

وزارت علوم تحقیقات و فناوری

دانشگاه پیام نور

دانشکده علوم

گروه شیمی

اندازه‌گیری همزمان مخلوط سه‌تایی ساکارز گلوکز و فروکتوز با تکنیک ATR-FTIR و با
استفاده از PLS1 و اندازه‌گیری ویتامین B₆ با MCR-ALS , UV-visible

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

رشته شیمی تجزیه

مؤلف

معصومه حیدری

اساتید راهنما

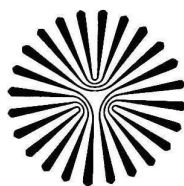
دکتر محمد رضا خانمحمدی خرمی

دکتر محمدعلی کریمی

استاد مشاور

کیوان قاسمی

تیر ۸۸



وزارت علوم تحقیقات و فناوری

دانشگاه پیام نور

دانشکده علوم

گروه شیمی

اندازه‌گیری همزمان مخلوط سه‌تایی ساکارز گلوکز و فروکتوز با تکنیک ATR-FTIR و با استفاده از PLS1 و اندازه‌گیری ویتامین B₆ با MCR-ALS، UV-visible

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد
رشته شیمی تجزیه

مؤلف

معصومه حیدری

اساتید راهنما

دکتر محمد رضا خانمحمدی خرمی

دکتر محمدعلی کریمی

استاد مشاور

کیوان قاسمی

تیر ۸۸

سپاس و ستایش خداوند تبارک و تعالی را که وجود ما بواسطه عنایات و لطف او و نظم حاکم بر هستی در گرو وحدانیت و بی‌همتایی اوست. سپاس بی‌کران خدای را که به ما عقل و خرد عطا فرمود تا با رشد آن به خود و دیگران خدمت کنیم. پس از حمد و ثنا به درگاه خداوند متعال بر خود واجب می‌دانم بیش از هرچیز از پدر و مادر بزرگواری نهایت سپاسگزاری را داشته باشم که با تحمل محنت‌های بسیار در طول زندگی امکانات تحصیل را برایم فراهم ساختند. از خواهر ارجمندم که از دوران کودکی مشوق تحصیل من بوده‌اند تشکر می‌کنم. وظیفه خود می‌دانم مراتب تشکر و سپاسگزاری خود را نسبت به اساتید راهنمای گرانقدر جناب دکتر محمد رضا خانمحمدی خرمی و جناب دکتر محمد علی کریمی که زحمات راهنمایی این پایان نامه را بر عهده داشته‌اند و در طول تحقیق نهایت لطف را به اینجانب داشته‌اند ابراز نمایم. همچنین از مساعدت‌های استاد مشاور جناب آقای کیوان قاسمی که در طول این پژوهش از مساعدت و هدایت بی‌دریغشان بهره‌مند بوده‌ام و توفیق هرچه بیشتر ایشان را از خداوند خواستارم.

لازم می‌دانم از کلیه پرسنل زحمت‌کش دانشگاه پیام‌نور اردکان قدردانی کنم. در خاتمه از

کلیه افرادی که در خصوص این پایان‌نامه زحماتی را متحمل شده‌اند، نهایت تشکر را دارم.

معصومه حیدری

تیرماه ۱۳۸۸

چکیده:

