



دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی

بهرام

معاونت غذا و دارو - آزمایشگاه کنترل مواد غذایی، آشامیدنی، آرایشی و بهداشتی

راهنمای آشنایی با دستگاه طیف سنجی جذب اتمی

تهیه کننده : بهروز مصلی نژاد - کارشناسی ارشد شیمی تجزیه

فروردین ۱۴۰۴

فهرست مطالب

۱. طیف‌سنجی جذب اتمی..... ۱
۲. طیف‌سنجی جذب اتمی برای چه ترکیباتی قابل استفاده می‌باشد؟..... ۱
۳. دستگاه‌وری طیف‌سنجی جذب اتمی..... ۱
- ۳.۱ منابع تابش..... ۲
- ۳.۱.۱ لامپ کاتدی توخالی..... ۲
- ۳.۱.۲ لامپ تخلیه‌ای بدون الکتروود..... ۲
- ۳.۲ اتمساز..... ۳
- ۳.۲.۱ شعله..... ۳
- ۳.۲.۳ ۱.۱.۲ اتمساز شعله‌ای پیش مخلوط کن..... ۴
- ۳.۲.۳ ۲.۱.۲ اتمساز شعله‌ای تمام مصرف ۶
- ۳.۲.۲ کوره گرافیتی..... ۷
- ۳.۳ تکفام ساز (مونوکروماتور)..... ۸
- ۴.۳ آشکارساز (دتکتور)..... ۸

۱- طیف‌سنجی جذب اتمی^۱

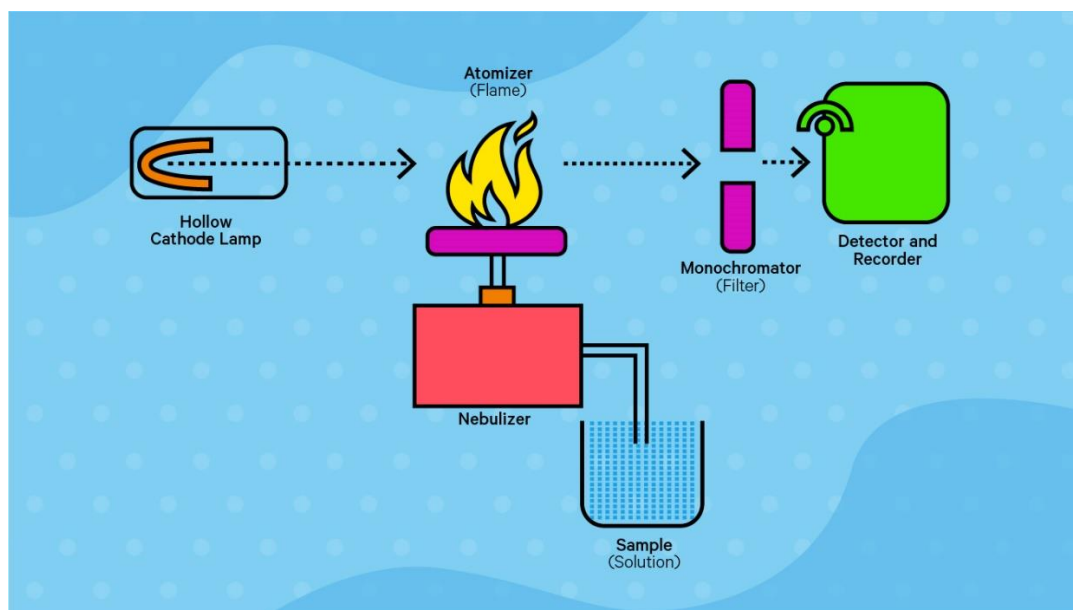
طیف‌سنجی جذب اتمی یکی از تکنیک‌های اسپکتروسکوپی به شمار می‌آید که برای آنالیز کمی عناصر موجود در یک نمونه استفاده می‌شود. همانطور که از نام آن پیداست، اساس عملکرد جذب اتمی به این گونه است که اتم‌ها در حالت پایه^۲ نور با طول موج خاصی جذب می‌کنند که باعث برانگیختگی آن‌ها به ترازهای انرژی بالاتر می‌شود. مقدار نور جذب شده متناسب با غلظت عنصر در نمونه است (قانون بیر-لامبرت).

