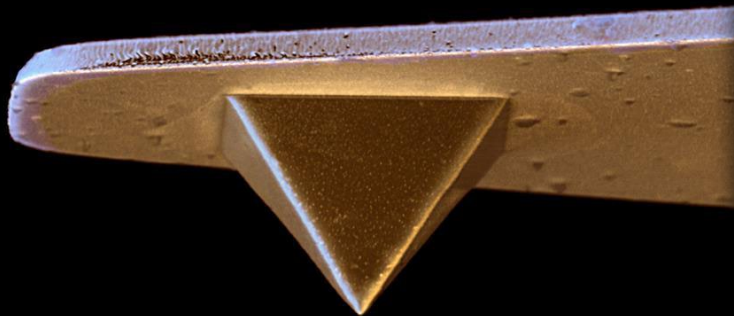


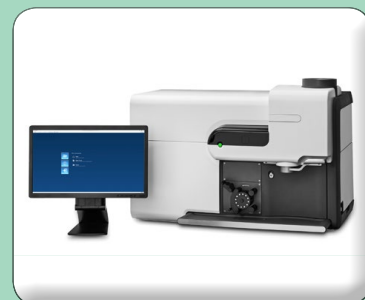
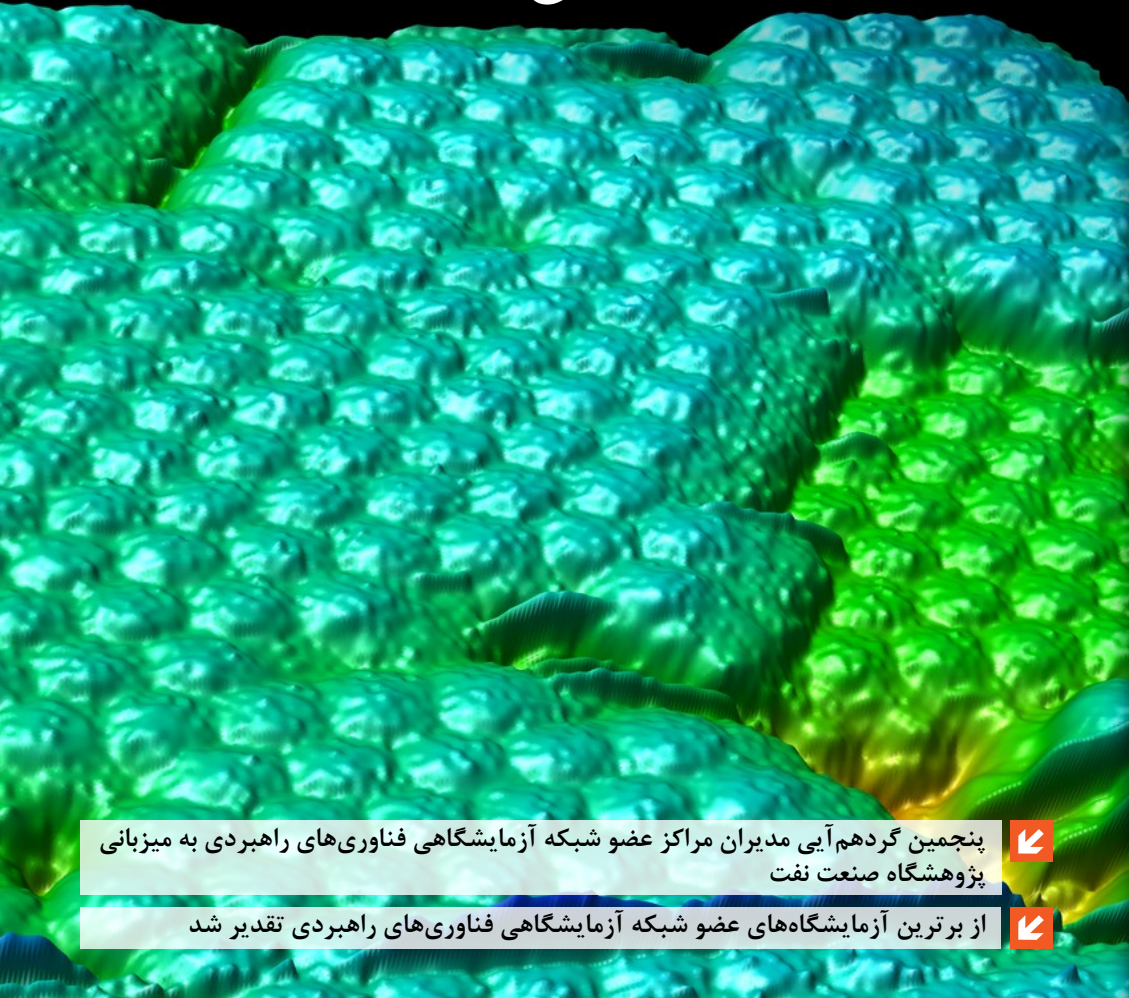
دانش آزمایشگاهی ایران

سال ششم ■ شماره ۳ ■ پاییز ۱۳۹۷ ■ شماره پیاپی ۲۳

ISSN 2538-3450



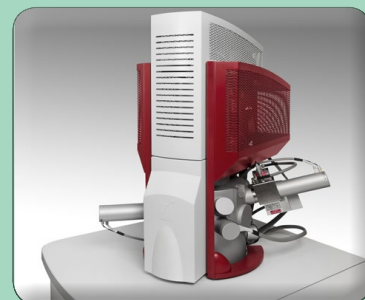
حالت‌های کاری میکروسکوپ نیروی اتمی در زیست‌شناسی و استخراج اطلاعات کمی



پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنجی
نشر اتمی



مروری بر کروماتوگرافی مایع سریع
پروتئین



معرفی آشکارساز الکترون‌های ثانویه
در خلاء پایین در میکروسکوپ‌های
الکترونی روبشی

پنجمین گردهم‌آیی مدیران مراکز عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی به میزبانی پژوهشگاه صنعت نفت



از برترین آزمایشگاه‌های عضو شبکه آزمایشگاهی فناوری‌های راهبردی تقدیر شد



نویسندگان

فرزانه زمانی^{۱*}
روح‌اله کاشانکی^۲

*f_zamani_1385@yahoo.com



چکیده

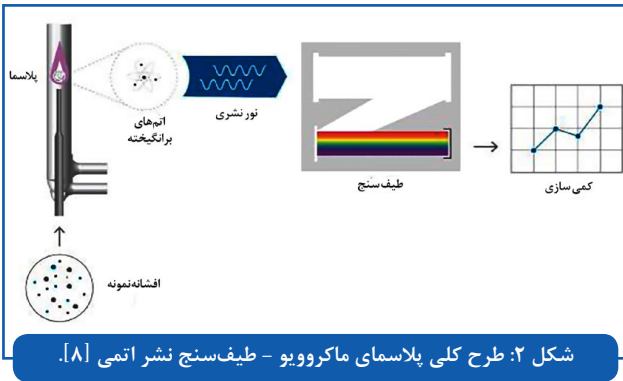
پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی دستگاهی ایده‌ال برای افرادی است که در پی جایگزینی طیف‌سنج اتمی شعله‌ای به روش دیگری هستند. در این روش، با استفاده از نیتروژن به‌عنوان منبع پلاسمای، هزینه‌های کاری کاهش و با حذف نیازمندی به گازهای نیتروس‌اکساید و استیلن، ایمنی کار افزایش می‌یابد. علاوه بر این، منبع یونیزاسیون متمیزه کردن پلاسمای نیتروژن با دمای بالاتر، حد تشخیص، محدوده خطی و پایداری طولانی مدت را افزایش داده و فرآیند آماده‌سازی نمونه را تسهیل می‌کند.

پلاسمای ماکروویو طیف‌سنجی نشر اتمی

واژه‌های کلیدی

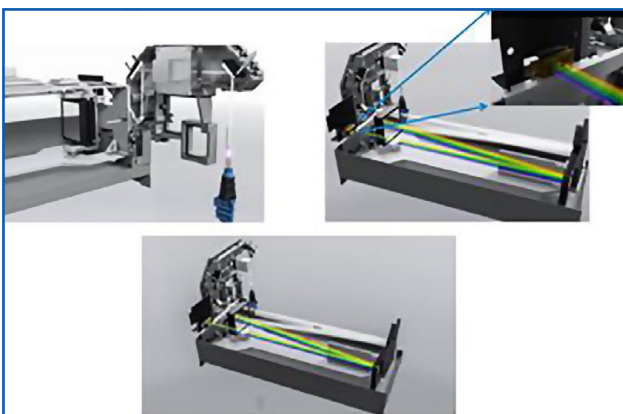
پلاسمای، هزینه، ایمنی، حد تشخیص، محدوده خطی، پایداری، آماده‌سازی.

در طیف‌سنجی اتمی با استفاده از روش‌های تجزیه‌ای، ترکیب عنصری یک نمونه به کمک بررسی طیف الکترومغناطیس یا طیف جرمی آن مشخص می‌شود. روش‌های شناسایی آنالیت عنصری با استفاده از طیف الکترومغناطیس، شامل طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای^۴، طیف‌سنجی نشر پلاسمای جفت شده القایی^۵ و پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی^۶ هستند. روش‌های دیگر شناسایی عنصری به کمک طیف جرمی آن شامل طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی^۷ و پلاسمای جفت شده القایی - طیف‌سنجی جرمی سه‌گانه است^۸ [۸].



سیستم نوری

نشر نور از پلاسمای روی یک تکفام‌ساز اسکن کننده سریع هدایت می‌شود (شکل ۳). محدوده طول موج انتخابی روی یک آشکارساز با کارایی بالا، تصویربرداری شده و به این ترتیب اندازه‌گیری طیف و زمینه به صورت هم‌زمان با دقت بهینه‌ای انجام می‌شود.



آنالیز کمی

همانند دستگاه جذب اتمی شعله‌ای، پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنجی نشر اتمی غلظت یک عنصر را در نمونه با مقایسه نشر آن با غلظت مشخصی از همان عنصر، کمی‌سنجی کرده و روی یک نمودار کالیبراسیون ترسیم می‌کند که نتیجه نهایی، میزان غلظت عنصر در نمونه است.

مزایای پلاسمای ماکروویو طیف‌سنجی نشر اتمی

■ **کمترین هزینه‌های لازم به منظور خرید و نگهداری دستگاه**
هزینه تأمین گاز در آنالیز عنصری بسیار بالاست. این دستگاه قادر است بدون نظارت دائمی کاربر و نیز بدون نیاز به گازهای اشتعال‌زا و گران قیمت آنالیز را انجام دهد که این امر هزینه‌های عملکرد دستگاه را به‌طور چشمگیری کاهش خواهد داد. در زمان خاموش

برانگیختگی اتمی

پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنجی نشر اتمی یک روش نشر اتمی است. اساس این روش به این صورت است که اتم عنصر معینی ابتدا برانگیخته و سپس نوری را در الگوی مشخصه طول موجی از خود نشر می‌کند که به آن طیف نشر اطلاق می‌شود، تا اینکه به حالت پایه باز گردد. منابع نشر اتمی شامل پلاسمای ماکروویو^۱ و پلاسمای آرگون جفت شده القایی^۲ است که هر دو منابع دارای دمای بالایی بوده و بنابراین، منابع برانگیختگی عالی برای طیف‌سنجی نشر اتمی هستند. پلاسمای ماکروویو نیتروژنی به دماهایی در حدود ۵۰۰۰ درجه کلوین می‌رسد. در این دماها، نشر اتمی قوی است و حد تشخیص عالی و محدوده دینامیک خطی ایجاد می‌کند.

در دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنجی نشر اتمی، میدان مغناطیسی حاصل از یک آهن‌ربای قوی صنعتی انرژی ماکروویوی تولید می‌کند که برای تولید پلاسمای نیتروژن به کار می‌رود، منبع نیتروژن نیز از هوای فشرده توسط منبع تولید نیتروژن تأمین می‌شود. روش پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنجی نشر اتمی در هوا موثرتر است. برانگیختگی حاصل با استفاده از میدان مغناطیسی نسبت به میدان الکتریکی، پلاسمای نیرومندتری تولید می‌کند که قابلیت بررسی گستره وسیعی از نمونه‌ها را دارد.

منبع امواج بهینه ماکروویو، میدان‌های الکترومغناطیسی متمرکز در مشعل ایجاد می‌کند (شکل ۱). سپس یک میدان مغناطیسی محوری و یک میدان الکتریکی شعاعی متمرکز شده با دارا بودن انرژی ماکروویو، انرژی پلاسمای تولید می‌کنند [۱، ۳، ۵، ۶ و ۸].



وارد کردن نمونه

همانند دستگاه جذب اتمی شعله‌ای، افشانه از یک نمونه مایع با استفاده از نیولایزر و محفظه پاششی ایجاد می‌شود. سپس افشانه به درون مرکز پلاسمای بسیار گرمی وارد می‌شود. افشانه خشک شده، تجزیه شده و سپس اتمی می‌شود. روند اتمی شدن تا برانگیختگی ادامه پیدا می‌کند. نوری در طول موج مشخصه هر عنصر نشر می‌شود به طوری که اتم‌ها به وضعیت انرژی پایین‌تر برگردند (شکل ۲).

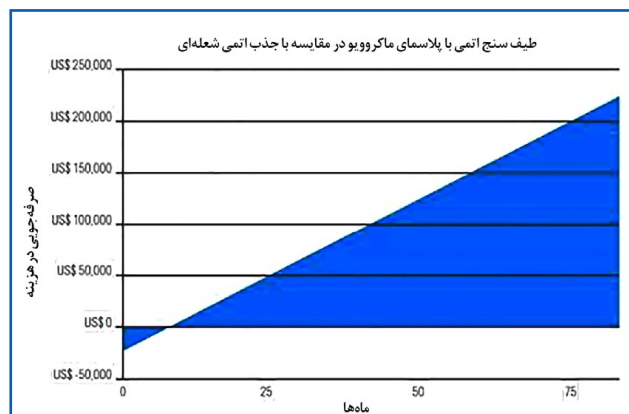
بهبود کارایی آنالیز و سادگی عملیات درگیر هستند. با ورود دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیفسنجی نشر اتمی، بر این چالش‌ها غلبه شد و آزمایشگاه‌هایی که به دنبال گذار از دستگاه جذب اتمی شعله‌ای به دستگاهی قوی‌تر، روش ایمن‌تر، با قیمت کمتر هستند، آن را دستگاهی ایده‌آل می‌دانند. همچنین، با عملکرد اضافی دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیفسنجی نشر اتمی، فرآیند آماده‌سازی نمونه می‌تواند ساده‌تر و در هزینه و زمان نیز صرفه‌جویی شود. دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیفسنجی نشر اتمی با ترکیبی از طراحی منبع امواج و مشعل قادر به آنالیز نمونه‌هایی با جامدات حل شده بدون حد تشخیص توافقی است.

کاهش هزینه‌های عملیاتی

بیشترین سهم هزینه‌های عملیاتی طیفسنجی، هزینه استفاده از گازها است. در طیفسنج جذب اتمی شعله‌ای برای تأمین سوخت شعله، ترکیبی از گازهای هوا و استیلن یا نیتروس اکساید و استیلن استفاده می‌شود. همچنین هوا با استفاده از کمپرسور تأمین می‌شود ولی گازهای استیلن و نیتروس اکساید به‌صورت سیلندرهایی است که به‌صورت مداوم پس از مصرف نیاز به شارژ مجدد دارند.

دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیفسنجی نشر اتمی، نیتروژن استخراجی را برای تقویت پلاسمای استفاده می‌کند. منبع تولید نیتروژن برای تأمین نیتروژن مورد نیاز با خلوص بیشتر از ۹۹/۵ درصد با کمپرسور هوا جفت می‌شود و از این رو هزینه‌های عملیاتی به شدت کاهش می‌یابد.

قابلیت صرفه‌جویی در هزینه با استفاده از دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیفسنجی نشر اتمی برای تعیین مقدار عناصر کلسیم، منیزیم، سدیم و پتاسیم در آب میوه توسط مقایسه طیفسنج جذب اتمی و یک کمپرسور هوا با طیفسنج اتمی پلاسمای ماکروویو، کمپرسور هوا، منبع تولید نیتروژن و نمونه‌گیر خودکار در یک سال مصرف به وضوح روشن است (شکل ۴).



شکل ۴: صرفه‌جویی در هزینه‌ها با استفاده از طیفسنج اتمی با پلاسمای ماکروویو برای تعیین مقدار عناصر کلسیم، منیزیم، سدیم و پتاسیم در آب میوه [۸].

بودن دستگاه هیچ گاز و برقی استفاده نمی‌شود و روشن شدن مجدد دستگاه در صورت نیاز به آنالیز به سادگی صورت می‌پذیرد.

ایمنی بهبود یافته در آزمایشگاه

این دستگاه علاوه بر حذف گازهای اشتعال‌زا و اکسید کننده، نیاز به لوله‌کشی‌های چندگانه گازها در سکوبندی آزمایشگاه و یا حمل و نقل دستی سیلندرهای گاز را حذف کرده است.

