

فصل اول

مقدمه

ازگیل و تلکا درختچه‌ای خاردار از تیره گل سرخیان^۱ (خانواده رزها) می‌باشند، این تیره، شامل حدود ۱۰۰ جنس و ۲۰۰ گونه است که در نواحی یخبندان تا گرمسیر زمین، بهطور گستردگی پراکنده شده‌اند [۱].

ازگیل، واژه‌ای ترکی است و در مناطق مختلف با نام‌های محلی شناخته می‌شود؛ از جمله در طالش، ترشه سر در رامسر، ترشه‌کنس در گرگان، کندس و به انگلیسی مدلار^۲ گفته می‌شود.

میوه ازگیل علاوه بر مصارف خوراکی دارای کاربردهای دارویی نیز هست . ازگیل طبق نظر حکماء طب سنتی از نظر طبیعت سرد و خشک است و با تانن قابل ملاحظه‌ای که دارد، قابض است، ورم روده را کاهش می-دهد و در رفع اسهال‌های ساده، بسیار موثر است، اگر نارس باشد ، بیشتر قابض می‌باشد و برای جلوگیری از خونریزی مفید است . از جوشانده برگ ازگیل، به صورت غرغره برای فرونشاندن ورم مخاط گلو و ناراحتی های حلق استفاده می‌شود. دانه‌ها حاوی هیدروسیانیک اسید سمی‌اند. از پوست تنه آن به جای گنه در درمان مalaria استفاده می‌شود، اما چندان تاییدشده نیست.

چوب ازگیل سخت و به رنگ حنایی روشن است . از چوب آن روستاییان عصا و داس و چوب دستی درست می‌کنند. چوب‌دستی پرگره درویشان معمولاً از چوب ازگیل تهیه می‌شود.

گیاه ازگیل به شکل درخت پاکوتاه یا بوته‌های بلند موجود می‌باشد و به حالت وحشی در جنگلهای اروپای مرکزی و نواحی معتدل آسیا می‌روید. ازگیل در تمام جنگلهای شمال ایران، از ارسباران تا گلی داغ و چناران از بجنورد و در تمام ارتفاعات سواحل دریا تا ارتفاعات بالای جنگل گسترش دارد. در دامنه‌های جنوبی البرز در دره کرج و مناطق استپی نیز دیده می‌شود. ارتفاع این درختچه به ۶ متر هم می‌رسد و شاخه‌های خاردار دارد. از

1. Rosaceae

2. Medlar

مشخصات اختصاصی آن، ریشه عمودی و پوست خاکستری نقره‌ای است. برگ‌های بیضی کمی کشیده نوک تیز، کناره برگ‌ها بی‌دندانه یا چنددندانه به طول ۶ تا ۱۵ سانتی‌متر و به پهنه‌ای ۳ تا ۴ سانتی‌متر دارد. روی برگ سبز تیره و پشت برگ سبز خاکستری می‌باشد که پیش از خزان شدن به رنگ قرمز در می‌آیند. گل‌های آن سفید، درشت و منفرد بدون پایه و پنج گلبرگی هستند که در بهار شکوفه می‌دهند. از گیل هر مافروخت است، یعنی هم دارای اندام‌های نر و هم اندام‌های تولیدمثلی ماده‌اند و توسط زنبورها گردتاری می‌شوند، به عبارتی گیاه از گیل خودبارور^۱ است [۲].

۱-۲- اهداف پژوهش

در سال‌های اخیر به مصرف گیاهان و به خصوص گیاهان طبیعی و دارویی توجه بیشتری شده است، از این رو محققین بیشتری به چگونگی استخراج و مصرف آن علاقمندان داده‌اند.

در بررسی‌های انجام‌شده در باره میوه از گیل، تعداد قابل توجهی از عناصر معدنی که از ریزمغذی‌ها هستند، یافت شده است. در این رابطه در بررسی میوه از گیل در ترکیه، مقدار پتاسیم موجود در آن، از سایر عناصر بیشتر بود [۳]. همچنین آیاز^۲ و همکارانش در بررسی‌های به عمل آمده دریافتند که مقادیر اسید های چرب موجود در میوه از گیل، در طول مدت رسیده شدن، تغییر می‌کند [۴].

از آنجائی که وجود عناصر و مواد آلی موجود در گیاهان، بستگی به شرایط اقلیمی و آب و هوای منطقه رشد گیاه دارد، در این پژوهش، میوه و برگ گیاه مورد نظر، در منطقه‌ای در شمال ایران مورد بررسی قرار گرفت.

