



روش‌های نوین آزمایشگاهی در علوم و صنایع غذایی

تدوین به روش گردآوری

دکتر سجاد پیرسا

(دانشیار گروه علوم و صنایع غذایی دانشگاه ارومیه)

ایرج کریمی ثانی

(دانشجوی دکتری گروه علوم و صنایع غذایی دانشگاه ارومیه)

پیرسا شیروانه ده، سجاد، ۱۳۵۸-، گردآورنده

TP
۳۷۰
۱۳۹۹/پ
روش‌های نوین آزمایشگاهی در علوم و صنایع غذایی / تدوین به شیوه گردآوری سجاد پیرسا شیروانه ده و ایرج کریمی ثانی؛
ویراستار علمی محمد علیزاده خالدآباد، ویراستار ادبی رحیم کوشش شبستری. - ارومیه: انتشارات دانشگاه ارومیه، ۱۳۹۹

۱۳۹۹ ض، ۳۶۷ص: مصور، جدول، نمودار. - (انتشارات دانشگاه ارومیه، ۲۸۳)

شابک: ۱-۸۶۸۱۷۳-۶۰۰-۹۷۸

نوع منبع: چاپی و الکترونیکی.

کتابنامه.

۱. مواد غذایی - صنعت و تجارت --دستنامه‌های تجاری (Food Industry and Trade -- Laboratory Manuals) ۲.
- مواد غذایی - تجزیه و آزمایش--دستنامه‌های تجاری (Food Analysis -- Laboratory Manuals) ۳. طیف سنجی -
- کاربردهای صنعتی (Spectrum Analysis--Industrial Applications) ۴. کروماتوگرافی-کاربردهای صنعتی
- (Chromatographic analysis--Industrial Applications) الف. کریمی ثانی، ایرج، گردآورنده . ب. عنوان. ج. فروست.

شماره کتابشناسی ملی ۷۲۹۷۲۵۷

رده بندی کنگره: TP ۳۷۰ رده بندی دیویی ۶۶۴



عنوان:	روش‌های نوین آزمایشگاهی در علوم و صنایع غذایی
تدوین به شیوه گردآوری:	دکتر سجاد پیرسا شیروانه ده و ایرج کریمی ثانی
ویراستار علمی:	دکتر محمد علیزاده خالدآباد
ویراستار ادبی:	دکتر رحیم کوشش شبستری
طراح روی جلد:	ساقی وطنی
ناشر:	دانشگاه ارومیه
چاپ اول:	۱۳۹۹
تعداد صفحات:	۳۶۷ص.
شابک:	۱-۸۶۸۱۷۳-۶۰۰-۹۷۸
قیمت:	
انتشارات دانشگاه:	۰۴۴۳۲۷۷۹۹۳۰
	Universitypress@urmia.ac.ir

پیشگفتار

مطالب کتاب روش های نوین آزمایشگاهی در علوم و صنایع غذایی برگرفته از کتاب های روش های آنالیز مواد، استخراج و جداسازی، اسپکتروسکوپی، کروماتوگرافی و شیمی تجزیه دستگاهی (اسگوک، وست، هالر) می باشد که به طور خلاصه منطبق با سرفصل های درس روش های نوین آزمایشگاهی (مخصوص دانشجویان دوره ارشد و دکترای رشته علوم و صنایع غذایی) تدوین شده است. خلاصه هر فصل به طوری که مطالب عمده درس روش های نوین آزمایشگاهی را در بر گیرد بیان شده است. در پایان هر فصل مجموعه مثال ها و سوالات مربوط به آن فصل و نیز سوالات تستی با پاسخ های تشریحی آورده شده است. این مجموعه کتاب علاوه بر اینکه مجموعه کاملی برای یادگیری درس روش های نوین آزمایشگاهی می باشد برای آمادگی کنکور دکترای دانشجویان صنایع غذایی نیز جهت موفقیت در امتحان درسی و کنکور دکتری بسیار مفید می باشد.

شایان ذکر است که علاوه بر دانشجویان رشته صنایع غذایی (مقطع کارشناسی، ارشد و دکتری) دانشجویان سایر گرایش های دانشکده کشاورزی، رشته شیمی، محیط زیست و داروسازی نیز می توانند از این مجموعه استفاده نمایند.

به طور قطع این مجموعه عاری از اشکال نمی باشد. لذا اگر خوانندگان گرامی با اشتباهی روبه رو شدند یا نظر و پیشنهاد اصلاحی داشتند، ما را رهین منت خویش قرار داده و مطلع سازند تا در چاپ های بعدی (انشاءالله) اصلاحات لازم به عمل آید.

سجاد پیرسا شیروانه ده

ایرج کریمی ثانی

پائیز ۱۳۹۹

فهرست مطالب

فصل اول: طیف سنجی جذبی، مرئی = فرابنفش

- ۱-۱- طیف سنجی جذبی، مرئی - فرابنفش ۲
- ۱-۲- ارقام شایستگی یک روش تجزیه دستگاهی ۲
- ۱-۳- نویز ۲
- ۱-۴- انواع نویز ۲
- ۱-۴-۱- نویز گرمایی (نویز سفید یا جانشون) ۲
- ۱-۴-۲- نویز پرتاب (نویز شات) ۳
- ۱-۴-۳- نویز فلیکر ۳
- ۱-۴-۴- نویز محیطی ۳
- ۱-۵- روش های حذف نویز ۳
- ۱-۵-۱- روش میانگین گیری مجموعه ای ۳
- ۱-۵-۲- روش میانگین گیری ۳
- ۱-۵-۳- روش صافی های دیجیتال ۳
- ۱-۶- تابش الکترومغناطیس ۳
- ۱-۷- خصوصیات کلی تابش الکترومغناطیسی ۴
- ۱-۸- پارامترهای موج ۶
- ۱-۹- طیف الکترو مغناطیس ۷
- ۱-۱۰- مفهوم طیف سنجی ۷
- ۱-۱۱- فرایند جذب ۸
- ۱-۱۲- اصول طیف سنجی جذبی ۱۰
- ۱-۱۳- قانون کمی جذب سنجی (قانون بیر - لامبرت) ۱۰
- ۱-۱۴- انحرافات از قانون بیر - لامبرت ۱۱
- ۱-۱۴-۱- انحرافات شیمیایی ۱۱
- ۱-۱۴-۱-۱- پلیمریزه شدن ۱۱
- ۱-۱۴-۱-۲- اثر (pH) ۱۱
- ۱-۱۴-۱-۳- تشکیل چند کمپلکس ۱۲

۱۲.....	۱-۱۴-۱-۴ اثر حلال
۱۲.....	۱-۱۴-۲ انحرافات فیزیکی
۱۲.....	۱-۱۴-۳ انحرافات دستگاهی
۱۳.....	۱-۱۵ قانون بیر- لامبرت برای سیستم‌های چند جزئی
۱۳.....	۱-۱۶ نقطه ایزوبستیک (طول موج هم جذب)
۱۴.....	۱-۱۷ اجزای دستگاه UV-Vis
۱۴.....	۱-۱۸ منبع تابش (Source)
۱۵.....	۱-۱۹ تکفام ساز
۱۵.....	۱-۱۹-۱ صافی یا فیلتر
۱۶.....	۱-۱۹-۱-۱ فیلترهای جذبی
۱۶.....	۱-۱۹-۱-۲ فیلترهای قطع کننده
۱۶.....	۱-۱۹-۱-۳ فیلترهای تداخلی
۱۷.....	۱-۱۹-۲ منشور
۱۸.....	۱-۱۹-۲-۱ پراکندگی زاویه ای در منشور
۱۸.....	۱-۱۹-۲-۲ قدرت تفکیک در منشور (R_p)
۱۸.....	۱-۱۹-۲-۳ پراکندگی خطی (D)
۱۹.....	۱-۱۹-۳ شبکه (گریٹینگ)
۱۹.....	۱-۱۹-۳-۱ گریٹینگ پراش (عبوری)
۱۹.....	۱-۱۹-۳-۲ گریٹینگ بازتابی
۲۰.....	۱-۱۹-۳-۳ پاشندگی گریٹینگ
۲۰.....	۱-۲۰ مقایسه منشور و شبکه
Error! Bookmark not defined.	۱-۲۱ ظرف نمونه
Error! Bookmark not defined.	۱-۲۲ دتکتور
Error! Bookmark not defined.	۱-۲۳ فتوسل (فتوتیوب)
Error! Bookmark not defined.	۱-۲۴ سلول فوتوولتائیک
Error! Bookmark not defined.	۱-۲۵ لوله های فوتو تکثیر کننده یا فوتومولتی پلایر تیوب (PMT)
Error! Bookmark not defined.	۱-۲۶ فوتو دیود آرای
Error! Bookmark not defined.	۱-۲۷ رکورد (الکترونیک سنج)
Error! Bookmark not defined.	۱-۲۸ محاسبه خطای نسبی در اسپکتروسکوپی جذبی

- ۱-۲۹- قانده گزينش در اسپكتروسكوبي مرئي - فرانفش Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۰- اصل فرانك - كندون Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۱- کاربردهای فتومتری Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۱-۱- تعيين نسبت مولى ليگاند به فلز Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۱-۲- روش تغييرات پيوسته (روش Job) Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۱-۳- روش نسبت مولى Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۱-۴- روش نسبت شيبى (روش بيرم) Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۲- تيتراسيون های فوتومتری Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۳- آناليزهای كمى و كیفى Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۴- دستگاه های طيف سنجى مرئى - فرانفش تك پرتوى Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۵- دستگاه های طيف سنجى مرئى - فرانفش دوپرتوى Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۵-۱- اسپكتروفوتومتر دو پرتوى فضايى Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۵-۲- اسپكتروفوتومتر دو پرتوى زمانى Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۶- آزمایش ۱: اسپكتروفوتومتری در ناحیه ماوراء بنفش (UV) Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۷- آزمایش ۲: بررسی قانون بیر- لامبرت Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۸- سؤالات Error! Bookmark not defined.
- ۱-۳۹- مثال ها و مسئله ها Error! Bookmark not defined.

فصل دوم : فلوئورسانس و فسفرسانس مولكولى

- ۲-۱- مقدمه Error! Bookmark not defined.
- ۲-۲- آسایش ارتعاشی (VR) Error! Bookmark not defined.
- ۲-۳- تبدیل درونی (IC) Error! Bookmark not defined.
- ۲-۳-۱- چندگانگی (Multiplicity) Error! Bookmark not defined.
- ۲-۳-۲- تفکیک نابهنگام Error! Bookmark not defined.
- ۲-۳-۳- عبور بین سیستمی (ISC) Error! Bookmark not defined.
- ۲-۴- فسفر سانس Error! Bookmark not defined.
- ۲-۵- بهره کوانتومی فلوئورسانس (Φ) Error! Bookmark not defined.
- ۲-۶- گونه های خاموش کننده Error! Bookmark not defined.
- ۲-۷- منبع تابش فلوئورسانس Error! Bookmark not defined.

