهنمای عزیز و بزرگوارم جناب آقای دکتر محمد حسین سرورالدین که علاوه بر راهنماییهای ارزنده علمی درطول سالهای تحصیل در دانشگاه تبریز به عنوان استاد اخلاق درسهای فراوانی از ایشان یاد گرفته ام خالصانه تشکر می کنم.
- از اساتید گرانقدرم آقایان دکتر جمشید منظوری لشکر و دکتر علی رستمی، اساتید مشاور این پروژه بخاطر همه راهنماییهای علمی و زحماتی که در حق اینجانب متحمل شدند صمیمانه تشکر می کنم.
- از اساتید بزرگوار آقای دکتر محمدرضا رشیدی، خانم دکتر فرزانه شمیرانی و آقای دکتر محمد امجدی که زحمت داوری پایاننامه را تقبل فرمودند کمال تشکر را دارم.
- از اساتید بزرگوار و ارزشمند دانشکده شیمی آقایان دکتر سید مهدی گلابی، دکتر محمد حسین پور نقی آذر و دکتر جوانشیر جوزن که به افتخار بازنشستگی نائل شده اند و در مدت تحصیل در دانشگاه تبریز از محضر درس و بحثشان استفاده کرده ام تشکر می کنم.
- از اساتید محترم گروه شیمی تجزیه دانشکده شیمی آقایان دکتر میر رضا مجیدی و دکتر کریم اسد پور زینالی و استاد بزرگوار دانشکده فیزیک آقای دکتر حبیب تجلی که از کلاس درس ایشان در دوره دکتری استفاده نمودم کمال تشکر را دارم.
- از تمامی اساتید دانشکده شیمی که در طی سالهای تحصیل از محضر علمی شان کسب فیض نموده ام تشکر می کنم.
- از مدیریت سابق و فعلی دانشکده جناب آقایان دکتر نمازی و دکتر حسینی، معاونت محترم پژوهشی جناب آقای دکتر نیایی و معاونت محترم آموزشی جناب آقای دکتر خاندار و مدیریت محترم گروه شیمی تجزیه صمیمانه سپاسگزاری می کنم.
- از دوستان بزرگوارم آقایان دکتر مرتضی ایرانی فام، دکتر اسماعیل علی پور، دکتر عبدالحسین ناصری و دکتر جعفر ابوالحسنی صمیمانه تشکر می کنم.

سپاسگزاری

- از سرکار خانم فریدی بدلیل کمک قابل توجه شان در اندازه گیری نمونه ها به روش HPLC ممنونم.
- از کارشناسان محترم دانشکده شیمی آقایان سیدی، ذوالمجد و نظیری بخاطر زحماتی که متقبل شدند متشکرم.
- از کارکنان آزمایشگاه پاتوبیولوژی بیمارستان کودکان تبریز بویژه جناب آقای اکبر صمدی برای کمک به تهیه و تحویل نمونه سرم و انجام تجزیه در آزمایشگاه بیمارستان، همچنین ازکارکنان آزمایشگاه کنترل کیفی معاونت غذا و داروی دانشگاه علوم پزشکی تبریز برای ارائه نمونه های مواد غذایی تقلبی تشکر می کنم.
- از آقایان مهندس یوسف خاکی پور، مهندس مرتضی مجتهدی و مهندس حسن کریمی بخاطر کمکهای بی دریغشان نهایت تشکر را دارم.
- از دوستان و هم آزمایشگاهی های بزرگوارم آقایان امین ایمانی، بهنام حافظی، مجتبی کریمی، حسین قراری، محمد فداکار و خانمها خوشمرام، فاضلی و آب بسته تشکر می کنم.
- از خانواده عزیزتر از جانم، پدر و مادر بزرگوارم، همسر فداکارم و فرزندان عزیزم طاها و اسرا بخاطر همه سختیهایی که به خاطر تحصیل بنده متحمل شدند و نیز از برادران و خواهران عزیزم خالصانه تشکر می کنم.

.