1. Monoecious

2. Ayaz

همچنین در راستای این پژوهش، میوه تلکا یا گلابی وحشی که از نظر موقعیت مکانی و زمان میوه دهی تقریباً مانند ازگیل است، مورد بررسی قرار گرفت.

۱-۳- انواع از گیل

جنس از گیل دو گونه است که اولی همان از گیل معمولی با نام علمی مسپیلوس جرمینیکا^۱ است، این گونه بومی جنوب غربی آسیا و احتمالاً جنوب شرقی اروپا است، اما منشا آن را ایران می‌دانند. گونه دیگر ام کانسنس^۲ که اخیراً در سال ۱۹۰۰ در آمریکای شمالی کشف شده است [۲].



شکل (۱-۱) نمایی از میوه، برگ، گل و دانه از گیل

1. *Mespilus germanica* L.
2. *M. canescens*

۱-۴- ویژگی‌های میوه ازگیل

میوه ازگیل گرد و کروی و گاهی گلابی شکل و قهوه ای رنگ است، روی پوست میوه کرک های نمدی مخملی و عدسک‌های سفید دیده می‌شود. ابعاد میوه در حد گیلاس تا گردو می‌باشد. میوه ازگیل بسیار سخت و اسیدی است و به همین خاطر تا خوب رسیده نشود، قابل خوردن نیست. برای جلوگیری از پوسیده شدن آن بر روی درخت، معمولاً میوه‌ها را زودتر برداشت می‌کنند و در محل مناسبی انبار می‌سازند، تا رسیده شود. گوشت ازگیل پس از رسیدن از سفید به قهوه ای تغییر می‌یابد و کاملاً نرم و شیرین می‌شود و طعمی مشابه میوه‌های خوشمزه و آبدار نواحی استوایی پیدا می‌کند، قطر میوه در گونه‌های وحشی به ۵۲ سانتی‌متر و در ارقام پرورشی به ۵۶ سانتی‌متر یا بیشتر هم می‌رسد [۲].

۱-۵- تکثیر درخت ازگیل

این گیاه در مکانی سایه روشن در جنگل‌های آفتابگیر رشد می‌کند. خاک مرطوب، سبک و شنی با خاک برگ یا خاک سنگین رسی و به خوبی زهکشی‌شده را می‌پسندد. بذرها یک‌سیز بسیار سفت و محکم و نفوذ ناپذیرند، به همین علت بعيد است در همان سال اول تا پیش از گذراندن دو زمستان جوانه بزنند، برای کشت تجاری آن معمولاً بذرها را برای مدت کوتاهی در سولفوریک اسید می‌خوابانند تا پوسته بذر باز شود، البته این کار بایستی با دقت زیاد انجام شود و گرنه بذر آسیب می‌بیند.

در مناطق خشک برای تکثیر ازگیل از پیوند آن، روی پایه زالزالک یا ولیک استفاده می‌شود. گاهی نیز در خاک‌های غنی و قوی می‌توان ازگیل را روی پایه گلابی پیوند زد و در زمین‌هایی که خاک زیرین آن مرطوب است، روی پایه به پیوند می‌زنند، نوع پیوند شکمی است که در تابستان انجام می‌شود [۵].

۱-۶- ویژگی های گیاه تلکا

درخت تلکا با نام علمی پیروس بایوسیریانا^۱ که به گلابی وحشی نیز موسوم است، در جنگل های شمال ایران، از ارسباران و آستار اتا گرگان پراکنده است و در ارتفاعات مختلف رشد می کند. این گیاه نیز جزء خانواده رزه است، ارتفاع آن ۵ متر و دارای برگ تخم مرغی گرد با انتهای کند است که این انتهای در برگ های جوان کمی کشیده است . برگ این گیاه حاوی مقادیری از یک فنول گلیکوزید به نام آربوتین^۲ می باشد [۶]. آربوتین دارای منشا گیاهی می باشد و در برگ، پوست درخت و میوه برخی گیاهان از خانواده رزها، مقادیر قابل ملاحظه ای از این ماده وجود دارد [۷]. آربوتین در این گیاهان، در مقابل برخی بیماری ها



شکل (۱-۱) نمایی از میوه، برگ، گل و دانه گلابی وحشی

باکتریایی نقش محافظتی دارد، که احتمالاً مربوط به هیدروکینون ها می باشد [۸]. تحقیقات نشان می دهد که عصاره برگ گیاه تلکا دارای اثرات ضد قارچ، آنتی اکسیدان، ضدلارو و ضدبacterی می باشد [۹].