۲-۸- مقایسه نشر و فلوئورسانس.....	Error! Bookmark not defined.
۲-۹- مقایسه فلوئورسانس و فسفر سانس.....	Error! Bookmark not defined.
۲-۱۰- عوامل موثر بر افزایش بهره کوانتومی فلوئورسانس.....	Error! Bookmark not defined.
۲-۱۱- عوامل موثر بر کاهش بهره کوانتومی فلوئورسانس.....	Error! Bookmark not defined.
۲-۱۲- انواع فلوئورسانس.....	Error! Bookmark not defined.
۲-۱۳- روابط کمی در فلوئورسانس.....	Error! Bookmark not defined.
۲-۱۴- مثال ها و مسئله ها.....	Error! Bookmark not defined.

فصل سوم: طیف سنجی جذبی مادون قرمز و رامن

۳-۱- اشعه مادون قرمز.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۲- جذب تابش.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۳- نظریه اسپکتروسکوپی جذبی IR.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۴- انواع ارتعاش.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۵- مدل مکانیکی برای ارتعاشات کششی.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۶- قاعده گرینش در IR.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۷- مدل نوسانگر غیر هارمونیک.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۸- محاسبه تراز ارتعاشی ماکزیمم (V_{max}).....	Error! Bookmark not defined.
۳-۹- اجزای انواع مختلف دستگاه برای طیف بین نوری IR.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۰- توضیح قسمت های مختلف دستگاه.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۰-۱- منابع طیف بینی نشری.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۰-۲- منابع خطی.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۰-۳- منابع لیزری.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۰-۴- منابع مادون قرمز.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۱- مونوکروماتورها و فیلترها.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۲- انواع سل در ناحیه IR.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۲-۱- نمونه های جامد.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۲-۲- نمونه های مایع.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۲-۳- نمونه های گازی.....	Error! Bookmark not defined.
۳-۱۳- مقایسه طول سل در ناحیه IR , UV-Vis.....	Error! Bookmark not defined.

Error! Bookmark not defined.....	۳-۱۴ محاسبه طول سل در ناحیه IR
Error! Bookmark not defined.....	۳-۱۵ آشکار سازها
Error! Bookmark not defined.....	۳-۱۵-۱ آشکار سازهای گرمایی
Error! Bookmark not defined.....	۳-۱۵-۲ آشکار سازهای فوتونی یا الکتریکی
Error! Bookmark not defined.....	۳-۱۶ کاربرد قانون بیر - لامبرت در اسپکتروسکوپی IR
Error! Bookmark not defined.....	۳-۱۷ روش خط مبنا برای کار کمی در ناحیه IR
Error! Bookmark not defined.....	۳-۱۸ طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FT-IR)
Error! Bookmark not defined.....	۳-۱۹ قدرت تفکیک در FT-IR
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۰ مزایای FT-IR
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۱ تجزیه کیفی
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۲ ناحیه اثر انگشتی
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۳ طیف سنجی رامان
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۴ قانون انتخاب در رامان
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۵ انواع پراکندگی
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۵-۱ پراکندگی کشسان یا الاستیک
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۵-۲ پراکندگی غیر کشسان
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۶ پدیده های پراکندگی
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۶-۱ پراکندگی می
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۶-۲ پراکندگی تیندال
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۶-۳ پراکندگی رایلی
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۶-۴ پراکندگی رامان
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۷ مقایسه رامان و IR
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۸ قاعده طرد متقابل
Error! Bookmark not defined.....	۳-۲۹ منابع تابش رامان
Error! Bookmark not defined.....	۳-۳۰ مثال ها و مسئله ها
Error! Bookmark not defined.....	۳-۳۱ سؤالات تستی

فصل چهارم: لیزر

Error! Bookmark not defined.....	۴-۱ لیزر :
----------------------------------	------------

- ۲- ۴- جذب القایی.....Error! Bookmark not defined.
- ۳- ۴- نشر القایی.....Error! Bookmark not defined.
- ۴- ۴- نشر خودبخودی.....Error! Bookmark not defined.
- ۵- ۴- سیستم های سه ترازی.....Error! Bookmark not defined.
- ۶- ۴- سیستم چهار ترازی.....Error! Bookmark not defined.
- ۷- ۴- لیزر یاقوت.....Error! Bookmark not defined.
- ۸- ۴- سؤالات کنکور.....Error! Bookmark not defined.

فصل پنجم : طیف سنجی رزونانس مغناطیسی هسته

- ۱- ۵- اساس روش NMR.....Error! Bookmark not defined.
- ۲- ۵- هسته های تولید کننده طیف NMR.....Error! Bookmark not defined.
- ۳- ۵- دستگاه های NMR.....Error! Bookmark not defined.
- ۴- ۵- فرآیند آسایش.....Error! Bookmark not defined.
- ۵- ۵- جا به جایی شیمیایی.....Error! Bookmark not defined.
- ۶- ۵- کوپلاژ (جفت شدن) اسپین- اسپین.....Error! Bookmark not defined.
- ۷- ۵- محاسبه تعداد شاخه ها.....Error! Bookmark not defined.
- ۸- ۵- ثابت کوپلاژ (شکافتگی ظریف) (J).....Error! Bookmark not defined.
- ۹- ۵- انواع طیف.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۰- ۵- راه های ساده کردن طیف های NMR.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۱- ۵- Fully decoupling.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۲- ۵- Off – resonance decoupling.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۳- ۵- اثر هسته ای اورهاووزر (N.O.E).....Error! Bookmark not defined.
- ۱۴- ۵- استفاده از معرف های جا به جایی شیمیایی.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۵- ۵- اثر آنیزوتروپی (ناهمسان گردی) مغناطیسی.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۶- ۵- استاندارد داخلی در H-NMR.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۷- ۵- مقایسه کار کمی در C - NMR و H-NMR.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۸- ۵- مقایسه H-NMR و C - NMR از لحاظ میزان جفت شدگی.....Error! Bookmark not defined.
- ۱۹- ۵- مقایسه حساسیت H-NMR و C - NMR.....Error! Bookmark not defined.
- ۲۰- ۵- FT-NMR.....Error! Bookmark not defined.

۲۱-۵- سؤالات کنکور.....Error! Bookmark not defined.

فصل ششم : اسپکتروسکوپی جذب، نشر و فلوئورسانس اتمی

۱-۶- روش‌های اسپکتروسکوپی اتمی.....Error! Bookmark not defined.

۲-۶- انواع اتم سازها.....Error! Bookmark not defined.

۱-۲-۶- اتم ساز شعله.....Error! Bookmark not defined.

۳-۶- مشعل تمام مصرف کن (مشعل جریان آشفته).....Error! Bookmark not defined.

۲-۲-۶- اتم ساز کوره الکتروترمال.....Error! Bookmark not defined.

۴-۶- اتم سازی در کوره طی سه مرحله.....Error! Bookmark not defined.

۵-۶- کاربرد کوره.....Error! Bookmark not defined.

۶-۶- پلاسما.....Error! Bookmark not defined.

۱-۶-۶- شکل پلاسما.....Error! Bookmark not defined.

۲-۶-۶- مزایای پلاسما.....Error! Bookmark not defined.

۷-۶- قوس الکتریکی.....Error! Bookmark not defined.

۸-۶- جرقه.....Error! Bookmark not defined.

۹-۶- شکاف جرقه زنی.....Error! Bookmark not defined.

۱۰-۶- قوانین حاکم بر توزیع انرژی و ذرات در طیف سنجی اتمی.....Error! Bookmark not defined.

۱-۱۰-۶- قانون توزیع ماکسول - بولتزمن.....Error! Bookmark not defined.

۲-۱۰-۶- قانون اثر جرم.....Error! Bookmark not defined.

۳-۱۰-۶- قانون ساها.....Error! Bookmark not defined.

۴-۱۰-۶- قانون پلانک.....Error! Bookmark not defined.

۵-۱۰-۶- قانون توزیع سرعت ماکسول.....Error! Bookmark not defined.

۱۱-۶- دستگاه جذب اتمی.....Error! Bookmark not defined.

۱۲-۶- منبع تابش در جذب اتمی.....Error! Bookmark not defined.

۱-۱۲-۶- هالو کاتد لامپ.....Error! Bookmark not defined.

۲-۱۲-۶- لامپ تخلیه ای بدون الکتروود.....Error! Bookmark not defined.

۱۳-۶- تکفام ساز.....Error! Bookmark not defined.

۱۴-۶- دتکتورها.....Error! Bookmark not defined.

۱۵-۶- دستگاه نشر اتمی.....Error! Bookmark not defined.

- ۱۶- ۶- منوکروماتورها..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۷- ۶- دتکتورها..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۸- ۶- دستگاه فلوئورسانس اتمی..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۹- ۶- منابع تابش..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۰- ۶- مقایسه جذب و نشر..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۱- ۶- اثر افزایش سرعت - جریان نمونه..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۲- ۶- اثر حلال های آلی..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۳- ۶- دلایل غیر خطی بودن منحنی های تجزیه ای در جذب اتمی..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۴- ۶- روش تولید هیدرید..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۵- ۶- مزاحمت ها..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۶- ۶- مزاحمت های طیفی در روش های جذب اتمی..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۷- ۶- روش های حذف مزاحمت های طیفی..... Error! Bookmark not defined.
- ۲۹- ۶- عوامل پهن شدگی خطوط در جذب اتمی..... Error! Bookmark not defined.
- ۳۰- ۶- کار کمی در اسپکتروسکوپی جذب و نشر اتمی..... Error! Bookmark not defined.
- ۳۱- ۶- مثال ها و مسئله ها..... Error! Bookmark not defined.
- ۳۲- ۶- سؤالات کنکور..... Error! Bookmark not defined.

فصل هفتم : طیف سنجی جرمی

- ۱- ۷- طیف سنجی جرمی..... Error! Bookmark not defined.
- ۲- ۷- اجزای دستگاه طیف سنج جرمی..... Error! Bookmark not defined.
- ۳- ۷- منابع یونش..... Error! Bookmark not defined.
- ۴- ۷- روش یونش الکترونی (EI)..... Error! Bookmark not defined.
- ۵- ۷- یونش شیمیایی (CI)..... Error! Bookmark not defined.
- ۶- ۷- تجزیه کننده های جرمی..... Error! Bookmark not defined.
- ۷- ۷- محاسبه زمان رسیدن گونه به دتکتور..... Error! Bookmark not defined.
- ۸- ۷- محاسبه اختلاف زمان رسیدن دو گونه به دتکتور (Δt)..... Error! Bookmark not defined.
- ۹- ۷- قدرت تفکیک در Mass..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۰- ۷- دتکتورهای Mass..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۱- ۷- نحوه تشخیص یون مولکولی..... Error! Bookmark not defined.

