انتشارات، شمارهٔ ۶۰۰

دستگاهوری تجزیه‌ای

یک راهنما برای دستگاه‌های مینیاتوری شده قابل حمل آزمایشگاهی

تألیف:

گیلیان مک ماهون

ترجمه:

دکتر غلامحسین رونقی

استاد شیمی تجزیه دانشگاه فردوسی مشهد

دکتر رؤیا محمدزاده کاخکی

استادیار شیمی تجزیه دانشگاه زابل

نورالهدی رضوی

کارشناس ارشد شیمی تجزیه دانشگاه فردوسی مشهد

www.ketab.ir

سرشناسه : McMahon, Gillian مک ماهون، گیلیان
عنوان و نام پدیدآور : دستگاهوری تجزیه‌ای: یک راهنما برای دستگاه‌های مینیاتوری‌شده‌قابل‌حمل آزمایشگاهی / تألیف گیلیان مک‌ماهون؛ ترجمه غلامحسین رونقی، رؤیا محمدزاده کاخکی، نورالهدی رضوی.
مشخصات نشر : مشهد: دانشگاه فردوسی مشهد، ۱۳۹۱.
مشخصات ظاهری : ۳۹۴ ص.: مصور.
فروست : انتشارات دانشگاه فردوسی مشهد؛ شماره ۶۰۰.
شابک : (ISBN: 978-964-386-274-9)
وضعیت‌فهرست‌نویسی: فیپا.
یادداشت : عنوان‌اصلی: Analytical Instrumentation: A guide to laboratory,portable and miniaturized instruments,c 2007.
یادداشت : کتابنامه.
موضوع : شیمی تجزیه.
موضوع : تجزیه دستگاهی.
شناسه افزوده : رونقی، غلامحسین، ۱۳۲۱ - ، مترجم.
شناسه افزوده : محمدزاده، رؤیا، مترجم.
شناسه افزوده : رضوی، نورالهدی، ۱۳۶۰ - ، مترجم.
شناسه افزوده : دانشگاه فردوسی مشهد.
رده‌بندی کنگره: ۱۳۹۱ ۵ د ۷ م / ۱۵ / QD ۷۹
رده‌بندی دیویی: ۵۴۳
شماره کتابخانه ملی: ۲۸۱۹۵۷۳

www.ketab.ir

انتشارات، شماره ۶۰۰

دستگاهوری تجزیه‌ای

(یک راهنما برای دستگاه‌های مینیاتوری شده قابل حمل آزمایشگاهی)

تألیف

گیلیان مک ماهون

ترجمه

دکتر غلامحسین رونقی ـ دکتر رؤیا محمدزاده کاخکی ـ نورالهدی رضوی

ویراستار علمی

دکتر محمود چمساز

وزیری، ۳۹۴ صفحه، ۱۰۰۰ نسخه، چاپ اول، پاییز ۱۳۹۱

امور فنّی و چاپ: مؤسسهٔ چاپ و انتشارات دانشگاه فردوسی مشهد

بها: ۱۰۰۰۰۰ ریال

ISBN: 978-964-386-274-9 شابک ۹-۲۷۴-۳۸۶-۹۶۴-۹۷۸

فهرست مطالب

پیش‌گفتار مترجمان ۷

پیش‌گفتار ۹

مقدمه مؤلف ۱۱

فصل ۱: مقدمه ۱۵

۱-۱- دانشمند تجزیه‌ای ۱۵

۱-۲- فرآیند تجزیه‌ای ۱۶

۱-۳- ابزارهای سنجش تجزیه‌ای ۱۸

۱-۴- انتخاب صحیح دستگاه ۲۰

مراجع ۲۲

بخش اول: دستگاهوری تجزیه‌ای آزمایشگاهی ۲۳

فصل ۲: دستگاه‌های طیف‌سنجی ۲۵

۲-۱- طیف‌سنجی مولکولی ۲۵

۲-۱-۱- فرابنفش، مرئی و مادون قرمز نزدیک ۲۵

۲-۱-۲- مادون قرمز و رامان ۳۴

۲-۱-۳- لومینسانس ۴۸

۲-۱-۴- رزونانس مغناطیسی هسته‌ای ۵۶

۲-۱-۵- طیف‌سنجی جرمی ۶۳

۲-۲- طیف‌سنجی اتمی ۸۱

۲-۲-۱- طیف‌سنجی جذب اتمی و طیف‌سنجی فلورسانس اتمی ۸۲

۲-۲-۲- پلاسمای جفت‌شده القائی - طیف‌سنجی نشر نوری ۸۷

۲-۲-۳- پلاسمای جفت‌شده القائی - طیف‌سنجی جرمی ۹۳

مراجع ۹۶

فصل ۳: دستگاه‌های جداسازی ۱۰۳

۳-۱- کروماتوگرافی گازی ۱۰۳

۳-۲- کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا ۱۱۶

۳-۳- کروماتوگرافی یونی ۱۳۶

www.ketab.ir

۳-۴- الکتروفورز مویینه ۱۴۰
۳-۵- کروماتوگرافی سیال فوق بحرانی ۱۵۱
۳-۶- دستگاههای پیوندی (هیبریدی) ۱۵۶
۳-۶-۱- تکنیک‌های کروماتوگرافی گازی پیوندی ۱۵۷
۳-۶-۲- تکنیکهای کروماتوگرافی مایع پیوندی ۱۶۳
۳-۶-۳- روشهای الکتروفورز مویینه پیوندی ۱۷۹
مراجع ۱۸۲

فصل ۴: دستگاه‌های تصویربردار ۱۸۵
۴-۱- میکروسکوپی نوری ۱۸۵
۴-۲- میکروسکوپی هم‌کانونی ۱۸۸
۴-۳- میکروسکوپی الکترونی ۱۹۱
۴-۳-۱- میکروسکوپی پویش الکترونی ۱۹۲
۴-۳-۲- میکروسکوپی عبور الکترونی ۱۹۶
۴-۴- میکروسکوپی کاوش پویشی ۱۹۹
۴-۴-۱- میکروسکوپی تونل زنی پویشی ۱۹۹
۴-۴-۲- میکروسکوپی نیروی اتمی ۲۰۳
۴-۵- تصویربرداری طیفی ۲۰۷
مراجع ۲۱۳

