

## اندازه‌گیری هم‌زمان منیزیم و استرانسیم در نمونه‌های سوخت جامد به روش طیف نوری مشتق اول در محیط مایسلی

سعید بابایی<sup>۱\*</sup>، محمد اقدام طلب<sup>۲</sup>

تهران- دانشگاه صنعتی مالک اشتر

(تاریخ وصول: ۸۷/۶/۹، تاریخ پذیرش: ۸۷/۱۰/۴)

### چکیده

در این تحقیق، جهت اندازه‌گیری منیزیم و استرانسیم به روش طیف نوری مشتقی از معرف جدید (او ۱- دی هیدروکسی آنترن در محیط مایسلی ستیل پیریدینیوم کلرید (CPC) استفاده گردید. این معرف، در این محیط مایسلی برای اولین بار است که برای اندازه‌گیری این عناصر مورد استفاده قرار می‌گیرد. به منظور دستیابی به حداکثر حساسیت، فاکتورهای مختلف نظیر pH محیط، غلظت معرف- سورفکتانت، زمان‌های اندازه‌گیری، دما و فاکتورهای دستگاهی بهینه گردید. قانون بیر بر اساس مشتق اول در محدوده‌ی ۱/۸-۰/۰۵ و ۱/۶-۰/۱۰ میکروگرم بر میلی‌لیتر به ترتیب برای منیزیم و استرانسیم در ۵۶۵ و ۵۱۵ نانومتر پاسخگو بوده است. بر این اساس، انحراف استاندارد نسبی (% RSD) برای غلظت  $0.5 \text{ mg L}^{-1}$  از منیزیم و استرانسیم با ۵ بار تکرار به ترتیب ۰/۹۸ و ۱/۳۴ درصد به دست آمد. در این روش، تأثیر کاتیون‌های مزاحم نیز بررسی و با استفاده از عوامل ماسک کننده رفع گردیدند. روش ابداعی برای اندازه‌گیری هم‌زمان این دو عنصر در چند نمونه‌ی حقیقی سوخت جامد به کار رفت و نتایج حاصل با نتایج به دست آمده از روش طیف‌سنجی نشر اتمی- پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES) مقایسه شد.

واژه‌های کلیدی: سوخت جامد، منیزیم، استرانسیم، طیف‌نوری مشتقی، طیف‌سنجی نشر اتمی.

### ۱. مقدمه

نیتروسولوز و ۳۰-۴۹٪ نیتروگلیسرین هستند. مواد مختلف دیگری وجود دارند که به اجزای مواد منفجره اضافه می‌شوند که ماهیتاً انفجاری نیستند اما قدرت انفجار را بالا برده، حساسیت را کاهش داده و به فرایند ساخت کمک می‌کنند. به عنوان مثال، استفاده از پودرهای فلزی، نمک‌های فلزی و معدنی می‌تواند سرعت سوختن پیشرانده‌ها را افزایش دهد [۱ و ۲].

امروزه پیشرفت‌های بسیار زیادی در زمینه‌ی تولید پیشرانده‌های دوپایه، به منظور دستیابی به سهولت تهیه و افزایش ایمنی به همراه بهبود عملکرد حاصل شده است. مثلاً کشف نیتروسولوز ژلاتینه در فرانسه، منجر به تولید پودرهای بی‌دود گردید. معمولاً پیشرانده‌های دوپایه، حاوی ۵۰-۶۰٪

\* E-mail: safnba@gmail.com

۱- استادیار

۲- کارشناس مهندسی شیمی

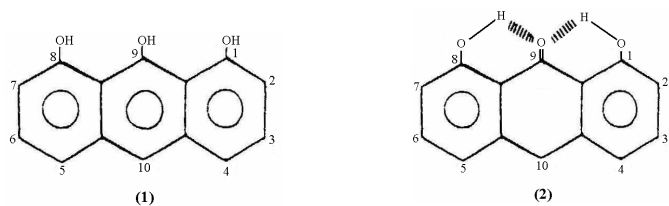
با انتقال طول‌موج ماکزیمم به طول‌موج‌های بالاتر، افزایش حساسیت و یا افزایش حلالیت لیگاند-کمپلکس تشکیل شده کمک کند. بنابراین استفاده از محیط‌های سورفکتانتی در طیف‌سنجی نوری، گسترش فراوانی یافته است [۸ و ۹].