Error! Bookmark not defined..... ۷-۱۲- سؤالات کنکور

فصل هشتم : استخراج

Error! Bookmark not defined..... ۸-۱- استخراج

Error! Bookmark not defined..... ۸-۲- انواع روش های استخراج

Error! Bookmark not defined..... ۸-۳- فرایند کریگ

Error! Bookmark not defined..... ۸-۴- رابطه Bush – Densen

Error! Bookmark not defined..... ۸-۵- سؤالات کنکور

فصل نهم : کروماتوگرافی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱- کروماتوگرافی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۲- انواع کروماتوگرافی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۳- انواع کروماتوگرافی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۴- انواع روش های کروماتوگرافی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۵- کروماتوگرام

Error! Bookmark not defined..... ۹-۶- انواع کروماتوگرافی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۷- اساس دستگاه GLC

Error! Bookmark not defined..... ۹-۸- ستون های کروماتوگرافی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۹- شاخص بازداری کواتس (I)

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۰- انواع پمپ در HPLC

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۱- ستون های کروماتوگرافی مایع

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۲- فازهای ساکن در کروماتوگرافی مایع

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۳- فازهای جذبی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۴- فازهای متحرک در کروماتوگرافی مایعی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۵- نحوه انتخاب فاز مورد نظر

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۶- سیستم تزریق نمونه در HPLC

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۷- راه های حذف گازهای حل شده در فاز متحرک

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۸- پهن شدگی ماورای ستون

Error! Bookmark not defined..... ۹-۱۹- نحوه تهیه ستون های فاز پیوندی

Error! Bookmark not defined..... ۹-۲۰- مسئله عمومی شویش و انواع شویش در HPLC

- ۹-۲۱- انواع رزین ها Error! Bookmark not defined.
- ۹-۲۲- فاکتور تأخیر $[R_f]$ و ارتباط آن با فاکتور ظرفیت $[K']$ Error! Bookmark not defined.
- ۹-۲۳- روابط موجود در کروماتوگرافی Error! Bookmark not defined.
- ۹-۲۴- نظریه های کروماتوگرافی Error! Bookmark not defined.
- ۹-۲۵- معادله وان - دیمتر در GC Error! Bookmark not defined.
- ۹-۲۶- معادله وان - دیمتر در HPLC Error! Bookmark not defined.
- ۹-۲۷- مثال ها و مسئله ها Error! Bookmark not defined.
- ۹-۲۸- سؤالات کنکور Error! Bookmark not defined.

فصل دهم : کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC)

- ۱۰-۱- مقدمه Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۲- کروماتوگرافی مایع Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۳- دستگاه HPLC Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۴- پمپ HPLC Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۵- گاز زدایی Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۶- تزریق نمونه Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۷- ستون HPLC Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۸- کروماتوگرافی دو بعدی Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۹- کروماتوگرافی گاز تفکافت (یا تجزیه در اثر حرارت، تفکافت) Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۱۰- دتکتور Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۱۱- دستگاه ثبت کننده یا کامپیوتر Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۱۲- سیستم تزریق اتوماتیک نمونه به دستگاه Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۱۳- Fraction Collector Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۱۴- آزمایش اندازه گیری آفلاتوکسین M به روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۱۵- محلول PBS: Phosphate Buffer Saline Error! Bookmark not defined.
- ۱۰-۱۶- محلول های استاندارد کالبراسیون Error! Bookmark not defined.

فصل یازدهم : کروماتوگرافی گازی (GC)

- ۱۱-۱- مقدمه Error! Bookmark not defined.
- ۱۱-۲- کروماتوگرافی گازی Error! Bookmark not defined.

- ۳- ۱۱- سیستم کروماتوگرافی گازی..... Error! Bookmark not defined.
- ۴- ۱۱- گاز حامل..... Error! Bookmark not defined.
- ۵- ۱۱- سیستم گاز در دستگاه های کروماتوگرافی..... Error! Bookmark not defined.
- ۶- ۱۱- خلوص و فیلتر گازها..... Error! Bookmark not defined.
- ۷- ۱۱- فیلترهای قابل استفاده در GC..... Error! Bookmark not defined.
- ۸- ۱۱- کنترل شدت جریان گازها..... Error! Bookmark not defined.
- ۹- ۱۱- محل تزریق نمونه..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۰- ۱۱- سپتوم..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۱- ۱۱- دتکتورها..... Error! Bookmark not defined.
- ۱- ۱۱- ۱۱- دتکتور یونیزاسیون شعله ای یا FID..... Error! Bookmark not defined.
- ۲- ۱۱- ۱۱- دتکتور رسانایی یا هدایت گرمایی یا کاتارومتر یا TCD..... Error! Bookmark not defined.
- ۳- ۱۱- ۱۱- دتکتور الکترون ربا (ECD)..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۲- ۱۱- پدیده اوور لودینگ..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۳- ۱۱- پدیده بلیدینگ..... Error! Bookmark not defined.

فصل دوازدهم : طیف سنجی پرتو X و الکترون

- ۱- ۱۲- مقدمه..... Error! Bookmark not defined.
- ۲- ۱۲- معرفی پرتوی ایکس..... Error! Bookmark not defined.
- ۳- ۱۲- ویژگی پرتوهای پرتوی ایکس..... Error! Bookmark not defined.
- ۴- ۱۲- برهم کنش پرتوی ایکس و ذرات..... Error! Bookmark not defined.
- ۵- ۱۲- تداخل امواج..... Error! Bookmark not defined.
- ۶- ۱۲- قانون براگ..... Error! Bookmark not defined.
- ۷- ۱۲- اجزای دستگاه پرتو X..... Error! Bookmark not defined.
- ۸- ۱۲- منابع تابش پرتو X..... Error! Bookmark not defined.
- ۹- ۱۲- انواع طیف های ایجاد شده از پرتو ایکس..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۰- ۱۲- تجزیه گر در X-ray..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۱- ۱۲- قانون براگ..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۲- ۱۲- قانون بیر در X-ray..... Error! Bookmark not defined.
- ۱۲- ۱۳- تحلیل کیفی داده ها..... Error! Bookmark not defined.

Error! Bookmark not defined..... ۱۲-۱۴- تحلیل کمی داده ها

Error! Bookmark not defined..... ۱۲-۱۵- تست ها

فصل سیزدهم : آنالیز کمی Quantity Analysis

Error! Bookmark not defined..... ۱۳-۱- مراحل انجام یک آنالیز کمی توسط GC

فصل چهاردهم : الکتروفورز

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۱- آزمایشی در فضای تعلیق معرفی دستگاه الکتروفورز

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۲- الکتروفورز موئین

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۳- مبانی الکتروفورز

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۴- اثر عوامل الکتریکی

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۵- اثر سیستم های بافری و pH

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۶- اثر حرارت بر الکتروفورز

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۷- الکتروفورز با ژل پلی آکریل آمید

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۸- نحوه ایجاد منافذ با اندازه های متفاوت

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۹- تاریخچه الکتروفورز دوبعدی

Error! Bookmark not defined..... ۱۴-۱۰- آزمایشی در فضای تعلیق

Error! Bookmark not defined..... منابع

فصل اول

طيف سنجى جذبى، مرئى - فرابنفش

۱-۱- طیف سنجی جذبی، مرئی - فرابنفش

طیف سنجی اشعه ماوراء بنفش قابل روئیت یا اسپکتروفتومتر اشعه ماوراء بنفش قابل روئیت به طیف سنجی جذب یا اسپکتروسکوپی بازتابش در محدوده طیف اشعه ماوراء بنفش قابل روئیت اشاره دارد. این بدان معنی است که نور در ناحیه مرئی و مجاور (نزدیک اشعه ماوراء بنفش و نزدیک مادون قرمز) استفاده می‌شود. در این محدوده از طیف الکترومغناطیسی، مولکول‌های تحت انتقال الکترونیکی است. این روش مکمل طیف سنجی فلورسانس است، در مقدار فلورسانس با انتقال از حالت برانگیخته به حالت پایه در حالی که جذب با انتقال از حالت پایه به حالت برانگیخته اندازه‌گیری می‌شود، می‌باشد. طیف سنجی مرئی - فرابنفش یکی از تکنیک‌های مورد استفاده در علوم تجربی برای دریافت اطلاعات علمی و عملی، با استفاده از برهم کنش نور و ماده طیف سنجی و طیف بینی می‌باشد. در طیف سنجی باریکه‌ای از نور (پرتو) را به ماده مورد نظر می‌تابانیم و با بررسی نور بازتابشی یا جذبی یا نشری به دریافت اطلاعات می‌پردازیم. طیف الکترومغناطیس حاوی گستره از طول موج هاست. هر ناحیه از این طیف نام ویژه‌ای دارد. مانند فروسرخ، فروسرخ دور، فروسرخ نزدیک و تابش ایکس. گستره $400-800\text{ nm}$ به گستره مرئی و $400-200\text{ nm}$ به گستره فرابنفش (بسامد بیشتر از نور بنفش) نامیده می‌شود.

۱-۲- ارقام شایستگی یک روش تجزیه دستگاهی

مفاهیمی که باید در ارتباط با روش‌های دستگاهی و مقایسه آنها با یکدیگر باید فرا گرفته شوند، به صورت ارقام شایستگی معرفی می‌گردند. نظیر دقت، انحراف استاندارد، دامنه، صحت، حد تشخیص، رنج خطی، حساسیت، قابلیت آشکار سازی، واریانس، خطای نسبی و ...

۱-۳- نويز

نویز در یک اندازه‌گیری طیف نورسنجی (اسپکتروفتومتری) به تغییرات تصادفی در خروجی یک طیف نورسنج در اثر افت و خیزهای کنترل ناپذیر در مدارهای الکترونیکی، منابع توان، منابع و وسایل قرائت اشاره دارد. نویز طیف نورسنجی همچنین از عدم قطعیت‌های مربوط به جای گذاری سلول و از تغییرات کنترل ناپذیری که بر رفتار شیمیایی سیستم تحت بررسی اثر دارند، ناشی می‌شود.

۱-۴- انواع نویز

۱-۴-۱- نویز گرمایی (نویز سفید یا جانسون)

اغتشاشی است که در دو سر هر رسانا به وجود می‌آید و منشأ آن جا به جایی الکترون‌ها در اثر انرژی گرمایی است. دامنه این نوع نویز با جذر فرکانس رابطه مستقیم دارد.