نام خانوادگی دانشجو: سعادتی نام دانشجو: مسعود

عنوان پایاننامه: **ساخت رنگ سنجهای نوری قابل حمل بر پایه دیودهای نشرکننده نور برای اندازه گیری نمونه های حقیقی**

استاد راهنما: دکتر محمد حسین سرورالدین

استادان مشاور: دکتر جمشید منظوری لشگر و دکتر علی رستمی

مقطع تحصیلی: دکتری رشته: شیمی تجزیه گرایش: اسپکتروسکوپی دانشگاه: تبریز

دانشکده: شیمی تاریخ فارغ التحصیلی: ۲۵/۸/۸۹ تعداد صفحه:۱۳۱

کلید واژه ها: دیود نشر کننده نور، رنگ سنج، انعکاس سنج، رنگ خوراکی، کروم، آهن سرم، مس

چکیده:

رنگ سنج ساده ای با استفاده از دیود نشر کننده نور به عنوان منبع تولید نور و یک مقاومت حساس به نور به عنوان دتکتور طراحی شد. این ابزار در راستای انجام تجزیه های کمی و کیفی و نیز آموزش شیمی بکار گرفته شد. دستگاه ساخته شده می تواند در آموزش اصول اسپکتروسکوپی، آموزش مفهوم جذب نور و محاسبه ضریب جذب مولی گونه های رنگی بکار گرفته شود. همچنین رنگ سنج دیگری برای اندازه گیری اسپکتروفتومتری مس ساخته شد. بر خلاف اسپکتروفتومترهای قابل حمل رایج و گزارش شده در منابع علمی که معمولا پیچیده بوده و نیاز به وسایل جانبی نظیر رایانه و غیره دارند، این وسیله از نظر دستگاهوری بسیار ساده بوده و قسمت پردازش سیگنال به یک کمیت عددی تنها یک اهم متر است. این وسیله طوری طراحی شده که امکان جابجایی سل نمونه فراهم باشد. از این وسیله برای اندازه گیری مس در نمونه های ادرار و آب بر اساس تشکیل کمپلکس با لیگند SPAQ استفاده شد و بهینه سازی شرایط واکنش با استفاده از طراحی آزمایش انجام گرفت. نمودار کالیبراسیون در شرایط بهینه در محدوده ۲-۱/۰ میکروگرم بر میلی لیتر خطی بوده و حد تشخیص برابر با ۳۵ میکروگرم بر لیتر بدست می دهد. با اصلاحات مناسب در طراحی و ساخت، سامانه قابلیت اندازه گیری نمونه با حجمهای کوچکتر از آنچه ذکر شد را دارد. این وسیله برای اندازه گیری سرم در خون انسان مورد استفاده قرار گرفت و نتایج نشان

داد که نمودار کالیبراسیون تا ۵ میلی گرم در لیتر(۹۰ میکرومول در لیتر) خطی بوده و می توان از حجمهای خیلی کمتر از روشهای رایج استفاده کرد و هزینه انجام آزمایشها را بطور محسوسی کاهش داد. از آنجا که روش انعکاس سنجی تاکنون برای اندازه گیری رنگهای خوراکی بکار گرفته نشده بود، طراحی، ساخت و کاربرد انعکاس سنجهای مبتنی بر دیود نشر کننده نور در اندازه گیری رنگ های سنتزی در فراورده های غذایی بررسی گردید. محدودیتهای فیزیکی در استفاده از این دستگاهها و عدم امکان دستیابی همزمان به تمام ناحیه طیفی از جمله عیبهای این روش است. برای فائق آمدن به این موضوع، یک روش ساده محاسباتی جهت اندازه گیری همزمان چند گونه درنمونه های تجزیه ای با استفاده از رنگ سنجی نوری و انعکاسی فراهم گردید. محدوده خطی پاسخ برای اندازه گیری ۵ رنگ خوراکی مشهور ۵۰-۲ میکروگرم بر میلی لیتر بدست آمد. قابلیت و کارائی این ابزار با ساخت نور سنجهای دوشعاعی بهبود قابل توجهی می یابد. وسیله دو شعاعی ساخته شده برای اندازه گیری اسپکتروفتومتری رنگهای خوراکی در نمونه های مجزا از هم همچنین محلوطهای دوتایی و سه تایی مورد مطالعه قرار گرفت. روشهای اسپکتروفتومتری بدلیل سادگی، ارزانی و دسترسی در اندازه گیری کروم مورد استفاده می باشند. لیکن به علت پایین بودن غلظت آن در نمونه های زیست محیطی و بیولوژیکی مرحله پیش تغلیظ قبل ازاندازه گیری یا استفاده از سلهای با مسیرهای نورانی طولانی ضروری است. با ساخت و کاربرد رنگ سنج ساده ای با دتکتور مناسب برای افزایش قابل توجه حساسیت نیاز به پیش تغلیظ یا مسیرهای عبور نور طولانی از بین می رود. نتایج حاصل نشانگر خطی بودن نمودار کالیبراسیون در محدوده ۱۰-۱۰۰ میکروگرم بر لیتر می باشد. انحراف استاندارد نسبی برای اندازه گیری ۵۰ میکروگرم بر لیتر از محلولهای کروم(VI) و (III) با روش ارائه شده به ترتیب ٤٥/٢٪ و ۰۲/۳٪ بدست آمد. حد تشخیص روش برای اندازه گیری کروم(VI) ۹۹/۲ میکروگرم بر لیتر و برای کروم(III) ۱۵/۲ میکروگرم بر لیتر بدست آمد.