عملکرد بهتر نسبت به جذب اتمی شعله‌ای

پلاسمای ماکروویو برانگیخته مغناطیسی با حساسیت بالا حد تشخیص برتری تا غلظت‌های کمتر از ppb دارد و آنالیز چند عنصری معمول با این روش، سریعتر از روش جذب اتمی شعله‌ای است.

بررسی بافت‌های پیچیده

منبع قدرتمند پلاسمای ماکروویو برانگیخته مغناطیسی یک دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیفسنج نشر اتمی، به سهولت برای کاربردهایی همچون مطالعه مواد کانی استخراج شده از معادن، صنایع غذایی و کشاورزی، صنایع شیمیایی، پتروشیمی، صنایع تولیدی در بررسی ماتریکس‌های پیچیده‌ای از قبیل سوخت‌ها، حلال‌های آلی، نمونه‌های ژئوشیمیایی، کودها و غذاها استفاده می‌شود. موقعیت عمودی مشعل موجب می‌شود بهترین عملکرد با نمونه‌های سخت و پیچیده و ویژگی‌های پایانی مشاهده محوری برای حد تشخیص عالی به‌دست آید.

عملیات از راه دور

به دلیل نیاز این دستگاه تنها به برق، جایگاه استقرار دستگاه به جای آزمایشگاه می‌تواند در هر مکانی باشد که نمونه‌گیری در آن جا انجام می‌شود. در نتیجه این امر موجب می‌شود تا تغییرات اندازه‌گیری بسیار سریعتر انجام شود و داده‌ها به موقع ارائه شوند که می‌تواند منافع زیادی مانند جلوگیری از نشت مواد زیست محیطی یا تولید نادرست محصولات را به همراه داشته باشد.

کاربرد سریع و آسان

ویژگی‌های دستگاه، کارکرد آسان و سهولت استفاده از بسته‌های نرم‌افزاری تجزیه‌ای آماده به کار مخصوص است که انجام یک آنالیز خاص را امکان‌پذیر می‌سازد، علاوه بر این، ساخت‌افزار بسیار ساده دستگاه این اطمینان را به وجود می‌آورد که هر کاربری با حداقل آموزش قادر باشد به سرعت و بدون نیاز به تغییر روش آنالیزی یا هم‌تراز کردن مسیر نور، دستگاه را برای انجام آنالیز مورد نظر خود آماده کند.

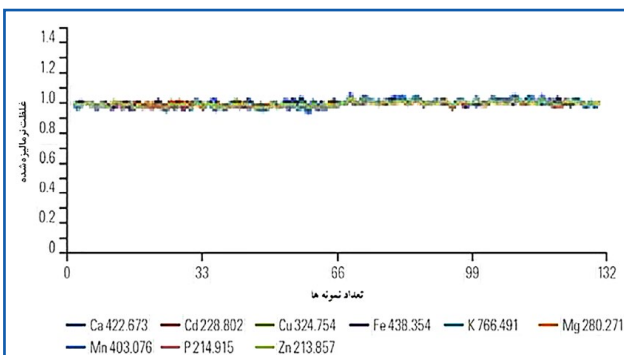
علت جایگزینی طیفسنج جذب اتمی شعله‌ای با پلاسمای ماکروویو - طیفسنجی نشر اتمی

کاربران طیفسنج جذب اتمی شعله‌ای با برخی از چالش‌های مهمی مانند کاهش مداوم هزینه‌های عملیاتی، افزایش ایمنی،

جدول (۱): مقایسه حد تشخیص دستگاه طیف‌سنج نشر اتمی با پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی

| عنصر | حد تشخیص (میکروگرم بر لیتر) پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی | حد تشخیص (میکروگرم بر لیتر) طیف‌سنج جذب اتمی |
|--------|---|--|
| کلسیم | ۰/۰۴ | ۰/۴ |
| منیزیم | ۰/۱ | ۰/۲۷ |
| سدیم | ۰/۱ | ۰/۲۶ |
| پتاسیم | ۰/۶ | ۰/۷۶ |
| فسفر | ۶۶ | ۲۶۰۰۰ |
| آهن | ۱/۷ | ۷/۳ |

طراحی منبع امواج و مشعل در دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی در ترکیب با کنترل جریان جرمی و رطوبت خط گاز نبولایزر موجب پایداری طولانی مدتی در نمونه‌هایی با ماتریکس پیچیده (که در نمونه‌های محیط زیستی و معدنی متداول هستند)، می‌شود. برای جلوگیری دستگاه در برابر گرفتگی، وارد کردن محلول‌های نمکی غلیظ در مشعل هوا - استیلن دستگاه جذب اتمی در یک دوره طولانی، مانند یک روز کاری ۸ ساعته مورد نیاز خواهد بود. در صورت عدم نگهداری مورد نیاز، سیگنال رانش ظاهر خواهد شد. نتایج آنالیز پایداری طولانی مدت دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی در نمونه محلولی با ۲ درصد کل جامدات حل شده که از هضم آرد برنج به دست آمده است، در شکل (۵) نمایش داده شده است [۸].



شکل ۵: آرد برنج هضم شده با ۲ درصد کل جامدات حل شده در حدود ۸ ساعت آنالیز می‌شود. کالیبراسیون مجدد هر ۲ ساعت انجام شده و پایداری نهایی کمتر از ۳ درصد انحراف استاندارد نسبی برای تمام عناصر است [۸].

