

## 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 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, Na, Co, Ca, Ba, Hg, Cd, 202.551, 206.200, 213.856, 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 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           |

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

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

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) آمده‌است. طیف مربوط به عناصر Zn, Mg, Mo, W, pb در (شکل-۶) آمده‌است.

در طول موج ۲۰۲/۵۵۱ نانومتر مزااحمت 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 مزااحمت 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 شده‌است. با افزایش توان پلاسما، شدت نشر در موج‌های ۲۱۳/۸۵۶ و ۲۳۰/۲۵۹ نانومتر عنصر Zn یافته و طول موج ماکزیمم نیز جابجا شده‌است. 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 + ۳۰ ppm Zn + ۱۰ ppm Zn انجام گرفت نتایج در شکل ۱ ترتیب آمده‌است. عنصر سدیم در این طول موج شدیدی برای عنصر Zn دارد.

## چ و بحث:

مزااحمت‌های 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 در طول 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 <sub>(a)</sub> | 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:

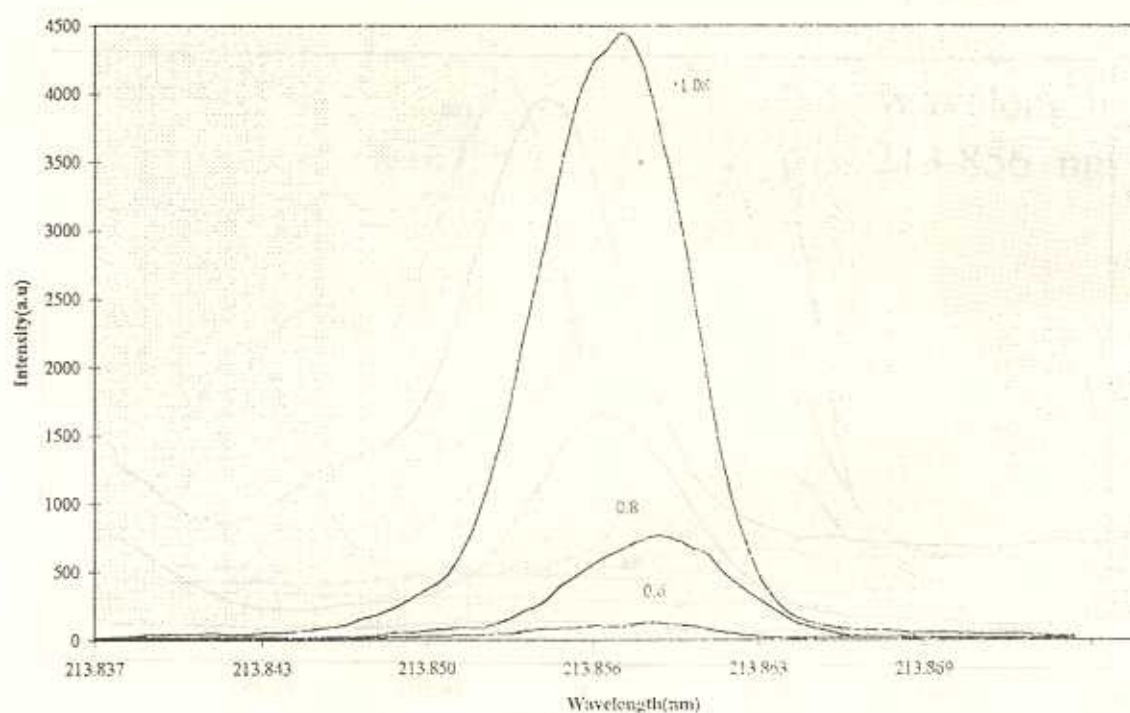
از مطالعات طیف نشری ۲۸ عنصر مختلف با طیف نشری عنصر روی (Zn) در طول موج های مختلف، مشاهده شد که بسیاری از عناصر ذکر شده مزاحمت