فصل ۵: دستگاه‌های الکتروشیمیایی ۲۱۵
۵-۱- پتانسیومتری ۲۱۵
۵-۲- ولتامتری ۲۲۵
۵-۳- هدایت‌سنجی ۲۳۲
مراجع ۲۳۵

فصل ۶: انواع دیگر دستگاهوری ۲۳۷
۶-۱- تجزیه حرارتی وزن‌سنجی ۲۳۷
۶-۲- کالریمتری پویشی تفاضلی ۲۴۲
۶-۳- پراش اشعه X ۲۴۶
مراجع ۲۵۰

بخش دوم: دستگاهوری تجزیه‌ای قابل‌حمل ۲۵۱

حرکت به سوی دستگاه‌های تجزیه‌ای قابل‌حمل ۲۵۳

فصل ۷: دستگاه‌های طیف‌سنجی ۲۵۷
۷-۱- دستگاه‌های طیف‌سنجی ۲۵۷

www.ketab.ir

۷-۲- دستگاه‌های جداسازی ۲۶۸
۷-۳- دستگاه‌های تصویربرداری ۲۷۳
۷-۴- دستگاه‌های الکتروشیمیایی ۲۷۶
مراجع ۲۸۱

فصل ۸: دستگاه‌های قابل حمل در کاربردهای گوناگون ۲۸۳
۸-۱- کاربردهای پزشکی ۲۸۳
۸-۱-۱- تکنولوژی با هدف درمان ۲۸۳
۸-۱-۲- تست گلوکز خون ۲۸۴
۸-۱-۳- ردیابی لختگی خون ۲۹۲
۸-۱-۴- سایر ابزارهای با هدف درمان ۲۹۴
۸-۲- کاربردهای زیست‌محیطی ۲۹۷
۸-۲-۱- وسایل میدانی ۲۹۷
۸-۲-۲- بررسی کیفیت آب ۲۹۸
۸-۲-۳- تست خاک‌ها و رسوبات ۳۰۰
۸-۲-۴- مطالعات جوی ۳۰۱
۸-۳-کاربردهای دفاعی و امنیتی ۳۰۲
۸-۴- کاربردهای دیگر ۳۰۵
مراجع ۳۰۶

بخش سوم: دستگاهوری تجزیه‌ای فرآیندی ۳۰۹
حرکت به سمت تجزیه فرآیندی ۳۱۱
مراجع ۳۱۴

فصل ۹: دستگاهوری تجزیه‌ای فرآیندی در صنعت ۳۱۵
۹-۱- نمونه‌گیری از یک فرایند ۳۱۵
۹-۲- تجزیه درون فرایندی ۳۱۹
۹-۲-۱- تجزیه تزریق جریانی ۳۲۵
۹-۲-۲- تجزیه طیف‌سنجی ۳۳۰
۹-۲-۴- تجزیه تصویری ۳۴۷
۹-۲-۵- تجزیه الکتروشیمیایی ۳۴۷
۹-۳- سیستم‌های مدیریت مجتمع آزمایشگاهی ۳۴۸
مراجع ۳۴۹

www.ketab.ir

بخش چهارم: دستگاهوری تجزیه‌ای کوچک‌شده ۳۵۳

فصل ۱۰: دستگاهوری مبتنی بر تراشه ۳۵۵
۱۰-۱- توسعه ابزارهای تجزیه‌ای مبتنی بر تراشه ۳۵۵
۱۰-۲- چالشها برای ابزارهای تجزیه‌ای مبتنی بر تراشه ۳۵۶
۱۰-۲-۱- حرکت‌دادن و مخلوط‌کردن سیالات بر روی یک تراشه ۳۵۷
۱۰-۲-۲- سوارکردن اجزا بر روی یک تراشه ۳۶۱
۱۰-۲-۳- فنون نمونه‌برداری و شناسایی ۳۶۶
۱۰-۲-۴- درک فرآیندها در مقیاس میکرو ۳۶۸
۱۰-۳- دستگاه‌های تجزیه‌ای مبتنی بر تراشه ۳۶۹
۱۰-۳-۱- تجزیه تزریق جریانی آزمایشگاه بر روی سوپاپ ۳۶۹
۱۰-۳-۲- ابزارهای طیف‌سنجی ۳۷۱
۱۰-۳-۳- ابزارهای جداسازی ۳۷۴
۱۰-۳-۴- ابزارهای نمونه‌برداری ۳۸۰
۱۰-۳-۵- ابزارهای الکتروشیمیایی ۳۸۲
۱۰-۳-۶- دیگر ابزارهای مبتنی بر تراشه ۳۸۳
مراجع ۳۸۷

www.ketab.ir

پیش‌گفتار مترجمان

شیمی تجزیه یکی از گرایش‌های مهم علم شیمی است که درباره شناخت کیفی و اندازه‌گیری کمی گونه‌های مختلف شیمیایی اعم از اتم‌ها، مولکول‌ها، کمپلکس‌ها و رادیکال‌ها به بحث و بررسی می‌پردازد. این شاخه از علم شیمی، علاوه بر اینکه در گرایش‌های دیگر شیمی مورد استفاده قرار می‌گیرد، در زمینه‌های داروسازی، تشخیص‌های پزشکی، کشاورزی، زمین‌شناسی، کنترل کیفیت مواد مختلف، صنایع گوناگون و غیره نیز کاربرد دارد.

روش‌های تجزیه‌ای به دو دسته کلی روش‌های کلاسیک و روش‌های دستگاهی طبقه‌بندی می‌شوند. در روش‌های کلاسیک کمی، پارامترهای مورد اندازه‌گیری وزن و یا حجم هستند و وسایل مورد استفاده شامل ابزارهای ساده از قبیل ترازو و یا بورت می‌باشند. اما در روش‌های تجزیه دستگاهی، از دستگاه‌های الکترونیکی مختلف برای تجزیه‌های کیفی و اندازه‌گیری‌های کمی گونه‌های مورد تجزیه (آنالیت‌ها) در نمونه‌های مختلف و حتی در فازهای متفاوت استفاده می‌شود. در روش‌های دستگاهی به‌جای اندازه‌گیری وزن یا حجم، غالباً" از اندازه‌گیری یک خاصیت فیزیکی مربوط به گونه مورد تجزیه موجود در یک نمونه استفاده می‌شود.