دستگاه طیف‌سنج نشر اتمی با ماکروویو پلاسمای محدود دینامیک خطی بیشتری از جذب اتمی دارد. جدول (۲) محدوده کالیبراسیون

الزامات آنالیز با فرض اینکه در هر هفته ۵۰۰ نمونه و در هر نمونه، مقدار چهار عنصر تعیین می‌شود، در نظر گرفته شده است. محاسبات با فرض آنالیز جذب اتمی بدون نمونه‌گیر خودکار و سه عنصر با ترکیب گازی استیلن/هوا و یک عنصر با ترکیب گازی نیتروس اکساید/استیلن انجام شده است. در این آزمایش نتایج نشان می‌دهند که برآورد صرفه‌جویی در هزینه انجام شده بیشتر از ۲۲۰۰۰۰ دلار آمریکا در یک دوره ۷ ساله بوده است. البته متوسط هزینه کلی مورد استفاده در این محاسبات و نتایج آن از یک کشور به کشور دیگر تغییر می‌کند.

بهبود ایمنی

نگرانی مهم دیگر برای کاربران دستگاه جذب اتمی، انتظارات ایمنی مربوط به استفاده از گازهای استیلن و نیتروس اکساید از مرحله ذخیره‌سازی تا سیلندرهای گاز است که به صورت شعله در دستگاه جذب اتمی استفاده می‌شود. حضور شعله در همه آزمایشگاه‌ها نگران کننده است به خصوص آنهایی که با حلال‌های آلی سر و کار دارند و به این دلیل در کار با دستگاه جذب اتمی رعایت نکات ایمنی حتماً باید لحاظ شود.

همچنین برای آنالیز تمامی عناصر با جذب اتمی، تعویض مشعل دستگاه اجتناب‌ناپذیر است. دستگاه جذب اتمی برای تأمین دمای مناسب برای اندازه‌گیری عناصر مختلف به دو نوع مشعل با مقاومت دمایی احتیاج دارد، همچنین باید در حین لمس مشعل مراقب بود زیرا پس از استفاده، مشعل تا مدتی گرم می‌ماند و باید زمان داد تا مشعل خنک شود.

موضوعات مورد بحث در مورد جذب اتمی با استفاده از دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر حذف می‌شوند. در پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر نیازی به سیلندرهای استیلن و نیتروس اکساید و رعایت موارد ایمنی مربوط به انبارش و حمل و انتقال آنها وجود ندارد و همچنین به دلیل افزایش عملکرد دمای بالای پلاسمای نیتروژن، دیگر لزومی به تعویض مشعل در حین کار برای آنالیز برخی عناصر وجود ندارد [۱، ۳، ۵، ۶ و ۸].

بهبود کارایی آنالیز

پلاسمای دستگاه در حدود دمای ۵۰۰۰ درجه کلویین عمل می‌کند که منجر به بهبود حد تشخیص بالا در مقایسه با جذب اتمی می‌شود. بهبودی حد تشخیص به این معنی است که آنالیز عناصری مانند فسفر که حد تشخیص خیلی بالایی در جذب اتمی دارند با دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی امکان‌پذیر است.

جدول (۱) حد تشخیص دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی و طیف‌سنج جذب اتمی را در آرد برنج برای چندین عنصر نشان می‌دهد. آنالیز عناصر اصلی، فرعی و بسیار ناچیز به دلیل حد تشخیص پایین‌تر برای فسفر، مس و آهن در یک اندازه‌گیری نمونه مجاز هستند [۶].

منبع پلاسمای بسیار گرم دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی، این مزاحمت‌های شیمیایی را حذف می‌کند. این بدین معنی است که نیازی به آماده‌سازی خاص عنصری نمونه در جذب اتمی نیست و در نتیجه فرآیند آماده‌سازی نمونه تسهیل می‌شود. به‌عنوان مثال، مقایسه آماده‌سازی نمونه برای آنالیز عناصر موجود در آب میوه در دو پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی و طیف‌سنج جذب اتمی در جدول (۳) نمایش داده می‌شود [۶].

جدول (۳): مقایسه آماده‌سازی نمونه در دستگاه جذب اتمی و پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی

| عناصر | روش خاص آماده‌سازی نمونه با پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی | روش خاص آماده‌سازی نمونه با پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی | مزاحمت‌های شیمیایی ممکن |
|--------|---|---|-----------------------------------|
| کلسیم | هیچکدام | بافر یونی‌زاسیون سزیم عامل ره‌ایش لانتانیم | اثرات یونی‌زاسیون ترکیبات نسوز |
| منیزیم | هیچکدام | بافر یونی‌زاسیون سزیم | اثرات یونی‌زاسیون |
| سدیم | هیچکدام | بافر یونی‌زاسیون سزیم عامل ره‌ایش لانتانیم | اثرات یونی‌زاسیون ترکیبات نسوز |
| پتاسیم | هیچکدام | بافر یونی‌زاسیون سزیم | اثرات یونی‌زاسیون |

کاربردهای دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی روش پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی می‌تواند برای آنالیز عنصری انواع وسیعی از انواع نمونه‌ها استفاده شود.

۱. غذایی و کشاورزی که شامل عناصر اصلی و سمی در نمونه‌های مواد غذایی، نوشیدنی و کشاورزی؛ کاتیون‌ها در خاک‌ها، مواد مغذی در خاک‌ها، فلزات در عصاره خاک‌ها، فلزات در نمونه‌های خاک کشاورزی و آنالیز کودها است [۶].

۲. ژئوشیمیایی که شامل عناصر بسیار ناچیز در نمونه‌های ژئوشیمیایی، میزان طلای ناچیز در سینانید اشباع، آنالیز طلا با خلوص بالا، عناصر گروه پلاتین در موادی از درجه سنگ معدن و عناصر متعددی در محلول‌های آبکاری است [۳].