1. Pyrus biossieriana
2. Arbutin

۱-۷- ساختار شیمیایی اسیدهای چرب^۱

عمده‌ترین ماده سازنده روغن‌های خوراکی را، تری گلیسیریدها^۲ تشکیل می‌دهند. این ترکیبات از اتصال اسیدهای چرب، به گلیسرول^۳، با نسبت استوکیومتری ۳ به ۱ به وجود می‌آیند [۱۰].

ساختمان اسیدهای چرب متصل به گلیسرول به مقدار قابل توجهی، تعیین‌کننده خواص روغن‌های خوراکی و همچنین حالت‌های فیزیکی آن می‌باشد. اسیدهای چرب با زنجیره‌های کوتاه‌تر، روغن‌هایی با نقطه ذوب کمتری به وجود می‌آورند. با توجه به این که اسیدهای چرب در دو نوع کلی اشباع شده و اشباع نشده، وجود دارند؛ هر چه درجه اشباع‌بودن اسیدهای چرب، بیشتر باشد، سبب افزایش نقطه ذوب روغن‌های دارای این نوع از اسید می‌شود. اکثر اسیدهای چرب غیر اشباع به طور طبیعی، به شکل ایزومر هندسی سیس وجود دارند . در جریان عملیات استخراج و تصفیه روغن‌ها، مقدار کمی از آن‌ها، به فرم ترانس تبدیل می‌شوند که از نظر بیولوژیکی، تاثیرات نامطلوبی در بدن انسان می‌گذارند و به همین‌دلیل، در طی تهیه روغن‌ها، مراقبت‌های لازم در این زمینه باید انجام گیرد تا کمترین مقدار تبدیل فرم سیس به ترانس انجام‌گیرد. [۱۱]

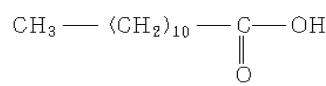
بنابر اهمیت اسیدهای چرب، جدول ۱-۲ نام و ساختار تعدادی از آن‌ها را نشان می‌دهد:

-
1. Fatty acids
 2. Triglycerides
 3. Gliserol

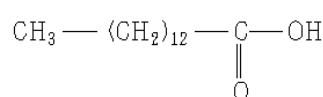
جدول ۱-۲. نام و ساختار تعدادی از اسیدهای چرب

ساختار شیمیایی

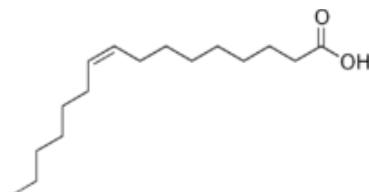
نام اسید چرب



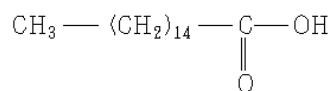
Dodecanoic acid
(Lauric acid)



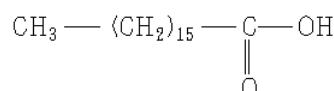
Tetradecanoic acid
(Myristic acid)



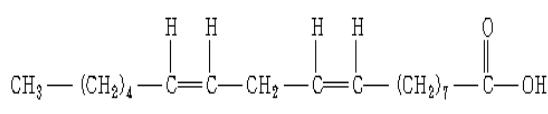
9-Hexadecenoic acid
(Palmitoleic acid)



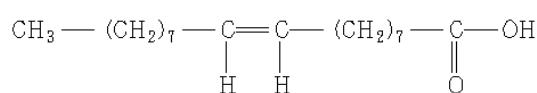
Hexadecanoic acid
(Palmitic acid)



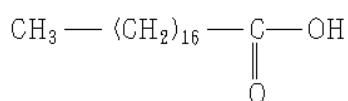
Heptadecanoic acid
(Margaric acid)



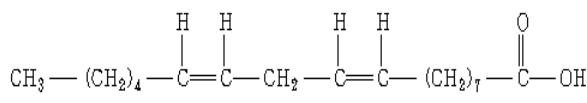
9,12-Octadecadienoic acid
(Linolelaidic acid)



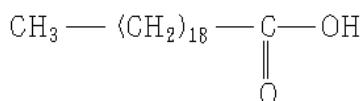
9-Octadecenoic acid
(Oleic acid)



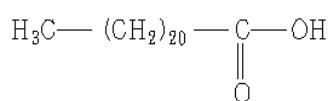
Octadecanoic acid
(Stearic acid)