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                  |

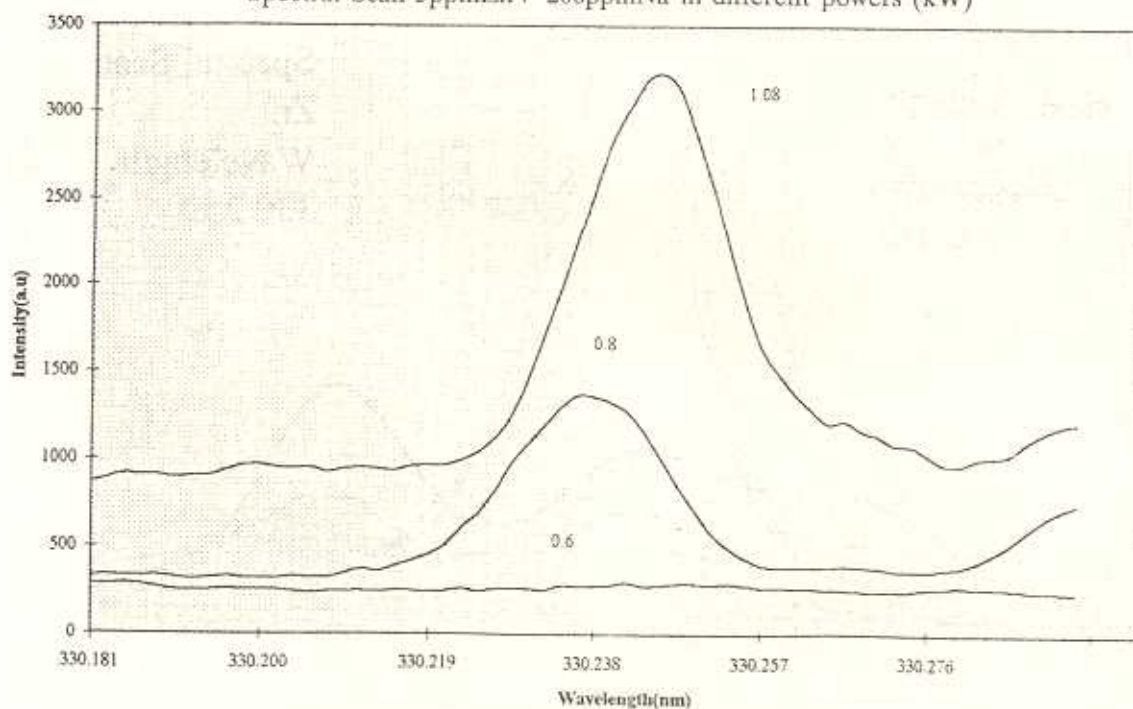
\* - Limit of Detection.

Spectral Scan 10 ppmZn in different powers (kW)



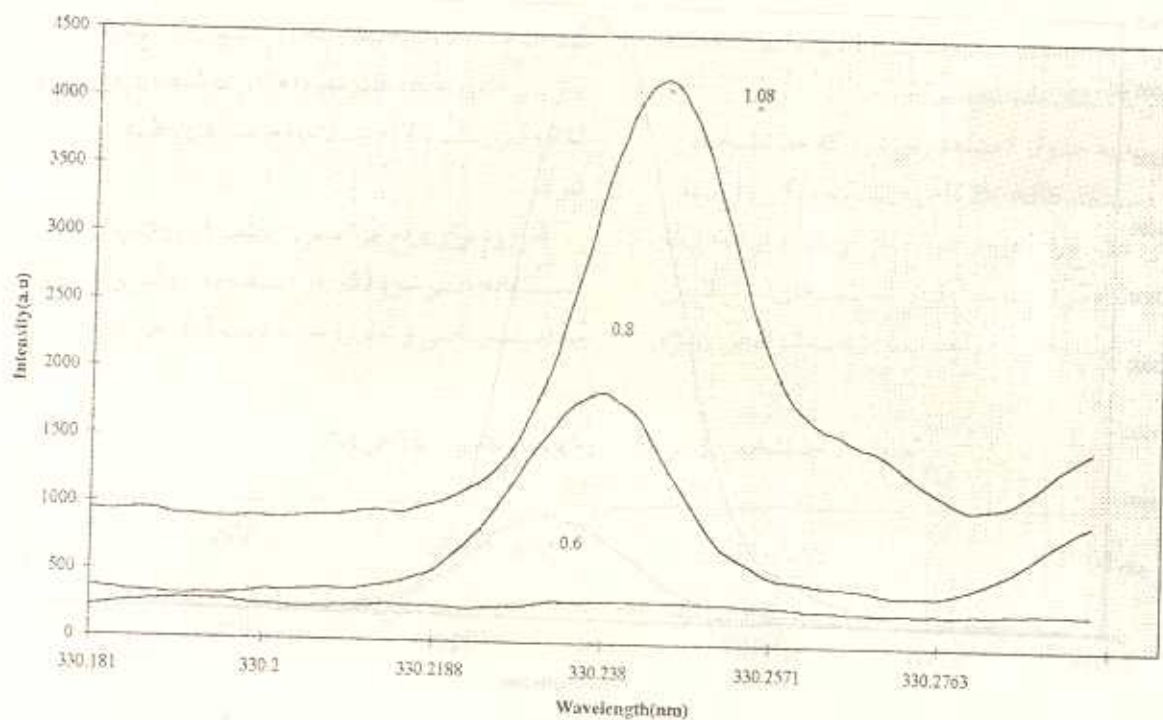
شکل ۱- اثر تغییرات توان پلاسما بر حسب کیلووات بر روی شدت نشر محلول ۱۰ ppmZn