از آنجا که به اثبات رسیده قند میزان انسولین خون را بالا می‌برد و منجر به افزایش فشار خون کلسترول و بروز بیماری‌های قلبی دیابت و افزایش وزن و پیری زودرس می‌گردد و باتوجه به استفاده- های گسترده از نوشابه‌های انرژی‌زا و گزارشات فراوان در خصوص مضرات آن برای انسان در این پروژه سعی بر معرفی طیف‌سنجی تبدیل فوریه به عنوان یک روش ساده برای اندازه‌گیری کمی و همزمان ساکارز گلوکز و فروکتوز در حلال آب استفاده گردید. هدف از این پروژه توسعه طیف‌سنجی تبدیل فوریه به عنوان یک روش سریع دقیق و مستقیم در اندازه‌گیری کمی و همزمان مخلوط سه‌تایی ساکارز، گلوکز و فروکتوز در نوشابه‌های انرژی‌زا می‌باشد. در بخش دیگر این پژوهش روشی نوین در اندازه- گیری ویتامین B₆ برای آنالیز نمونه‌های دارویی می‌باشد. ویتامین B₆ به پردازش اسیدهای آمینه که عناصر سازنده تمام پروتئین‌ها و برخی از هورمون‌ها هستند کمک می‌کند. این ویتامین همچنین در تولید سروتونین، ملاتونین و دوپامین مورد نیاز است. متداول‌ترین روش اندازه‌گیری ویتامین‌های محلول در آب و محلول در چربی در داروها و مواد غذایی و مواد بیولوژیک HPLC با آشکارساز UV-visible است. در این پروژه از روش تفکیک منحنی چند متغیره حداقل مربعات متناوب (MCR-ALS) برای اندازه‌گیری ویتامین B₆ در فرمولاسیون قرص ویتامین B₆ استفاده شده است. از تغییرات pH برای ثبت داده‌های طیفی uv-visible استفاده گردید. برای این منظور دامنه pH ۳/۴ تا ۶ با فواصل ۰/۲ طیف‌گیری شد. گونه‌های فعال ویتامین B₆ در این رنج شناسایی گردید. دامنه طیفی ۳۷۱/۴ تا ۴۸۹/۷۵ نانومتر برای تخمین پروفایل‌ها از آنالیز فاکتوری تکاملی (EFA) استفاده گردید. ماتریس داده‌ها به صورت ستونی سر هم زده شدند. پس از استخراج پروفایل‌های غلظتی نمونه‌های حقیقی مقدار ویتامین B₆ در آنها محاسبه گردید و توافق مناسبی بین داده‌های اندازه‌گیری شده و واقعی بدست آمد، این روش برای آنالیز نمونه دارویی با موفقیت بکار برده شد.

فهرست مطالب

صفحه

عنوان

۱	فصل اول: مقدمه و تئوری.....
۱ - ۱	طیف بینی جذب زیر قرمز
۱ - ۱ - ۱	طیف نورسنج‌های تبدیل فوریه
۱ - ۱ - ۲	اجزای دستگاه تبدیل فوریه
۱ - ۱ - ۲ - ۱	منبع تابش
۱ - ۱ - ۲ - ۲	تداخل سنج
۱ - ۱ - ۲ - ۳	آشکارساز
۱ - ۱ - ۲ - ۴	مزایای طیف سنجی تبدیل فوریه
۱ - ۱ - ۲ - ۵	نمونه گذاری در طیف سنجی مادون قرمز
۱ - ۱ - ۲ - ۶	طیف بینی زیر قرمز بازتاب درونی
۱ - ۲ - ۱	مقدمه‌ای بر طیف بینی فرا بنفش مرئی
۱ - ۲ - ۱	دستگاه‌های طیف سنجی دوپرتویی
۱ - ۲ - ۲ - ۱	منابع تابش
۱ - ۲ - ۲ - ۲	ظروف مخصوص نمونه آزمایش
۱ - ۲ - ۲ - ۳	کاربرد روش‌های طیف سنجی ماوراء بنفش
۱ - ۳ - ۱	روش‌های کمومتریکس
۱ - ۳ - ۱	آنالیز چند متغیره
۱ - ۳ - ۲	آنالیز اجزای اصلی (PCA)
۱ - ۳ - ۳	برگشت اجزای اصلی (PCR)
۱ - ۳ - ۳ - ۱	مزایای برگشت اجزای اصلی (PCR)
۱ - ۳ - ۳ - ۲	معایب برگشت اجزای اصلی (PCR)

۲۵ برگشت کمترین مربعات جزئی (PLS) ۱-۳-۴
۲۶ ویژگی‌های کمترین مربعات جزئی (PLS) ۱-۳-۴-۱
۲۷ روش PLS1 ۱-۳-۴-۲
۲۸ تعداد فاکتورها ۱-۳-۵
۳۰ تکنیک تفکیک منحنی چند متغیره حداقل مربعات متناوب ۱-۴
۳۲ بهینه سازی حداقل مربعات متناوب ۱-۴-۱
۳۳ الگوریتم MCR-ALS ۱-۴-۲
۳۵ ابهام چرخشی ۱-۴-۲-۱
۳۵ ابهام شدتی ۱-۴-۲-۱
۳۷ طبقه‌بندی محدودیت‌ها در تکنیک MCR-ALS ۱-۴-۳