۲- طیف‌سنجی جذب اتمی برای چه ترکیباتی قابل استفاده می‌باشد؟

همانطور که بیان شد، طیف‌سنجی جذب اتمی برای تعیین غلظت عناصر در یک نمونه استفاده می‌شود. طبق منابع، تقریباً ۷۰ درصد از عناصر با این تکنیک قابل شناسایی هستند.

۳- دستگاه‌وری طیف‌سنجی جذب اتمی

دستگاه طیف‌سنج جذب اتمی تشکیل شده از یک منبع تابشی، اتمساز، مونوکروماتور (تکفامساز) و یک سیستم آشکارسازی است. در ادامه، به تفصیل هر یک از اجزا پرداخته می‌شود.



شکل ۱. شماتیکی از اجزای تشکیل دهنده طیف‌سنج جذب اتمی.

¹ Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

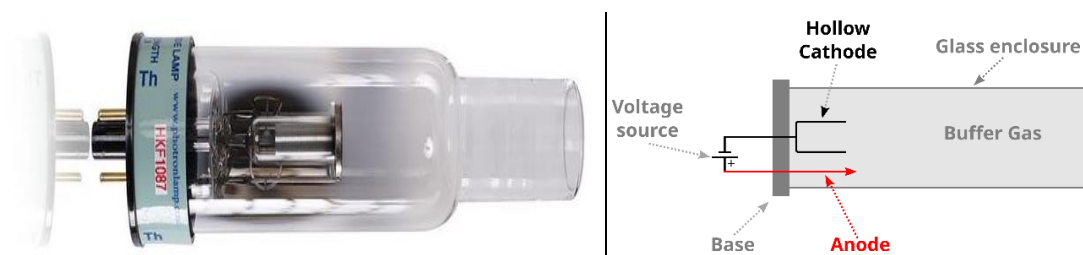
² Ground State

۱-۳- منابع تابش

نقش منابع تابشی، برانگیختن اتم‌ها می‌باشد. منبع نوری مورد استفاده در طیف‌سنجی جذب اتمی برای هر عنصر مخصوص همان عنصر است. به طور معمول دو نوع منبع تابشی استفاده می‌شود که شامل:

۱-۱-۳- لامپ کاتدی توخالی^۱

لامپ‌های کاتدی توخالی متداول‌ترین منابع تابشی در اندازه‌گیری‌های جذب اتمی محسوب می‌شوند. لامپ متشکل از یک آند تنگستنی و نیز یک کاتد توخالی از جنس فلزی که قرار است طیف آن اندازه‌گیری شود می‌باشد. آند و کاتد درون یک محفظه شیشه‌ای پر شده با گاز بی‌اثر نئون یا آرگون با فشار ۱ تا ۵ تور مهروموم شده‌اند.



شکل ۲. (راست) اجزای تشکیل دهنده لامپ کاتدی توخالی و (ب) نمایی از مدل تجاری آن.

عملکرد لامپ کاتدی توخالی به این گونه است که پتانسیلی در حدود ۳۰۰ ولت بین دو الکترود اعمال می‌شود که در اثر آن یونش گاز بی‌اثر (تولید کاتیون‌های گازی و الکترون) اتفاق می‌افتد. کاتیون‌های گاز بی‌اثر قادرند اتم‌های فلزی را از سطح کاتد تو خالی جدا کرده و تولید یک ابر اتمی کنند. بخشی از اتم‌های فلزی جدا شده در حالت برانگیخته قرار دارند که بازگشت آن‌ها به حالت پایه باعث نشر یک تابش می‌شود. اتم‌های فلزی به هنگام بازگشت در سطح کاتد و یا دیواره‌های محفظه شیشه‌ای ته نشین می‌شوند.

لوله‌های کاتدی توخالی در انواع مختلفی در دسترس هستند. برخی از آن‌ها حاوی کاتدی هستند که از چند فلز تشکیل شده است که امکان آنالیز بیش از یک عنصر را فراهم می‌کند.