با توجه به اهمیت و کاربردهای خیلی زیاد روش‌های دستگاهی در زمینه‌های مختلف صنعتی، دارویی و زیست محیطی و غیره، کتاب حاضر مورد ترجمه قرار گرفته است. این کتاب جدید با یک روند منطقی با بحث درباره دستگاه‌های بزرگ و حجیم در آغاز به سوی دستگاه‌های کوچک در پایان تدوین شده است. فصل اول مقدمه مختصری از دستگاه‌های تجزیه‌ای است. بخش اول این کتاب، تجهیزات متداول را برای اهداف تجزیه‌ای و نیز قسمت‌های مختلف یک دستگاه را توضیح می‌دهد. در بخش دوم تکنیک‌های طیف‌سنجی از قبیل طیف‌سنجی مرئی و فرابنفش، مادون قرمز نزدیک، مادون قرمز میانه و طیف‌سنجی رامان، تکنیک‌های فلورسانس، رزونانس مغناطیسی هسته‌ای، طیف‌سنجی جرمی و در نهایت طیف سنجی‌های اتمی مورد بررسی قرار می‌گیرند. در بخش سوم درباره دستگاه‌های تجزیه‌ای مورد استفاده در زمینه‌های پتروشیمی، غذا و صنعت دارویی بحث می‌شود. بخش چهارم، نوین‌ترین دستگاه‌های تجزیه‌ای که مینیاتوری شده اند را توضیح می‌دهد. همچنین در این اثر، دستگاه‌های تجزیه‌ای پیوندی جهت تکمیل تجزیه‌های شیمیایی برای نمونه‌های مختلف به نحو جالبی مورد بحث قرار گرفته‌اند.

www.ketab.ir

در پایان با توجه به توسعه شگرف دستگاه‌های تجزیه‌ای از نظر سریع‌ترشدن پاسخ‌دهی، هوشمندتر شدن و کوچک‌تر شدن و خودکار شدن، امیدواریم خوانندگان محترم با مطالعه این کتاب مطالب جدیدتری را فرا گیرند.

مترجمان

دکتر رونقی، دکتر محمدزاده کاخکی، رضوی

www.ketab.ir

پیش‌گفتار

این کتاب از یک سری سخنرانی‌های دکتر گیلیان مک ماهون به دانشجویان تحصیلات تکمیلی در دانشگاه شهر دوبلین برگرفته شده است. گیلیان خودش قبلاً در این دانشگاه بوده است و از زمان فارغ‌التحصیلی در گرایش تجزیه، در زمینه صنعت و شیمی دارویی فعایت کرده است و اخیراً به عنوان استاد دانشگاه و یک محقق مولف بوده است. او تجربیات باارزشی در دامنه وسیعی از تکنیک‌های تجزیه‌ای در صنعت شیمی دارویی ضمن کار کردن در کمپانی ژئوستات (USA)، داروسازی نیوپورت (ایرلند)، اسکویب برسیتول - مایر (ایرلند) و داروسازی زنکا (UK) کسب کرده است. این تجربیات نه تنها در به‌کارگیری روش‌ها کاربرد داشته است بلکه در جمع‌آوری داده‌ها حائز اهمیت است. او همچنین به آموزش تکنیک‌های تجزیه‌ای پیشرفته به کارمندان در دیگر مناطق ایتالیا و پورتوریکو پرداخت.

حرفه او به‌عنوان یک دانشمند تجزیه‌ای بسیار موثر بوده است. او تحقیقات PhD خود را در مرکز سران لومباردی، دانشگاه جورج تاون، USA به اتمام رساند و هم اکنون مدرس دانشگاه شهر دوبلین است و در دو مقطع شیمی تجزیه (BSC علم تجزیه و MSC تجزیه دستگاهی) تدریس می‌کند. علاوه بر انتشارات تحقیقاتی مفید وی و فعالیت‌های حرفه‌ای در انجمن سلطنتی شیمی ایرلند، گیلیان در تحقیقات خارجی خود برنده جایزه شد و جوایز ویژه متعددی را در زمینه "انتشار" دریافت کرده است.

گیلیان مختصری از تجربیات بسیار مهم خود را در این کتاب آورده است. علم تجزیه مجموعه منظم و پیچیده‌ای از دستگاهوری، الکترونیک، نورشناسی، از پردازش داده‌ها و آمار گرفته تا علم اساسی تشخیص و ترجمه مولکولی را شامل می‌شود. تکنیک‌های تجزیه‌ای در دامنه کاربردی وسیعی مورد استفاده قرار می‌گیرند. هم‌راستا با شیمی سنتزی، اساس و بنیاد صنعت شیمی دارویی را نیز فراهم می‌کند. بدون اطلاعات تجزیه‌ای و روش‌های جدید، پروژه‌های قتل هرگز تشخیص داده نمی‌شوند و امروزه دستگاه‌های بیوتجزیه‌ای با خروجی بالا به افشاء رموز مربوط به وضع ژنتیکی انسان در بیماری‌ها کمک می‌کند.

تجربه علمی او بسیار مؤثر بوده است. به علاوه انتشارات تحقیقاتی و فعالیت‌های تخصصی‌اش کاملاً با ارزش می‌باشند.

دستگاه‌های تجزیه‌ای به طور روزمره برای نمایش وضعیت محیط زیست، کیفیت غذایی و نیز به منظور کنترل وضعیت سلامتی افراد بکار می‌روند. و البته در کجاست که پزشکی قانونی بدون دستگاه‌های تجزیه‌ای وجود داشته باشند؟ تدوین یک متن برای تدریس علم تجزیه به طور اصولی و عملی به دانشجویان،

www.ketab.ir

باتوجه به گستردگی و تنوع زمینه‌های آموزشی، نیازمند ایجاد یک توازن بین عمق و وسعت آموزش و مهم‌تر از همه با یک رویکرد سیستماتیک و سازگار باشد.

در این نوشته، گیلیان بحث محکمی را ارائه داده است و نتیجه به صورت واضح نوشته شده است که اساس روش‌های دستگاهی اصلی را آشکار می‌کند، و نیز اهمیت نقش این دستگاه‌ها در زندگی پیشرفته را نشان می‌دهد.

وضوح توضیحات در این کتاب توجه دانشجویان کارشناسی، تحصیلات تکمیلی و نیز دانشمندان در صنعت را به خوبی جلب می‌کند و به آن‌ها در مسیر عملی به ویژه متخصصان کمک می‌کند.