۱-۴-۲- نویز پرتاب (نویز شات)

هنگامی به وجود می آید که یک وقفه یا فضای خالی در جریان عبور بارهای الکتریکی از مسیر یک نیمه رسانا ایجاد شود. دامنه این نوع نویز با جذر فرکانس رابطه مستقیم دارد.

۱-۴-۳- نویز فلیکر

منشأ این نوع نویز هنوز دقیقاً شناخته نشده است ولی با افزایش فرکانس کاهش می یابد، از این رو به آن نویز صورتی می گویند و در فرکانس های کمتر از ۱۰۰ Hz بیشترین قدرت را دارد.

۱-۴-۴- نویز محیطی

این نوع نویز محیط کار را مشخص می کند. در واقع این نوع نویز تأثیر تجزیه گر را که خود به عنوان آنتن امواج الکترومغناطیس را می گیرد و به علامت الکتریکی تبدیل می کند، کاملاً مشخص می سازد.

۱-۵- روش های حذف نویز

۱-۵-۱ روش میانگین گیری مجموعه ای

در این روش، طیف حاصل از جزء مورد اندازه گیری، بارها و بارها به دست آمده و نقطه به نقطه با یکدیگر جمع و میانگین گیری می شود.

میانگین نویزها از رابطه: $N_n = \frac{N}{\sqrt{n}}$ و میانگین علائم مورد نظر از رابطه: $S_n = \frac{S}{n}$ به دست می آید که در آن N تعداد دفعات آزمایش است و با افزایش آن بر طبق رابطه زیر نسبت $\frac{S}{n}$ افزایش می یابد.

$$\frac{S}{n} = \frac{1}{RSD}$$

با افزایش $\frac{S}{n}$ حد تشخیص بهبود می یابد (کاهش می یابد) که پدیده ای مطلوب می باشد.

۱-۵-۲ روش میانگین گیری

۱-۵-۳ روش صافی های دیجیتال

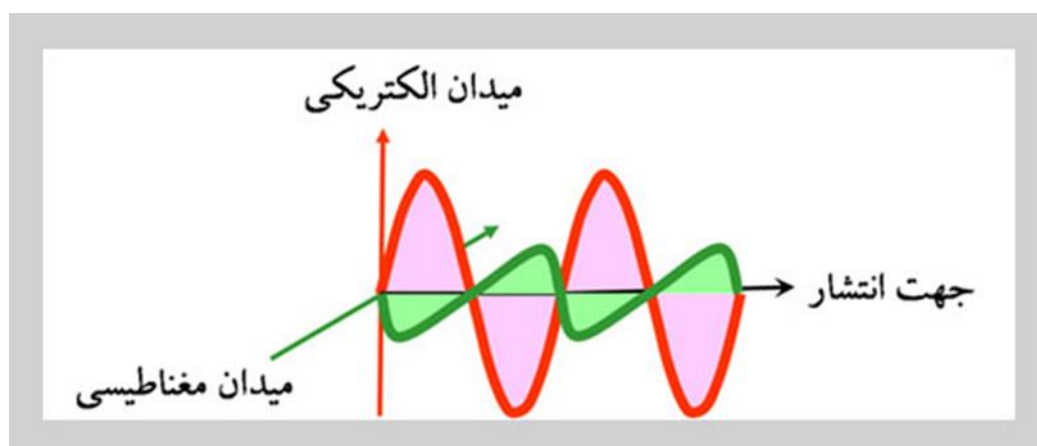
۱-۶- تابش الکترومغناطیس

مطالعه برهم کنش تابش الکترومغناطیسی با ماده اسپکتروسکوپی، " تابش الکترومغناطیس " نامیده می شود. تابش الکترومغناطیسی که با مؤلفه هایی همچون طول موج، فرکانس و سرعت مشخص می شود، دارای یک خاصیت دوگانه ذره و موج است. در حقیقت می توان تابش الکترومغناطیسی را به صورت ذرات مجزا به نام فوتون در نظر گرفت که انرژی آنها متناسب با فرکانس تابش است. طیف الکترومغناطیسی، امواج رادیویی تا پرتوهای گاما را در بر می گیرد که بر حسب فرکانس آنها به نام های گوناگونی خوانده می شوند. به عبارت دیگر

تابش الکترومغناطیس یکی از انواع انرژی است که می‌تواند در فضا و با سرعت نور حرکت کند. بعضی از خواص این تابش نظیر پراش، شکست نور و تداخل امواج توسط مدل موجی و برخی نظیر جذب و نشر توسط مدل ذره ای توجیه می‌شود. یک موج الکترومغناطیس از دو جزء میدان الکتریکی و میدان مغناطیسی در حال نوسان و عمود بر هم تشکیل می‌شود که در برهم‌کنش با الکترون‌های ماده، تنها مؤلفه میدان الکتریکی تابش الکترومغناطیس شرکت می‌کند.

۷-۱- خصوصیات کلی تابش الکترومغناطیسی

اسپکتروسکوپی^۱ علمی است که برهم‌کنش تابش الکترومغناطیسی^۲ با ماده را مورد مطالعه قرار می‌دهد. در این‌گونه برهم‌کنش‌ها تابش الکترومغناطیسی را می‌توان به عنوان مجموعه‌ای از بسته‌های انرژی مجزا به نام فوتون^۳ در نظر گرفت. همچنین تابش الکترومغناطیسی علاوه بر خاصیت ذره‌ای دارای خاصیت موجی نیز هست. این خصوصیت دوگانه تابش الکترومغناطیسی به عنوان ذره و موج، نه تنها متناقض یکدیگر نیست، بلکه مکمل یکدیگر نیز هستند. بر اساس تئوری موجی، تابش الکترومغناطیسی از دو مؤلفه میدان الکتریکی و میدان مغناطیسی ساخته شده است. این میدان‌ها در حال انتشار موج در محیط، بر یکدیگر و همچنین بر جهت پیشروی موج عمود هستند (شکل ۱-۱).



شکل ۱-۱- میدان‌های الکتریکی و مغناطیسی تابش الکترومغناطیسی

میدان الکتریکی تابش الکترومغناطیسی باعث به وجود آمدن پدیده‌هایی مانند عبور^۴، انعکاس^۵، انکسار یا شکست^۶ و جذب^۷ در هنگام برهم‌کنش با ماده می‌شود. میدان مغناطیسی تابش الکترومغناطیسی نیز در فرآیند جذب امواج مربوط به فرکانس‌های رادیویی در رزونانس مغناطیسی هسته‌ای^۸ مؤثر است، بنابراین در اینجا تنها میدان الکتریکی تابش الکترومغناطیسی به علت مؤثر بودن در پدیده‌های فوق مورد بررسی قرار می‌گیرد.

¹ Spectroscopy

² Electromagnetic radiation

³ Photon

⁴ Transmission

⁵ Reflection

⁶ Refraction

⁷ Absorption

⁸ Nuclear Magnetic Resonance

گیرد. شکل (۱-۲) مؤلفه های مرتبط با میدان الکتریکی را نشان می دهد. دامنه موج ^۹ (A)، طول بردار میدان الکتریکی تا نقطه بیشینه ^{۱۰} موج است. زمان لازم در واحد ثانیه برای عبور ۲ بیشینه یا ۲ کمینه متوالی از ۱ نقطه ثابت در فضا، دوره ^{۱۱} (p) نامیده می شود. در حقیقت p، زمان لازم برای یک نوسان کامل موج است. طول موج (λ) مسافت بین ۲ قله یا ۲ دره متوالی (دو بیشینه یا دو کمینه متوالی) است که واحد آن معمولاً واحدهای مشتق شده از متر است. بسامد ^{۱۲} (فرکانس) تعداد نوساناتی است که میدان مغناطیسی در واحد زمانی ثانیه انجام می دهد و با هرتز (Hz) اندازه گیری می شود. فرکانس برابر با معکوس p است. عدد موجی ^{۱۳} (σ) یک راه دیگر برای توصیف تابش الکترومغناطیسی است. عدد موجی عکس طول موج است و واحد آن (cm^{-1}) است. عدد موجی یک معیار مناسب است، چرا که با فرکانس و همچنین انرژی پرتو تابش نسبت مستقیم دارد. توان ^{۱۴} تابش (P)، انرژی باریکه ای از موج است که در هر ثانیه به سطح معینی می رسد. شدت ^{۱۵} (I)، توان در واحد زاویه فضایی است. این کمیت ها با مجذور دامنه (A) مرتبط هستند. می توان انرژی یک فوتون را به طول موج و فرکانس آن ربط داد. (معادله ۱).

$$E^* - E_0 = h\nu = h(c/\lambda)$$

که در آن E انرژی با واحد ژول (J)، ν فرکانس (Hz, s^{-1})، h ثابت پلانک (6.63×10^{-34} ژول ثانیه)، C سرعت نور (3.0×10^8 متر بر ثانیه در خلأ) و λ طول موج (m) تابش الکترومغناطیسی است. فرکانس یک پرتو، تنها وابسته به منبع تابش آن است و بدون تغییر باقی می ماند. در مقایسه، سرعت تابش بستگی به محیطی دارد که پرتو از آن عبور می کند. طول موج تابش هم بستگی به خصوصیات محیطی دارد که از آن عبور می کند. شکل ۱-۲ تغییرات در طول موج هنگام عبور تابش از هوا به شیشه و برعکس را نشان می دهد. سرعت انتشار تابش الکترومغناطیسی با ورود به محیط های مادی نسبت به خلأ کاهش می یابد. این پدیده به علت برهم کنش میدان الکترومغناطیسی تابش با الکترون های پیوندی موجود در ماده رخ می دهد.