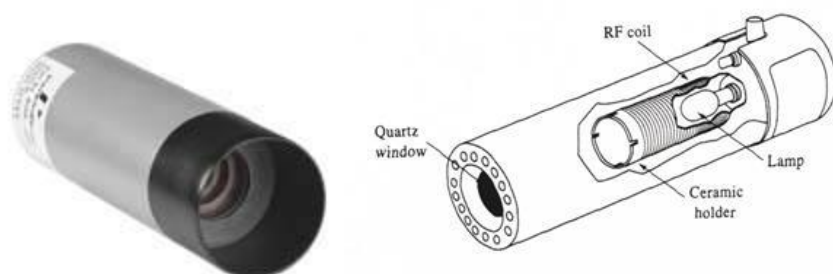
۲-۱-۳- لامپ تخلیه‌ای بدون الکترود^۲

لامپ تخلیه‌ای بدون الکترود نسبت به لامپ‌های کاتدی توخالی شدت بیشتری دارند، اما کمتر در طیف‌سنجی جذب اتمی استفاده می‌شوند، زیرا برای تعداد کمی از عناصر در دسترس هستند.

¹ Hollow Cathode Lamp

² Electrodeless Discharge Lamp

این لامپ‌ها درواقع نوعی لوله کوارتزی درزبندی شده هستند که حاوی یک گاز بی‌اثر نظیر آرگون با فشار چند تور و مقدار کمی فلز یا نمک آن که قرار است طیف آن اندازه‌گیری شود می‌باشند. همانطور که از اسم آن پیداست، لامپ هیچ الکترودی ندارد، اما بجای آن یک میدان شدید از امواج رادیویی اعمال می‌شود که در اثر آن یونش گاز بی‌اثر اتفاق می‌افتد. کاتیون‌های به وجود آمده در اثر یونش انرژی کافی برای برانگیختن اتم‌های فلزی دارا می‌باشند.



شکل ۳. (راست) اجزای تشکیل دهنده لامپ تخلیه‌ای بدون الکتروود و (چپ) نمایی از مدل تجاری آن.

۲-۳- اتمساز

اتمساز، همانطور که از اسم آن پیداست، محلی برای تبخیر نمونه و سپس تبدیل آن به بخاری از اتم‌های آزاد است. متداول‌ترین اتمسازهایی که امروزه در طیف‌سنجی جذب اتمی مورد استفاده قرار می‌گیرند عبارتند از:

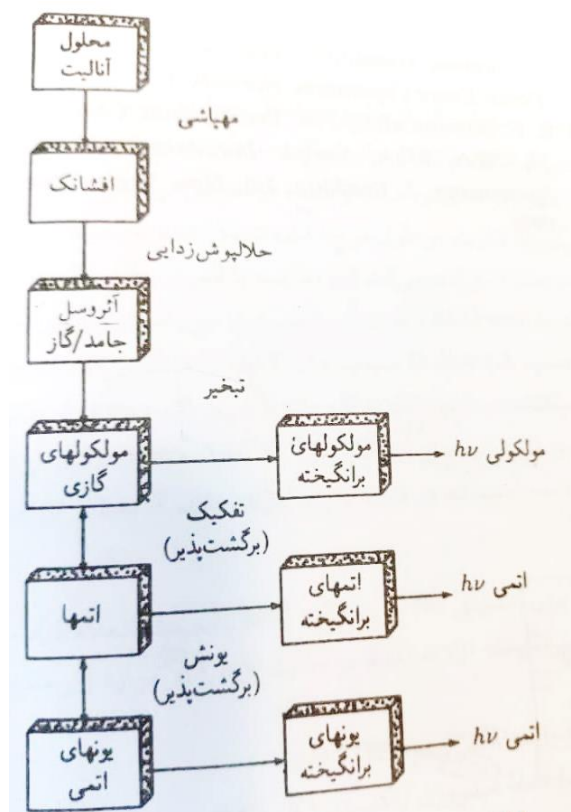
۱-۲-۳- شعله

شعله در اثر ترکیب سوخت و اکسنده پدید می‌آید که دمای بسیار بالایی دارد.

جدول ۱. تعدادی از شعله‌های مورد استفاده در طیف‌سنجی جذب اتمی به همراه ویژگی‌های آن‌ها.