فهرست مطالب

عنوان **صفحه**

فصل اول: بررسی منابع

۱-۱-مقدمه ۲

۱-۲ دیودهای نشر کننده نور ۲

۱-۳- مزایای استفاده از دیودهای نشر کننده نور به عنوان منبع تابش ۳

۱-٤- کاربرد دیودهای نشر کننده نور در شیمی تجزیه ٤

۱-٤-۱-کاربرد دیودهای نشر کننده نور بهمراه دتکتورهای مختلف ٥

۱-٤-۱-۱ دیودهای نشر کننده به همراه فتوترانزیستورها ٥

۱-٤-۱-۲-دیودهای نشر کننده نور به همراه فتودیودها ٦

۱-٤-۱-۳- مقاومتهای حساس به نور و روش انعکاس سنجی ۷

۱-٤-۱- ٤- دیود های نشر کننده نور به همراه دتکتور فتو دیود آرایه ای ۹

۱-٤-۲-پیکربندیهای مختلف ابزارهای تجزیه ای مبتنی بر دیودهای نشر کننده نور ۱۰

۱-٤-۳- روشهای تجزیه ای مبتنی بر جذب با استفاده از دیودهای نشر کننده نور ۱۳

۱-٤-٤- دیودهای نشر کننده نور در نقش دتکتور ۲٥

۱-٥ ترکیبات شیمیایی مورد بررسی و هدف از کار پژوهشی حاضر ۲۸

۱-٥-۱ اهمیت و ضرورت اندازه گیری میزان مس در نمونه های طبیعی ۲۸

۱-٥-۲ اندازه گیری آهن درسرم خون انسان ۳۰

۱-٥-۳ اندازه گیری رنگهای سنتزی خوراکی در محصولات غذایی ۳۱

۱-٥-٤ تعیین گونه کروم با روش اسپکتروفتومتری در ناحیه مرئی ۳٦

۱-٥-٥ هدف از کار پژوهشی حاضر ۳۸

فصل دوم: مواد و روشها

۲-۲- مواد شیمیایی مورد استفاده ٤۲

۲-۳- تهیه محلولهای شیمیایی ٤۳

۲-٤- دستگاهوری رنگ سنج ساده ساخته شده برای آموزش مفهوم جذب سنجی ٤٤

۲-٥- اندازه گیری ضریب جذب مولی ٤٥

۲-٦- دستگاهوری رنگ سنج ساده برای اندازه گیری مس ٤٦

۲-۷- اندازه گیری مس به روش اسپکتروفتومتری و استفاده از رنگ سنج ساخته شده ٤۷

۲-۸- بهینه سازی شرایط اندازه گیری اسپکتروفتومتری مس ٤۷

۲-۹-دستگاهوری رنگ سنج برای اندازه گیری آهن در سرم خون انسان ٤۸

۲-۱۰ – اندازه گیری آهن سرم با روش فروزین ٤۹

۲-۱۱-اندازه گیری آهن در سرم خون با روش فرن ٥۰

۲-۱۲- دستگاهوری انعکاس سنج بر پایه دیود نشر کننده نور ٥۱

۲-۱۳- اندازه گیری رنگ های خوراکی با انعکاس سنج دست ساز ٥۳

۲-۱٤- اندازه گیری رنگهای خوراکی با کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا ٥۳

۲-۱٥- دستگاهوری فتومتر دوشعاعی ٥٤

۲-۱٦- اندازه گیری رنگهای خوراکی با فتومتر ساده دو شعاعی ٥٦

۲-۱۷- دستگاهوری رنگ سنج ساده مبتنی بر دیود سفید و دتکتور مبدل نور به فرکانس ٥۷

۲-۱۸- اندازه گیری و تعیین گونه کروم با استفاده از رنگ سنج ساده مبتنی بر دیود نشر کننده نور سفید ٥۷