فصل دوم: مروری بر صنعت نوشابه‌سازی و ویتامین B ₆	۴۱
۱ - ۲ - تاریخچه	۴۲
۲ - ۲ - مفهوم بریکس	۴۲
۱ - ۲ - ۲ - دانسیته	۴۳
۲ - ۲ - ۲ - دانسیته در مقابل وزن مخصوص	۴۳
۳ - ۲ - ۲ - چرا بریکس در صنعت نوشابه‌سازی استفاده می‌شود؟	۴۴
۳ - ۲ - نوشابه ورزشی	۴۵
۱ - ۳ - ۲ - انواع نوشابه‌های ورزشی	۴۵
۳ - ۳ - ۲ - نوشابه‌های انرژی‌زا	۴۵
۳ - ۳ - ۲ - الکترولیت	۴۶
۴ - ۳ - ۲ - شیرین‌کننده‌ها	۴۶
۵ - ۳ - ۲ - inversion شکر چیست؟	۴۸
۴ - ۲ - طبقه‌بندی ویتامین‌ها	۵۰
۱ - ۴ - ۲ - ویتامین B ₆	۵۱
۲ - ۴ - ۲ - تاثیر ویتامین B ₆ در بیماری پارکینسون	۵۲
۵ - ۲ - هدف از این تحقیق	۵۴

فصل سوم: بخش مواد شیمیایی و آزمایش‌ها	۵۵
۳- ۱ - مقدمه	۵۶
۳- ۲ - الف - دستگاه و مواد شیمیایی	۵۷
۳- ۳ - الف - آماده‌سازی نمونه‌ها	۵۷
۳- ۴ - الف - انتخاب حلال	۵۸
۳- ۵ - الف - انتخاب طول موج	۵۸
۳- ۶ - الف - روش‌های پیشنهادی اندازه‌گیری همزمان ساکارز گلوکز و فروکتوز	۵۸
۳- ۷ - روش‌های مرجع در اندازه‌گیری قند نوشابه‌ها	۶۰
۳- ۷- ۱ - اندازه‌گیری قند کل به روش لین واینون	۶۰
۳- ۷- ۱ - ۱ - محلول فهلینگ A	۶۱
۳- ۷- ۱ - ۲ - محلول فهلینگ B	۶۱
۳- ۷- ۱ - ۳ - محلول استاندارد قند وارو	۶۲
۳- ۷- ۱ - ۴ - محلول فنل فتالین یک درصد الکلی	۶۳
۳- ۷- ۱ - ۵ - محلول متیلن بلو	۶۳
۳- ۷- ۱ - ۶ - محلول شفاف کننده استات سرب اشباع	۶۳
۳- ۷- ۲ - روش کار	۶۳
۳- ۷- ۲ - ۱ - تهیه مخلوط فهلینگ A, B	۶۴
۳- ۷- ۲ - ۲ - عیار سنجی محلول الف	۶۴
۳- ۷- ۲ - ۳ - استاندارد نمودن محلول فهلینگ	۶۵
۳- ۷- ۲ - ۴ - عیار سنجی محلول ب	۶۵
۳- ۸ - ب - دستگاه و مواد شیمیایی	۶۶
۳- ۹ - ب - آماده‌سازی نمونه‌ها	۶۶

۶۶ ۳ - ۱۰ - ب - انتخاب حلال
۶۷ ۳ - ۱۱ - ب - انتخاب طول موج
۶۷ ۳ - ۱۲ - ۱ - ویژگی های کلی ویتامین B ₆
۶۸ ۳ - ۸ - ۳ - ۱ - روش پیشنهادی برای اندازه گیری ویتامین B ₆
۶۹ ۳ - ۱۲ - ۳ - روش های مرجع اندازه گیری ویتامین B ₆
۷۱ ۳ - ۸ - ۳ - خصوصیات طیفی

فصل چهارم: بحث و نتایج	۷۳
۴-۱- رفتار ساکارز گلوکز و فروکتوز در حلال	۷۴
۴-۱-۱- ناحیه طیف جذبی مورد مطالعه ساکارز گلوکز و فروکتوز	۷۵
۴-۱-۲- آنالیز پیک‌های جذبی	۷۸
۴-۱-۳- نتایج روش مرجع	۷۹
۴-۲-۲- روش PLS	۸۳
۴-۲-۱- مقایسه نتایج روش پیشنهادی و روش مرجع	۸۵
۴-۳- کاربردها	۸۹
۴-۴-۱- نتایج مدل MCR-ALS ویتامین B ₆	۹۱
۴-۴-۲- شناسایی گروه‌های عاملی	۹۳
۴-۴-۳- مراحل پردازش داده‌ها با نرم افزار مطلب	۹۴
۴-۵- نتیجه‌گیری	۱۰۵
مراجع	۱۰۶
Abbreviations	۱۱۱
Abstract	۱۱۳

