

مطالعه اثر مزاحمت طیفی ۲۸ عنصر بر روی خطوط طیفی Zn به کمک اسپکتروسکوپی نشری پلاسمای جفت شده القایی (ICP- Es)

دکتر مرضیه چالوسی

گروه آموزشی شیمی - دانشکده علوم - دانشگاه تربیت معلم

پيچيده، انتخاب خط طيفي مناسب در اندازه گيري بستگی به آزادی نسبی آن از خطوط طیفی دیگر دارد. این خطوط ممکن نیست مگر اینکه مزاحمت‌های طیفی شود* تا به کمک دستگاه با قدرت تفکیک بالاتر و یا روابط ریاضی و آماری نظیر روشهای PLS** و PLF اینگونه مزاحمت‌ها را با جفت (۵ و ۷).

چکیده:

مزاحمت‌های طیفی عناصر Cu, Mo, Zr, Fe, Ti, Cr, Pb, Al, U, Ti, Mg, Ta, Y, W, Be, Sn, K, B, Ag, V, Sr, Se, 330.259 در طول موج‌های Na, Co, Ca, Ba, Hg, Cd, 202.551, 206.200, 213.856، نانومتر عنصر Zn مورد مطالعه قرار گرفت و از اسپکترومتر نشری پلاسمای جفت شده القایی ICP-Es استفاده شد.

روش و ابزار:

دستگاه اسپکترومتر نشری پلاسمای جفت شده Varian ۱۰۰ سال ۱۹۹۰ مورد استفاده قرار گرفت. در جدول ۱- آمده است.

محلول‌های با غلظت کم، از رقیق کردن محلول حاصله ۱۰۰۰ ppm ساخته شده است. شرایط بهینه دستگاه پلاسمای و تغییر ارتفاع دید پلاسمای مطالعه نسبت به (SNR) بدست آمد.

* تحقیقات در دانشگاه واترلو کانادا بخش شیمی آزمایشگاه اتمی تجزیه‌ای دکتر واسیلی کارائاسیوس انجام شده است. Sources (PLS) and Kalman Filtering methods.

مقدمه:

در حال حاضر یکی از مهمترین عوامل موثری که مانع بکارگیری وسیع اسپکتروسکوپی نشری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-Es) می‌شود مزاحمت‌های طیفی آن می‌باشد. بنابراین مطالعه مزاحمت‌های طیفی تقاضای اولیه در بکارگیری موثر ICP در اسپکترومتری نشری اتمی تجزیه‌ای می‌باشد، بخصوص در ماتریس‌های ویژه (۲ و ۳ و ۴) با طیف‌های نشری

جدول ۱- شرایط عمل دستگاه ICP

Varian Liberty 100

Forward power	1.08 kW
Plasma gas (Ar)	15.0 L/min
Auxiliary	1.5 L/min
Nebulizer pressure	200.0 kPa
Viewing height	15.0 mm ALC
Pump speed	25.0 rpm
Stabilization time	15.0 sec
Sample delay	30.0 sec
Search window	0.08 nm
Integration time	1.0 sec
Number of repeats	3

مزااحت طیفی داشته و عنصر Zr در این طول موج مزااحت طیفی شدیدتری دارد. نتایج در جدول ۲ درج شده است. طیف مربوط به عناصر Zn, U, Na, Ti, Mo, Y در (شکل-۴) آمده است.

در طول موج ۲۱۳/۸۶۶ نانومتر از ۲۸ عنصر مورد بررسی عناصر Cu, Mo, Zr, Fe, Ti, Cr مزااحت طیفی نشان دادند. عنصر Cu با فلز روی در این طول موج مزااحت نسبتاً شدیدی نشان می‌دهد. نتایج در (جدول-۳) درج شده است. طیف مربوط به عناصر Zn, Zr Cu, Fe, Mo در (شکل-۵) آمده است.

در طول موج ۲۰۶/۲۰۰ نانومتر عناصر Cr, Mo, Al, U, Cu, Mn, Mg, Ta, W, V, Ti, دادند مخصوصاً عنصر وانادیم در این خط طیفی هم‌پوشانی شدیدی (hot line) نشان می‌دهد. نتایج در (جدول-۴) آمده است. طیف مربوط به عناصر Zn, Mg, Mo, W, pb در (شکل-۶) آمده است.