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

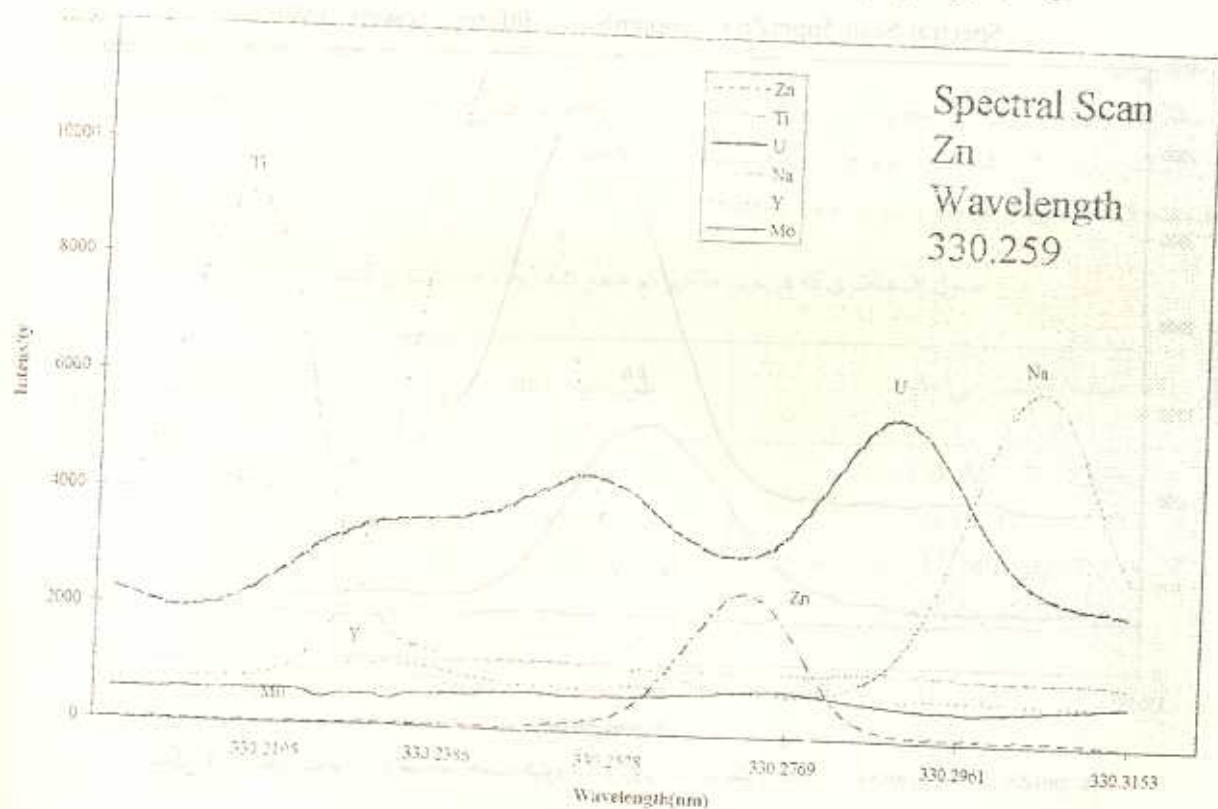


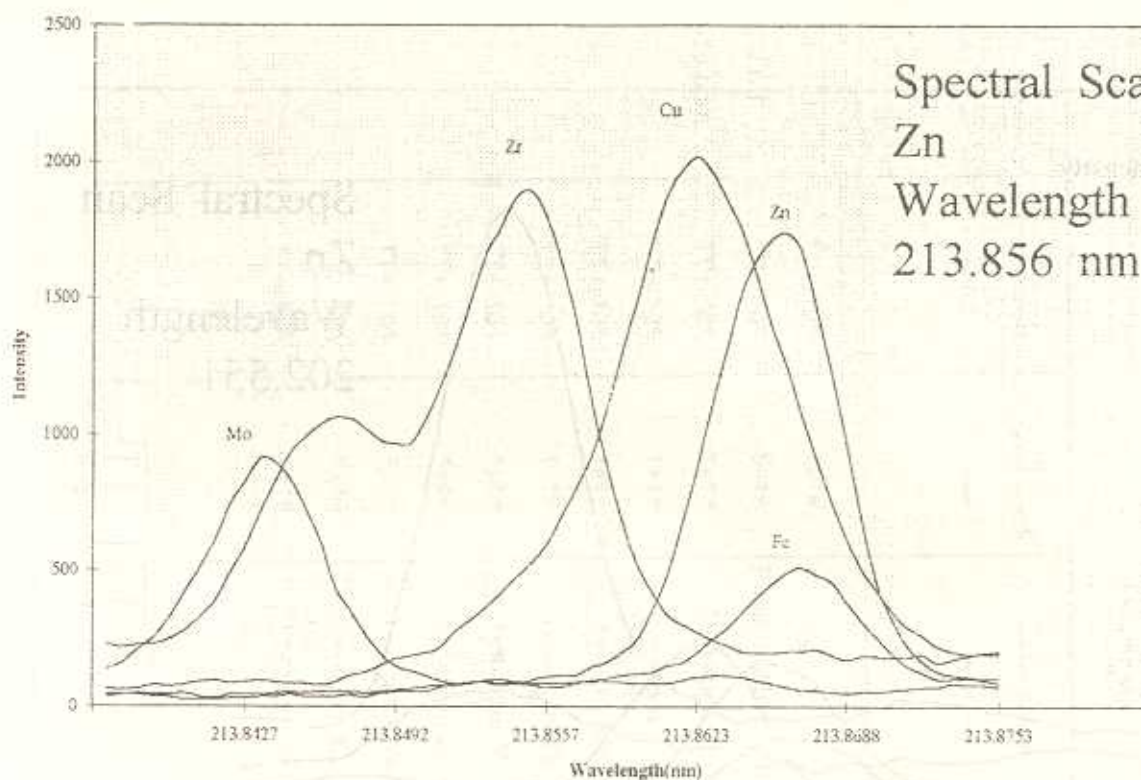
شکل ۲- اثر تغییرات توان پلاسما بر حسب کیلووات بر روی شدت نشری محلول ۵ ppmZn + ۲۰۰ ppmNa