لیست جدول‌ها

صفحه

جدول

جدول (۱ - ۳) مجموعه کالیبراسیون در اندازه‌گیری همزمان مخلوط سه‌تایی ساکارز گلوکز و فروکتوز.....	۵۹
جدول (۲ - ۳) مجموعه پیشگویی در اندازه‌گیری همزمان مخلوط سه‌تایی ساکارز گلوکز و فروکتوز.....	۶۰
جدول (۳ - ۳) خواص فیزیکی ترکیبات پیریدوکسین.....	۶۸
جدول (۴ - ۳) مجموعه نمونه‌های حقیقی در pH مختلف.....	۶۹
جدول (۱ - ۴) آنالیز طیفی گلوکز و فروکتوز.....	۷۹
جدول (۲ - ۴) آنالیز طیفی ساکارز.....	۷۹
جدول (۳ - ۴) بریکس نمونه حقیقی.....	۸۰
جدول (۴ - ۴) میزان قند کل با روش لین و اینون.....	۸۰
جدول (۵ - ۴) مجموعه کالیبراسیون و مقادیر پیشگویی شده توسط مدل PLS.....	۸۴
جدول (۶ - ۴) ارزیابی مدل کالیبراسیون.....	۸۵
جدول (۷ - ۴) مجموعه کالیبراسیون و مقادیر پیشگویی شده توسط مدل PCR.....	۸۶
جدول (۸ - ۴) پارامترهای آماری محاسبه شده با استفاده از PLS و PCR.....	۸۸
جدول (۹ - ۴) نتایج آزمایشات در نسبت‌های غلظتی متفاوت.....	۸۹
جدول (۱۰ - ۴) غلظت و رنج pH محلول استاندارد.....	۱۰۲
جدول (۱۱ - ۴) غلظت‌های محاسبه شده از مدل.....	۱۰۳

لیست شکل‌ها

صفحه

شکل

- شکل (۱ - ۱) تداخل سنج مایکلسون ساخت شرکت Perkin Elmer ۵
- شکل (۲ - ۱) اساس کار تداخل سنج مایکلسون ۶
- شکل (۳ - ۱) تصویر یک دتکتور MCT ساخت شرکت Rockwell ۷
- شکل (۴ - ۱) شمایی از سل ATR ۱۲
- شکل (۵ - ۱) یک نمونه سل ATR از جنس ZnSe ۱۳
- شکل (۶ - ۱) دستگاه طیف سنجی فرابنفش ۱۴
- شکل (۷ - ۱) شمایی از دستگاه دوپرتویی ۱۵
- شکل (۸ - ۱) ناحیه طیفی لامپ تنگستن و دوتریم ۱۷
- شکل (۹ - ۱) طیف جذبی مخلوط دو جزئی ۱۸
- شکل (۱۰ - ۱) مثالی از سیستم چند جزئی (a) کروماتوگرافی HPLC-DAD (b) بازیابی طیفی از یک فرآیند سینتیکی ۳۱
- شکل (۱۱ - ۱) تفکیک کروماتوگرافی چند جزئی HPLC-DAD ۳۲
- شکل (۱۲ - ۱) پروفایل غلظتی دو جزء در سیستم ۳۳
- شکل (۱۳ - ۱) آنالیز فاکتوری رو به جلو و رو به عقب از دیتا های HPLC-DAD ۳۶
- شکل (۱۴ - ۱) تاثیر محدودیت‌ها : غیر منفی بودن ۳۸
- شکل (۱۵ - ۱) تاثیر محدودیت تک قله‌ای ۳۹
- شکل (۱۶ - ۱) تاثیر محدودیت‌ها : بسته بودن سیستم ۴۰
- شکل (۲ - ۱) شمایی از یک هیدرومتر ۴۲
- شکل (۲ - ۲) واکنش هیدرولیز اسیدی ساکارز ۴۹
- شکل (۳ - ۱) آنالیز کروماتوگرافی HPLC از پیریدوکسال ۵- فسفات در بدن و پلاسما ۷۰