سخت	اکسنده	دما (°C)	ماکزیمم سرعت سخت (cm s ⁻¹)
گاز طبیعی	هوا	۱۷۰۰ تا ۱۹۰۰	۳۹ تا ۴۳
گاز طبیعی	اکسیژن	۲۷۰۰ تا ۲۸۰۰	۳۷۰ تا ۳۹۰
هیدروژن	هوا	۲۰۰۰ تا ۲۱۰۰	۳۰۰ تا ۴۴۰
هیدروژن	اکسیژن	۲۵۵۰ تا ۲۷۰۰	۹۰۰ تا ۱۴۰۰
استیلن	هوا	۲۱۰۰ تا ۲۴۰۰	۱۵۸ تا ۲۶۶
استیلن	اکسیژن	۳۰۵۰ تا ۳۱۵۰	۱۱۰۰ تا ۲۴۸۰
استیلن	نیتروژن/اکسید	۲۶۰۰ تا ۲۸۰۰	۲۸۵

فرآیند اتمساز شعله‌ای به این گونه است که در ابتدا، محلولی از نمونه به همراه ترکیبی از اکسنده و سوخت گازی به درون شعله حمل شده و در آنجا اتمسازی صورت می‌گیرد. در ابتدا حلال زدایی (تبخیر حلال) از نمونه اتفاق می‌افتد و تولید ذرات مولکولی جامد بسیار ریزی (آئروسول) می‌کند. سپس، در اثر تفکیک عمده مولکول‌های گازی، بخاری از اتم‌ها تولید می‌شود (شکل ۴).



شکل ۴. مراحل انجام فرآیند اتمسازی.

اتمسازهای شعله‌ای که امروزه مورد استفاده قرار می‌گیرند به دو صورت عرضه می‌شوند:

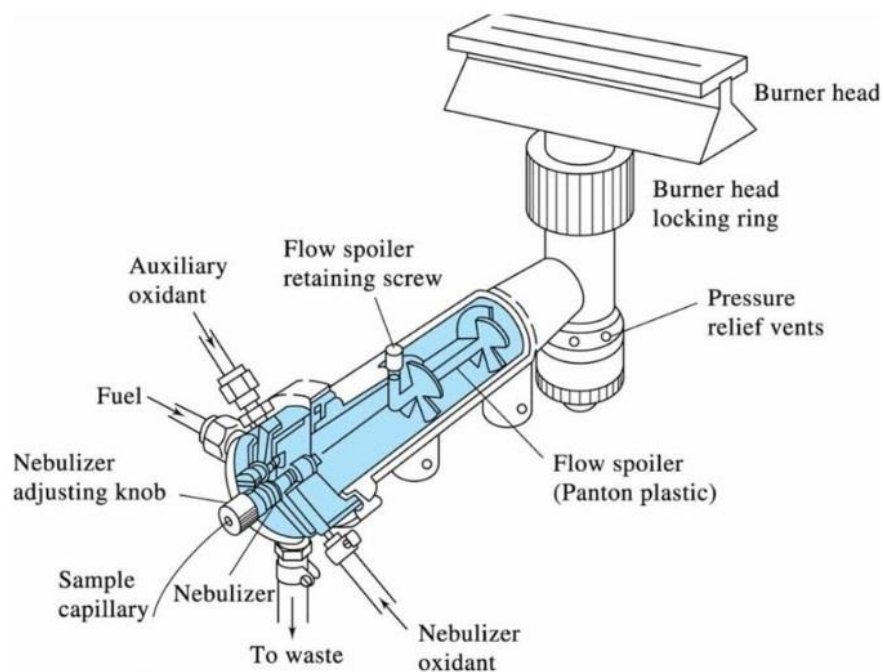
۱-۲-۳- اتمساز شعله‌ای پیش مخلوط کن^۱

اتمسازهای شعله‌ای پیش مخلوط کن اولین شعله‌هایی بودند که طراحی و مورد استفاده قرار گرفتند و به شعله‌های جریان آرام^۲ نیز معروف هستند. علت نامگذاری این اتمسازها این است که سوخت و اکسنده پیش از ورود به سر مشعل^۳ و احتراق در آنجا در محفظه‌ای با هم مخلوط می‌شوند.