در طول موج ۲۰۲/۵۵۱ نانومتر مزااحت طیفی ۲۸ عنصر مورد بررسی قرار گرفت و طیف عناصر Cu, Cr, U, Mo, Mn, Mg, Ta, W, Y, Zr, Co, Fe, Ti بقیه عناصر مزااحت طیفی چندانی نشان نداده و عنصر Mg

بر IBM مدل ۴۸۶ و نرم افزارهای windows, مورد استفاده قرار گرفت. طیف عناصر در موج‌های مختلف بر روی دیسک‌های مغناطیسی شده است. با افزایش توان پلاسما، شدت نشر در موج‌های ۲۱۳/۸۵۶ و ۲۳۰/۲۵۹ نانومتر عنصر zn یافته و طول موج ماکزیمم نیز جابجا شده است. مایش برای عنصر Zn با غلظت ۱۰ ppm در طول موج ۲۱۳/۸۵۶ انجام شد (شکل-۱) و در طول موج ۲۳۰ نانومتر برای مخلوط ۵ ppm zn + ۲۰ ppm Na و ۱۰ ppm zn + ۳۰ ppm Na انجام گرفت نتایج در شکل ۱ ترتیب آمده است. عنصر سدیم در این طول موج شدیدی برای عنصر Zn دارد.

چ و بحث:

محت‌های طیفی حاصل از عناصر Cu, Mo, Zr, Fe, Ti, Cr, Al, Pb, U, Ti, Mg, Ta, Y, W, B, K, B, Ag, V, Sr, Se, Na, Co, Ca, Ba, Hg, In ل موج ۲۳۰/۲۵۹ نانومتر نشان داد که بسیاری از ذکر شده هم‌پوشانی طیفی در این طول موج و فقط عناصر Zr, U, Mo, Ta, Y, Na, Cr, Ti

دستگاه از قبیل اندازه گیری چند عنصر، دارا بودن دامنه غلظتی وسیعتر و سادگی کار با دستگاه، بنابراین برای اینکه بتوان عناصر در حد مقادیر کم را در نمونه های با ماتریس های پیچیده نظیر نمونه های ژئوشیمیایی و بیولوژی اندازه گیری نمود لازم است مزاحمت های طیفی بر طرف شود.

امروزه برای رفع مزاحمت طیفی از روش های آماری استفاده می شود (۵). در آینده بکارگیری اینگونه محاسبات ریاضی و آماری مورد بحث قرار خواهد گرفت.

مزاحمت طیفی شدید و عنصر تنگستن مزاحمت طیف کمتری نسبت به Mg از خود نشان می دهد. نتایج در (جدول ۵) آمده است و طیف عناصر Zn, Cr, U, Zr, Mo در (شکل ۷) نشان داده شده است. باتوجه به جدول ۶ مشاهده می شود که حد تشخیص LOD دستگاه ICP-AES نسبت به دیگر روش های تجزیه ای مندرج در جدول ضعیف تر می باشد. از آنجائیکه این دستگاه در آینده جایگزین سیستم های نشر اتمی شعله ای و جذب اتمی خواهد شد (بعلت توانایی ویژه

جدول ۶- حد تشخیص عنصر Zn با روش های مختلف دستگاهی (۶)

ASV _(a)	Flame-AAS	ET-AAS*	ICP-AES*
(ppb)	(ppb)	(ppb)	(ppb)
0.4	0.6	0.2	1

(a) Anodic Stripping Voltametry

طیفی نداشته و تعدادی از عناصر در حد مقادیر بسیار کم عنصر روی (در حد ppb) ایجاد مزاحمت می نماید (جدول ۷).

نتیجه گیری:

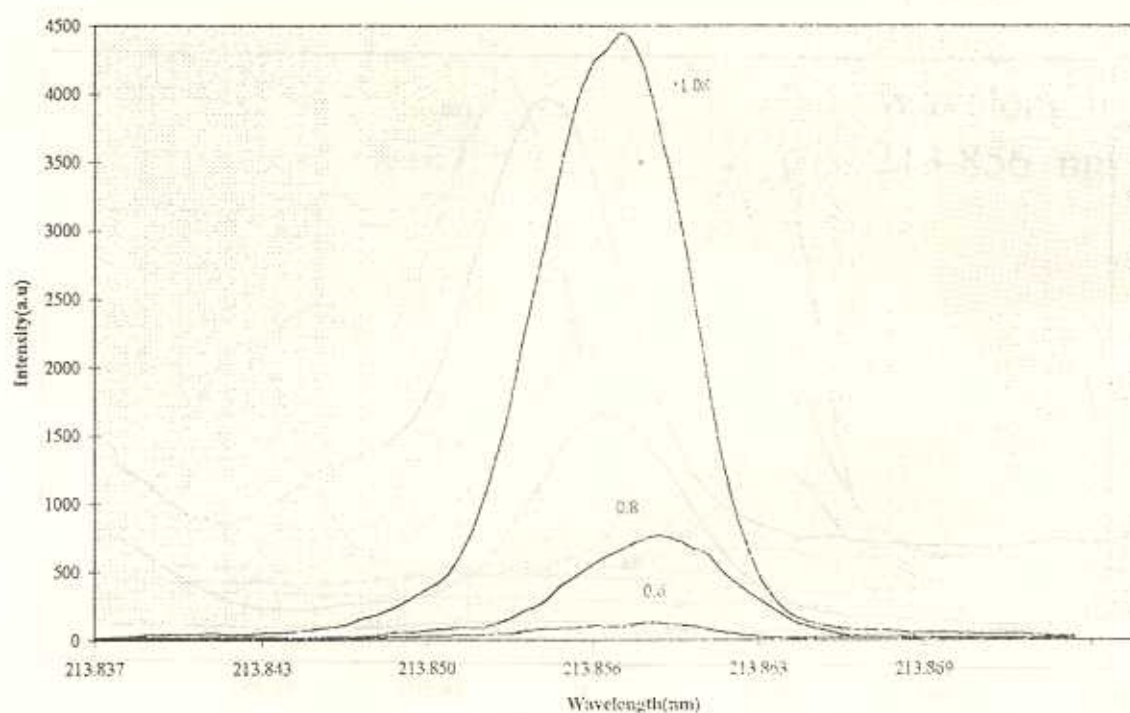
از مطالعات طیف نشری ۲۸ عنصر مختلف با طیف نشری عنصر روی (Zn) در طول موج های مختلف، مشاهده شد که بسیاری از عناصر ذکر شده مزاحمت

جدول ۷- عناصری که در تعیین مقادیر کم عنصر Zn ایجاد مزاحمت می کنند.

نام عنصر در حد مقادیر کم	طول موج (nm)	عناصری که ایجاد مزاحمت می نمایند
Zn	330.259	U, Mo, Ta, Zr, Na
	213.859	Cu, Fe, Cr
	206.200	U, Mo, Mg, Ta, W, V
	202.551	Cr, U, Ta, W, V

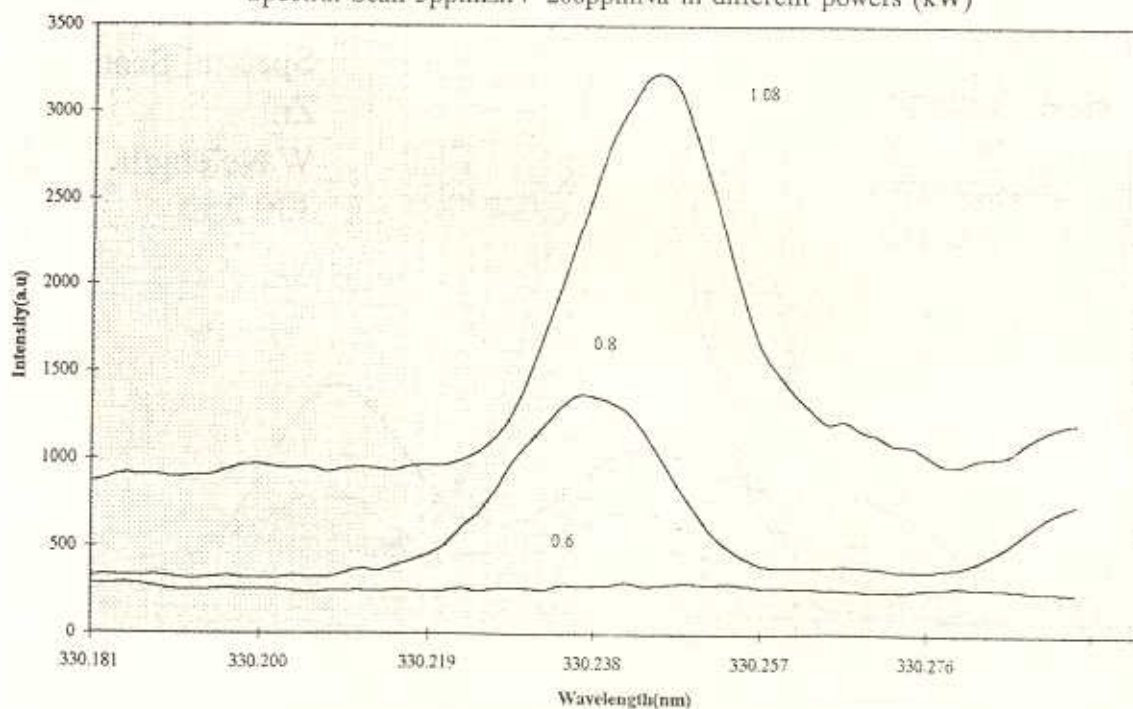
* - Limit of Detection.