۲-۱۹- تهیه نمونه های حقیقی ٥۹

۲-۱۹-۱ تهیه نمونه ادرار ٥۹

۲-۱۹-۲- جداسازی سرم از خون ٦۰

۲-۱۹-۳- آماده سازی محلول رنگ خوراکی از مواد غذایی تجاری ٦۰

فصل سوم: نتایج و بحث

۳-۱- دستگاهوری رنگ سنج ساده برای آموزش اصول اسپکتروسکوپی ٦۳

۳-۱-۱- اصول ساخت یک رنگ سنج ساده ٦٣
۳-۱-۲- کاربرد رنگ سنج ساخته شده در آزمایشگاه ٦٥
۳-۱-۲-۱- *آموزش اصول اسپکتروسکوپی* ٦٥
۳-۱-۲-۲- *آموزش مفهوم جذب نور و محاسبه ضریب جذب مولی* ٦٥

۳-۲- ساخت وسیله ای ساده مبتنی بر دیود برای اندازه گیری مس به روش رنگ سنجی ٦٧

۳-۲-۱ تشکیل کمپکس مس با لیگند SPAQ و انتخاب دیود مناسب ٦٧
۳-۲-۲- تعیین شرایط مطلوب آزمایش با روش تاگوچی ٦٨
۳-۲-۳- ارزیابی عملکرد تجزیه ای روش ٧٠
۳-۲-٤- ویژگیهای کمپلکس مس(II)-SPAQ ٧١
۳-۲-٥- بررسی اثر مزاحمتها ٧٣
۳-۲-٦- کاربردهای تجزیه ای روش ٧٣

۳-۳- اندازه گیری آهن در سرم خون انسان با استفاده از سامانه تجزیه ای ساده مبتنی بر دیود نشر کننده نور ٧٦

۳-۳-۱- اندازه گیری اسپکتروفتومتری آهن در سرم و انتخاب دیود نشری مناسب ٧٦
۳-۳-۲- اصول اندازه گیری آهن سرم با سامانه ساخته شده در آزمایشگاه ٧٦
۳-۳-۳- اندازه گیری آهن و TIBC با اسپکتروفتومتر تجاری ٧٨
۳-۳-٤- محدوده خطی نمودار کالیبراسیون ٧٩
۳-۳-٥- میزان همبستگی نتایج حاصل از روش پیشنهادی با روشهای دیگر ٧٩
۳-۳-٦- بررسی دقت روش ٨١
۳-۳-۷- نتایج حاصل از اندازه گیری با روش فروزین ٨١
۳-۳-۸- نتایج حاصل از اندازه گیری با استفاده از روش فرن ٨٥

۳-٤- اندازه گیری مخلوط رنگهای خوراکی با انعکاس سنج ساده ساخته شده در آزمایشگاه ٨٦

۳-٤-۱- اصول انعکاس سنجی با روش پیشنهادی ٨٦
۳-٤-۲- پس زمینه نظری اندازه گیری مخلوطهای دوتایی و سه تایی ٨٧
۳-٤-۳- تداخل طیفی و انتخاب طول موج ٨٩
۳-٤-٤- بهینه سازی پارامترهای اندازه گیری ٩٠
۳-٤-٥- پارامترهای تجزیه ای روش ٩٢

۳-٤-٦- بررسی مزاحمتها ۹٤
۳-٤-۷- اندازه گیری رنگ های خوراکی در نمونه های واقعی ۹٤

۳-۵- اندازه گیری مخلوط رنگها به روش جذب سنجی و با استفاده از رنگ سنج دو شعاعی ساخته شده در آزمایشگاه ۹٦

۳-۵-۲- تداخل طیفی و انتخاب دیود ۹۷
۳-۵-۳- بهینه سازی پارامترهای اندازه گیری ۹۷
۳-۵-٤- پارامترهای تجزیه ای روش ۹۹
۳-۵-۵- بررسی مزاحمت رنگهای روی یکدیگر ۹۹
۳-۵-٦- اندازه گیری رنگ در نمونه های مواد غذایی با استفاده از روش پیشنهادی ۱۰۱

۳-٦- ساخت رنگ سنج مبتنی بر دیود نشر کننده نور سفید و دتکتور حساس تبدیل کننده نور به فرکانس برای گونه شناسی کروم ۱۰۳