¹ Premix burner

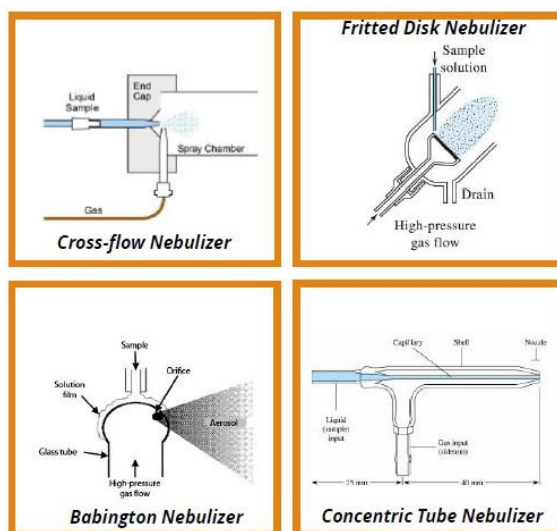
² Laminar flow burner

³ Burner head



شکل ۵. شمایی از اتمساز شعله‌ای پیش مخلوط کن.

محلول نمونه نیز از طریق لوله موئین^۱ یک مهپاش (شکل ۶) و با کمک یک گاز پشتیبان^۲ به درون محفظه مهپاشی می‌شود (اثر برنولی). بخش عمده نمونه (قطرات کوچک) وارد شعله شده و بخش کوچکی از آن (قطرات بزرگ) که به درون محفظه مهپاشی نمی‌شود به عنوان زائد^۳ خارج می‌شوند.



¹ Sample capillary

² Support gas

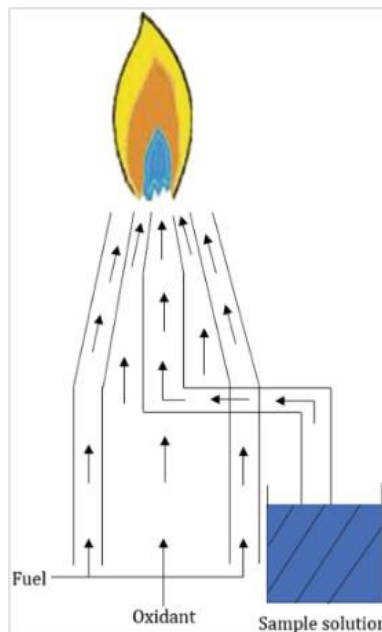
³ Waste

شکل ۶. انواع مختلف مهپاش.

اتمسازهای شعله‌ای پیش مخلوط کن مزایایی دارند. مهم‌ترین مزیت آن‌ها این است که سوخت، اکسیدان و قطرات مهپاشی شده نمونه به طور همگن با هم مخلوط می‌شوند که افزایش حساسیت و تکرارپذیری آنالیز را در پی دارد. در مقابل، از معایبی رنج می‌برند که مهم‌ترین مشکل این اتمسازها این است که به شعله‌ها با سرعت پایین (جدول ۱) محدود می‌شوند. این شعله‌ها به شدت انفجاری هستند و اگر سرعت جریان گازها کافی نباشد، ممکن است با پس زدن شعله (ورود شعله به محفظه) مشتعل شود.

۲-۱-۲-۳- اتمساز شعله‌ای تمام مصرف کن^۱

در سیستم تمام مصرف کن، تمامی سوخت، اکسیدان و نمونه در نوک شعله با هم مخلوط می‌شوند.



شکل ۷. شمایی از اتمساز شعله‌ای تمام مصرف کن.