کتاب زمینه تازه‌ای را ایجاد می‌کند که خواننده را تمام مسیر از ابزارهای بزرگ، دستگاه‌های آزمایشگاهی، دستگاه‌های درون خط و بین خط برای صنعت، تا تجهیزات قابل حمل و دستی و در نهایت ابزارهای آزمایش در مقیاس میکرو و بر روی تراشه می‌برد. این کتاب دستیابی دیگری برای آموزش دستگاهوری مدرن ارائه می‌دهد. کتاب دامنه گسترده‌ای از روش‌های دستگاهی مدرن در مسیر عملی و روش‌های مربوطه شامل: تکنیک‌های غیرسنتی در کتب دستگاهوری تجزیه‌ای، مانند تکنیک‌های تصویربرداری که در آزمایشگاه‌های تجزیه‌ای مدرن موجود در همه جا می‌شود. گیلیان نه تنها تکنیک‌های تجزیه‌ای و حسگری مورد استفاده در تجزیه فرایندی بلکه پدیده‌های جدید FDA در تکنیک تجزیه فرآیندی (PAT) را نیز مورد بررسی و پوشش قرار می‌دهد.

آن‌چه که همیشه دانشجویان را به خودش علاقه‌مند می‌کند، توانایی او در برقراری ارتباط بین علم و فناوری است.

در پیوند بین پایگاه‌های تجزیه‌ای برای کاربردهای نمونه‌های ویژه بیشمار و گستره‌ای بین حفظ سلامتی، محیط زیست و صنعت دارویی، گیلیان همیشه برتر بوده است. در نتیجه، این کتاب منبع جدید مهیجی برای آموزش علم تجزیه است که بدون شک در بین دانشجویان و اساتید محبوبیت پیدا خواهد کرد.

دومنیک دیاموند

محقق ایرلندی در گروه علم شیمی

www.ketab.ir

مقدمه مؤلف

اندیشه تألیف این کتاب درباره دستگاهوری تجزیه‌ای پس از این‌که کار نوشتن و ارائه واحد درسی جدیدی به نام "دستگاهوری" را انجام دادم، آغاز شد. واحد درسی از مدلی برای آموزش تجزیه دستگاهی به دانشجویان تحصیلات تکمیلی تشکیل می‌شد. زمانی‌که تمام محتوی واحد درسی، اطلاعات زمینه دانشجویان و اهداف مورد نظر را بررسی کردم، متوجه شدم می‌خواهم که این درس بیش از این‌که تنها توصیفی از روش‌های تئوری و عملی تکنیک‌های دستگاهی تجزیه‌ای استاندارد –چیزی که قبلاً هدف اصلی بود– باشد، حس کردم که این واحد درسی لازم است انعکاسی از تمایلات و گرایش‌های تازه در دستگاهوری مانند پیشرفت دستگاه‌های قابل حمل، استفاده از ابزارهای میدانی، اتحاد معنی‌داری از تجهیزات تجزیه‌ای با فرایندهای صنعتی و کوچک کردن فضا باشد. و از آن‌جایی‌که این درس به طور عمده بر پایه کارهای تخصصی انجام شده در صنعت استوار است، فکر کردم که لازم است تأکید به سوی کارهای عملی تا جنبه تئوری چنین دانشی صورت گیرد.

در ضمن تهیه مدل سخنرانی‌ها، من شروع به خواندن بسیاری از موارد از شیمی تا مهندسی، یادگیری گستره‌ای از فناوری‌ها از زیست تا فیزیک و خواندن گذرا در راهروهای مختلف بسیاری در کتابخانه، از پزشکی تا قانون‌گذاری نمودم. و با این‌حال، هیچ کتاب درسی را پیدا نکردم که به من کمک کند تا بتوانم واحد درسی را همان‌طور که دلم می‌خواست تدریس کنم. بنابراین، بذر کار را پختم و خود شروع به کار کردم.

برای اجرای یک روند منطقی در کتاب، با حرکت از بحث درباره دستگاه‌های بزرگ در آغاز کتاب به سوی دستگاه‌های کوچک در پایان کتاب تلاش کردم. همچنین این روند به این معنی است که کتاب از تجهیزات قدیمی در میان تکنولوژی مدرن، به سوی دستگاه‌هایی که تنها در نوشتجات توصیف می‌شوند حرکت می‌کند، یعنی به طور هم‌زمان از تجهیزات موجود تجاری به سوی ابزارهایی که تنها در مرحله تحقیقاتی و تولید مسیر می‌کند.

فصل ۱ به‌طور کلی مقدمه کوتاهی درباره دستگاهوری تجزیه‌ای و فرایندهای تجزیه‌ای است. همچنین کمی درباره خط مشی خود توضیح داده‌ام.

بخش اول بیشتر تجهیزات معمول قابل دسترس برای دانشمندان تجزیه‌ای را پوشش می‌دهد. من روش یکسانی برای نمایش ساختار دستگاه‌ها در پنج فصل این بخش به کار برده‌ام. این سیستم هر قطعه از

www.ketab.ir

تجهیزات را در پنج عبارت: منبع، نمونه، جداکننده، آشکارساز و ابزار خروجی توصیف می‌کند. عقیده دارم این سیستم امکان مقایسه و در مقابل قرار دادن دستگاه‌ها در طبقه‌بندی‌های گوناگون را ارائه می‌دهد، در حالی که در کتب دیگر انواع مختلف دستگاه‌ها با شیوه‌های مختلف شماتیکی ارائه می‌شوند. فصل ۲ در این بخش تکنیک‌های طیف‌بینی از طیف‌نوری سنجی مرئی و فرابنفش، طیف‌سنجی مادون قرمز نزدیک، مادون قرمزمیانه و رامان، طیف‌سنجی فلورسانس و فسفرسانس، رزونانس مغناطیسی هسته‌ای، طیف‌سنجی جرمی و سرانجام بخشی درباره روش‌های طیف‌سنجی اتمی بیان می‌شوند. از مولکول‌های آسپرین به‌عنوان نمونه در سراسر این بخش استفاده شد بنابراین، اطلاعات طیفی به دست آمده از هر تکنیک برای یک ترکیب آلی ساده به‌آسانی قابل مقایسه و تقابل است. فصل ۳ درباره تکنیک‌های جداسازی معروف مانند: کروماتوگرافی‌های گاز و مایع، الکتروفورزهای مویینه و کروماتوگرافی جریان بحرانی بحث می‌کند. بخش بعدی فصل ۳ به تکنیک‌های ترکیبی (هیبریدی) اختصاص دارد، از آن‌جایی که این تکنیک‌ها در آزمایشگاه‌های امروز به دلیل این که اغلب لازم است مخلوط‌های پیچیده قبل از شناسایی و اندازه‌گیری کمی جدا شوند و نیز این کار در یک مرحله انجام شود، بسیار اهمیت دارد. من بعضی از مشکلاتی که باید قبل از جفت‌کردن دستگاه‌ها با یکدیگر حل شوند را نیز توضیح داده‌ام. فصل ۴ به طور اجمالی روش‌های تصویربرداری که در علم تجزیه خیلی بیشتر رایج می‌باشند را بیان می‌کند به طوری که حال با این روش‌ها جداسازی تک اتم نیز امکان پذیر است. نه تنها این کاربردها به عنوان دستگاه‌ها اهمیت دارند بلکه اغلب آن‌ها به ابزارهای طیفی متصل می‌شوند تا تصویربرداری طیفی انجام گیرد. فصل ۵ روش‌های اندازه‌گیری الکتروشیمیایی پتانسیومتری، ولتامتری و هدایت سنجی را بیان می‌کند. فصل ۶ به طور مختصر روش‌های تجزیه گرمایی و پراشی را دربرمی‌گیرد.