- شکل (۳ - ۲) طیف جذبی پیریدوکسین ۷۱
- شکل (۳ - ۳) ساختار پیریدوکسین و ترکیبات آن ۷۲
- شکل (۴ - ۱) طیف FT-IR گلوکز و فروکتوز ۷۴
- شکل (۴ - ۲) طیف 1.5 گرم ساکارز در 25 میلی لیتر آب ۷۶
- شکل (۴ - ۳) شمایی از مولکول ساکارز ۷۶
- شکل (۴ - ۴) طیف 1.5 گرم گلوکز در 25 میلی لیتر آب ۷۷
- شکل (۴ - ۵) شمایی از مولکول گلوکز ۷۷
- شکل (۴ - ۶) طیف 1.5 گرم فروکتوز در 25 میلی لیتر آب ۷۸
- شکل (۴ - ۷) نمودار PRESS برای گلوکز در مقابل تعداد فاکتورها ۸۱
- شکل (۴ - ۸) نمودار PRESS برای ساکارز در مقابل تعداد فاکتورها ۸۲
- شکل (۴ - ۹) نمودار PRESS برای فروکتوز در مقابل تعداد فاکتورها ۸۲
- شکل (۴ - ۱۰) طیف uv-visible محلول استاندارد ویتامین B6 ۹۱
- شکل (۴ - ۱۱) شمایی از ساختار پیریدوکسال ۹۲
- شکل (۴ - ۱۲) منحنی تعداد ردیف‌ها بر حسب log مقادیر ویژه ۹۵
- شکل (۴ - ۱۳) آنالیز فاکتوری رو به جلو و رو به عقب ۹۵
- شکل (۴ - ۱۴) سر هم زدن ماتریس‌ها ۹۶
- شکل (۴ - ۱۵) انتخاب داده‌های اولیه ۹۸
- شکل (۴ - ۱۶) انتخاب محدودیت‌ها ۹۹
- شکل (۴ - ۱۷) بهینه سازی حدافل مربعات متناوب ۱۰۰
- شکل (۴ - ۱۸) پروفایل غلظتی محلول استاندارد ۱۰۱
- شکل (۴ - ۱۹) پروفایل طیفی محلول استاندارد ۱۰۱
- شکل (۴ - ۲۰) پروفایل غلظتی نمونه حقیقی DP1 ۱۰۲
- شکل (۴ - ۲۱) مراحل کلی روش تفکیک منحنی حدافل مربعات متناوب ۱۰۳

فصل اول

مقدمه و تئوری

۱-۱- طیف بینی جذب زیر قرمز

ناحیه مادون قرمز تابشی با اعداد موجی درگستره $10 - 12900 \text{ cm}^{-1}$ را دربرمی گیرد. از نظر کار برد و همچنین دستگاهی محدوده زیر قرمز نزدیک ($12900 - 4000 \text{ cm}^{-1}$) میانه ($4000 - 2000 \text{ cm}^{-1}$) و زیر قرمز دور ($10 - 2000 \text{ cm}^{-1}$) تقسیم می شود. اکثر کاربردهای تجزیه ای به بخشی از ناحیه زیر قرمز میانه محدود بوده است. طیف بینی جذب زیر قرمز در تجزیه های کمی و کیفی کاربرد گسترده ای دارد، مهمترین کاربرد آن شناسایی ترکیبات آلی است که طیف های زیر قرمز میانه آن ها معمولاً پیچیده است. طیف زیر قرمز میانه هر ترکیب یک اثر انگشت بی نظیر در اختیار می گذارد که به آسانی از الگوهای جذبی به تمام ترکیبات دیگر متمایز می شود. فقط ایزومرهای نوری به طریق دقیقاً یکسان جذب دارند. طیف بینی زیر قرمز علاوه بر تجزیه کیفی در تجزیه های کمی نیز کاربرد فزاینده ای پیدا کرده است. گزینش پذیری بالای این روش اغلب تخمین کمی یک جز مورد تجزیه در یک مخلوط پیچیده را بدون نیازی اندک به مراحل جداسازی های مقدماتی ممکن می سازد. یکی از کاربردهای طیف بینی زیر قرمز استفاده از آن به عنوان آشکارسازی برای سایر دستگاه ها نظیر کروماتوگرافی گازی است. [۵]

دستگاه های زیر قرمز :

۱- طیف نورسنجهای پاشنده که در آن از منوکروماتور استفاده می شود و در ناحیه زیر قرمز میانه و عمدتاً برای کارهای کیفی کاربرد دارد.

۲- سیستم تبدیل فوریه به طور گسترده در ناحیه زیر قرمز دور و میانه استفاده می شود و برای اندازه گیری های کیفی و کمی مناسبند.

۳- طیف نورسنج های غیر پاشنده: این دستگاه ها برای اندازه گیری کمی گونه های آلی در جو ابداع شده است.