۳-٦-۱- دتکتور مبدل نور به فرکانس ۱۰۳
۳-٦-۲- انتخاب فیلتر مناسب برای اندازه گیری کروم با رنگ سنج ساخته شده ۱۰٤
۳-٦-۳- بهینه سازی شدت نور دیود نشر کننده نور سفید ۱۰۷
۳-٦-٤- بهینه سازی زمان لازم پس از روشن شدن دیود برای شروع اندازه گیری ۱۰۸
۳-٦-۵- بهینه سازی غلظت دی فنیل کاربازید ۱۰۸
۳-٦-۵- زمان لازم برای تشکیل کمپلکس کروم-دیفنیل کاربازید ۱۰۹
۳-٦-٦- بررسی تاثیر غلظت سریوم(IV) در اندازه گیری کروم(III) ۱۰۹
۳-٦-۷- بررسی تاثیر زمان انتظار پس از افزودن سریوم در اندازه گیری کروم(III) ۱۱۰
۳-٦-۸- مشخصات تجزیه ای روش ۱۱۱
۳-٦-۹- بررسی مزاحمتها ۱۱۳
۳-٦-۱۰- اندازه گیری کروم و تعیین گونه آن در نمونه مخلوطهای سنتزی ۱۱٤

نتیجه گیری ۱۱٦

پیشنهاد برای کارهای بعدی ۱۱۸

منابع ۱۱۹

مقاله های حاصل از نتایج پژوهشهای حاضر چاپ شده در مجلات معتبر علمی و پژوهشی بین المللی ۱۳۲

مقاله های حاصل از نتایج پژوهشهای حاضر ارائه شده در سمینارهای معتبر داخلی..... ۱۳۳

عنوان **صفحه**

فصل اول: بررسی منابع

شکل۱-۱- اجزا سازنده یک دیود نشر کننده نور متداول.....۳

شکل۱-۲- طیف نشری دیودهای نشر کننده نور تجاری موجود در بازار.....۵

شکل۱-۳- انعکاس آینه ای و انتشاری ۸

شکل۱-٤- شکل نمایی از انعکاس سنج پیشنهاد شده. دیود نشر کننده نور ومقاومت حساس به نور در همان صفحه وبا زاویه ٤٥درجه نسبت به صفحه انعکاسی و ۹۰ درجه نسبت به هم قرار گرفته اند..... ۹

شکل۱-۵- ساختار هندسی نوری اسپکترومتر ساخته شده با دیود نشر کننده نورسه رنگ و سلول اندازه گیری مارپیچی شیشه ای..... ۱۲

شکل۱-٦- نمای عرضی(آ) و عکس (ب) یک سامانه دتکتور جذبی یکپارچه شده.....۱٦

شکل۱-۷- نمای شماتیک برش عرضی یک میکروچیپ برای اندازه گیری هموگلوبین (آ) نوع آینه ای با طول مسیر نوری۵ میلیمتر و (ب) نوع مستقیم با طول مسیر نوری ۵/۰ میلیمتر.....۱۸

شکل۱-۸- تفاوت ضریب شکست و نحوه انتقال نور در یک موج ران.....۱۹

شکل۱-۹- نمای عرضی و بالایی سیستم اندازه گیری جذب در الکتروفورز مویین با استفاده از فیبر نوری متصل شده به دیود نشر کننده نور بدون نیاز به لوازم دیگر.....۲۲

شکل۱-۱۰- تصویر حسگر بیوشیمیایی بر پایه دیود نشر کننده نور.....۲۳

شکل۱-۱۱- اجزا حسگر بیوشیمیایی ساخته شده و شکل استفاده از فیبر نوری.....۲۳

شکل۱-۱۲- مراحل ساخت حسگر آرایه ای(٤٥): مرحله۱، انتهای عدسی مانند دیود با یک اره به شکل دقیق بریده می شود. مرحله۲، لایه ژل خشک روی سطح بریده شده قرار داده می شود .مرحله۲"، لایه ای از رنگ آبی روی سطح پاشیده می شود تا بعنوان فیلتر عمل کند(در صورت نیاز). مرحله۳یا ۳"، سل ژل دوپه شده با لومینول روی سطح دیود با استفاده از یک دستگاه چاپ می شود.....۲٤

شکل۱-۱۳- منحنی تخلیه یک دیود نشر کننده که تا ۵ ولت شارژ شده و سپس تایک آستانه ۷/۱ ولت تحت تابش مصنوعی(لوله فلورسنت) تخلیه می شود ۲٦

شکل۱-۱٤- نمای شماتیک (A) یک جفت دیود ذوب (متصل) شده و (B) مقطع عرضی پروب نوری ۲۷

شکل۱-۱۵- سیستم دیود نشر کننده منبع و دتکتور مزدوج با دتکتور مرکزی ۲۸

شکل۱-۱٦- ساختار تارترازین.....۳۲

شکل۱-۱۷- ساختار سانست یلو.....۳۳

شکل۱-۱۸- ساختار کارموزین.....۳٤

شکل۱-۱۹- ساختار کینولین یلو.....۳٤

شکل۱-۲۰- ساختار شیمیایی بریلیانت بلو.....۳۵

فصل دوم: مواد و روشها

شکل۲-۱- الف- نمای کلی و شماتیک وسیله ساخته شده:۱- منبع جریان، ۲- دیود نشرکننده نور، ۳- سل حاوی نمونه، ٤- مقامت حساس به نور (شناساگر نور) و ۵- اهم متر دیجیتالی برای اندازه گیری مقاومت- ب - اجزا ساده استفاده شده در ساخت وسیله.....٤۵