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

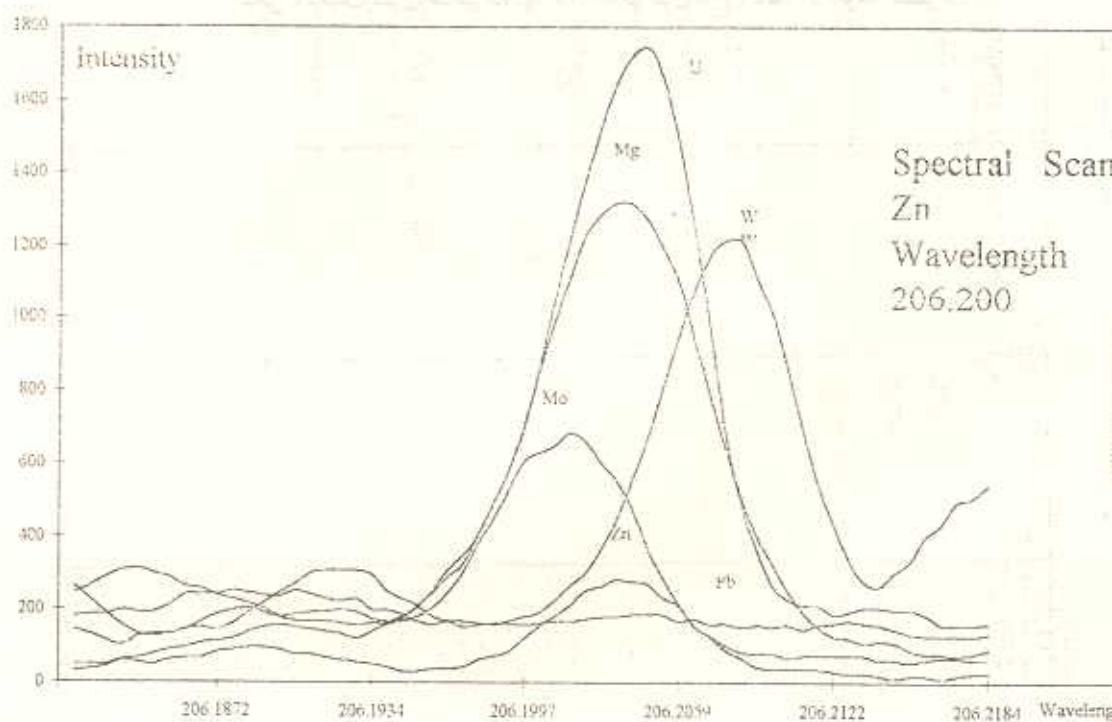


شکل ۳- اثر تغییرات توان پلاسما بر حسب کیلووات بر روی شدت نشر محلول  $10 \text{ ppm Zn} + 300 \text{ ppm Na}$