۴-نورسنج‌های بازتابی عمدتاً برای تجزیه جامدات در کشاورزی و صنایع مورد استفاده قرار می‌گیرد.

با توجه به اینکه در این پژوهش دستگاه IR مورد استفاده مادون قرمز تبدیل فوریه بود در این بخش اجزای تشکیل دهنده این دستگاه به صورت گذرا معرفی می‌گردد:

۱) منبع تابش

۲) تداخل سنج (در این دستگاه به جای تکفامساز تداخل سنج به کاررفته است که با ایجاد مسیرهای نوری مختلف بین پرتوها و ترکیب مجدد آنها مجموعه اطلاعات حاصل از جذب تابش نمونه را به آشکارساز می‌رساند.

۳) آشکارساز

۱-۱-۱- طیف نورسنج‌های تبدیل فوریه

وقتی برای اولین بار طیف سنج‌های زیر قرمز تبدیل فوریه FT-IR در بازار ارائه شدند حجیم و گران بودند و به تنظیم‌های مکرر مکانیکی نیاز داشتند به این دلایل استفاده از این دستگاه‌ها به کاربردهای خاص یعنی به مواردی که مشخصات منحصربه‌فرد آنها (سرعت، تفکیک بالا، حساسیت ودقت و صحت استثنایی در طول موج حیاتی بود) محدود می‌شد. امروزه اندازه دستگاه‌های تبدیل فوریه کاهش یافته و نگهداری آن ساده است. در سیستم دستگاهی FT-IR با شکافتن تابش منبع به دو باریکه طول مسیر آنها متناوباً تغییر کرده والگوهای تداخل متفاوت را سبب می‌گردد در این سیستم برای پردازش داده‌ها از تبدیل فوریه استفاده می‌شود. [۱۲]

۱-۱-۲- اجزای دستگاه تبدیل فوریه

۱-۱-۲-۱- منبع تابش

منبع تابش ایده آل لازم است یک مقدار انرژی ثابت به ارای هر طول موج را در کل ناحیه طیفی نشر کند. لکن در عمل چنین نبوده و مقدار انرژی تابشی منبع، به طور وسیعی طبق رابطه زیر به دما

وابسته است.

$E = \frac{C_1 \lambda^{-5}}{e^{C_2 / KT} - 1}$	$(1-1)$
---	---------

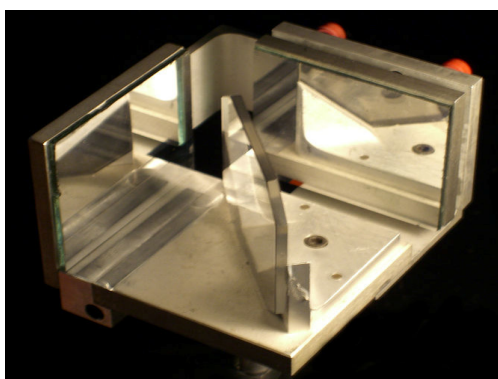
که در این رابطه C_1 و C_2 به ترتیب مقادیر ثابت $1.4388 \mu\text{m K}$ و $3.7403 \times 10^{-12} \mu\text{w } \mu\text{m}^4 \text{ cm}^{-2}$ و T نیز دمای کلویین و طول موج هستند. E نیز در این رابطه انرژی تابش است [۱۴]. در ناحیه MIR سه منبع گلوبار^۱ و افروزه نرنست^۲ سیم پیچ نیکروم متداول هستند و در ناحیه NIR لامپ کوارتز-هالوژن و در ناحیه مادون قرمز دور نیز لامپ جیوه بسیار متداول می‌باشند. [۴۴] منابع تابش مورد استفاده در ناحیه مادون قرمز میانی اغلب از نوع میله‌های فلزی هستند که در اثر گرم شدن تابش‌هایی با طول موج این ناحیه از مادون قرمز ساطع می‌کنند. از این دست منابع می‌توان به گلوبار، سیم پیچ نیکروم و افروزه نرنست اشاره کرد. گلوبار، میله‌ای از جنس کاربید سیلیسیم است که برای تابش طول موج‌های محدوده مادون قرمز میانی احتیاج به رسیدن به دمای ۱۵۰۰ K دارد که در اثر عبور جریان الکتریکی به این دما می‌رسد. این منبع می‌تواند برای مدت طولانی در دمای ۱۴۰۰ K و در هوای آزاد بدون افت کیفیت و تزلزل در نحوه عمل باقی بماند. از دیگر مزایای منبع گلوبار مثبت بودن ضریب دمای مقاومت الکتریکی آن است. [۵] افروزه نرنست استوانه‌ای از جنس اکسید زیر کونیوم، اکسید توریم و اکسید سریم است که دارای ضریب دمای مقاومت الکتریکی منفی است و این باعث می‌شود حرارت دادن توسط منبع خارجی تا حد سرخ شدن قبل از ثابت ماندن دمای مورد نظر در اثر عبور کافی جریان الکتریکی، یکی از الزامات کارکردن با این منبع به شمار می‌آید. دیگر منبع تابش طول موج‌های ناحیه مادون قرمز میانی سیم پیچ نیکروم است که نسبت به دو منبع دیگر دارای شدت کمتر ولی طول عمر بیشتر است. این منبع برای تابش طول موج‌های این ناحیه احتیاج