شکل۲-۲- ساختمان رنگ سنج ساده ساخته شده برای اندازه گیری مس.....٤٦

شکل۲-۳- ساختمان رنگ سنج ساخته شده برای اندازه گیری آهن در سرم خون.....٤۹

شکل۲-٤-الف(بالا)- ساختار انعکاس سنج ساخته شده . قسمت A که در دو نما نشان داده می شود محلی است که دیودها در اطراف و دتکتور در مرکز قرار گرفته و مدارات الکتریکی و منبع تغذیه در قسمت B قرار دارند.-ب(پایین)- تصویر وسیله ساخته شده.....۵۲

شکل ۲-۵- الف (بالا)- ساختار کلی فتومتر دو شعاعی ساخته شده. -ب(پایین)- مدار الکتریکی بکار رفته برای گرفتن داده و کار دستگاه.....۵۵

شکل۲-۵- ج-تصویر وسیله ساخته شده.....۵٦

شکل۲-٦-الف(بالا)- مدار الکتریکی ابزار تجزیه ای مبتنی بر دیود با نور سفید برای اندازه گیری کروم-ب(پایین)- تصویر وسیله ساخته شده.....۵۸

فصل سوم: نتایج و بحث

شکل۳-۱- مقایسه نمودار کالیبراسیون بدست آمده برای جذب محلول پرمنگنات با وسیله ساخته شده و اسپکتروفتومتر تجاری.....٦٦

شکل۳-۲- مقایسه نمودار کالیبراسیون بدست آمده برای جذب محلول سیاه اریوکروم تی با وسیله ساخته شده و اسپکتروفتومتر تجاری ٦٦

شکل۳-۳- مقایسه نمودار کالیبراسیون بدست آمده برای جذب محلول آهن(II)-۱و۱۰-فنانترولین با وسیله ساخته شده و اسپکتروفتومتر تجاری.....٦٧

شکل ۳-٤- طیف جذبی کمپلکس مس(II)-SPAQ در شرایط قلیایی ذکر شده در بخش تجربی.....٦٨

شکل ۳-٥- نسبت سیگنال به نویز پارامترهای اصلی رسم شده با استفاده از داده های جداول۲-۳ و۲-۲ و همچنین معادله ۳-۱. نسبت سیگنال به نویز برای هر نقطه میانگین داده های حاصل از چهار بار اندازه گیری است.....۷۰

شکل ۳-٦-الف(بالا)- منحنی روش تغییرات پیوسته جاب و۳-٦-ب(پایین)- منحنی روش نسبت مولی برای واکنش فلز مس(II) با لیگند SPAQ.....۷۲

شکل ۳-۷- طیف نشری نورنشر شده از دیود سبز رنگ (A)، طیف جذبی کمپلکس آهن- فروزین (B) و طیف جذبی کمپلکس آهن-فرن (C). واحد طیف نشری دیود قراردادی و خدود ۵۰ برابر جذب می باشد.....۷۷

شکل۳-۸- نمودار کالیبراسیون اندازه گیری آهن با وسیله ساخته شده-الف(بالا)-با روش فرن-ب(پایین)-با روش فروزین.....۸۰

شکل۳-۹- همبستگی نتایج بدست آمده برای اندازه گیری آهن(الف و ج) و TIBC (ب ود) با روش پیشنهادی و روش تجاری. الف و ب نتایج بدست آمده با روش فروزین و ج و د نتایج بدست آمده با روش فرن هستند.....٨٤-٨٣

شکل۳-۱۰- طیف جذبی بریلیانت بلو(۱و۲)، کارمیوزین(۳و٤)، سانست یلو(٥و٦)، تارترازین(۷و۸) و کینولین یلو(۹و۱۰) به ترتیب در pH های ٦ و ۱۱. غلظت همه رنگها در محلول استفاده شده برای ثبت طیف یکسان و برابر ۱۰ میکروگرم برمیلی لیتر می باشد.....۸۹

شکل۳-۱۱- تاثیر زمان انتظار پس از روشن شدن دیود بر تکرار پذیری نتایج حاصل از انعکاس سنجی.....۹۱