Spectral Scan 10 ppmZn in different powers (kW)



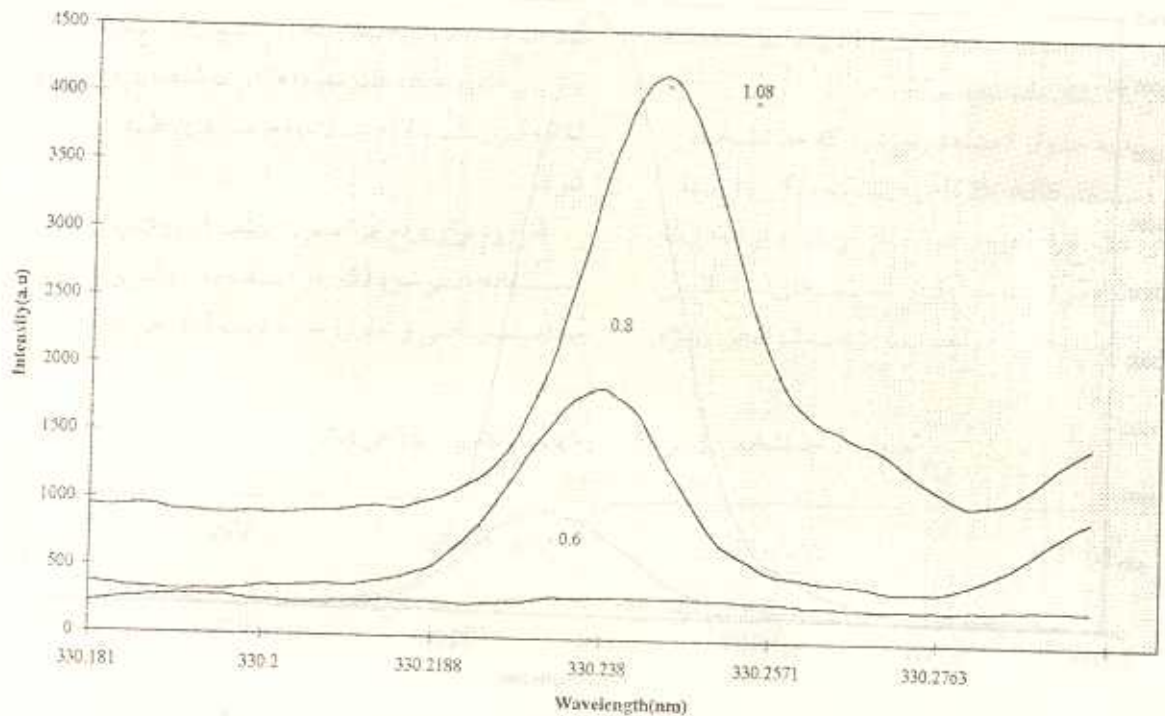
شکل ۱- اثر تغییرات توان پلاسما بر حسب کیلووات بر روی شدت نشر محلول ۱۰ ppmZn

Spectral Scan 5ppmZn+ 200ppmNa in different powers (kW)