1. Globar
2. Nernst Glower

به دمای K ۱۳۰۰ دارد. در ناحیه مادون قرمز نزدیک لامپ‌های تنگستن - هالوژن کاربرد فراوانی یافته‌اند. در این گونه لامپ‌ها تنگستن پس از گرم شدن مانند پدیده تابش جسم سیاه شروع به نشر طول موج در نواحی خاصی می‌کند. [۱۲ و ۲۹]

۱-۱-۲ - تداخل سنج

در طیف‌سنج‌های مادون قرمز تبدیل فوریه، تکفامساز جای خود را به تداخل‌سنج داده است. وظیفه تداخل‌سنج تقسیم پرتوهای تابش، ایجاد مسیرهای نوری مختلف بین پرتوها و در نهایت ترکیب مجدد پرتوها به منظور ارسال به آشکارساز است و علامتی که به آشکارساز می‌رسد در حالی تابعی از مسیر نوری پیموده‌شده توسط پرتوست که حاوی اطلاعات طیفی مادون قرمز نمونه پس از عبور از آن می‌باشد. متداول‌ترین تداخل‌سنج برای مادون قرمز تبدیل فوریه تداخل‌سنج مایکلسون^۳ است. این تداخل‌سنج از سه بخش تشکیل شده است: یک آینه متحرک، یک آینه ثابت و شکافنده پرتو.



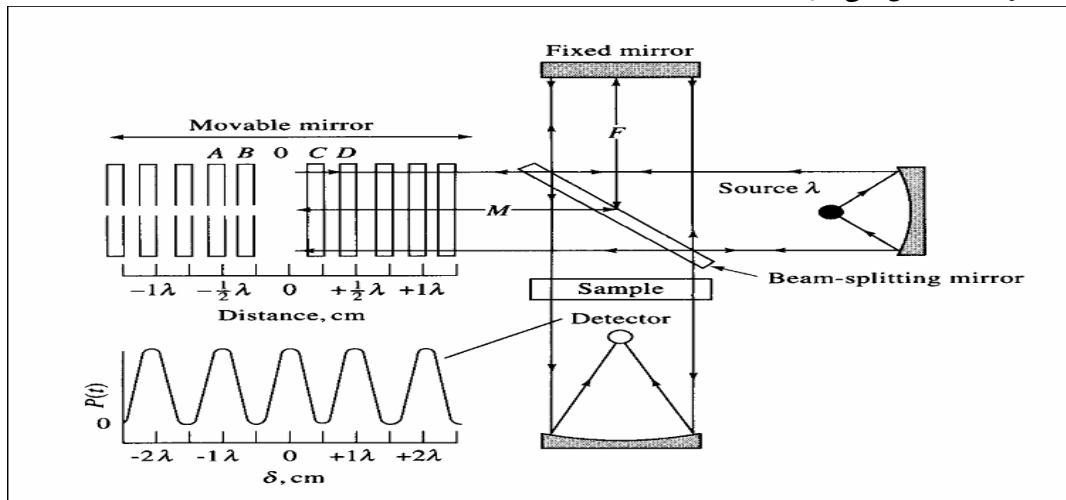
شکل ۱-۱ - تداخل‌سنج مایکلسون ساخت شرکت Perkin Elmer

تداخل‌سنج مایکلسون:

دو آینه با زاویه قائمه نسبت به یکدیگر قرار گرفته‌اند. شکافنده پرتو جسمی نیمه‌شفاف است که معمولاً از روکش کردن صفحه KBr توسط لایه نازکی از ژرمانیم تهیه می‌شود. نیمی از پرتو مادون قرمز رسیده به شکافنده پرتو از آن عبور می‌کند و به آینه ثابت می‌رسد و نیمی دیگر از آن به سمت

3. Michelson Interferometer

آینه متحرک منعکس می‌شود.