⁹ Amplitude

¹⁰ Maximum

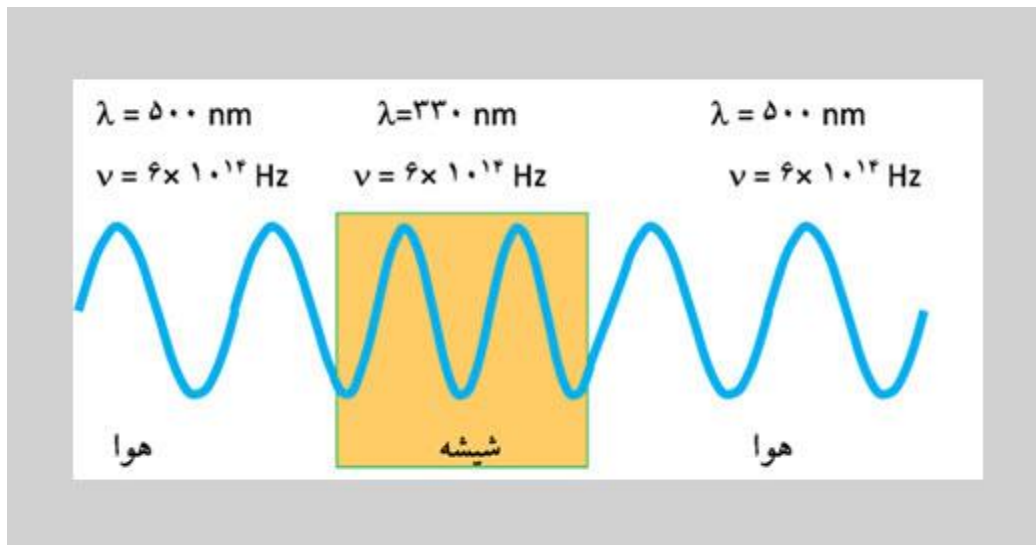
¹¹ Period

¹² Frequency

¹³ Wavenumber

¹⁴ Power

¹⁵ Intensity



شکل ۱-۲- تغییر در طول موج هنگام عبور از محیط‌های مختلف

۸-۱- پارامترهای موج

(۱) فرکانس (ν): تعداد نوسانات میدان در هر ثانیه است و تنها توسط منبع تابش تعیین می شود و هیچ ارتباطی به محیط ندارد.

(۲) طول موج (λ): فاصله خطی بین دو ماکزیمم یا مینیمم متوالی یک موج است.

(۳) سرعت انتشار موج (V): سرعتی است که در آن جبهه موج از درون یک محیط مادی عبور می کند.

- طول موج و سرعت انتشار موج به محیطی که تابش از آن عبور می کند و فرکانس تابش بستگی دارند.

(۴) عدد موج ($\bar{V}$): تعداد موج ها در سانتی متر است. واحد آن cm^{-1} می باشد.

(۵) توان (P): مقدار انرژی یک دسته شعاع تابش است که به یک سطح معین در هر ثانیه می رسد.

(۶) شدت (I): توان در یک واحد زاویه فضایی است.

(۷) ضریب شکست (n)

- ضریب شکست یک محیط مقیاسی از تأثیر متقابل آن با تابش است و توسط رابطه زیر تعریف می شود.

$$n_i = \frac{C}{V_i}$$

- با توجه به رابطه فوق، ضریب شکست در خلأ برابر واحد و برای هر محیط مادی بزرگ تر از واحد است.

- ضریب شکست با طول موج رابطه عکس دارد.

$$n \propto \frac{1}{\lambda}$$

$$\lambda' = \frac{\lambda}{n}$$

λ' : طول موج در محیط با ضریب شکست n

λ : طول موج در خلأ

۹-۱- طیف الکترو مغناطیس

محدوده‌ای از امواج رادیویی تا اشعه کیهانی را در بر می‌گیرد.

اشعه کیهانی - پرتو γ - پرتو X - تابش فرابنفش - تابش مرئی - تابش زیر قرمز - تابش ریزموج - تابش رادیویی

۱۰-۱- مفهوم طیف سنجی

طیف سنجی جذبی مرئی - فرابنفش (UV-Vis) روش های طیف سنجی بر اساس برهم کنش تابش الکترومغناطیسی با ماده بنیان گذاری شده است و چون امواج الکترومغناطیس، حاصل کاهش سرعت ذرات با بار الکتریکی است، بنابراین توسط ماده جذب می شود و سبب افزایش سرعت ذرات می گردد. علاوه بر این انرژی نورانی در برهم کنش با ماده و جذب آن توسط ماده، باعث برانگیختن ماده به ترازهای انرژی بالاتر می گردد. بنابراین بسته به شدت و قدرت انرژی وارده به ذره با ماده برهم کنش می کند و پدیده خاصی را سبب می گردد که اساس اندازه گیری هایی نظیر اسپکتروفتومتری را تشکیل می دهد و می تواند شامل کلیه نواحی طیف الکترومغناطیس از اشعه گاما و ناحیه مرئی تا امواج رادیویی باشد. در این رابطه، روش های جذب، نشر، شکست، پراش^{۱۶} و پلاریزه شدن نور را می توان مورد توجه قرار داد که مهم ترین آنها روش های اسپکتروفتومتری جذبی و نشری و فلورسانس است. کلمه طیف سنجی به معنای جداسازی، کشف و ثبت تغییرات انرژی هسته های اتم ها، یون ها و یا مولکول ها است. طیف سنجی شاخه ای از علم فیزیک است که در همه روش های آن از طریق اندازه گیری طیف ها، برهم کنش تشعشعات الکترومغناطیس با سطوح انرژی کوانتایی ماده مورد بررسی قرار می گیرد.

طیف سنجی شامل روش هایی است که در آنها با استفاده از یک تابش نورانی، غلظت و ماهیت یک یا چند گونه در محلول، شناسایی می شود. این طیف سنجی دارای محدوده طول موج ۵۰-۸۰۰ نانومتر می باشد که در این ناحیه بسیاری از ترکیبات آلی و معدنی کاملاً شفاف بوده و هیچ جذبی نشان نمی دهند. این ناحیه از طیف سنجی، به سه قسمت تقسیم می شود:

۱- ماوراء بنفش خلأ^{۱۷}: این ناحیه، شامل پرتوهای نورانی با طول موج ۲۰۰-۵۰ نانومتر بوده و به علت جذب اکسیژن در این ناحیه، تمام مراحل تجزیه باید در شرایط خلأ انجام شود.

۲- ماوراء بنفش نزدیک^{۱۸}: شامل پرتوهای نورانی با طول موج ۴۰۰-۲۰۰ نانومتر می باشد.

۳- ناحیه مرئی^{۱۹}: شامل پرتوهای نورانی از ۸۰۰-۴۰۰ نانومتر است.

عامل جذب در ناحیه UV-Vis از انتقال الکترون های پیوندی و غیر پیوندی حاصل می شود.

جذب ناحیه UV-Vis از طریق انتقال الکترونی صورت می گیرد.

¹⁶ Diffraction

¹⁷ vacume UV

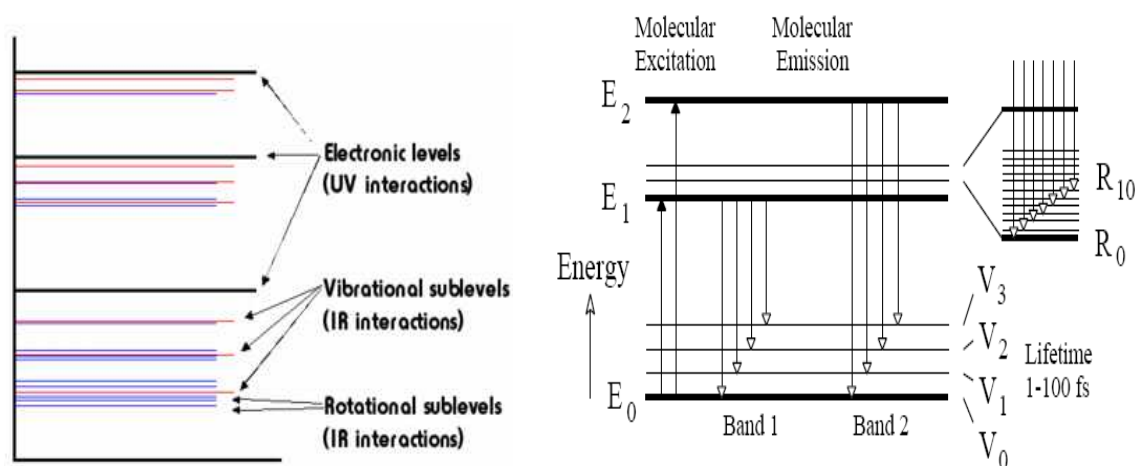
¹⁸ near UV

¹⁹ visible

۱۱-۱- فرآیند جذب

طول موج نور مرئی بیشتر و در نتیجه انرژی آن کمتر از UV است. در اثر تابش نور به ماده در آن نقل و انتقالات الکترونی صورت می گیرد، الکترون ها تحریک می شوند و به سطوح انرژی بالاتر می روند. بسته به ساختمان شیمیایی جسم، نقل و انتقالات الکترونی مختلفی می تواند صورت گیرد و محل جذب بستگی به ساختمان شیمیایی ماده دارد. بنابراین از $\lambda_{\max}$ برای شناسایی مواد استفاده می شود که طول موجی است که در آن حداکثر جذب صورت می گیرد و برای تعیین غلظت جسم مجهول $\lambda_{\max}$ به نمونه تابیده می شود. مقدار جذب از قوانین جذب بیر-لامبرت^{۲۰} پیروی می کند و از رابطه $A = \epsilon bc$ محاسبه می شود. معمولاً در محدوده ای که جذب با غلظت رابطه خطی دارد، تعیین مقدار انجام می شود. اگر غلظت نمونه و استاندارد به هم نزدیک باشد و غلظت ها هم در محدوده خطی باشند، می توان با استفاده از تناسب $\frac{A}{c} = \frac{A}{c}$ محاسبات را انجام داد. نور فقط زمانی توسط ماده جذب می شود که انرژی آن متناسب با برخی از سطوح انرژی ماده باشد. تغییراتی که در اثر جذب انرژی در ماده می تواند رخ دهد، عبارت اند از: الکترونیکی، ارتعاشی و چرخشی.

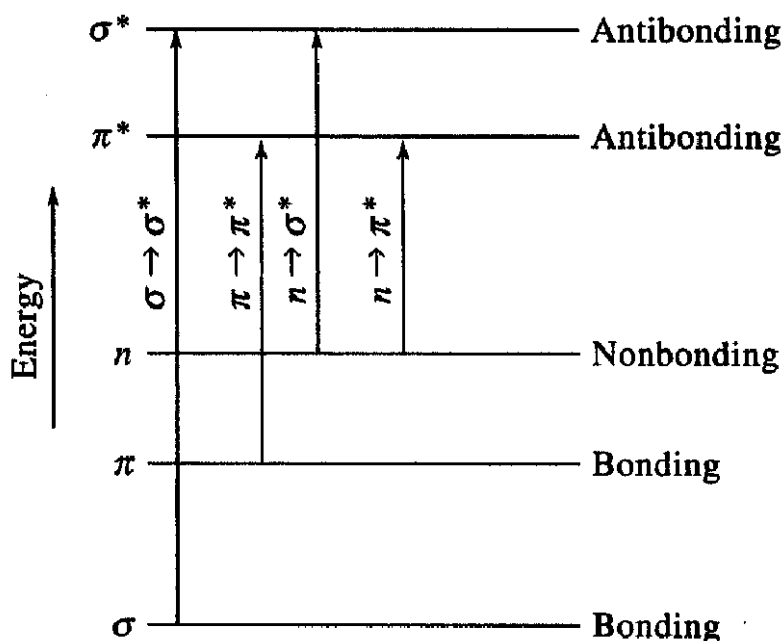
- هر سطح انرژی الکترونی تشکیل شده از یک سری سطوح ارتعاشی.
- به همین ترتیب هر سطح ارتعاشی تشکیل شده از یک سری سطوح انرژی چرخشی.