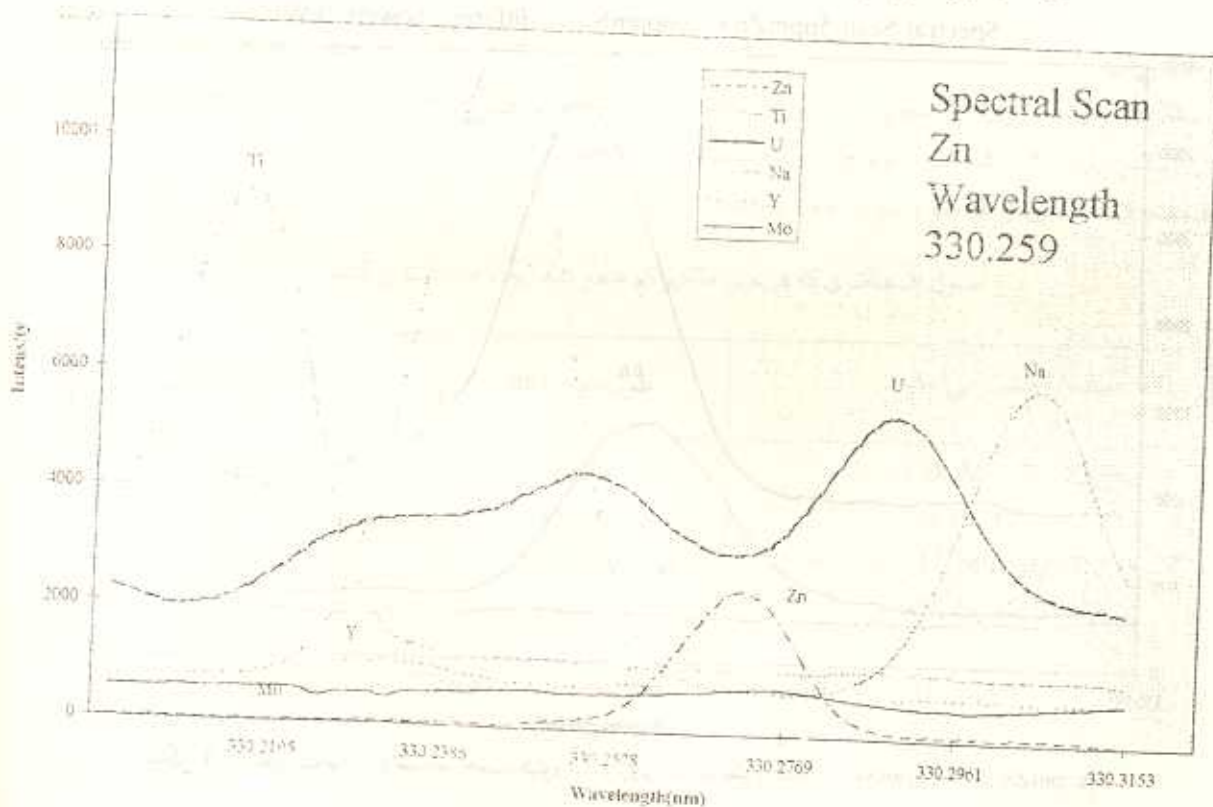


شکل ۲- اثر تغییرات توان پلاسما بر حسب کیلووات بر روی شدت نشری محلول ۵ ppmZn + ۲۰۰ ppmNa

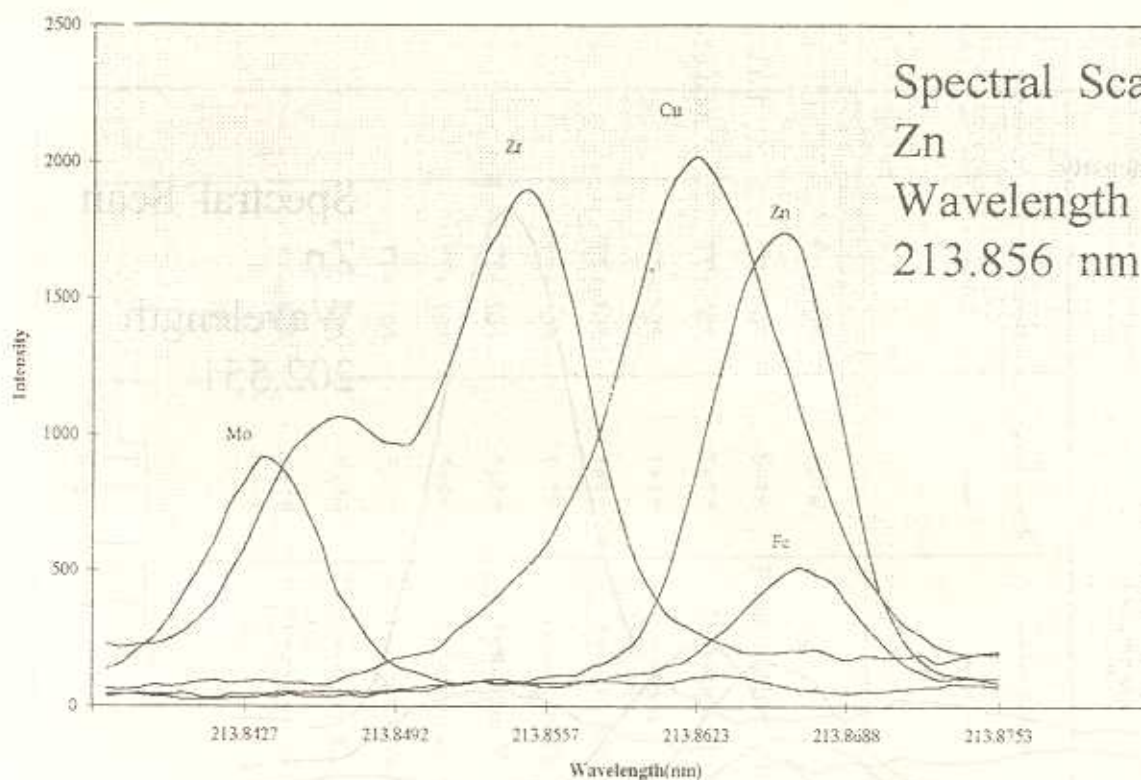
Spectral Scan 5ppmZn+ 200ppmNa in different powwers (kW)