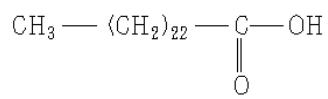
9,12-Octadecadienoic acid
(Linoleic acid)



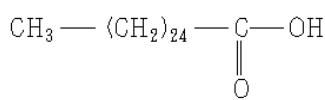
Eicosanoic acid
(Arachidic acid)



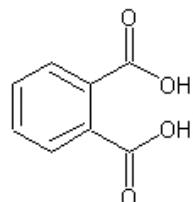
Docosanoic acid
(Behenic acid)



Tetracosanoic acid
(Lignoceric acid)



Hexacosanoic acid
(Cerotic acid)



1,2-Benzenedicarboxylic acid
(Phthalic acid)

۱-۸- شناسایی عناصر معدنی و مواد آلی

در زمینه استخراج و اندازه گیری مواد آلی، راههای متفاوتی ارائه شده است. یکی از این روش‌ها، استفاده از روش افزایش استاندارد^۱ برای آماده‌سازی مواد معدنی می‌باشد که در ادامه می‌توان از دستگاه‌های اندازه گیری مختلف؛ مانند دستگاه طیف‌سنجد پلاسمای جفت‌شده القایی^۲ برای اندازه گیری دقیق عناصر مورد نظر استفاده کرد. منابع پلاسمایی جفت‌شده القایی، در مقایسه با سایر منابع نشری، داده‌های تجزیه‌ای کمی بسیار بهتری به دست می‌دهند. به‌طور کلی حدود آشکارسازی با منبع پلاسمای جفت‌شده القایی بهتر از حدود آشکارسازی سایر روش‌های طیف‌بیبری اتمی است.

در زمینه استخراج مواد آلی، استفاده از دستگاه سوکسله^۳، با هزینه کمتر و کارایی بیشتر معمول است. برای جداسازی اسیدهای چرب به وسیله GC، اغلب از مشتقات فرارتر آن‌ها، به‌ویژه مشتقات متیل‌استر اسیدهای چرب استفاده می‌شود. معمولاً عصاره به دست آمده، پس از مشتق سازی به دستگاه کروماتوگرافی گازی- طیف بین جرمی^۴، برای اندازه گیری تزریق می‌گردد.

هدف از این تحقیق، بررسی عناصر و ترکیبات آلی موجود در گیاهان موردنظر، با روش‌های ساده، شناخته- شده و سریع می‌باشد، که در این اندازه گیری از روش آماده‌سازی افزایش استاندارد، دستگاه طیف بینی پلاسمای جفت‌شده القایی، استخراج با سوکسله و دستگاه کروماتوگرافی گازی- طیف بین جرمی برای افزایش هر چه بیشتر دقت و صحت اندازه گیری استفاده شد.

-
1. Standard addition
 2. Inductively coupled plasma emission spectrometer (ICP)
 3. Soxhlet
 4. Gas chromatography- Mass spectrometer (GC- MS)

فصل دوم

تئوري

۲- تئوری

۱-۲- طیف سنجی جذب و نشر اتمی

از آن جاییکه در این پایان نامه از دستگاههای طیفسنج نشری پلاسمای جفت شده القایی و کروماتوگرافی گازی- اسپکتروسکپی جرمی استفاده شده است، لذا مختصرا در خصوص این دستگاهها، در این فصل بحث شده است:

طیفبینی اتمی برای تعیین کیفی و کمی ۷۰ عنصر به کار گرفته شده است. حساسیت روش های اتمی نوعاً در گستره قسمت در میلیون تا قسمت در میلیارد است. مزایای دیگر این روش ها عبارتند از سرعت، راحتی، معمولاً گزینش پذیری بالا و قیمت دستگاهی متوسط.

طیفسنجی جذب اتمی شامل مطالعه و اندازه گیری انرژی تابشی جذب شده توسط اتم ها می باشد. داده های به دست آمده از این روش، اطلاعات مفید تجزیه ای و طیف سنجی را فراهم می کند. اطلاعات طیفسنجی شامل اندازه گیری سطوح انرژی اتمی و جمعیت اتم ها در سطوح انرژی مختلف می باشد و اطلاعات تجزیه ای شامل تعیین کمی و کیفی عناصر، خصوصاً عناصر فلزی جدول تنابوی می باشد.