شکل ۱-۳- سطوح انرژی الکترونی

انتقالات الکترونی را به سه دسته می توان تقسیم کرد:

- (۱) الکترون های پیوندهای σ ، π ، n
- (۲) انتقالاتی که مربوط به الکترون های d و f فلزات واسطه هستند.
- (۳) الکترون های انتقال بار



شکل ۱-۴- انتقال‌های الکترونی

از میان انتقال‌های مربوط به دسته اول، از بین پیوندها، پایدارترین‌تر از انرژی مربوط به σ ، سپس تراز π و در آخر، تراز n می‌باشد. ترازهای ضدپیوندی π^* و σ^* در بالاترین سطح انرژی قرار دارند. در هیدروکربن‌های اشباع، انتقال فقط $\sigma \rightarrow \sigma^*$ ، در ترکیباتی که پیوند دوگانه (نظیر آلکن‌ها و آلکین‌ها) وجود دارد جذب از نوع $\pi \rightarrow \pi^*$ ، در الکل‌ها، جذب $n \rightarrow \sigma^*$ و در ترکیبات کربونیل‌دار جذب $n \rightarrow \pi^*$ وجود دارد. در ترکیبات کربونیل‌دار که انتقال از نوع $n \rightarrow \pi^*$ وجود دارد، هرگاه حلال را از کلروفرم (حلال آلی) به حلال‌های قطبی تغییر دهیم منطقه جذب تغییر کرده و به سمت طول موج‌های کوتاه‌تر می‌رود. وقتی حلال قطبی می‌شود حلال می‌تواند با تراز پایه (در اینجا n) تأثیر متقابل داشته باشد و فاصله دو تراز بیشتر شود و جذب به سمت طول موج‌های کوتاه‌تر یا انرژی‌های بزرگ‌تر شیف‌ت کند که به این اثر هیپسوکرومی^{۲۱} یا جابه‌جایی آبی^{۲۲} گویند. هر چه به سمت طول موج‌های آبی‌تر رویم، طول موج بیشتر می‌شود. جذب مربوط به انتقال $\pi \rightarrow \pi^*$ در حضور حلال‌های قطبی به سمت طول موج‌های بزرگ‌تر شیف‌ت پیدا می‌کند (زیرا اوربیتال تهییجی π^* سطح انرژی خود را کاهش می‌دهد و تفاوت سطوح انرژی π و π^* کم می‌شود) که به این اثر بسوکرومیک^{۲۳} یا جابجایی قرمز^{۲۴} گویند.

اکسوکروم^{۲۵} گروهی است که در ناحیه ماوراء بنفش - مرئی (UV-Vis) جذبی ندارد ولی موجب جابه‌جایی جذب رنگ‌سازها به سمت طول موج‌های بلندتر می‌شود و شدت جذب را افزایش می‌دهد. مثلاً جذب فنل نسبت به بنزن در طول موج‌های بلندتر اتفاق می‌افتد.

²¹ hypsochromic

²² blue shift

²³ bathochromic

²⁴ red shift

²⁵ auxochrome

کانژوگه شدن موجب می شود که انتقالات $\pi \rightarrow \pi^*$:

- ✓ به سمت طول موج های بلندتر شیفت یابد.
- ✓ مقادیر ϵ افزایش یابد.
- ✓ انتقالات $n \rightarrow \pi^*$ نیز به سمت طول موج های بلندتر شیفت انجام دهد.

۱۲-۱ اصول طیف سنجی جذبی

هر چه تعداد گونه های جذب نور در مقابل پرتو نورانی بیشتر باشد جذب نور افزایش خواهد یافت. به علاوه هر چه گونه جذب نور با پرتوی نورانی، موثرتر عمل کند جذب نور فزونی خواهد یافت. قانون بیر - لامبرت ارتباط بین مقدار جذب و عوامل مذکور را بیان می کند.

$$A = \epsilon.b.C$$

A: جذب (بدون واحد)

ϵ : ضریب جذب مولی ($\text{lit.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$)

C: غلظت (mol.lit^{-1})

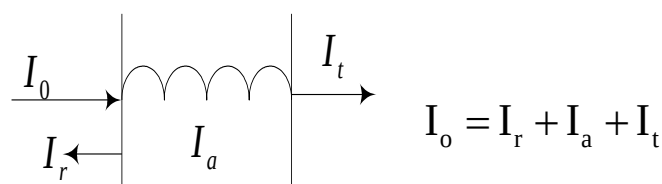
b: ضخامت سل (Cm)

ضریب جذب مولی (ϵ) ثابتی است که تابع پارامترهای محیط نیست و فقط به ماهیت گونه آنالیت و طول موج مورد مطالعه بستگی دارد.

۱۳-۱ قانون کمی جذب سنجی (قانون بیر - لامبرت)

(۱) این قانون خاص اسپکتروسکوپی جذبی است نه نشری.

(۲) این قانون علاوه بر محلول ها در مورد جامدات و گازها نیز صادق است.



شکل ۱-۵- قانون کمی جذب سنجی

I_r : مقدارش ناچیز بوده و به کمک محلول بلانک قابل حذف شدن است.

$$T = \frac{I_t}{I_0}$$

عبور

$$\%T = \frac{I_t}{I_0} \times 100$$

درصد عبور

- در صورت وجود تابش سرگردان (I_s) که منشأ آن غیر از منبع تابش است، رابطه فوق به صورت زیر اصلاح می شود:

رابطه بین میزان جذب و عبور:

$$\%T = \frac{I_t + I_s}{I_0 + I_s} \times 100$$

$$\frac{I_0}{I_t} = 10^{\epsilon b C}$$

$$\log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon b C$$

$$\begin{cases} -\log T = \epsilon b C \\ A = -\log T \end{cases} \Rightarrow A = \epsilon b C$$

اگر محلول شفاف باشد:

$$A = 0 \Rightarrow T = 100\%$$

اگر محلول کدر باشد:

$$A = \infty \Rightarrow T = 0\%$$

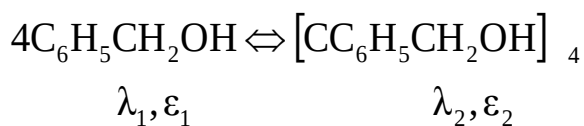
قانون بیر-لامبرت در موارد زیر صادق نیست

- وقتی بین حلال و حل شونده کمپلکس ایجاد شود.
- تراز الکترونی پایه و برانگیخته با یکدیگر در تبادل حرارتی باشند.
- بر اثر جذب نور، نمونه، فلورسانس یا فسفرسانس ایجاد کند.
- نمونه، با جذب نور، واکنش فتوشیمیایی داشته باشد.

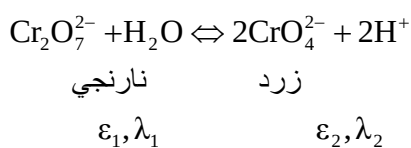
۱-۱۴- انحرافات از قانون بیر - لامبرت

۱-۱۴-۱- انحرافات شیمیایی

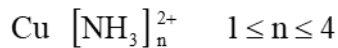
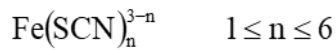
۱-۱۴-۱-۱- پلیمریزه شدن



۱-۱۴-۱-۲- اثر (pH)



۳-۱-۱۴-۱- تشکیل چند کمپلکس



۴-۱-۱۴-۱- اثر حلال

✓ نمونه غیر قطبی: $\lambda_{\max}$ در ناحیه UV-Vis در حلال های غیر قطبی یکسان است.

✓ نمونه قطبی: $\lambda_{\max}$ ، ϵ در حلال های مختلف متفاوت است.

۲-۱-۱۴-۱- انحرافات فیزیکی

(۱) رنگ برخی از بلورها نظیر تورمالین (سیلیکات مضاعف آلومینیوم و بور) در حول محورهای مختلف آن متفاوت است. به عبارت دیگر، رنگ این اجسام بر حسب قطرشان فرق می کند.

(۲) شناساگر برو موکرزول ارغوانی در محلول غلیظ به رنگ قرمز و در محلول رقیق، ارغوانی است.

(۳) وابستگی ϵ به ضریب شکست.

قانون بیر - لامبرت برای صادق بوده و در محلول های غلیظ ضریب شکست تغییر می کند و باید ϵ را با رابطه زیر جایگزین نمود.

$$\epsilon' = \frac{n\epsilon}{[n^2 + 2]^2}$$

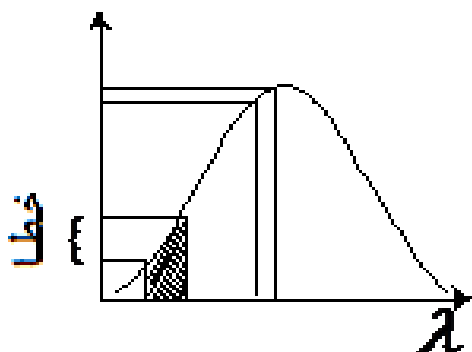
- تغییر ضریب جذب با تغییر غلظت یا ضریب شکست محلول را اصطلاحاً انحراف حقیقی از قانون بیر- لامبرت گویند.

۳-۱-۱۴-۱- انحرافات دستگاهی

- تک فام نبودن نور
- آلودگی سل ها
- خطی نبودن جریان حاصل از فتوسل با نور
- تغییرات در مقدار الکتریسیته
- تغییر دما

- انحرافات دستگاهی همواره به خطای جذب منفی از قانون بیر - لامبرت منجر می شوند.

- قانون بیر - لامبرت فقط برای نور تک فام صادق است، ولی از آنجا که طبق اصل عدم قطعیت تاکنون امکان دستیابی به نور تک فام میسر نشده است، بهتر است اندازه گیری ها در $\lambda_{\max}$ انجام شود. چرا که در این شرایط مطابق منحنی زیر میزان خطا کمتر است.