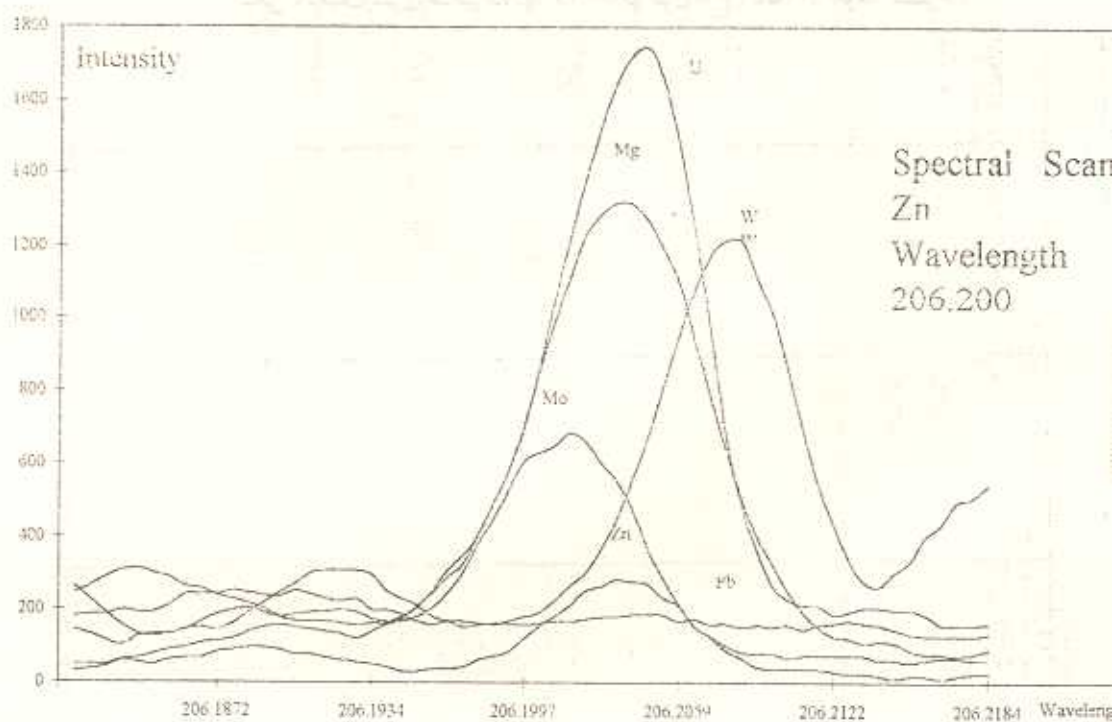
شکل ۳- اثر تغییرات توان پلاسما بر حسب کیلووات بر روی شدت نشر محلول ۱۰ppmZn + ۳۰۰ ppmNa



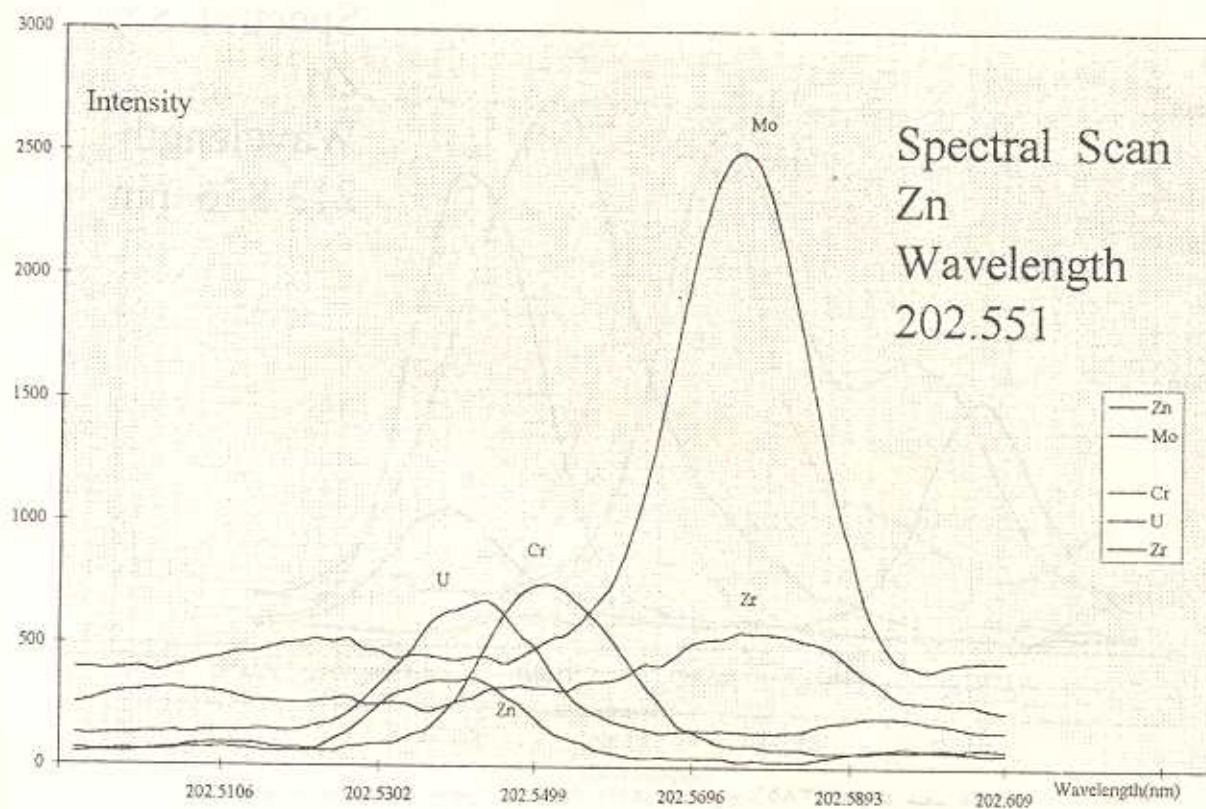
شکل ۴- اثر تغییرات در طول موج ۳۳۰۲۵۹ نانومتر عنصر Zn