۳. محیط زیستی که جیوه، سرب، کادمیم و کروم در الکترونیک و پلاستیک‌ها، آنالیز پساب، فلزات سنگین در خاک‌ها، آرسینیک، آنتیموان و سلنیم در رسوبات و ضایعات، آنالیز پساب‌ها، رسوبات، محصولات زیاله‌های گیاهی و خاک‌ها است [۲، ۴، ۷ و ۸].

۴. شیمیایی و پتروشیمی که دربرگیرنده افزودنی‌ها در روغن‌های روان کننده، پوشش آلاینده‌های فلزی در روغن‌های مصرف شده، آنالیز خنک کننده‌ها، آنالیز نفت، دیزل و سوخت بیودیزل، عناصر اصلی در پلیمرها و آنالیز مواد خام شیمیایی برای سطوح آلاینده است [۴ و ۸].

خطی و ضریب همبستگی برای عناصر اصلی را در نمونه آب میوه توسط دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی نشان می‌دهد. همچنین محدوده بهینه کاری در دستگاه جذب اتمی برای همان عناصر نمایش داده شده‌است. کالیبراسیون مورد استفاده در جذب اتمی، مدل منطقی جدید پیش فرض است. در دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی به علت محدوده خطی بزرگتر در مقایسه با جذب اتمی نیاز به رقیق‌سازی در نمونه‌هایی که آنالیزشان را تسهیل می‌نماید، وجود ندارد. کاهش رقیق‌سازی بدین معنی است که شناسایی میزان آلاینده‌های بسیار ناچیز نیز امکان‌پذیر است. بهبود خطی بودن مفهومش این است که برای ترسیم منحنی کالیبراسیون دقیق به استانداردهای کالیبراسیون کمتری نیاز است [۶].

جدول (۲): محدوده غلظت خطی دستگاه پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی و محدوده غلظت بهینه دستگاه جذب اتمی برای نمونه‌های آب میوه

| عناصر | محدوده غلظت خطی پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی (میلی‌گرم/لیتر) | ضریب همبستگی خطی بر کالیبراسیون پلاسمای ماکروویو - طیف‌سنج نشر اتمی | محدوده بهینه کاری طیف‌سنج جذب اتمی (میلی‌گرم/لیتر) |
|-------------------|---|---|--|
| کلسیم ۴۲۲/۶۷۳ | ۰-۲۰ | ۰/۹۹۹۹ | ۰/۰۱-۱۰ |
| منیزیم ۵۱۸/۳۶۰ | ۰-۱۰۰ | ۰/۹۹۹۸۸ | ۰/۱۵-۲۰ (برای منیزیم ۲۰۲/۶) |
| سدیم ۵۸۹/۵۹۲ | ۰-۲۰ | ۰/۹۹۹۹۶ | ۰/۰۱-۲ |
| پتاسیم ۷۶۹/۸۹۷ | ۰-۱۰۰ | ۰/۹۹۹۶۸ | ۱-۶ |

تسهیل آماده‌سازی نمونه

مزاحمت‌ها عامل مهمی است که بر آماده‌سازی نمونه در جذب اتمی تاثیرگذار است. حضور ترکیباتی که در دمای شعله پایین قادر به شکسته شدن نیستند، منجر به مزاحمت شیمیایی شده و عناصری مانند سدیم و پتاسیم نیز در معرض مزاحمت یونی‌زاسیون قرار می‌گیرند.

تدابیر متعددی در برخورد با این مزاحمت‌ها به اثبات رسیده است. افزودن عوامل رهاکننده‌ای مانند استرانسیم یا لانتانیم برای غلبه بر عوامل شیمیایی معمول است و یا می‌توان از شعله با دمای بالاتر نیتروس اکساید استفاده نمود. معمولاً با افزودن یک بافر یونی‌زاسیون به محلول مانند سدیم، پتاسیم یا سزیم می‌توان بر اثرات یونی‌زاسیون، غلبه کرد. راه دیگر برای خروج عناصر مزاحم، استخراج عناصر مورد علاقه در یک فاز آلی است. در نتیجه، نمونه باید برای هر عنصر در نمونه منحصراً آماده شود.

مقایسه دستگاه‌های آنالیز طیفسنجی عنصری

■ طیفسنجی جذب اتمی AA^{۱۱}

دستگاه طیفسنج جذب اتمی شامل مدل‌های شعله و کوره گرافیتی است. جذب اتمی شعله با هزینه پایین، از امکان آنالیز پی در پی و سهولت کار و همچنین از حساسیت بسیار خوب برخوردار بوده در حالی که مدل‌های طیفسنج جذب اتمی کوره گرافیتی به دلیل حساسیت بالا و استفاده از فرآیند تصحیح زمینه، روش دقیقی برای اندازه‌گیری عناصر ناچیز در نمونه‌های پیچیده است. همچنین هزینه پایین سیستم، بهره‌وری پایین تا متوسط، محدوده آنالیزی قسمت در میلیارد (ppt) برای طیفسنج جذب اتمی کوره گرافیتی و محدوده آنالیزی بالای قسمت در میلیارد (ppt) برای طیفسنج جذب اتمی شعله‌ای، آنالیز کل جامدات حل شده تقریبی ۳ درصد برای طیف سنج جذب اتمی شعله و تا حدود ۳۰ درصد برای طیف سنج جذب اتمی کوره گرافیتی نیز از ویژگی‌های دیگر طیفسنج‌های جذب اتمی است.

■ پلاسمای ماکروویو - طیفسنج نشر اتمی (MP-AES)

این دستگاه عملکرد دقیق و قابل اعتمادی ارائه می‌دهد و به دلیل اینکه آنالیز با آن، در هوا انجام می‌شود هزینه کمتری صرف می‌شود. بهره‌وری متوسط تا بالا، محدوده آنالیزی ppb متوسط، هزینه جاری پایین و آنالیز کل جامدات حل شده تقریبی ۳ درصد نیز از ویژگی‌های دیگر دستگاه است [۸].

