فصل۵: روش‌های مشخصه‌یابی مواد

بخش ۵-۲: روش‌های طیف سنجی

زیر بخش ۵-۲-۵: طیف سنجی جرمی

نویسنده: مینا شریفی

مقدمه

طیف‌سنجی جرمی روشی برای اندازه‌گیری فراوانی یون‌ها در حالت گازی است. اساس کار این روش جداسازی یون‌های تک اتمی یا چند اتمی بر اساس نسبت جرم به بارشان با استفاده از میدان‌های الکتریکی و مغناطیسی است. این روش همچنین برای مطالعه طیف وسیعی از مولکول‌های خنثی نیز کاربرد دارد. در طیف‌سنجی جرمی ابتدا مولکول‌ها توسط یک منبع یونیزاسیون به یون‌های گازی تبدیل شده و با توجه به اختلاف جرمی که عناصر دارند به سمت جداکننده هدایت می‌شوند. یون‌های جدا شده به کمک میدان الکترومغناطیس به سمت آشکارساز رفته تا شناسایی شود. مسیر طی شده از منبع یونش تا آشکارساز خلا بالایی داراست تا برخوردهای یون‌ها و مولکول‌ها با یکدیگر به حداقل ممکن برسد.

۱. **روش کار دستگاه طیف‌سنج جرمی**

دستگاه طیف‌سنج جرمی شامل اجزای ورودی نمونه، نبع یونیزاسیون، سیستم اندازه‌گیری و آشکارساز یونی تحت خلاء است. سیستم ورود نمونه بخشی است که میزان معینی از نمونه را به منبع یونیزاسیون می‌فرستد. عموما سیستم قرارگیری نمونه‌های گازی و مایع خارج از منبع یونیزاسیون واقع شده و از طریق یک روزنه با هدایت کم به منبع یونیزاسیون متصل شده‌است. نمونه‌های گازی از طریق دریچه یا شیرهایی که به سیستم ورودی متصل اند، منتقل می‌شوند. تزریق نمونه‌های مایع فرار به آسانی در دماهای پایین به کمک یخ خشک و یا نیتروژن مایع به سیستم تزریق می‌شوند. اما مایعات غیرفرار و جامدات به سیستم‌های ورودی حرارتی نیاز دارند و در دستگاه‌های رایج با ورودی یگانه و دوگانه، در دماهای ۱۵۰ تا ۳۵۰ درجه سانتی‌گراد کار می‌کنند.

سیستم‌های ورودی نمونه می‌توانند تمام شیشه یا فلز انتخاب شوند. در نمونه‌های جامد نیز باید به فراریت آن‌ها توجه نمود. معمولا جامدات با نقطه ذوب پایین توسط سرنگ تزریق می‌شوند. اخیرا روش‌های جدیدی برای انتقال نمونه‌های جامد با فشار بخار پایین و مقادیر اندک به کار می‌روند. در روش اول نمونه به طور مستقیم بخار شده و به منبع یونیزاسیون منتقل می‌شود. اما در روش دیگری، ابتدا نمونه جامد به کمک حامل مناسبی به سمت منبع یونیزاسیون انتقال یافته و در همان‌جا تبخیر می‌شود.