شکل ۵- طیف نشری عناصر Mo, Zr, Cu, Fe در طول موج ۲۱۳/۸۵۶ نانومتر عنصر Zn.



شکل ۶- طیف نشری عناصر Mg, U, Mo, W, Pb در طول موج ۲۰۶/۲۰۰ نانومتر عنصر Zn.



شکل ۷- طیف نشری عناصر Mo, Cr, U, Zr در طول موج ۲۰۲/۵۵۱ نانومتر عنصر Zn

جدول ۲- شدت نشر عناصر مواضع در اندازه گیری عنصر Zn

نام و غلظت عنصر اصلی	طول موج (nm)	شدت طیفی عنصر	غلظت عناصر مواضع	طول موج خط طیفی (nm)	شدت طیفی عناصر مواضع	حد تشخیص ng.ml ⁻¹	مواضع طیفی گزارش شده توسط شرکت وارین
Zn II 50 ppm	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	-	-	-	-	۱۰۰۰۰ppm U
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	Blank Solution (BG)	۲۳۰/۲۵۳	۵۳۲/۲	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰۰ppm U	۲۳۰/۲۸۹	۵۵۴۰	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰ppm U	۲۳۰/۲۸۹	۹۸۵/۱	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰۰pp Mo	۲۳۰/۲۷۵	۷۹۵/۴	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰۰ppm Ta	۲۳۰/۲۸۳	۸۷۴/۷	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰۰ppm Y	۲۳۰/۲۳۲	۱۱۰۷	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰۰ppm Zr	۲۳۰/۲۷۳	۱۶۶۱۰۰	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰۰ppm Na	۲۳۰/۲۲۴	۱۲۱۱۰	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰۰ppm Cr	۲۳۰/۲۲۵	۷۷۱/۳	-	
	۲۳۰/۲۵۹	۲۰۲۶	۱۰۰۰۰ppm Ti	۲۳۰/۲۱۶	۹۰۱۷	-	

جدول ۳- شدت نشر عناصر مزاحم در اندازه گیری عنصر Zn

نام و غلظت عنصر اصلی	طول موج (nm)	شدت طیفی عنصر	غلظت عناصر مزاحم	طول موج خط طیفی (nm) عناصر مزاحم	شدت طیفی عناصر مزاحم	حد تشخیص ng.ml ⁻¹	ملاحظات طیفی گزارش شده توسط شرکت وارین
Zn (I) ۱ppm	۲۱۳/۸۵۶	۱۷۴۲	-	-	-	۰/۹	۱ ppm Zn (BG)
	۲۱۳/۸۵۶	۱۷۴۲	Blank Solution(BG)	۲۱۳/۸۶۱	۷۵/۶۹		۱۰۰ ppm Cu
	۲۱۳/۸۵۶	۱۷۴۲	۱۰۰۰ ppm Cu	۲۱۳/۸۶۲	۱۹۱۵		-
	۲۱۳/۸۵۶	۱۷۴۲	۱۰۰۰ ppm Mo	۲۱۳/۸۴۴	۸۸۷/۵		-
	۲۱۳/۸۵۶	۱۷۴۲	۱۰۰۰ ppm Zr	۲۱۳/۸۵۵	۱۸۸۳		-
	۲۱۳/۸۵۶	۱۷۴۲	۱۰۰۰ ppm Fe	۲۱۳/۸۶۷	۴۸۱/۴		-
	۲۱۳/۵۸۶	۱۷۴۲	۱۰۰۰ ppm Ti	۲۱۳/۸۵۶	۲۴۴۴		-
	۲۱۳/۵۸۶	۱۷۴۲	۱۰۰۰ ppm Cr	۲۱۳/۸۵۶	۱۷۳/۵		-