بخش دوم، در ناحیه دستگاه‌های کوچک‌تر با بحث درباره این که چرا حرکت برای ساختن دستگاه‌های قابل حمل‌تر وجود دارد، استفاده از دستگاه‌های قابل حمل در آزمایشگاه (با بسیاری از نمونه‌های تجاری موجود) و استفاده از ابزارهای قابل حمل در کاربردهای پزشکی و زیست محیطی پیش می‌رود. تأکید خاصی بر روی سنجش‌های نقطه‌ای برای آزمایش گلوکز خون و نمایش لخته خون صورت گرفته است، زیرا که تکنولوژی مربوط به این روش‌ها مبتنی بر آزمایش‌های شیمیایی، ساده و پردردسر است. دستگاه‌های قابل حمل، جستجوی زیست محیطی و آزمایش‌های میدانی را به صورت یک واقعیت درآورده‌اند.

بخش سوم، درباره دستگاهوری تجزیه‌ای فرآیندی بحث می‌کند که این موضوع پیشرفت زیادی در علم به خصوص در صنایع پتروشیمی، غذا و نوشیدنی و دارویی دارد. در این بخش پس از بحث درباره نمونه‌برداری در ضمن فرایند و تجزیه در ضمن فرآیند، چند مثال از دستگاه‌ها ارائه شده‌اند که در کارهای تجزیه در ضمن فرآیند به کار می‌روند.

بخش چهارم، جدیدترین دستاوردها در دستگاهوری تجزیه‌ای را بیان می‌کند، که مینیاتوری می‌باشند و به سوی ایجاد ابزارهای آزمایش برروی تراشه حرکت می‌کنند. در این بخش، من درباره توسعه فناوری

www.ketab.ir

مبتنی بر تراشه و چالش‌های همراه با این مسأله چون سیالات پمپ شده در مقیاس میکرو، اجزای ثابت شده بر روی یک تراشه، شناسایی راهکردها و این‌که تا چه حد فرایندهایی مانند مخلوط شدن در جهان میکرو در مقایسه با جهان ماکرو تفاوت دارند، بحث می‌کنم.

به عنوان نکته پایانی، واضح است که دستگاهوری تجزیه‌ای خیلی سریع در حال گسترش است و این دستگاه‌ها هرساله در حال کوچک‌تر، دقیق‌تر و سریع‌تر شدن می‌باشند. امیدوارم که با مطالعه برخی یا کل این کتاب، مطالبی جدید را یاد بگیرید و سفر جالبی را در حین راه داشته باشید.

گیلیان مک ماهون

www.ketab.ir

فصل ۱

مقدمه

داده‌ها و نتایج علمی لازم است صحیح، دقیق و قابل اطمینان باشند و پیوسته به‌وسیله تنظیم‌کننده‌ها به‌طور دقیق و روز افزون در زمینه‌های صنعتی، محیط زیست، پزشکی، ارزیابی اعتبار روش‌ها و همچنین در تحقیق و توسعه، مورد بررسی قرار گیرند. بنابراین، انتخاب دستگاهی که در شرایط خاص لازم است مورد استفاده قرار گیرد، یک تصمیم مهم است. از این رو، امروزه دانشمندان تجزیه‌ای نیاز به آگاهی از روش‌ها و ابزارهای موجود دارند تا بتوانند هرچه بیشتر از دستگاه‌ها و وسایل تجزیه‌ای رهایی یابند.

کاربرد ابزارهای اندازه‌گیری با چنان سرعت بالایی در حال هوشمندتر شدن، کوچک‌تر و سریع‌ترشدن و توسعه می‌باشند که امکان به روز ماندن نیز مشکل است. این کتاب، می‌کوشد که نکات مهم آزمایشگاهی براساس روش‌هایا تکنیک‌های تجزیه‌ای، ترکیبی، دستگاه‌های مورد استفاده در مطالعات میدانی و قابل حمل، فرآیند به‌کارگیری دستگاهوری در صنعت و روندهای دستگاهوری از قبیل مینیاتوری شدن را در دسترس قرار دهد تا هر دانشمند تجزیه‌ای قادر باشد با ارزیابی دقیق تجهیزات، طرح مناسب دستگاهوری را برای کاربردهای خاص برآورد کند و مناسب‌ترین دستگاه‌ها را برای حل چالش‌ها و به‌دست آوردن نتایج به‌کار برد.