شکل۳-۱۲- طیف جذبی بریلیانت بلو(۱و۲)، کارمیوزین(۳و٤)، سانست یلو(٥و٦)، تارترازین(۷و۸) و کینولین یلو(۹و۱۰) به ترتیب در pH های ٦ و ۱۱. غلظت همه رنگها در محلول استفاده شده برای ثبت طیف یکسان و برابر ۱۰ میکروگرم

برمیلی لیتر می باشد. ستونهای تیره محل طول موج ماکزیمم نشر رنگهای آبی، سبز و قرمز دیود سه رنگ را نشان می دهد.....۹۸

شکل۳-۱۳- الگوی ساده ای از نحوه کار دتکتور استفاده شده.....۱۰۵

شکل۳-۱٤-الف- محدوده پاسخ طیفی دتکتور بدون استفاده از فیلتر زیر قرمز.....۱۰۵

شکل۳-۱٤-ب- محدوده پاسخ طیفی دتکتور با استفاده از فیلتر زیر قرمز.....۱۰٦

شکل۳-۱۵- طیف جذبی کمپلکس کروم(VI)-دیفنیل کاربازیر در محیط اسیدی (pH=۱.۵)). غلظت کروم یک میلی گرم بر لیتر می باشد. ۱۰٦

شکل۳-۱٦- *تاثیر غلظت محلول دی فنیل کاربازید در اندازه گیری کروم(VI). حجم یک میلیلیتر از محلول دی فنیل کاربازید برابر ۰۰۵/۰٪ از آن می باشد. غلظت کروم ۲۵ میکروگرم بر لیتر می باشد*.....۱۰۹

شکل۳-۱۷- جذب محلول کمپلکس کروم-دی فنیل کاربازید در زمانهای مختلف پس از اختلاط آنها. شرایط اندازه گیری: غلظت کروم(VI) ۵۰ میکروگرم بر لیتر و غلظت او۵-دی فنیل کاربازید ۰۰۵/۰ درصد وزنی حجمی.....۱۱۰

شکل۳-۱۸- - *تاثیر غلظت محلول سریوم(IV) در اندازه گیری کروم(III). حجم ۵/۰ میلی لیتر از محلول سریوم برابرغلظت ٦ میلی گرم در لیتر سریوم می باشد*.....۱۱۱

شکل۳-۱۹- تاثیر زمان انتظار پس از افزودن سریوم(IV) در اندازه گیری کروم(III).....۱۱۲

شکل۳-۲۰- نمودار کالیبراسیون اندازه گیری کروم(VI) با روش پیشنهادی.....۱۱۳

فهرست جداول

عنوان **صفحه**

فصل دوم: مواد و روشها

جدول۲-۱- مواد شیمیایی مصرف شده در کار پژوهشی حاضر..... ٤٢

جدول۲-۲- عوامل اصلی موثر و مقادیر سطوح مطالعه شده در آزمایشها..... ٤٨

جدول۲-۳- طرح آزمایش با استفاده از آرایه اورتوگونال بر اساس سطوح تعیین شده در جدول ۲-۲..... ٤٨

فصل سوم: نتایج و بحث

جدول۳-۱- مقایسه اجزا سازنده یک اسپکتروفتومتر تجاری با رنگ سنج ساده ساخته شده..... ٦٤

جدول۳-۲- مقایسه ضرایب جذب مولی بدست آمده از طیف سنج تجاری و ابزار ساده ساخته شده..... ٦٧

جدول۳-۳- میزان مزاحمت برخی یونها در اندازه گیری مس با روش پیشنهاد شده در سطح ۹۵٪..... ٧٤

جدول۳-٤- نتایج حاصل از اندازه گیری مس در دو نمونه آب با روش اسپایک..... ٧٥

جدول۳-۵- مقایسه نتایج حاصل از اندازه گیری دو نمونه سرم کنترل با روش پیشنهادی..... ٨٢

جدول۳-٦- داده های آماری بدست آمده برای اندازه گیری رنگها بصورت انفرادی(کارمیوزین=CA، بریلیانت بلو-BL، سانست یلو-SY، تارترازین-TA و کینولین یلو-QY). N نشاندهنده٦= pHو A نشاندهنده ۱۱=pH می باشد. *واحد غلظت میکروگرم در میلی لیتر می باشد*..... ٩٢