جدول ۴- شدت نشر عناصر مزاحم در اندازه گیری عنصر Zn

نام و غلظت عنصر اصلی	طول موج (nm)	شدت طیفی عنصر	غلظت- عناصر مزاحم	طول موج ماکزیمم خط طیفی (nm) عناصر مزاحم	شدت طیفی عناصر مزاحم	حد تشخیص ng.ml ⁻¹	ملاحظات طیفی گزارش شده توسط شرکت وارین
Zn II 1ppm	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	-	-	-	۲/۵	۱ ppm Zn BG
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	Blank Solution(BG)	۲۰۶/۱۸۸	۸۶/۰۳		۱۰۰ppm Cr
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm Cr	۲۰۶/۱۸۷	۱۶۸/۶		
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm Mn	۲۰۶/۱۹۰	۹۰/۴۶		
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm Al	۲۰۶/۱۸۳	۴۱۷/۱		۱۰۰ppm Al
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm U	۲۰۶/۲۰۴	۱۸۳/۹		-
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm Mo	۲۰۶/۲۰۲	۶۸۹/۷		-
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm Mg	۲۰۶/۲۰۴	۱۳۴۰		-
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm Ta	۲۰۶/۱۹۹	۸۰۳/۱		-
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm W	۲۰۶/۲۰۸	۱۱۷۳		-
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm V	۲۰۶/۲۱۱	۹۷۷/۵۰		-
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm Ti	۲۰۶/۱۸۹	۹۸/۶۸		-
	۲۰۶/۲۰۰	۳۰۶/۷	۱۰۰ppm Cu	۲۰۶/۱۸۸	۸۶/۰۱		

جدول ۵. شدت نشر عناصر مزاحمه در اندازه گیری عنصر Zn

نام و غلظت عنصر اصلی	طول موج (nm)	شدت طیف عنصر	غلظت عناصر مزاحمه	طول موج خط طیفی (nm)	شدت طیفی عناصر مزاحمه	حد تشخیص ng.ml ⁻¹	ملاحظات طیفی گزارش شده توسط شرکت wariant
Zn II 1 ppm	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	-	-	-	۲۵	۱ ppm Zn BG
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	Blank Solution (BG)	۲۰۲/۵۳۵	۵۰/۰۰		۱۰ ppm Cu
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰ ppm Cu	۲۰۲/۵۳۹	۹۶۳/۸		۱۰۰ ppm Cr
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰ ppm Cr	۲۰۲/۵۵۲	۷۳۰/۹		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm U	۲۰۲/۵۴۱	۶۵۱/۱		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm Mo	۲۰۲/۵۷۵	۲۴۸۲		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm Mn	۲۰۲/۵۳۳	۱۸۶/۱		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm Mg	۲۰۲/۵۷۲	۱۱۰۵۰۰		۱۰ ppm Mg
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm W	۲۰۲/۵۴۱	۲۹۸/۴		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm Y	۲۰۲/۵۹۹	۴۱۴۰۰		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm Zr	۲۰۲/۵۳۳	۳۲۶۴		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm Co	۲۰۲/۵۷۷	۵۹۳/۱		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm Fe	۲۰۲/۵۷۷	۱۴۱۵۰		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	۱۰۰۰ ppm Ti	۲۰۲/۵۳۴	۲۲۸/۳		-
	۲۰۲/۵۵۱	۳۵۴/۶	-	۲۰۲/۵۰۶	۲۴۰/۷		-

REFERENCES:

- 1- E. H. Van Veen, F. J. Oukes and M. T. C. DE Loos Vollebregt, *Spectrochimica Acta*, Vol. 45 B. No. 10 1109 (1990).
- 2- A. R. Forster, T. A. Anderson, and M. L. Parsons, *Applied Spectroscopy*, 36 (5), 499 (1982).
- 3- N. Daskalova, S. VElchikov, N. Krasnobaeva and P. Slavova, *Spectrochimica Acta* 47B. No. 1, E 1595 (1992).
- 4- P. W. J., M. Boumans and J. J. A. Spectrochim Acta 41B, 1109 (1990).
- 5- Zhuoyong zhang, *Spectroscopy letters*, 25
- 6- G. H. Morrison, *Critical Reviews Ana* (1979).
- 7- Bret M. Quencer and S. R. Crouch, *Anal.* 463 (1994).