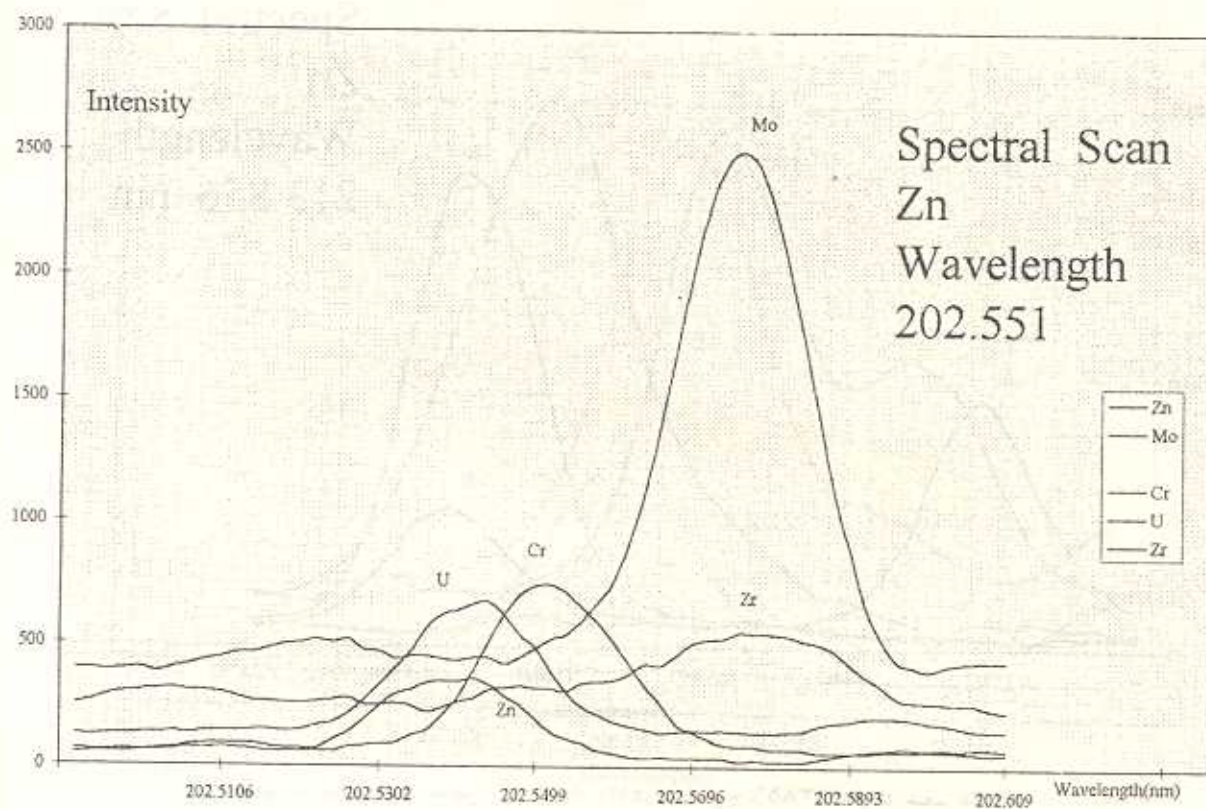




شکل ۵- طیف نشری عناصر Mo, Zr, Cu, Fe در طول موج ۲۱۳/۸۵۶ نانومتر عنصر Zn.