شکل ۱-۶- منحنی نمایش میزان خطا در طول موج های مختلف

- در $\lambda_{\max}$ میزان خطا بسیار کم است. در واقع علت استفاده از $\lambda_{\max}$ حصول حساسیت بیشتر و انحرافات کمتر از قانون بیر - لامبرت است.

۱۵-۱- قانون بیر لامبرت برای سیستم های چند جزئی

$$\lambda_1 : A = A_1 + A_2 = \epsilon_1 b C_1 + \epsilon_2 b C_2$$

$$\lambda_2 : A = A_1 + A_2 = \epsilon_1 b C_1 + \epsilon_2 b C_2$$

هر گونه ای در $\lambda_{\max}$ خودش ضریب جذب بزرگ تری دارد.

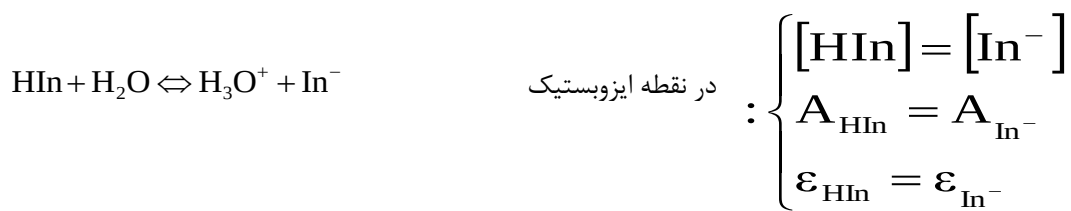
$$\epsilon_1^{\lambda_1} > \epsilon_2^{\lambda_1} \quad \epsilon_2^{\lambda_2} > \epsilon_1^{\lambda_2}$$

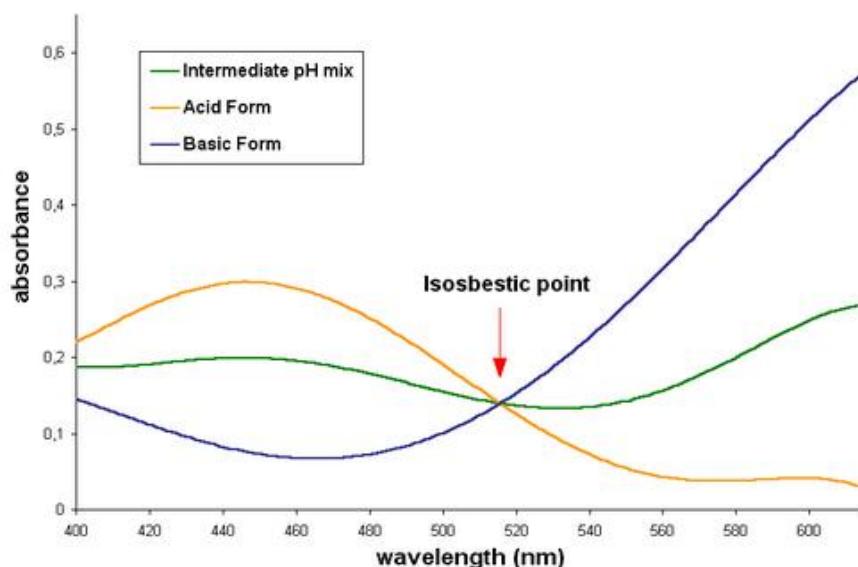
و یا بطور کلی:

$$A_t = \sum_{i=1}^n A_i = b \sum_{i=1}^n \epsilon_i C_i$$

۱۶-۱- نقطه ایزوبستیک (طول موج هم جذب)

طول موجی است که در آن دو گونه جاذب در حال تعادل مقدار ϵ برابر دارند. در واقع نقطه ایزوبستیک نشان دهنده وجود دو جزء جذب کننده قابل تبدیل به یکدیگر است که مقدار کل آنها ثابت می باشد. در نقطه ایزوبستیک قانون بیر - لامبرت صادق است.



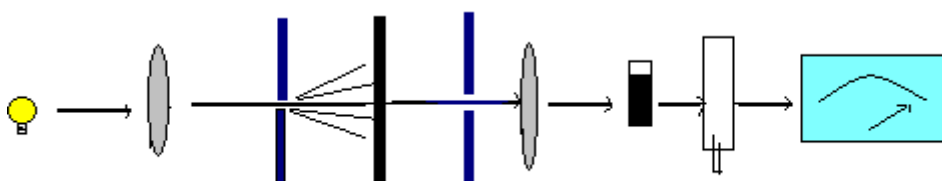


شکل ۱-۷- نقطه ایزوبستیک

۱-۱۷ اجزای دستگاه UV-Vis

اسپکتروفتومتر از دو بخش اسپکترومتر و فتومتر تشکیل شده است. اسپکترومتر بخشی است که نور منوکروم را ایجاد می کند و دارای منبع نور، عدسی، شکاف ها، منوکروماتور (صافی، منشور یا گریتینگ^{۲۶}) می باشد. بخش فتومتر دارای اسباب سنجش نور می باشد.

۱-۱۷-۱- فتومتر: مختص ناحیه مرئی بوده و در آن به عنوان منوکروماتور از فیلتر یا صافی استفاده می شود. ۱-۱۷-۲- اسپکتروفتومتر: که در آن به عنوان منوکروماتور از منشور یا گریتینگ استفاده می شود و برای نواحی مرئی، فرابنفش و زیر قرمز قابل استفاده است.



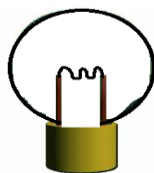
ثبات → دتکتور → سل → منوکروماتور → منبع تابش

شکل ۱-۸- شماتیک دستگاه اسپکتروسکوپی مرئی - فرابنفش

۱-۱۸- منبع تابش (Source)

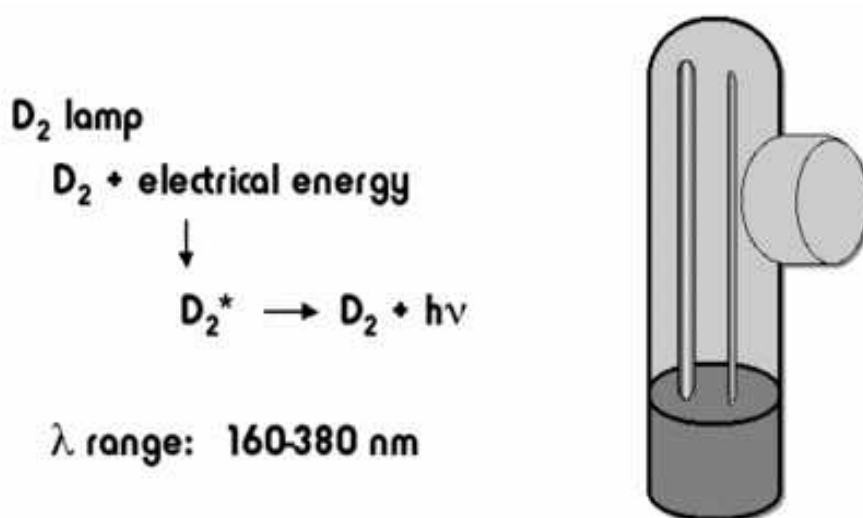
منبع تابش در ناحیه Vis لامپ تنگستن است که برای طولانی شدن عمر آن به آن مقداری ید می افزایند و به آن لامپ تنگستن - هالوژن گویند. مکانیسم عمل بدین صورت است که ابتدا مطابق واکنش $WI_2, W + I_2 \rightarrow$

WI₂ تولید می شود و هنگامی که بخار این ترکیب با سیسم ملتهب داخل لامپ برخورد می کند ، تجزیه می گردد و مجدداً تنگستن روی فیلامان لامپ رسوب می کند.



شکل ۱-۹- لامپ تنگستن

منبع تابش در UV لامپ هیدروژن یا دوتریم، لامپ جیوه و لامپ گزنون می باشد.



شکل ۱-۱۰- لامپ دوتریم

۱۹-۱- تکفام ساز^{۲۷}

در مواقعی که نیاز است طول موج های تابش را به صورت تابش تفکیک شده به نمونه بتابانیم، از تکفام ساز استفاده می گردد. تکفام سازها به طور کلی به سه دسته تقسیم می شوند.

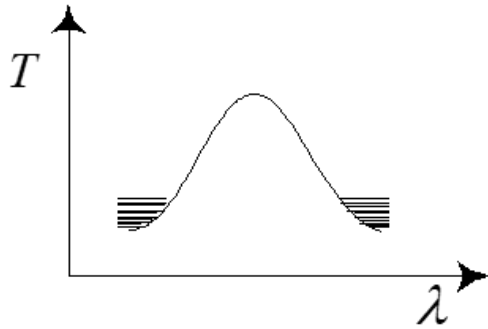
۱-۱۹-۱- صافی یا فیلتر

فیلترها محدوده معینی از طول موج ها را از خود عبور می دهند و بقیه را جذب می کنند. اگر پهنای باند عبوری از یک انتخابگر طول موج را در نیمه ارتفاع اندازه گیری کنیم به پهنای فوق، "پهنای مؤثر باند" گویند. فیلترها ویژه ناحیه مرئی هستند.

به طور کلی فیلترها به سه دسته تقسیم می شوند:

۱-۱-۱۹-۱- فیلترهای جذبی

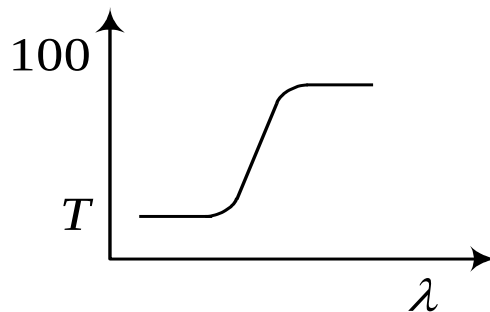
از شیشه های رنگی یا مواد رنگی که به صورت سوسپانسیون داخل یک محفظه شیشه ای قرار گرفته اند، تشکیل شده است. این فیلترها بخش عمده ای از تابش را که به آنها می تابد، جذب می کند و نوار کوچکی را که ممکن است پهنای آن از ۳۰ تا ۲۵۰ نانومتر تغییر کند، عبور می دهد.



شکل ۱-۱۱- منحنی عبور فیلترهای جذبی

۱-۱-۱۹-۲- فیلترهای قطع کننده

نوع خاصی از فیلترهای جذبی می باشند که این فیلتر صد در صد پرتوهای مرئی را عبور می دهد و پرتوهای بقیه نواحی را جذب می کند. با استفاده از این فیلتر و یک فیلتر رنگی می توان پهنای باند مؤثر عبوری از فیلتر رنگی را کوچک کرد، ولی در این حالت، درصد پرتوهای عبوری نیز کاهش می یابد.