از زمان اولین سنتز آنترالین<sup>۱</sup> توسط گالوسکی<sup>۲</sup> در سال ۱۹۱۶ همواره آنترالین به عنوان ۱، ۸، ۹-تری‌هیدروکسی آنتراسن (شکل ۱- فرم ۱) در نظر گرفته می‌شد. در سال ۱۹۷۱ بود که ماهیت آنترونی این ترکیب توسط سگال<sup>۳</sup> و همکارانش به اثبات رسید و نشان داده شد که آنترالین در حالت جامد و همچنین در حالت محلول در کلروفرم و استون، به صورت کتو (شکل ۱- فرم ۲) می‌باشد [۱۰]. آنترالین در مقیاس آزمایشگاهی از طریق احیاء ۸ و ۱-دی‌هیدروکسی-۹ و ۱۰-آنتراکینون با انحلال در سیستم‌های فلز-اسید و به‌ویژه فلز قلع و هیدروکلریدریک اسید غلیظ تهیه می‌شود [۱۱]. این معرف، قبلاً برای اولین بار توسط گروه ما برای اندازه‌گیری بریلیم در محیط آبی به‌کار گرفته شد [۱۲].

## ۲. بخش تجربی

### ۲-۱- مواد شیمیایی

در این پژوهش از مواد شیمیایی با درجه تجزیه‌ای استفاده شد. معرف آنترالین (C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>, min/۹۷) از شرکت Sigma، سدیم دودسیل سولفونات، تریتون X-۱۰۰، ستیل پیریدینیوم کلرید (CPC)، دی‌سدیم هیدروژن فسفات، سدیم هیدروکسید، منیزیم سولفات، استرانسیم نیترات، نیتریک اسید، آب اکسیژنه، هیدروکلریدریک اسید و نمک‌های نیتراته عناصر مزاحم (در جدول ۳) از شرکت Merck خریداری شدند.



شکل ۱- اشکال آنترالین در حالت جامد (۱) و در حالت محلول (۲).

- ۱- Anthralin  
۲- Galewsky  
۳- Segal

در نمونه‌های سوخت، نظیر سوخت‌های الکلی جامد، منیزیم فلزی به صورت ذراتی به شکل تراشه، جهت دستیابی به حداکثر سطح در واحد وزن به‌کار می‌رود و موجب تسریع سرعت سوزش می‌گردد. همچنین منیزیم نیترات نیز به‌عنوان عامل افزایش‌دهنده سرعت سوختن به‌کار می‌رود. استرانسیم فلزی یکی از مواد اصلی برای اصلاح و کروی سازی سیلیسیم در نمونه‌های سوخت بوده که سبب همگنی و متعاقب آن، بهبود خواص عملکردی می‌گردد. همچنین استرانسیم نیترات، با وزن مخصوص ۲/۹۶ g cm<sup>-3</sup> و نقطه ذوب ۶۴۵°C، در آب محلول بوده و در اثر اشتعال آن، شعله‌ی درخشانی به رنگ قرمز، حاصل می‌شود. این ترکیب در موشک‌های منور نظامی و در نمونه‌های سوخت، به عنوان منبع اکسیژن به‌کار برده می‌شود [۳].