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 $\text{ng.ml}^{-1}$ | مواضع طیفی گزارش شده توسط شرکت وارین |
|----------------------|--------------|---------------|---------------------|----------------------|----------------------|------------------------------|--------------------------------------|
| Zn II<br>50 ppm      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | -                   | -                    | -                    | -                            | ۱۰۰۰۰ ppm U                          |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | Blank Solution (BG) | ۲۳۰/۲۵۳              | ۵۳۲/۲                | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰۰ ppm U         | ۲۳۰/۲۸۹              | ۵۵۴۰                 | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰ ppm U          | ۲۳۰/۲۸۹              | ۹۸۵/۱                | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰۰ pp Mo         | ۲۳۰/۲۷۵              | ۷۹۵/۴                | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰۰ ppm Ta        | ۲۳۰/۲۸۳              | ۸۷۴/۷                | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰۰ ppm Y         | ۲۳۰/۲۳۲              | ۱۱۰/۷                | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰۰ ppm Zr        | ۲۳۰/۲۷۳              | ۱۶۶۱۰۰               | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰۰ ppm Na        | ۲۳۰/۲۲۴              | ۱۲۱۱۰                | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰۰ ppm Cr        | ۲۳۰/۲۲۵              | ۷۷۱/۳                | -                            |                                      |
|                      | ۲۳۰/۲۵۹      | ۲۰۲۶          | ۱۰۰۰۰ ppm Ti        | ۲۳۰/۲۱۶              | ۹۰۱/۷                | -                            |                                      |

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

| نام و غلظت<br>عنصر اصلی | طول موج<br>(nm) | شدت طیفی<br>عنصر | غلظت عناصر<br>مزاحم | طول موج<br>خط طیفی<br>(nm)<br>عناصر مزاحم | شدت طیفی<br>عناصر مزاحم | حد<br>تشخیص<br>ng.ml <sup>-1</sup> | ملاحظات طیفی گزارش<br>شده توسط<br>شرکت وارین |
|-------------------------|-----------------|------------------|---------------------|-------------------------------------------|-------------------------|------------------------------------|----------------------------------------------|
| Zn (I)<br>۱ppm          | ۲۱۳/۸۵۶         | ۱۷۴۲             | -                   | -                                         | -                       | ۰/۹                                | ۱ ppm Zn<br>(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 $\text{ng ml}^{-1}$ | ملاحظات طیفی گزارش شده توسط شرکت وارین |
|----------------------|--------------|---------------|--------------------|------------------------------------------|----------------------|------------------------------|----------------------------------------|
| Zn II<br>1ppm        | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | -                  | -                                        | -                    | ۲/۵                          | ۱ ppm Zn<br>BG                         |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | Blank Solution(BG) | ۲۰۶/۱۸۸                                  | ۸۶/۰۳                |                              | ۱۰۰ ppm Cr                             |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm Cr         | ۲۰۶/۱۸۷                                  | ۱۶۸/۶                |                              |                                        |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm Mn         | ۲۰۶/۱۹۰                                  | ۹۰/۴۶                |                              |                                        |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm Al         | ۲۰۶/۱۸۳                                  | ۴۱/۷۱                |                              | ۱۰۰ ppm Al                             |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm U          | ۲۰۶/۲۰۴                                  | ۱۸۳۹                 |                              | -                                      |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm Mo         | ۲۰۶/۲۰۲                                  | ۶۸۹/۷                |                              | -                                      |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm Mg         | ۲۰۶/۲۰۴                                  | ۱۳۴۰                 |                              | -                                      |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm Ta         | ۲۰۶/۱۹۹                                  | ۸۰۳۱                 |                              | -                                      |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm W          | ۲۰۶/۲۰۸                                  | ۱۱۷۳                 |                              | -                                      |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm V          | ۲۰۶/۲۱۱                                  | ۹۷۷/۵۰               |                              | -                                      |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm Ti         | ۲۰۶/۱۸۹                                  | ۹۸/۶۸                |                              | -                                      |
|                      | ۲۰۶/۲۰۰      | ۳۰۶/۷         | ۱۰۰ ppm Cu         | ۲۰۶/۱۸۸                                  | ۸۶/۰۱                |                              |                                        |

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

| نام و غلظت<br>عنصر اصلی | طول موج<br>(nm) | شدت طیف<br>عنصر | غلظت عناصر<br>مزاحمه | طول موج خط<br>طیفی (nm) | شدت طیفی<br>عناصر مزاحمه | حد<br>تشخیص<br>ng.ml <sup>-1</sup> | ملاحظات طیفی گزارش<br>شده توسط<br>شرکت wariant |
|-------------------------|-----------------|-----------------|----------------------|-------------------------|--------------------------|------------------------------------|------------------------------------------------|
| Zn II<br>1 ppm          | ۲۰۲/۵۵۱         | ۳۵۴/۶           | -                    | -                       | -                        | ۲۵                                 | ۱ ppm Zn<br>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).