■ طیفسنج پلاسمای جفت شده القائی - طیفسنج نشر نوری (ICP-OES)

طیفسنج پلاسمای جفت شده القائی با استفاده از پلاسمای عمودی برای انتشار محوری و شعاعی، حساسیت عالی و قابلیت ماتریکسی بالایی را ارائه می‌دهد. از ویژگی‌های این طیفسنج می‌توان به بالاترین بهره‌وری (آنالیز هر نمونه در کمتر از مدت زمان ۳۰ ثانیه)، محدوده آنالیزی پایین ppb و آنالیز کل جامدات حل شده تا میزان ۳۰ درصد اشاره نمود [۸].

■ پلاسمای جفت شده القائی - طیفسنجی جرمی سه گانه (ICP-MS and ICP-QQQ)

پلاسمای جفت شده القائی - طیفسنج جرمی هم به‌عنوان دستگاه مناسبی برای انجام آنالیز روزمره مورد استفاده قرار می‌گیرد و هم دارای کارایی بالا و حد تشخیص خیلی خوب و محدوده کاری وسیع در انواع ماتریکس‌های مختلف است. از دیگر ویژگی‌های این دستگاه می‌توان به بهره‌وری بالا (آنالیز هر نمونه در کمتر از مدت زمان ۶۰ ثانیه)، محدوده آنالیزی پایین ppb، آنالیز کل جامدات حل شده تا میزان ۲۵ درصد با واردسازی ماتریکس‌های پیچیده نیز از برجستگی‌های این طیفسنج‌ها است [۸].



شکل ۶: طیفسنج جذب اتمی [۸].



شکل ۷: پلاسمای ماکروویو - طیفسنج نشر اتمی [۸].



شکل ۸: طیفسنج پلاسمای جفت شده القائی - نشر نوری [۸].



شکل ۹: پلاسمای جفت شده القائی - طیفسنج جرمی سه گانه [۸].

دستگاه طیف‌سنج نشر اتمی با فناوری اثبات شده پلاسمای میکروویو، امن‌تر، کم هزینه‌تر، با حساسیت بالاتر و دارای حد تشخیص کمتر از ppb و نیز دارای سرعتی بیشتر از جذب اتمی شعله‌ای بوده و فاقد هر گونه گاز قابل اشتعال است. علاوه بر بهره‌مندی از مزیت یک سیستم بسیار کم هزینه، که از نیتروژن هوا استفاده می‌کند اپراتور قادر خواهد بود محدوده وسیع‌تری از انواع نمونه‌ها را بدون نیاز به نظارت دائمی بر دستگاه آنالیز کند. این دستگاه قادر است بدون نظارت دائمی کاربر و نیز بدون نیاز به گازهای اشتعال‌زا و گران‌قیمت آنالیز را انجام دهد که این امر هزینه‌های عملکرد دستگاه را به طور چشمگیری کاهش خواهد داد. این دستگاه علاوه بر حذف گازهای اشتعال‌زا و اکسید کننده، نیاز به لوله‌کشی‌های چندگانه گازها در سکوبندی آزمایشگاه و یا حمل و نقل دستی سیلندرهای گاز را حذف کرده است. میکروویو پلاسمای برانگیخته مغناطیسی با کارایی بالا باعث به دست آمدن حد تشخیص برتر نسبت به روش جذب اتمی شعله شده است. سهولت استفاده از بسته‌های نرم‌افزاری تجزیه‌ای آماده به کار مخصوص انجام یک آنالیز خاص و همچنین سخت‌افزار بسیار ساده دستگاه این اطمینان را بوجود می‌آورد که هر کاربری با حداقل آموزش قادر خواهد بود به سرعت و بدون نیاز به تغییر روش آنالیزی یا هم تراز کردن مسیر نور، دستگاه را برای انجام آنالیز مورد نظر خود آماده کند. این دستگاه برای کاربردهایی همچون مطالعه مواد کانی استخراج شده از معادن، صنایع غذایی و کشاورزی، صنایع شیمیایی، پتروشیمی، صنایع تولیدی و نیز انجام آنالیز در مناطق دور افتاده و کم امکانات ایده‌آل است. تنظیم خودکار عوامل روش آنالیزی و بسته‌های نرم‌افزاری تجزیه‌ای از پیش آماده که حاوی الگوی از پیش برنامه‌ریزی شده روش آنالیزی هستند روند کار عملی با این دستگاه را به طرز چشمگیری ساده‌تر نموده است.

پی‌نوشت

۱. کارشناسی ارشد مهندسی شیمی، پژوهشگاه مواد و انرژی
۲. دکترای شیمی تجزیه، پژوهشگاه مواد و انرژی
۳. عضو کارگروه تخصصی آنالیز عنصری شبکه آزمایشگاهی

4. Flame atomic absorption spectrometry (FAAS)
5. Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)
6. Microwave plasma-atomic emission spectroscopy (MP-AES)
7. Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)
8. Triple quadrupole inductively coupled plasma mass spectroscopy (ICP-QQQ)
9. Microwave plasma (MP)
10. Inductively coupled plasma (ICP)
11. Atomic absorption spectroscopy (AAS)

- [1] Agilent 4200 MP-AES, Agilent Technologies, January 2014, www.agilent.com
- [2] Validation of MP-AES at the quantification of trace metals in heavy matrices with comparison of performance to ICP-MS.
- [3] Introducing the Revolutionary new Microwave Plasma-Atomic Emission Spectrometer- It Runs on Air, Evrim Kilicgedik product specialist, Atomic Spectroscopy, Agilent technologies, 22.03.2012
- [4] Chemical and Petrochemical Applications of Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MP-AES), Doug Shrader Patrick Simmons & Phil Lowenstern, 2012 Gulf Coast Conference Galveston, TX, October 17, 2012.
- [5] Agilent 4100 Microwave Plasma Atomic Emission Spectrometer, Agilent technologies 2011, printed in USA.
- [6] Application of a second generation Microwave plasma Atomic emission Spectrometer (MP-AES) in the Analysis of food Samples, Steven Pang, Agilent technologies Singapore 14 th April 2014.
- [7] Determination of metals in industrial wastewaters by microwave plasma-atomic emission spectroscopy, Application note, environmental, Terrance Hettirana, Agilent technologies, Melborn, Australia, 2011.
- [8] Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MP-AES) Application ehandbook, Agilent Technologies, INC. 2016.