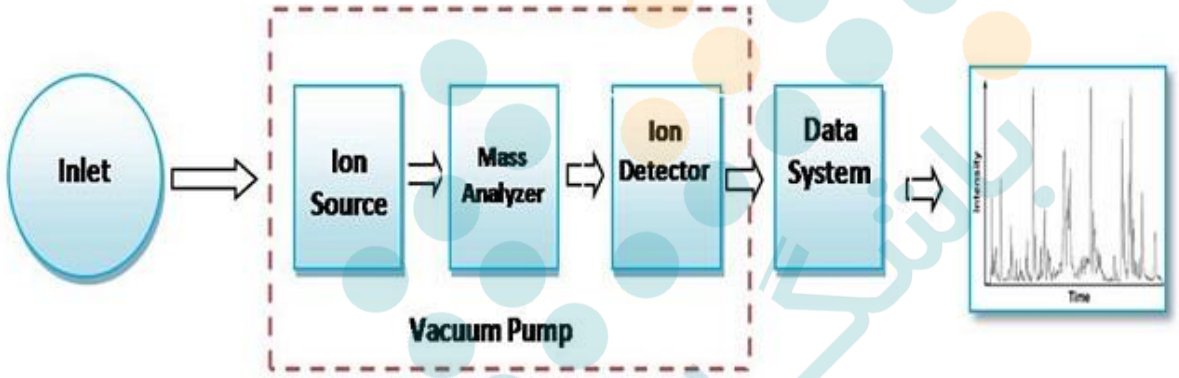
منبع یونیزاسیون به روش‌های مختلفی از جمله یونیزاسیون به روش بمباران الکترونی، شیمیایی، میدانی، فوتونی، گرمایی، جرقه‌ای و بمباران اتمی، ذرات را یونیزه می‌کند. در این بین روش بمباران الکترونی پرکاربردترین و رایج‌ترین روش یونیزاسیون می‌باشد. در این روش برای تولید باریکه‌ای از الکترون‌ها از تفنگ الکترونی فیلامان تنگستنی استفاده می‌شود. با گرم شدن فیلامان الکترون‌ها از سطح جدا شده و در مسیر حرکتبه سمت قطب مثبت با بخارات نمونه برخورد می‌کنند. برخوردالکترون‌ها به اتم‌های گازی منجر به تهییج الکترون‌های لایه ظرفیت و یونیزاسیون اتم‌ها می‌شود. اتاقک یونیزاسیون در برابر گازها مقاوم بوده و تا حد امکان محکم ساخته می‌شود. درجه حرارت این اتاقک معمولا بین ۱۰۰تا ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد بالا می‌رود.

پرتوهای یونی پس از تشکیل شدن باید توسط پتانسیل‌های مختلف شتاب پیدا کنند و از میان جداکننده‌ها عبور کنند. پتانسیل این بخش باید به گونه‌ای تنظیم شود که بیشتر قدرت جداسازی و راندمان را فراهم کند. یون‌های مثبتی که از جداکننده عبور کردند به دلیل اختلافی که در نسبت جرم به بار خود دارند تفکیک شده و به سمت آشکارساز هدایت می‌شوند.

آشکارساز یونی به دو روش الکتریکی و فوتوگرافیکی به اندازه‌گیری و شناسایی یون‌ها می‌پردازد. در روش الکتریکی تغییرات جریان نسبت به زمان اندازه‌گیری می‌شود در حالی که صفحه نوری جریان یون‌ها را جمع-آوری می‌کند. در آشکارسازهای متداول جمع‌کننده با یک مقاومت بالا به زمین متصل شده و یون‌های مثبت با گرفتن الکترون خنثی می‌شوند و یک افت پتانسیل در مقاومت به وجود می‌آید که معرف جریان یون‌هاست. سپس این افت پتانسیل توسط تقویت کننده جریان مستقیم و یا الکترومتر تقویت می‌شود.

۲. طیف‌های جرمی

خروجی این روش طیف‌سنجی، نموداری از فراوانی یون بر حسب نسبت جرم به بار است. طیف جرمی یک نمونه اطلاعات زیادی پیرامون ایزوتوپ‌های موجود در نمونه، وزن مولکولی، یون مولکولی و غیره در اختیار ما می‌گذارد. در حین آنالیز، ممکن است مولکول‌ها بر اثر تابش پرتوهای پر انرژی الکترونی به اجزای کوچکتر تجزیه شوند که پیک‌های مربوط به این قطعات در نمودار نهایی دیده می‌شود و طیف‌های جرمی پیچیده‌تری تولید می‌شود.



شکل ۱: اجزای دستگاه طیف سنج جرمی

۳. کاربرد روش طیف‌سنجی جرمی

- شناسایی ترکیبات خالص آلی و حضور یا عدم حضور گروه‌های عاملی
- تعیین وزن مولکولی و فرمول تجربی ترکیب
- آنالیز ترکیب و پایداری در فاز محلول
- تجزیه و شناسایی ساختار ترکیبات بیولوژیک
- تعیین ترکیبات ماده به طور مستقیم
- شناسایی اکثر عناصر جدول تناوبی

۴. منابع

۱. فرزاد حسینی نسب، محسن افسری ولایتی " علوم و فناوری نانو۲ (روش‌های مشخصه‌یابی)" چاپ اول، تابستان ۱۳۹۴، نشر کوچک آموز

2. nano.edu.ir