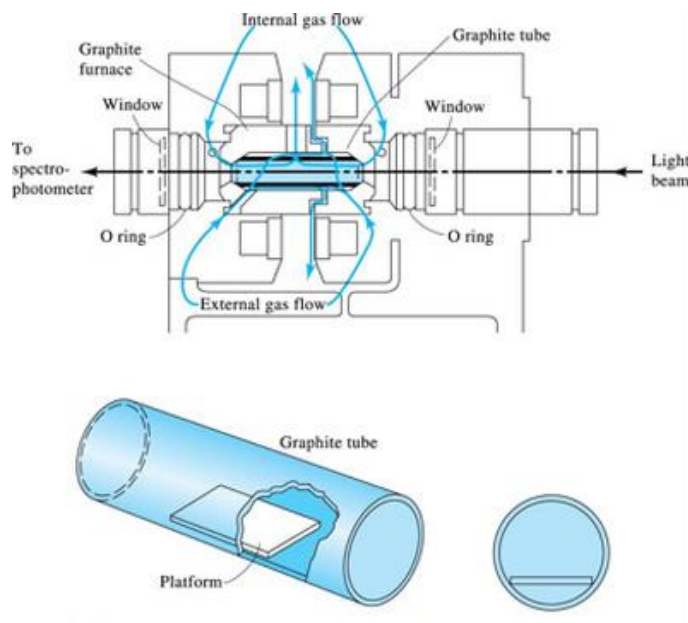
برخلاف اتمسازهای پیش مخلوط کن، تمام مصرف کن قابل استفاده برای شعله با سرعت‌های سوخت بالا (جدول ۱) می‌باشد. همچنین، نمونه‌های ویسکوز قابل آزمایش با اتمسازهای شعله‌ای تمام مصرف کن هستند. مهم‌ترین عیب این اتمسازها این است که نمونه با گازهای سوخت و اکسیدان به طور همگن با هم مخلوط نمی‌شوند؛ از این رو، دست یافتن به شعله‌ای یکنواخت امکان‌پذیر نیست. همچنین، با تغییر سایز قطرات، شدت شعله نیز تغییر می‌کند.

¹ Premix burner

۲-۳-۲- کوره گرافیتی

یکی دیگر از اتمسازهای مورد استفاده در طیف‌سنجی جذب اتمی، کوره گرافیتی است. کوره نوعی اتمساز الکتروترمال یا الکتروگرمایی است، بدین معنی که با الکتریسیته گرم و اتمساز انجام می‌شود. حساسیت اتمساز با کوره گرافیتی بیشتر از شعله است، زیرا کل نمونه به یک باره و در زمان کوتاهی به اتم‌های گازی تبدیل می‌شوند و اتم‌ها مدت زمان بیشتری در معرض نور قرار می‌گیرند.

در اتمساز کوره گرافیتی، دو جریان گاز بی‌اثر وجود دارند. جریان گاز بیرونی از ورود هوای بیرون به کوره و به تبع آن، اکسید شدن و خوردگی لوله گرافیتی در دماهای بالا ممانعت می‌کند. جریان گاز درونی نه تنها هوای بیرون را از لوله خارج، بلکه به حذف اجزای ماتریس و سایر گونه‌های مزاحم از مسیر نور در طول فرآیندهای خشک کردن و خاکستر شدن کمک می‌کند.



شکل ۸. نمایی از (بالا) اتمساز کوره گرافیتی و (پایین) لوله گرافیتی و سکو^۱ (محل قرارگیری نمونه).

فرآیند اتمساز در کوره گرافیتی در چهار مرحله صورت می‌گیرد. در هر مرحله، دما طی یک برنامه‌ریزی دمایی افزایش می‌یابد.

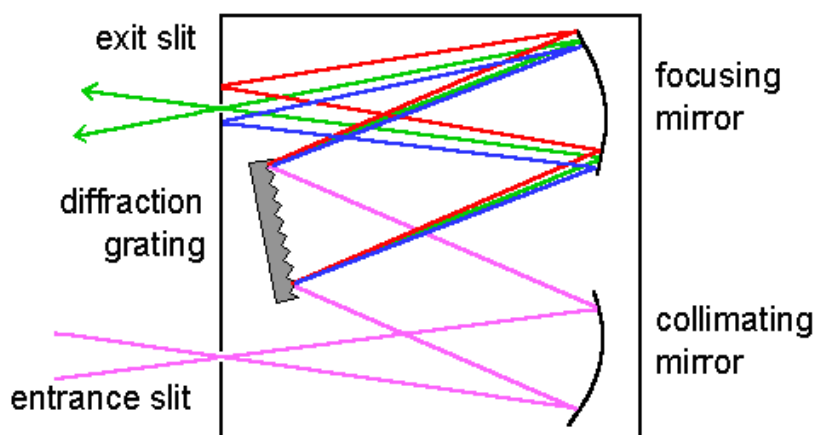
(۱) خشک کردن: پس از تزریق چند میکرولیتر از نمونه به لوله گرافیتی (سکو^۱ لوو)، حلال آن تبخیر می‌شود. به این فرآیند، خشک کردن نمونه گفته می‌شود. خشک کردن معمولاً در دمایی بین ۸۰ تا ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد صورت می‌گیرد.