اولین مرحله در تمامی روش های طیفبینی اتمی، اتم سازی می باشد، فرآیندی که در آن نمونه تبخیر و تجزیه می شود، به نحوی که یک گاز اتمی تولید کند . بازده و تکرار پذیری مرحله اتم سازی تا حد زیادی حساسیت، دقت و صحت روش را تعیین می کند؛ یعنی این که اتم سازی بحرانی ترین مرحله در طیفبینی اتمی است. در طیفبینی جذبی، پس از تبدیل شدن مولکول ها یا یون ها به اتم های آزاد، جذب تابش به وسیله این اتم ها اندازه گیری می شود. انرژی نورانی جذب شده توسط اتم ها، عموماً به صورت خطوط جذبی باریک، با طول موج های در ناحیه مرئی یا فرابنفش طیف انرژی تابشی می باشد. در روش طیف سنجی نشر اتمی ، اتم برانگیخته، در

بازگشت به حالت پایه فوتون ساطع می‌کند. در این روش تعداد فوتون‌های آزاد شده در فرآیند نشر، اندازه گیری می‌شود[12].

۲-۲- طیف سنجی نشري^۱

اتم‌ها، یون‌ها و مولکول‌ها را می‌توان با یکی از چند فرآیند زیر به یک یا چند تراز انرژی بالاتر برانگیخت. این فرآیندها عبارت‌اند از: بمباران با الکترون‌ها یا سایر ذرات بنیادی، قراردادن در معرض یک جرقه با ولتاژ بالا، اعمال گرمایی در شعله یا کمان الکتریکی یا نوردهی با تابش الکترومغناطیسی . طول عمر یک گونه برانگیخته معمولاً کوتاه است (10^{-9} تا 10^{-6} در ثانیه) و آسایش به تراز انرژی پایین‌تر یا حالت پایه همراه با آزاد کردن انرژی آزاد، به شکل تابش الکترومغناطیسی، گرما یا هر دو راه انجام می‌شود.

تابش حاصل از یک منبع، به راحتی توسط طیف نشري م شخص می‌شود که معمولاً به صورت منحنی توان نسبی تابش نشرشده در برابر طول موج یا فرکانس به دست می‌آید. طیف نشري به سه شکل مختلف شناخته شده است: خطی، نواری و پیوسته.

طیف خطی: هنگامی مشاهده می‌شود که گونه‌های تابش‌دهنده، ذرات اتمی مجزایی اند که مثل گازها کاملاً از یکدیگر جدا شده‌اند. ذرات تک در یک محیط گازی به طور مستقل از یکدیگر رفتار می‌کنند و طیف خطی، متشكل از یک سری خط‌های تیز و کاملاً مشخص، با پهنای کم است که توسط برانگیختگی اتم‌های تک به دست می‌آید.

1. Emission spectroscopy

طیف‌های نواری؛ متشکل از چند گروه از خطوط کاملاً نزدیک به هم است که بهطور کامل تفکیک نشده‌اند و به علت حضور رادیکال‌ها یا مولکول‌های کوچک گازی، اغلب در منابع طیفی مشاهده می‌شوند. نوارها از ترازهای ارتعاشی کوانتیده متعددی ناشی می‌شوند که روی تراز انرژی الکترونی حالت پایه مولکول سوار شده‌اند. بعلاوه، تعداد زیادی از حالت‌های چرخشی، روی هر یک از ترازهای ارتعاشی سوار خواهد بود . تفاوت در انرژی بین ترازهای چرخشی، احتمالاً حدود ده مرتبه کوچکتر از تفاوت انرژی بین حالت‌های ارتعاشی است. بنابراین یک نوار مولکولی واقعی، متشکل از تعداد خیلی بیشتری خط خواهد بود و فاصله این خط‌ها، نسبت به یکدیگر بسیار کمتر خواهد بود.

طیف‌های پیوسته؛ مسئول افزایش در زمینه است که بالای 700 cm^{-1} مشاهده می‌شود و طیف‌های خطی و نواری، روی این طیف پیوسته سوار شده‌اند. تابش پیوسته واقعی هنگامی تولید می‌شود که جامدات تا حالت التهاب گرما داده شوند . تابش گرمایی از این نوع که تابش جسم سیاه نام دارد، توسط برخوردهای اتمی یا مولکولی بی‌شمار برانگیخته در جامد متراکم، توسط انرژی گرمایی تولید می‌شود.