شکل ۱-۲- اساس کار تداخل‌سنج مایکلسون

پس از آن هر دو پرتو از آینه متحرک و آینه ثابت به سمت شکافنده پرتو منعکس شده در آنجا دوباره با هم ترکیب می‌شوند. در اینجا فاصله آینه متحرک تا شکافنده پرتو نقش بسیار مهمی در طول موج پرتو به وجود آمده دارد. به این ترتیب که اگر فاصله هر دو آینه از شکافنده پرتو برابر باشد پرتوها هم فاز بوده و یکدیگر را تشدید می‌کنند در این حالت بیشینه پاسخ به آشکارساز می‌رسد؛ این موقعیت آینه متحرک از شکافنده پرتو را اختلاف مسیر صفر^۴ (ZPD) می‌گویند. اکنون اگر آینه متحرک به اندازه $\lambda/4$ (طول موج تابش) حرکت کند، مسیری که می‌پیماید (شکافنده پرتو - آینه متحرک - شکافنده پرتو) به اندازه $2 \times (\lambda/4)$ یا $\lambda/2$ تغییر می‌کند بنابراین پرتوهای منعکس شده از دو آینه با 180° درجه اختلاف فاز به هم می‌رسند که این ترکیبی با کمترین پاسخ آشکارساز ایجاد می‌کند. اگر آینه متحرک به اندازه $\lambda/4$ دیگر دور شود (جابجا شود) اختلاف مسیر نوری پرتو منعکس شده از آینه متحرک با پرتو منعکس شده از آینه ثابت به اندازه $2 \times (\lambda/2)$ یا همان λ خواهد بود؛ پس پرتوهای هم-فاز مجدد با هم برخورد و بیشینه پاسخ را ایجاد خواهند کرد. آشکارساز در اینجا پاسخ‌های متفاوتی به دست می‌دهد که از رسم تغییرات پاسخ آشکارساز نسبت به زمان می‌توان به تداخل‌گرام^۵ رسید.

4. Zero Path Difference

5. Interferometer

تداخل گرام حامل مقدار زیادی اطلاعات از نمونه در محدوده مادون قرمز است. توسط یک سری عملیات ریاضی که تبدیل فوریه خوانده می‌شوند می‌توان یک تداخلگرام را که نشانگر شدت پاسخ آشکارساز نسبت به زمان است به طیف مادون قرمز تبدیل کرد به طوری که در نهایت شدت پاسخ نسبت به فرکانس قابل مشاهده خواهد بود. [۱۲]

۱ - ۱ - ۲ - ۳ - آشکارساز

یک آشکارساز مادون قرمز را می‌توان یک مبدل دانست که انرژی مادون قرمز را به کمیت قابل اندازه‌گیری دیگری مثل علامت الکتریکی تبدیل می‌کند. دو نوع آشکارساز متداولی که برای طیف-سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه مورد استفاده قرار می‌گیرند کریستال دوتریم تری گلیسین سولفات^۶ و جیوه - کادمیم تلوراید^۷ هستند. (به دلیل پایین بودن زمان عکس‌العمل دیگر آشکارسازهایی که در طیف‌سنجی مادون قرمز پاشنده استفاده می‌شوند در طیف‌سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه کاربردی ندارند). آشکارساز DTGS یک آشکارساز پیروالکترونیک به شمار می‌آید که دارای سرعت پاسخ گویی مناسبی است و این از آن جهت است که این آشکارساز بر اساس اندازه‌گیری میزان تغییرات دما عمل می‌کند نه مقدار دما. آشکارساز MCT از انواع آشکارسازهای فوتونی (یا کوانتومی) است که بر اساس طبیعت کوانتومی تابش عمل می‌کند و همین مسأله باعث شده است که سرعت پاسخ گویی بسیار بالایی داشته باشد. این آشکار ساز برای عمل کردن احتیاج به دمایی در حد ۷۷ K دارد که این دما را توسط نیتروژن مایع تأمین می‌کنند و این در حالی است که DTGS به راحتی در دمای اتاق نیز می‌تواند استفاده شود. به طور کلی آشکارساز MCT سریع تر و حساس تر از DTGS است ، لیکن عمل کردن در دمای بسیار پایین از معایب این آشکار ساز محسوب می‌گردد. [۳۱]

6. DTGS
7. MCT