جدول۳-۷- داده های تجزیه ای بدست آمده برای اندازه گیری مخلوطهای دوتایی و سه تایی رنگها با روش انعکاس سنجی با استفاده از نعکاس سنج ساده ساخته شده (کارمیوزین=CA، بریلیانت بلو-BL، سانست یلو-SY، تارترازین-TA و کینولین یلو-QY). برای هر مخلوط رنگ اولی رنگ اندازه گیری شده و رنگ دوم و سوم اجزا دیگر مخلوط می باشد. N نشاندهنده٦=pH و A نشاندهنده ۱۱=pH می باشد. غلظت رنگها در تعیین انحراف استانداردنسبی۱۵ میکروگرم در میلی لیتر می باشد..... ٩٣

جدول ۳-۸- *نتایج بررسی مزاحمت رنگها روی یکدیگر در مخلوطهای دوتایی با حداکثر خطای قابل قبول ۵٪ . اعداد جدول بیشترین غلظت گونه مزاحم را نشان می دهند که دراندازه گیری ۵ میکروگرم در میلی لیتر آنالیت مزاحمت ایجاد نمی کنند*.....۹٤

جدول۳-۹- نتایج حاصل از اندازه گیری رنگهای خوراکی در نمونه های مواد غذایی با روش پیشنهادی و کروماتوگرافی مایع با کارائی بالا شده (کارمیوزین=CA، بریلیانت بلو-BL، سانست یلو-SY، تارترازین-TA و کینولین یلو-QY).[a] کالای تقلبی و [b] تولید شرکت زمزم می باشد.....۹۵

جدول ۳-۱۰- داده های تجزیه اندازه گیری رنگ بصورت انفرادی، مخلوط دوتایی و سه تایی (کارمیوزین=CA، بریلیانت بلو-BL، سانست یلو-SY، تارترازین-TA و کینولین یلو-QY) .واحدها میکروگرم در میلی لیتر هستند. برای هر مخلوط رنگ اولی رنگ اندازه گیری شده و رنگ دوم و سوم اجزا دیگر مخلوط می باشد. غلظت رنگها در تعیین انحراف استانداردنسبی۱۵ میکروگرم در میلی لیتر می باشد. R(قرمز)، G (سبز) و B(آبی) رنگ نور دیود استفاده شده را نشان می دهند. ستون چارم عمودی غلظت محلولهای استاندارد رنگهای مزاحم را نشان می دهد.....۱۰۰

جدول ۳-۱۱- *نتایج بررسی مزاحمت رنگها روی یکدیگر در مخلوطهای دوتایی با حداکثر خطای قابل قبول ۵٪. اعداد جدول بیشترین غلظت گونه مزاحم را نشان می دهند که دراندازه گیری ٤ میکروگرم در میلی لیتر آنالیت مزاحمت ایجاد نمی کنند*.....۱۰۱

جدول ۳-۱۲- نتایج حاصل از اندازه گیری رنگهای خوراکی در نمونه های مواد غذایی با روش پیشنهادی و کروماتوگرافی مایع با کارائی بالا (کارمیوزین=CA، بریلیانت بلو-BL، سانست یلو-SY، تارترازین-TA و کینولین یلو-QY) [a] کالاهای تقلبی و [b] تولید شرکت زمزم می باشند.....۱۰۲

جدول ۳-۱۳- مشخصات نمودار های کالیبرایسیون بدست آمده برای شدتهای نور مختلف.....۱۰۷

جدول ۳-۱٤- نسبت غلظت عدم مزاحمت برخی یونها در اندازه گیری ۵۰ میکروگرم در لیتر کروم(VI) با روش پیشنهاد شده با میزان انحراف قابل اغماض ۵٪.....۱۱٤

جدول۳-۱۵- اندازه گیری کروم در نمونه آب شیر (واحدها میکروگرم در لیتر می باشند).....۱۱۵

واژه نامه

ردیف	معادل فارسی	واژه لاتین
۱	دیود نشر کننده نور	Light emitting diode (LED)
۲	مقاومت حساس به نور	Light dependent resistor (LDR)
۳	تجزیه با تزریق در جریان	Flow injection analysis (FIA)
٤	تجزیه با تزریق در جریان میکرو	Microflow injection analysis (μFIA)
٥	سامانه تجزیه کلی میکرو	Micrototal analysis system (μTAS)
٦	موجران با درونی از جنس مایع	Liquid core waveguide (LCW)
۷	طیف سنجی انعکاسی انتشاری	Diffuse reflectance spectroscopy
۸	سامانه میکروالکترومکانیکی	Microelectromechanical system (MEMS)
۹	الکتروفورز لوله موئین	Capillary electrophoresis
۱۰	فناوری چاپ سوزنی	Pin printing technology
۱۱	حسگربرپایه ژل خشک	Xerogel-based sensor