در روش طیف سنجی نشری، اطلاعات تجزیه‌ای از تشعشع حاصل از فرآیند برانگیختگی غیر نوری نمونه مورد تجزیه نیز به دست می‌آید. فرآیند برانگیختگی می‌تواند به وسیله قوس الکتریکی نیز انجام شود . مرحله برانگیختگی در روش‌های نشری، یک توزیع آماری حالت‌های برانگیخته را هنگامی که شرایط تعادل گرمایی وجود داشته باشد، ایجاد می‌کند. فرکانس نور نشرشده به اختلاف سطوح انرژی مربوط می‌شود.

زمانی که تعادل دمایی به وجود آمد، نسبت تعداد اتم‌های پایه و برانگیخته توسط رابطه ۲-۱ بیان می‌شود:

$$\frac{N_j}{N_i} = \frac{g_j}{g_i} e^{\frac{-\Delta E}{kT}} \quad (1-2)$$

N تعداد اتم‌ها در حالت برانگیخته، N تعداد اتم‌ها در حالت پایه، g و ΔE به ترتیب وزن‌های آماری سطوح A و Z درجه حرارت شعله (بر حسب K) و انرژی لازم برای برانگیخته نمودن اتم است. چون انرژی برانگیختگی فلزات قلیایی نسبتاً کوچک است، طیف نشری آن‌ها به راحتی در محیط‌هایی نظیر شعله مشاهده می‌شود. خطوط رزونانسی چنین اتم‌هایی که به راحتی برانگیخته می‌شوند، در ناحیه مرئی و زیر قرمز نزدیک قرار می‌گیرند. ولی عناصر زیاد دیگری، چنین سطوح برانگیخته با انرژی کم را ندارند و منابع پرانرژی نظیر پلاسماء، برای تولید یک سیگنال نشری آن‌ها لازم است. خطوط رزونانسی عناصری که به سختی برانگیخته می‌شوند، اغلب در ناحیه ماوراء بنفسج واقع می‌شود [۱۲].

۳-۲- طیف بینی نشری پلاسمای جفت شده القایی

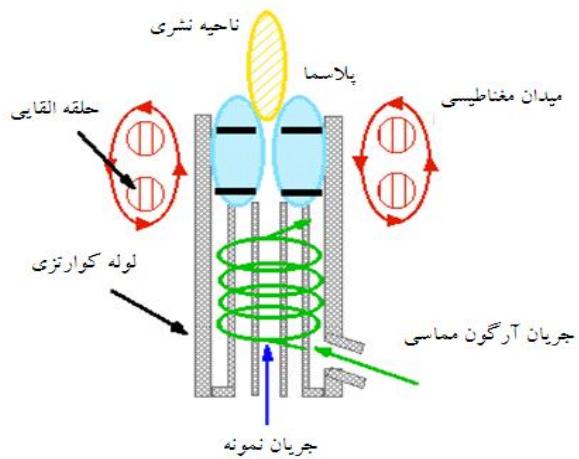
اتم‌سازهای پلاسمایی که در اواسط دهه ۱۹۷۰ به بازار عرضه شدند، از چند مزیت نسبت به اتم‌سازهای شعله‌ای برخوردارند. اتم‌سازهای پلاسمایی برای طیف بینی هم نشر گرمایی و هم فلئورسانی به کار گرفته شده‌است. این اتم‌ساز به طور گستردگی برای روش‌های جذب اتمی به کاربرده نشده است.

طبق تعریف، پلاسما یک مخلوط گازی رسانای متشكل از غلظت قابل توجهی از کاتیون‌ها و الکترون‌هاست. در پلاسمای آرگونی که برای تجزیه‌های نشری به کار می‌رود، یون‌های آرگون و الکترون‌ها، گونه‌های رسانای اصلی‌اند، اگرچه کاتیون‌های حاصل از نمونه نیز شرکت دارند. یون‌های آرگون، پس از تشکیل در پلاسما، قادرند توان کافی از یک منبع خارجی جذب کنند تا دما را در سطح بالایی K به دست می‌آید. سه منبع توان در طیف‌بینی پلاسمای آرگونی به کار برده شده است؛ اولی یک منبع الکتریکی با جریان پیوسته DC است که می‌تواند یک جریان چند آمپری را بین الکترودهای وارد شده در پلاسمای آرگونی برقرار سازد. دومی و سومی مولدهای فرکانس رادیویی و فرکانس ریزموچ قدرتمندی‌اند که از

درون آن‌ها آرگون عبور می‌کند. در بین این سه، به نظر می‌رسد که منبع پلاسمای فرکانس رادیویی یا پلاسمای جفت شده القایی، بیشترین مزیت را از نظر حساسیت و عاری بودن از تداخل‌ها داشته باشد. از طرف دیگر، منبع پلاسمای DC (DCP) ساده‌تر و ارزان‌تر است.