Microwave Plasma Atomic emission Spectroscopy (MP-AES)



Author

Farzane zamani^{1,3*}

Rohullah Kashanaki^{2,3}

* f_zamani_1385@yahoo.com

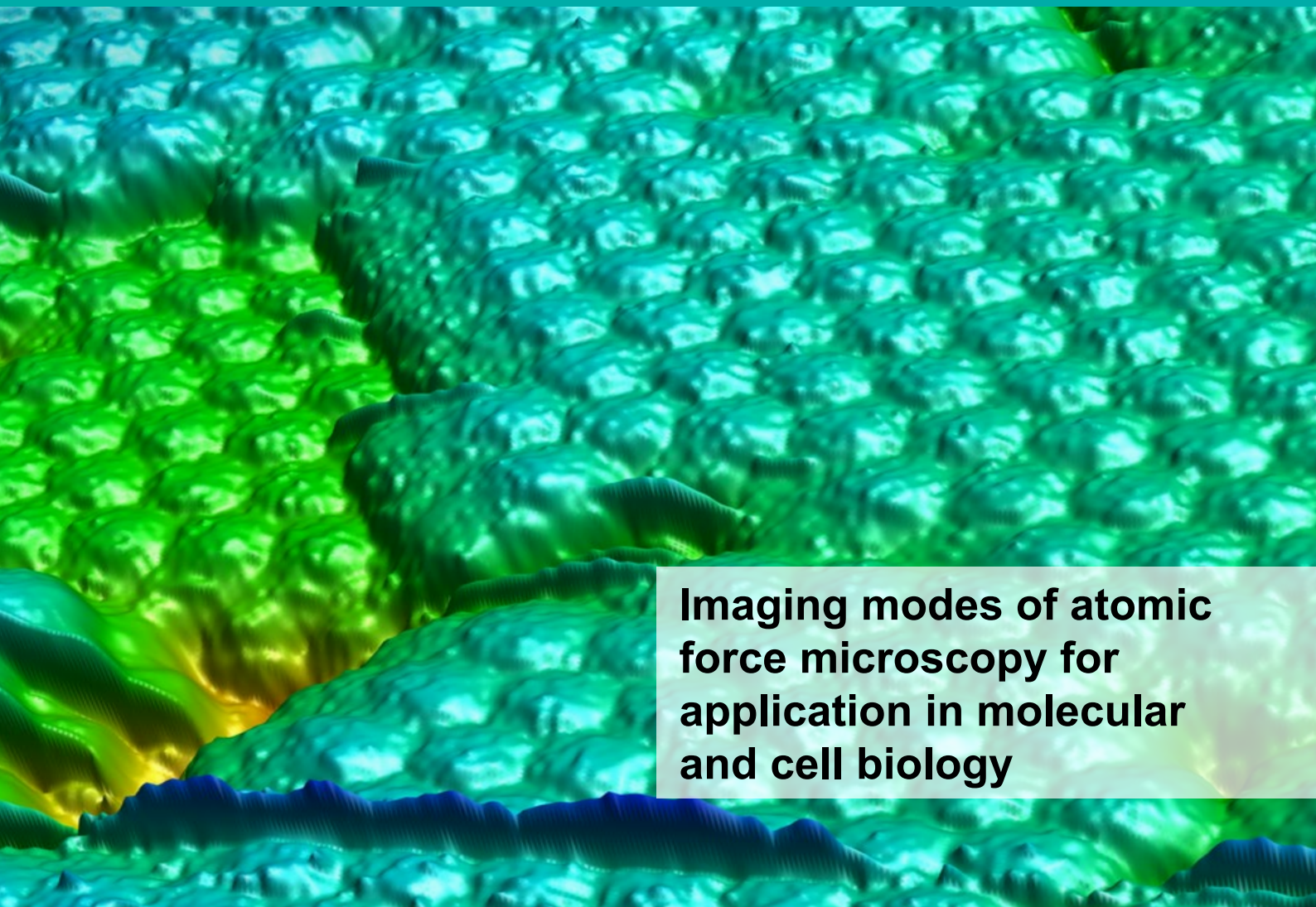
1. M.S.C of Chemical Engineering, Materials & Energy Research Center (MERC)
2. Ph.D. of Analytical Chemistry, Materials & Energy Research Center (MERC)
3. Iran Laboratory Network Elemental Analysis Experts Workgroup

Abstract

MP-AES is the ideal instrument for people looking to transition from Flame Atomic Absorption Spectroscopy (FAAS) to another technique. By using nitrogen as the source gas for the plasma, running costs are greatly reduced, and by removing the requirement for hazardous nitrous oxide and acetylene safety is greatly increased. Additionally the higher temperature nitrogen plasma atomization/ ionization source improves detection limits, linear range, and long term stability, and allow the sample preparation process to be greatly simplified.

Keywords

Cost, Safety, Detection Limits, Linear Range, Stability, Preparation.



Imaging modes of atomic force microscopy for application in molecular and cell biology



Microwave Plasma Atomic emission Spectroscopy (MP-AES)



Fast protein liquid chromatography



Introduction of Secondary low vacuum detector in the Scanning Electron Microscope