شناسایی کیفی و اندازه‌گیری کمی اجزاء فلزی موجود در این گونه مخلوط‌های انفجاری، به‌منظور تولید مهمات گوناگون و یا شروع مهندسی معکوس در مورد نمونه‌های مجهول، از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. بنابراین به‌منظور اندازه‌گیری صحیح اجزاء باید روشی اتخاذ گردد تا اجزاء موجود در یک مخلوط، در کنار هم و با حداقل عملیات مقدماتی آنالیز گردند. در طیف‌نورسنجی مشتقی، مشتق اول یا مرتبه‌های بالاتر جذب نسبت به طول‌موج، بر حسب طول‌موج ثبت می‌شود. این روش، با سابقه‌ی ۳۰ سال، قدرت تشخیص پیک‌های خیلی نزدیک به هم را افزایش داده و از این خاصیت می‌توان برای مطالعه‌ی طیف‌های خیلی شبیه و همچنین تغییرات ظریف در طیف، استفاده کرد. از آنجا که در طیف‌های مشتقی، ارتفاع پیک با غلظت آنالیت نسبت مستقیم دارد، از این خاصیت می‌توان در تجزیه‌ی کمی، برای اندازه‌گیری غلظت آنالیت با همپوشانی طیفی استفاده نمود. طیف‌نورسنجی مشتقی برتری‌هایی از جمله افزایش انتخابگری و حساسیت در مقایسه با طیف‌نورسنجی نرمال دارد. با استفاده از این روش، مزایایی از جمله سادگی، کاهش در زمان اندازه‌گیری، ارزان بودن، افزایش گزینش‌پذیری و حذف اثرات بافت زمینه فراهم می‌گردد [۴، ۵ و ۶].

به‌طور کلی، ترکیبات آزو و مواد آلی با ساختار آنتراکینون، در اغلب روش‌های طیف‌نورسنجی برای اندازه‌گیری منیزیم و استرانسیم استفاده می‌شوند. تعدادی از این ترکیبات، عبارتند از: تیتان زرد، اریو کروم بلاک تی، نیترو اورتانیلیک اس و سولفونازو [۷]. امروزه جهت حساس‌تر نمودن روش اندازه‌گیری و حدود تشخیص پایین‌تر، از سورفکتانت‌های کاتیونی، نظیر زفیر آمین، هگزادسیل تری‌متیل آمونیوم برمید، سورفکتانت‌های آنیونی نظیر سفادکس و یا سورفکتانت‌های غیر یونی نظیر تریتون X-۱۰۰ استفاده می‌گردد. استفاده از محیط‌های سورفکتانت، می‌تواند به جداسازی‌های طیفی

مقدار ۱۰۰/۰ میلی‌گرم از نمونه‌ی سوخت، توزین و به یک بشر ۲۵ mL منتقل شد. سپس مقدار ۵ mL نیتریک اسید (۱:۱) به بشر ریخته و به مدت ۲۰ دقیقه تحت حرارت ۱۰۰°C قرار گرفت. پس از افزایش ۵ mL مخلوط  $H_2SO_4-H_2O_2$  با ترتیب درصد ۱:۲، نمونه‌ی سوخت مجدداً تا نزدیک خشک شدن حرارت داده شد. نمونه‌ی حاصل، پس از انحلال در مقداری آب مقطر، به بالن حجمی (۱۰۰ mL) منتقل شده و حجم آن با آب مقطر تنظیم گردید. پس از رقیق‌سازی مناسب، روش طیف‌نورسنجی مشتقی فوق برای نمونه‌های سوخت نیز به کار رفت.

### ۳. بحث و نتیجه‌گیری

#### ۳-۱- مطالعات اولیه

طیف جذبی نرمال کمپلکس‌های منیزیم و استرانسیم با آنترالین (شکل ۲) نشان می‌دهد که کمپلکس منیزیم-آنترالین و کمپلکس استرانسیم-آنترالین دارای حداکثر جذب، به ترتیب در ۵۱۵ nm و ۵۶۵ nm می‌باشند. با توجه به اینکه طیف جذبی کمپلکس منیزیم-آنترالین و کمپلکس استرانسیم-آنترالین همپوشانی زیادی داشته و در مخلوط به صورت یک پیک ظاهر می‌گردد، اندازه‌گیری هم‌زمان این دو عنصر به روش طیف‌نورسنجی به طور مستقیم امکان‌پذیر نخواهد بود.

از این رو، امکان اندازه‌گیری هم‌زمان این دو عنصر، به روش طیف‌نورسنجی مشتقی، مورد بررسی قرار گرفت. شکل ۳ طیف مشتق اول کمپلکس‌های منیزیم و استرانسیم با آنترالین را به طور مجزا و همچنین مخلوط آنها را نشان می‌دهد.