۱-۳-۲- منبع پلاسمای جفت شده القایی

نموداری از یک منبع پلاسمای جفت شده القایی در شکل (۱-۲) نشان داده شده است. این منبع متشکل از سه لوله کوارتزی هم‌مرکز است که از درون آن‌ها جریان‌هایی از آرگون در سرعت کل بین ۱۱ و ۱۷ L/min عبور می‌کند. قطر بزرگ‌ترین لوله حدود ۲/۵ cm است. اطراف بالای این لوله، یک پیچک القایی شده سردشده با آب قرار دارد که از یک مولد با فرکانس رادیویی نیرو می‌گیرد که قادر است ۲ kW از ارژی در حدود ۲۷ MHz تولید کند. یونش آرگون در حال جریان، با جرقه ای از یک پیچک تسلا شروع می‌شود. سپس یون‌های حاصل و الکترون‌های مربوط به آن‌ها، با میدان مغناطیسی افت و خیزکننده ای، که توسط پیچک القایی تولید می‌شود برهم‌کنش دارند. این برهم‌کنش باعث می‌شود تا یون‌ها و الکترون‌ها در درون پیچیک در مسیرهای حلقه وار نزدیک به هم، جریان یابند؛ گرمای اهمی در نتیجه مقاومت آن‌ها در برابر این حرکت حاصل می‌شود. دمای این پلاسما به حدی بالاست تا به جداسازی گرمایی از استوانه کوارتزی خارجی نیاز داشته باشد. جداسازی توسط جریانی از آرگون به طور مماسی در اطراف دیواره‌های لوله به دست می‌آید که در شکل ۱-۲ به صورت پیکان هایی نشان داده شده است. جریان مماسی دیواره‌های درونی لوله مرکزی را خنک می‌کند و به طور شعاعی وارد پلاسما می‌شود [۱۲].



شکل ۲-۱. منبع پلاسمای جفت شده القابی

۲-۳-۲- تزریق نمونه

نمونه توسط جریان آرگون ، با سرعت در حدود L/min ۱ از درون لوله کوارتزی مرکزی به درون پلاسمای داغ در سر لوله ها حمل می شود. نمونه می تواند یک غبار، یک بخار تولید شده به طریق گرمایی یا یک گرد ریز باشد.

۲-۳-۳- ظهور پلاسما و طیفها

پلاسمای نوعی، یک هسته مرکزی ناشفاف سفید تابان خیلی شدید دارد که در بالای آن یک دنباله شعله ای مانند وجود دارد . هسته مرکزی، که تا چند میلی متری بالای لوله ادامه دارد، یک طیف پیوسته تولید می کند که روی آن، طیف اتمی برای آرگون سوار شده است. پیوستار، ظاهرا هنگامی تولید می شود که یون های آرگون و سایر یون ها با الکترون ها دوباره ترکیب شوند. در ناحیه 10 mm تا 30 mm بالای هسته مرکزی، پیوستار ضعیف می شود و پلاسما از نظر نوری شفاف است. مشاهدات طیفی معمولاً 15 mm تا 20 mm بالای پیچک القا انجام می شود. در اینجا، تابش زمینه ای به طور قابل ملاحظه ای عاری از خط های آرگون

است و برای اندازه گیری های طیفی کاملا مناسب است . بسیاری از حساس ترین خط های آنالیت در این ناحیه از پلاسما از یون هایی مانند Mn, Cr, Cd, Ca ناشی می شود.

۴-۳-۲- اتم سازی آنالیت و یونش

زمانی که اتم های نمونه به نقطه مشاهده در پلاسما می رسند، زمان توقفی در حدود ۲ ms در دماهایی در گستره از ۶۰۰۰ تا ۸۰۰۰ دارند. این زمان ها و دماها دو تا سه برابر بزرگتر از زمان ها و دماهایی است که در داغ ترین شعله های احتراقی (استیلن / نیترو اکسید) حصول پذیرند. در نتیجه، اتم سازی تقریبا کامل است و تداخل های شیمیایی کمتری وجود دارد. آثار تداخل یونشی کوچک اند یا وجود ندارند، احتمالا به این علت که غلظت زیاد الکترون های حاصل از یونش آرگون، غلظت کم و بیش ثابتی از الکترون را در پلاسما حفظ می کنند.