۱-۱- دانشمند تجزیه‌ای

علم تجزیه کاملاً پیرامون ما را در برگرفته است. این دانش، بسیاری از رشته‌ها را از قبیل: شیمی، زیست، فیزیک، زمین‌شناسی و مهندسی در برمی‌گیرد که شامل انواع مختلف تجزیه‌ها از قبیل: شیمیایی، فیزیکی، سطحی، مواد، زیست دارویی و زیست‌محیطی می‌شود. از این رو،

www.ketab.ir

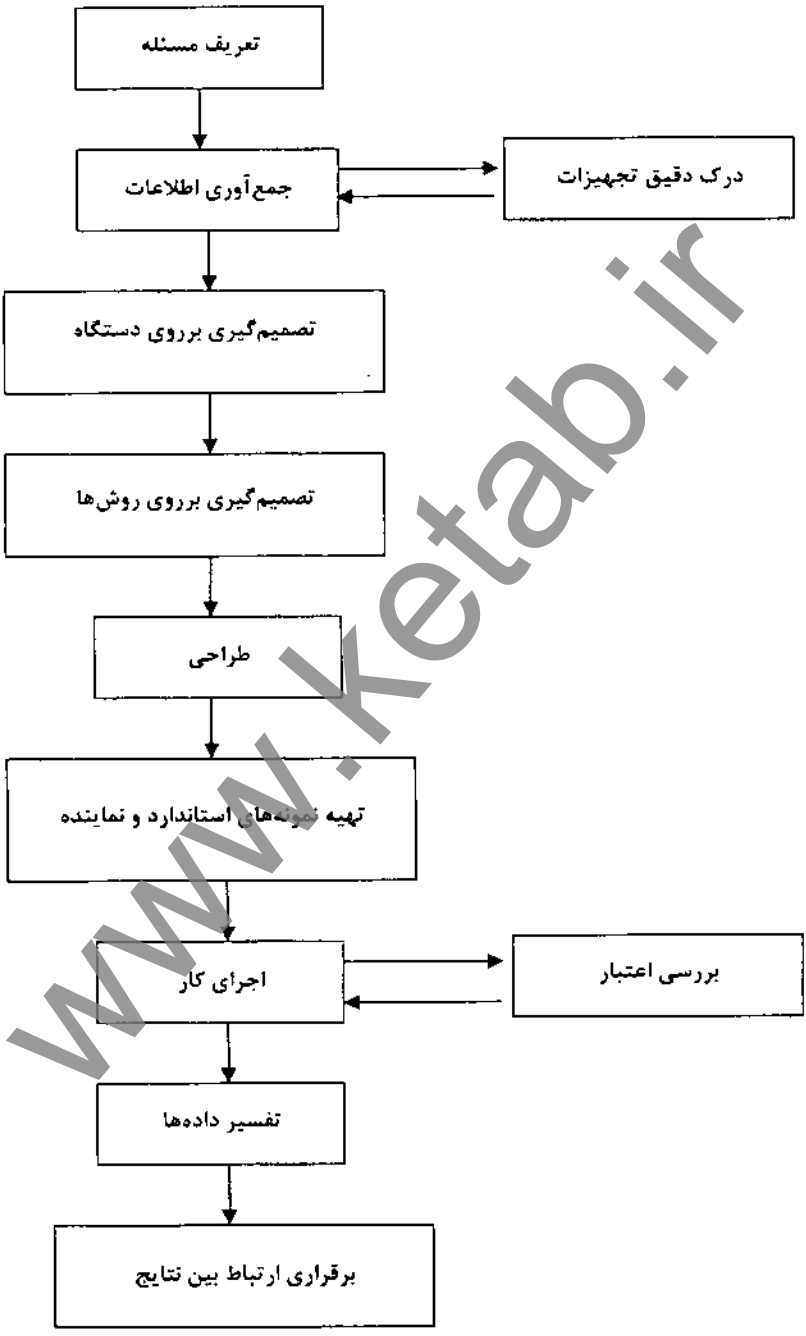
دانشمندان تجزیه‌ای در انواع سمت‌های صنعتی و علمی، از غذا و نوشیدنی گرفته تا جرم‌شناسی، سم‌شناسی دارویی، پژوهشی و تحقیق نیز یافت می‌شوند.

یک دانشمند تجزیه‌ای خوب باید آگاهی عمیقی از روش‌های آزمایشگاهی در آزمایشگاه و همین‌طور درک قوی از تئوری و نیز اصول علمی در ورای آن‌ها و همچنین اصول تجزیه‌ای داشته باشد. این امر مستلزم تفکر و درک جدی درورای روش‌های مورد استفاده می‌باشد، این چیزی است که یک دانشمند تجزیه‌ای را از سایر دانشمندان متمایز می‌کند. او لازم است بداند که دستگاه چگونه کار می‌کند، دامنه کاربردها و محدودیت‌های آن چه‌قدر است و آیا این بهترین انتخاب در دسترس برای کار موردنظر است؟ مرحله بعدی، انتخاب روش مناسب برای کار و توسعه روش تجزیه‌ای است که بهینه‌سازی شرایط را برای گونه موردنظر دربرمی‌گیرد. یک دانشمند تجزیه‌ای همچنین لازم است که بتواند به‌صورت موشکافانه یک مسئله را ارزیابی کند و بروری بهترین شیوه عمل با توجه به درنظر گرفتن زمان (افراد)، هزینه، وجود افراد و دستگاه‌ها، صحت و آگاهی از اثرات و عواقبی که نتایج خواهند داشت، بهترین راه را برگزیند و این یک فرآیند تجزیه‌ای است. از این جهت، دانشمند تجزیه‌ای باید در تمام جوانب فرآیند، از اصول تجزیه‌ای تا روش‌های تجزیه‌ای و فرآیند تجزیه نهایی نیز تخصص داشته باشد.

۱-۲- فرآیند تجزیه‌ای

فرآیند تجزیه‌ای، عبارت از علم به‌کارگیری اندازه‌گیری‌ها به یک روش تجزیه‌ای و منطقی است. در عمل، شناسایی یا اندازه‌گیری کمّی یک گونه در نمونه پیچیده به یک تمرین در حل مسئله منجر می‌شود. برای مؤثر و کارا بودن تجزیه، دانشمند تجزیه‌ای باید از ابزارهایی که در دسترس دارد آگاهی داشته باشد و با تنوع وسیعی از چالش‌های گونا گون رویاروی باشد. همچنین یک دانشمند با آگاهی اصولی از روش‌های تجزیه‌ای، هنگام روبه‌رو شدن با یک مسئله تجزیه‌ای مشکل، می‌تواند مناسب‌ترین روش‌ها را به‌کاربرد و همچنین موجب شناسایی آسان‌تر در هنگامی‌که مشکل خاصی نمی‌تواند با روش‌های قدیمی حل شود نیز می‌گردد و به تجزیه‌گر، آگاهی لازم را برای توسعه یک روش کارساز و کاربرد دستگاهوری ترکیبی و یا روش‌های تجزیه‌ای جدید را می‌دهد. یک فرآیند تجزیه‌ای شامل مراحل اصولی است که ممکن است آن را به‌صورت نمودار نشان داده شده در شکل ۱-۱ درنظر گرفت.

www.ketab.ir



شکل ۱-۱: مراحل فرآیند تجزیه‌ای

www.ketab.ir

تجزیه‌گر هنگام رویارویی با یک مسئله، برای حل آن احتمالاً برخی از سؤالات همچون به‌دنبال چه چیزی هستم؟ چه مقدار از آن احتمالاً باید آن‌جا باشد؟ آیا باید تجزیه کیفی یا کمّی انجام دهم؟ چه روش تجزیه‌ای لازم است به‌کار برم؟ چه مدت به طول خواهد انجامید؟ چه مقدار هزینه صرف خواهد شد؟ را خواهد پرسید.