^۱ L'vov platform

- ۲) خاکستر شدن: دما در مرحله خاکستر شدن افزایش می‌یابد تا حدی که نمونه (آنالیت) تبدیل به خاکستر شود.
- ۳) اتمیزه کردن^۱: مرحله سوم فرآیند، اتمسازی است که در آن کوره به سرعت تا دمای بالا گرم می‌شود تا بقایای حاصل از مرحله خاکسترسازی تبخیر شوند. این امر منجر به تشکیل ابری از اتم‌های آزاد در مسیر نوری شده و میزان جذب اندازه‌گیری می‌شود. دمای اتمسازی براساس فراریت عنصر مورد نظر تعیین می‌شود.
- ۴) تمیز کردن: پس از فرآیند اتمسازی، کوره تا دمای بسیار بالا افزایش می‌یابد تا لوله گرافیتی تمیز شود.

۳-۳- تکفام ساز (مونوکروماتور)

مونوکروماتور یا تکفام ساز یا طول موج گزین یکی دیگر از اجزای تشکیل دهنده طیف‌سنج جذب اتمی است. این قسمت از دستگاه، پرتو نور چند فام (چند طول موج) را به پرتو تکفام (تک طول موج) تبدیل می‌کند. در واقع دستگاه باید قادر به ایجاد یک پهنای نوار باریک باشد تا خط انتخاب شده برای اندازه‌گیری را از خطوط طیفی دیگری که ممکن است ایجاد مزاحمت کنند یا حساسیت را کاهش دهند، جدا سازد. طول موج گزین‌ها به دو دسته صافی (تداخلی و جذبی) و تکفام‌ساز (توری و منشور) تقسیم می‌شوند.



شکل ۹. تصویری از نحوه عملکرد تکفام ساز توری^۲.

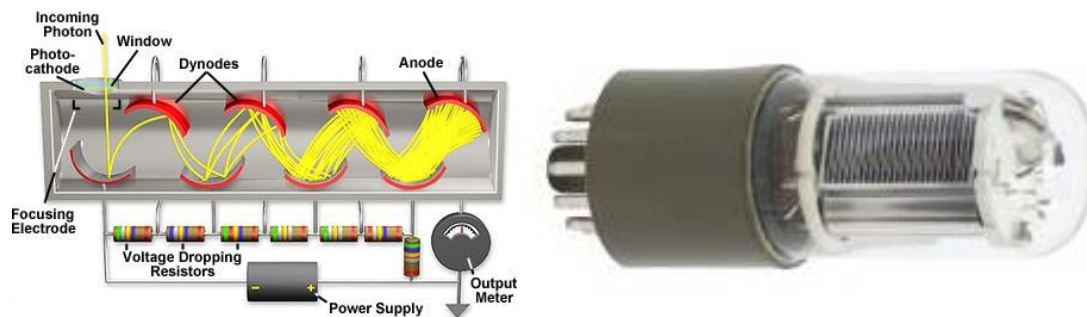
۳-۴- آشکارساز (دکتور)

آشکارساز یا دکتور میزان نور جذب شده توسط اتم‌های نمونه را اندازه‌گیری می‌کند. متداول‌ترین آشکارساز برای تکنیک جذب اتمی لوله فتومولتی پلایر^۳ است. این لوله قادر است نور را به سیگنال الکتریکی تبدیل کند. سیگنال الکتریکی تقویت شده و سپس روی صفحه کامپیوتر نمایش داده می‌شود.

¹ Atomization

² Grating

³ Photomultiplier Tube



شکل ۹. تصویری از یک لوله فوتومولتی پلایر و مکانیسم عملکردی آن.

منابع

M.S.H. Akash, and K. Rehman, (2020) Atomic Absorption Spectroscopy. In: Essentials of Pharmaceutical Analysis. Springer, Singapore.

D.A. Skoog, F.J. Holler and T.A. Nieman, (1998) Principles of Instrumental Analysis, 5th Edition.