منبع پلاسما چند مزیت دیگر نیز دارد؛ اولاً اتم سازی در یک محیط بی اثر شیمیایی انجام می شود که طول عمر آنالیت را نیز افزایش می دهد. به علاوه، بر عکس منابع شعله ای، سطح مقطع دمای پلاسما نسبتا یکنواخت است. در نتیجه، منحنی های درجه بندی در گستره غلظتی تا چند ده برابر خطی باقی می مانند [۱۴].

۴-۳-۵- کاربردهای کمی منابع پلاسمایی

منابع پلاسمایی جفت شده القایی، در مقایسه با سایر منابع نشری، داده های تجزیه ای کمی بسیار بهتری به دست می دهند. کیفیت بهتر این نتایج از پایداری بالا، نوفه کم، زمینه کم و آزادی از تداخل های منابع ناشی می شود، البته چنانچه در شرایط تجربی مناسب استفاده شوند . عملکرد منبع پلاسمایی جفت -

شده القایی تا حدی بهتر از عملکرد منبع پلاسمای dc از نظر حدود آشکارسازی است. به طور کلی حدود آشکارسازی با منبع پلاسمای جفت شده القایی بهتر از حدود آشکارسازی سایر روش‌های طیفی اتمی است.

۱-۴-۲- کروماتوگرافی^۱

کروماتوگرافی به طور گسترده‌ای برای جداسازی، شناسایی و تعیین اجزای سازنده شیمیایی در مخلوط‌های پیچیده به کار می‌رود. در تمامی روش‌های کروماتوگرافی عموماً یک فاز ساکن و یک فاز متحرک وجود دارد. اجزای سازنده یک مخلوط، توسط جریان یک فاز متحرک گازی یا مایع از درون فاز ساکن عبور می‌کنند و جداسازی بر اساس تفاوت در سرعت‌های مهاجرت بین اجزای سازنده نمونه استوار است.

۲-۴-۱- دسته‌بندی روش‌های کروماتوگرافی

روش‌های کروماتوگرافی بر اساس ماهیت فاز متحرک به سه دسته تقسیم می‌شوند؛ سه نوع فاز عبارت‌اند از مایعات، گازها و سیالات فوق‌حرانی.

۲-۴-۲- کاربردهای کروماتوگرافی

کروماتوگرافی به صورت مهم‌ترین روش جداسازی گونه‌های شیمیایی نزدیک به هم درآمده است. به علاوه، این روش می‌تواند برای شناسایی کیفی و کمی گونه‌های جداشده به کار رود.

۴-۳-۲- تجزیه کیفی

کروماتوگرافی به صورت گستره‌ای برای تشخیص وجود یا عدم وجود اجزای سازنده در مخلوط هایی به کار می‌رود که حاوی تعداد محدودی از گونه‌های ممکن‌اند که ماهیت آن‌ها معلوم است. از آن‌جا که یک کروماتوگرام تنها یک فقره تک اطلاعات، درباره هرگونه موجود در یک مخلوط در اختیار می‌گذارد، کاربرد روش در تجزیه کیفی نمونه‌های پیچیده‌ی با ترکیب نامعلوم محدود است. به این دلیل، م تداول شده است که ستون‌های کروماتوگرافی را مستقیماً با طیف سنج‌های فرابینفس، زیر قرمز و طیف سنج جرمی جفت می‌کنند. دستگاه‌های جفت‌شده حاصل وسایل توانمندی برای شناسایی اجزای سازنده مخلوط‌های پیچیده‌اند. اگرچه یک کروماتوگرام به شناسایی مثبت یک گونه در یک نمونه من جر نمی‌شود، ولی اغلب عدم وجود حتمی یک گونه را در اختیار می‌گذارد.

۴-۴-۲- تجزیه کمی

رشد سریع کروماتوگرافی مديون سرعت، سادگی، قیمت نسبتاً پایین و کاربردپذیری گستره‌آن به عنوان یک وسیله جداسازنده است. کروماتوگرافی کمی، بر اساس مقایسه ارتفاع یا سطح پیک آنالیت، با پیک یک یا چند استاندارد استوار است. در صورتی که شرایط به‌طور مناسب کنترل شوند، هر دو این پارامتر به‌طور خطی با غلظت تغییر می‌کنند.

۴-۵-۲- کروماتوگرافی گازی^۱

1. Gas chromatography