شیوه‌ای که در یک تجزیه انجام می‌گردد، به تجربه، زمان، هزینه و ابزار سنجش موجود نیز بستگی دارد. تجزیه‌گرها باید بتوانند ابزارهای موجود را با روشی روشن و دقیق برآورد کنند. اکثر اندازه‌گیری‌ها با استفاده از روش‌های کلاسیک و تجزیه‌ای از قبیل وزن‌سنجی انجام می‌شوند، اما حرکت به سوی استفاده از روش‌های دستگاهی در دهه ۱۹۶۰ آغاز شد. تجزیه دستگاهی بر مبنای اندازه‌گیری یک خاصیت فیزیکی از یک نمونه است درحالی که آن‌ها عموماً نسبت به روش‌های قدیمی حسّاس‌تر و انتخاب‌گری بیشتری دارند، اما گاهی دقت کم‌تری دارند. دستگاه‌های پیشرفته معمولاً سریع، خودکار و قادر به اندازه‌گیری بیش از یک گونه در یک زمان می‌باشند. اکثر روش‌های تجزیه دستگاهی نسبی می‌باشند. از این رو تجهیزات باید کالیبره شوند و روش‌های دستگاهی مورد استفاده برروی آن‌ها می‌بایستی تأیید شوند تا ثابت گردد که به‌طور قابل اعتمادی کار می‌کنند.

در پاسخ به این سؤال که، چه روش تجزیه‌ای لازم است به‌کار بریم؟ روش تجزیه‌ای برای ترکیب موردنظر در محدوده غلظتی مورد نیاز باید انتخاب‌گر باشد، همچنین دارای صحت، دقت و حسّاسیت قابل قبول و قابل اعتماد، محکم و به‌آسانی قابل استفاده باشد، تکرار اندازه‌گیری و سرعت تجزیه باید مناسب باشد و هزینه به ازای هر نمونه نباید زیاد باشد. در یک نظر کلی، هزینه هنگام خرید دستگاه معمولاً زیاد است، اما به علت کم‌زحمت بودن مراحل تجزیه‌ای موجب صرفه‌جویی در وقت می‌شود و استفاده طولانی مدت از چنین ابزاری معمولاً از نظر اقتصادی هم مقرون به صرفه می‌گردد.

۱-۳- ابزارهای سنجش تجزیه‌ای

یک دستگاه، ابزاری است که می‌تواند اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای را به‌طور خودکار و هدفمند انجام دهد. دستگاه‌های تجزیه‌ای به تجزیه‌گرها کمک می‌کنند تا ترکیب و ساختار را تعیین کنند، نمونه‌ها را بشناسند، مخلوط‌ها را جدا کنند و نتایج سودمند به دست دهند.

از نظر تاریخی، دستگاه‌ها اغلب به ۴ جزء سازنده تقسیم‌بندی می‌شوند.

www.ketab.ir

- تولیدکننده سیگنال، مانند منبع تابشی؛
- مبدل داده‌های درون داد (آشکارساز)؛
- اصلاح کننده سیگنال الکتریکی، مثلاً فیلتر یا تقویت کننده و
- مبدل داده‌های برون‌داد، مثلاً کامپیوتر.

به‌عنوان مثال، برای یک اسپکتروفتومتر UV-Vis، مولد سیگنال منبع تابش است، مبدل داده‌های درون داد آشکارساز نوری، اصلاح کننده سیگنال الکتریکی مبدل جریان به ولتاژ و مبدل داده‌های برون‌داد، یک نمایش گر قوی می‌باشد.

به‌هرحال، به هنگام مقایسه و سنجش دستگاه‌ها، به‌خصوص در مورد سیستم‌های چند منظوره، این مورد و موارد مشابه آن می‌توانند برای توصیف دستگاه‌ها، مختصر شوند. طریقه دیگری که به‌وسیله جی. رابینسون[1] توسعه یافته و گزارش شده است، توصیفی یکنواخت‌تر را از دستگاه‌ها ارائه می‌دهد.

او پیشنهاد می‌کند که دستگاه‌های تجزیه‌ای از ۵ واحد مشخص تشکیل می‌شوند:

- منبع؛
- نمونه؛
- جداکننده؛
- آشکارساز و
- ابزار برون‌داد.

از این رو، با استفاده از این خط مشی، برای اسپکتروفتومتر UV-Vis، منبع لامپ دوتریم - تنگستن، نمونه عبارت از *کووت*[2] یا سل جریانی، جداکننده شامل مونوکروماتور، آشکارساز یک لوله *فتومالتی پلایر*[3] و ابزار برون داد شامل یک کامپیوتر با یک مبدل آنالوگ به رقومی می‌باشد (شکل ۱-۲).

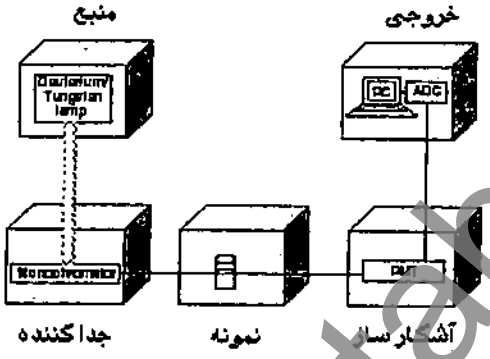
این روش توصیف دستگاه‌ها به ویژه در بخش اول این کتاب که بسیاری از دستگاه‌های تجزیه آزمایشگاهی مورد بحث قرار می‌گیرند، نیز به‌کار گرفته شده است.