شکل ۱-۱۲- منحنی عبور فیلترهای قطع کننده

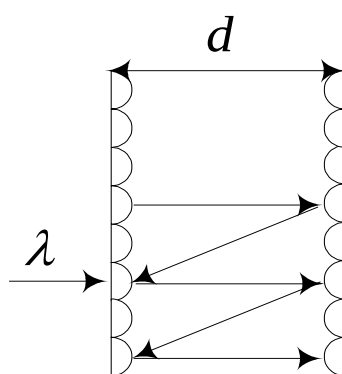
۱-۱-۱۹-۳- فیلترهای تداخلی

فیلترهای تداخلی تحت فرایند تداخل امواج، به جز محدوده باریکی از طول موج ها، بقیه طول موج ها را حذف می کنند. این فیلترها شامل دو صفحه شیشه ای در بالا و پایین است که در زیر آن یک صفحه نازک فلزی (فیلم فلزی) قرار دارد که نور را از خود عبور می دهد. بین این دو صفحه فلزی، یک جسم عایق شفاف که معمولاً CaF_2 یا MgF_2 است، قرار دارد. طول موج خروجی از فیلتر، به پهنای عایق بستگی دارد و

ضخامت آن باید به دقت تعیین شود. برای تداخل سازنده باید فاصله پیموده شده توسط تابش در لایه دی الکتریک مضربی صحیح از طول موج آن در لایه دی الکتریک باشد، پس:

$$\lambda = \frac{2tn}{N}$$

n : ضریب شکست ماده؛ λ : طول موج خروجی از یک فیلتر تداخلی
 t : ضخامت لایه عایق؛ N : مرتبه تداخل (مضرب صحیح)



شکل ۱-۱۳- نحوه عملکرد فیلترهای تداخلی

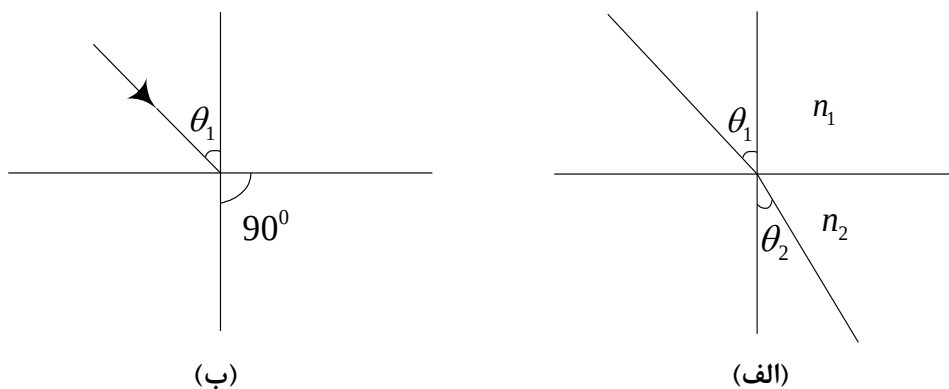
- این نحوه نمایش صرفاً به جهت سادگی و درک فرایند انجام شده است ولی باید توجه نمود که همه تابش ها روی یکدیگر سوار می شوند.

۲-۱۹-۱- منشور

در منشور اساس پخش تشعشع بر شکست امواج استوار است و جنس منشور در پخش تشعشع دخالت مستقیم دارد. منشور در ناحیه مرئی و فرابنفش قابل استفاده است.

قانون اسنل: ارتباط بین ضریب شکست محیط و میزان شکست نور در محیط مورد نظر توسط قانون اسنل^{۲۸} بیان می شود.

$$\frac{n_1}{n_2} = \frac{\sin \theta_2}{\sin \theta_1} = \frac{V_2}{V_1}$$



شکل ۱-۱۴- زاویه حد

زاویه حد: به زاویه تابشی که زاویه شکستی برابر 90° داشته باشد، زاویه حد گویند.

۱-۱۹-۲-۱- پراکندگی زاویه ای در منشور

$$\frac{d\theta}{d\lambda} = \frac{d\theta}{dn} \times \frac{dn}{d\lambda}$$

$\frac{d\theta}{dn}$: فاکتور هندسی است که به شکل منشور و بخصوص زاویه رأس منشور بستگی دارد.

$\frac{d\theta}{d\lambda}$: (پاشندگی): به جنس ماده‌ای که منشور از آن ساخته می‌شود، بستگی دارد.

۱-۱۹-۲-۲- قدرت تفکیک در منشور (R_p)

از روابط زیر به دست می‌آید:

$$R_p = \frac{\bar{\lambda}}{\Delta\lambda}$$

$$R_p = b \frac{dn}{d\lambda}$$

$\bar{\lambda}$: میانگین دو طول موج تفکیک شده

b: ضخامت پایه منشور

۱-۱۹-۲-۳- پراکندگی خطی (D)

$$D = \frac{\Delta\lambda}{F}$$

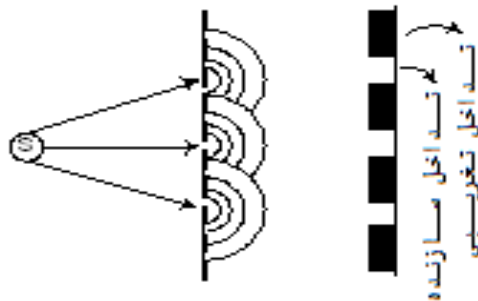
F: فاصله کانونی

۳-۱۹-۱- شبکه (گریتینگ)

در گریتینگ اساس جداسازی طول موج های مختلف، تداخل امواج است. در واقع در گریتینگ تشعشعات به دلیل دوبار شکسته شدن از هم جدا می شوند و جنس گریتینگ در پخش تشعشع اثر مستقیم ندارد. گریتینگ مثل منشور در هر دو ناحیه مرئی و فرابنفش قابل استفاده است.

۳-۱۹-۱-۱- گریتینگ پراش (عبوری)

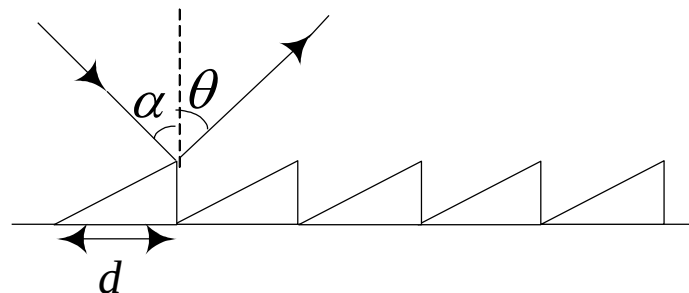
در این نوع گریتینگ منافذ ریزی برای عبور نور وجود دارد. در اینجا امواج بر اساس پدیده پراش نور با یکدیگر تداخل می کنند و آنهایی که تداخل سازنده داشته باشد، همدیگر را تقویت می کنند (نقاط روشن) و آن هایی که تداخل تخریبی دارند یکدیگر را حذف می کنند (نقاط تیره). در این نوع گریتینگ فواصل منافذ طوری انتخاب می شود که مضرب صحیحی از طول موج باشد.



شکل ۱-۱۵- گریتینگ پراش

۳-۱۹-۲- گریتینگ بازتابی

در این نوع گریتینگ بازتابش نور در سطح شیارهای موازی موجود در جهت خاصی پراش می کنند.



شکل ۱-۱۶- گریتینگ بازتابی

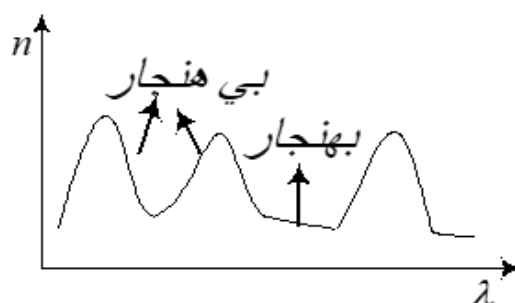
در گریتینگ بازتابی، طول موج های بازتابش شده باید در رابطه زیر صدق کنند.

$$n\lambda = d(\sin \alpha \pm \sin \theta) \quad d = \frac{L}{N} \quad \alpha - \beta = \beta - \theta$$

که n مرتبه تداخل (یک عدد صحیح است)، d فاصله بین شیارها، α زاویه تابش، θ زاویه بازتابش، L طول گریتینگ، N تعداد کل خطوط یا شیارهای روی شبکه و β زاویه آتشین می باشد.

$$\frac{d\theta}{d\lambda} = \frac{n}{d \cos \theta}$$

- **منحنی های پاشندگی:** منحنی های پاشندگی در انتخاب مواد برای اجزای نوری دستگاه ها اهمیت زیادی دارند. هر منحنی پاشندگی شامل دو قسمت است:
- **نواحی پاشندگی بهنجار:** محدوده ای از فرکانس ها می باشد که در آنها با افزایش فرکانس یا کاهش طول موج تغییر تدریجی در ضریب شکست مشاهده می شود.
- **نواحی پاشندگی بی هنجار (نا بهنجار):** محدوده ای از فرکانس ها می باشد که در آنها با تغییر طول موج یک تغییر تند در ضریب شکست مشاهده می شود.



شکل ۱-۱۷- منحنی های پاشندگی

- برای عدسی ها یک ضریب شکست بالا و ثابت مطلوب است (در ناحیه پاشندگی بهنجار) در حالی که برای منشورها ماده ای با ضریب شکست نه تنها بزرگ، بلکه همچنین قویاً وابسته به فرکانس مطلوب است. در این صورت ناحیه طول موج قابل استفاده برای منشور به ناحیه پاشندگی بی هنجار ماده نزدیک می شود.

۲۰-۱- مقایسه منشور و شبکه

تفرق^{۲۹} شبکه مستقل از طول موج است و این موضوع، طراحی شبکه (توری) را آسان تر می کند. در حالی که منشور، وابسته به طور موج است. به منظور استفاده از منشور برای جداسازی طول موج های کوچک نیاز به اندازه کوچک شکاف های ورودی و خروجی است و برای طول موج های بزرگ تر، نیاز به اندازه شکاف های بزرگ تر است. در حالی که در شبکه (توری)، اندازه شکاف ها در تمام محدوده طول موج ها تقریباً ثابت است. عیب شبکه نسبت به منشور این است که میزان نورهای پراکنده و سرگردان تولید شده در شبکه نسبت به منشور بیشتر است.

شکاف ها: عرض مؤثر نواز حاصل از یک تکفام ساز، به قدرت پاشندگی عنصر پاشان آن (منشور یا شبکه) و شکاف ورودی و خروجی بستگی دارد.