امروزه تقاضا برای دستگاه‌های تجزیه‌ای به علت رقابت بیشتر در مورد حدود حساسیت، اندازه‌های کوچک‌تر نمونه، دامنه وسیع کاربردها و افزایش تعداد ترکیبات جدید که باید شناسایی

1. G.Rayson
2. Cuvette
3. Photomultiplier

www.ketab.ir

شوند، نسبت به سابق بیشتر شده است. بنابراین، خوشبختانه دستگاه‌های پیشرفته به واسطه پیشرفت تکنولوژی‌های جدید روز به‌روز توسعه می‌یابند. این فن‌آوری‌های جدید شامل: تارهای نوری[1]، کمومترها، لیزرها، اجزای کوچک‌تر و رایانه‌های قدرتمندتر می‌گردند.



شکل ۱-۲: اجزای یک دستگاه تجزیه‌ای

۱-۴- انتخاب صحیح دستگاه

برای تصمیم‌گیری درباره این‌که کدام دستگاه موجود برای استفاده در کار موردنظر بهترین است، لازم است که تجزیه‌گر درباره انواع مختلف دستگاه‌های موجود آگاهی داشته باشد.

دستگاه‌های طیف‌سنجی معمولاً بر مبنای اندرکنش یک ترکیب با تابش استوار می‌باشند که آگاهی درباره شناسایی، اندازه‌گیری کمّی و/یا ساختمان ترکیب را به‌دست می‌دهند.

دستگاه‌های جداسازی معمولاً بر مبنای جداسازی کروماتوگرافی یا الکتروفورتیک مخلوط ترکیبات هستند که به این صورت هر ترکیب شناسایی و اندازه‌گیری می‌شود. آن‌ها به‌ویژه برای نمونه‌های پیچیده قدرتمند می‌باشند. آشکارسازهای مورد استفاده در ارتباط با روش‌های جداسازی اطلاعات شناسایی بیشتری را به‌دست می‌دهند و اغلب ساختار را روشن می‌کنند.

دستگاه‌های تصویربرداری، معمولاً بر مبنای بررسی دقیق سطح یک ترکیب یا ماده استوار می‌باشند که می‌توانند شناسایی و روشن‌سازی ساختاری و درک آن‌چه در مقیاس بسیار کوچک در حال روی‌دادن است را میسر سازند.

دستگاه‌های الکتروشیمیایی معمولاً، برای مثال روش‌های پتانسیومتری، با استفاده از الکترودهای یون گزین و ولتامتری، براساس تغییرات در انرژی الکتریکی به هنگامی که یک واکنش شیمیایی

1. Fibre optic

www.ketab.ir

انجام می‌شود، می‌باشند.

این روش‌ها با تکنیک‌های متفاوتی می‌توانند اندازه‌گیری شوند و اطلاعات کیفی و کمّی متنوعی را درباره واکنش‌دهنده‌ها و محصولات ارائه دهند. در مورد اندازه‌گیری‌های هدایت‌سنجی، تغییرات در محتوای یونی کنترل می‌شوند و اگرچه غیرویژه می‌باشند، اما می‌توانند داده‌های مفیدی را به‌دست دهند.

دستگاه‌های تجزیه گرمایی، مطالعه تغییرات شیمیایی و فیزیکی را که با دما رخ می‌دهند را میسر می‌سازند و باعث شناسایی مواد و درک رویدادهای گرمایی آن‌ها می‌شوند.

دستگاه‌های سنجش پراشی، باعث تعیین ساختار ترکیب در حد اتمی می‌شوند. افزون بر این، تجزیه‌گر نیاز دارد که اطلاع کاری کلی از این‌که چه دستگاه‌هایی قادر به انجام تجزیه را دریافته، مشکل را درک کرده، برای آن راه‌حلی بیابد و از دستگاه‌های در دسترس آگاهی داشته باشد. اگر تعدادی از روش‌ها بتوانند به‌کار گرفته شوند، لازم است که تجزیه‌گر بداند که اولویت‌ها کدامند، آیا حساسیت است، آیا سرعت مهمترین عامل است یا هزینه نقش بازی می‌کند؟ این به تصمیم‌گیری درباره این‌که کدام دستگاه کارآمدترین آن‌ها است نیز کمک خواهد کرد. در نهایت تجربه عاملی عمده می‌باشد. اگر یک تجزیه‌گر با قطعه ای از دستگاه و استفاده از آن برای تجزیه تعداد زیادی از نمونه‌ها آشنایی کافی داشته باشد، در آن صورت می‌تواند تفاوت بزرگی را برای اطمینان در نتایج به‌دست آمده به‌وجود آورد. درحالی که اگر روش جدیدی به‌کار گرفته شود، ممکن است که نتایج به‌صورت آزمایشی‌تر ارائه شوند. بنابراین، در انتخاب صحیح دستگاه دو سری از شرایط کارا وجود دارند که باید مدنظر قرار گیرند.

شرایط کارآیی که برروی کیفیت نتایج مؤثرند عبارتند از:

- صحت؛
- دقت (تکرارپذیری و تجدیدپذیری)؛
- حساسیت (LOQ, LOD)؛
- انتخاب‌گری؛
- خطی بودن؛
- محدوده دینامیکی و
- پایداری.

شاخص‌های کارآیی اقتصادی عبارتند از:

- هزینه خرید، نصب و نگه‌داری؛

www.ketab.ir

- زمان تجزیه؛
- جهات ایمنی؛
- هزینه اجرا-تدارکات، گازها، مصرف شدنی‌ها؛
- آموزش نیروی انسانی؛
- میزان نمونه و
- توان عملیاتی نمونه (تعداد نمونه‌های قابل انجام).

روی‌هم‌رفته، دستگاهوری تجزیه‌ای همواره برای دانشمندان تجزیه و همچنین دسترسی تجزیه‌ای آن‌ها به حل مشکل حائز اهمیت است.

امروزه محدودیت تجهیزات قابل دسترس همراه با رقابت تولیدکنندگان برای تولید تجهیزات کوچک‌تر، بهتر، حساس‌تر یا ارزان‌تر نسبت به رقبای بازاری، بسیار زیاد است. از این رو لازم است که تجزیه‌گرها یک درک قوی از طرز کار و قابلیت‌های دستگاه‌های تجزیه‌ای و ابزارها داشته باشند تا این‌که هنگام خرید و یا انتخاب برای استفاده از یک دستگاه در برابر دستگاه دیگر بتوانند تصمیم مناسبی بگیرند.

مراجع

1. Rayson, G. (2004) A unifying description of modern analytical instrumentation within a course on instrumental methods of analysis. *J Chem Ed*, 81 (12), 1767–71.

www.ketab.ir