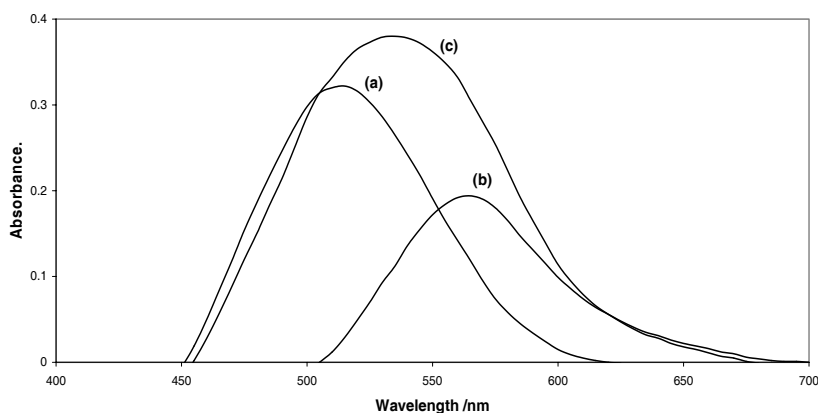
- نمونه‌های حقیقی باروت از صنایع دفاعی داخل کشور تهیه شدند.  
- محلول‌های به کار رفته، از توزین و یا برداشتن حجم مشخصی از ماده‌ی مورد نظر در بالن‌های حجمی استاندارد و سپس به حجم رساندن توسط آب ۳ بار تقطیر، تهیه شدند. محلول بافر دی‌سدیم‌هیدروژن فسفات (۰/۱۳ M) - سدیم هیدروکسید (۰/۰۴ M) طبق مرجع [۱۳] تهیه گردید.

#### ۲-۲- تجهیزات

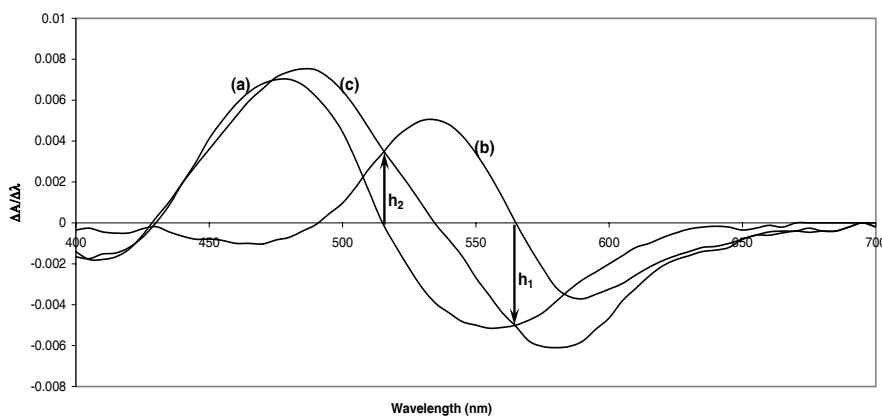
- دستگاه طیف‌نورسنج دو پرتوی Hitachi-U 3310 با سل‌های جذبی ۱ cm؛  
- طیف‌سنج نشر اتمی-پلاسمای جفت شده القایی Varian-Vista PRO؛  
- دستگاه pH متر Metrohm- 691 با الکتروود شیشه ای؛  
- ترازوی Sartorius-MP6E با دقت  $\pm 0/1$  میلی‌گرم.

#### ۳-۲- شرح آزمایش

در یک بالن حجمی ۱۰ mL، مقدار ۱ mL محلول منیزیم ( $5 \text{ mg L}^{-1}$ )، ۱ mL محلول استرانسیم ( $5 \text{ mg L}^{-1}$ ) به همراه ۱ mL محلول آنترالین ( $4 \times 10^{-3} \text{ M}$ )، ۱ mL محلول بافر فسفات (۰/۱۲۵ M)، و ۱ mL محلول EDTA (۰/۵ M) و ۱ mL محلول CPC (۰/۰۵٪ وزنی) ریخته و حجم آن با آب مقطر تنظیم گردید. طیف مشتق اول این محلول، با استفاده از سل ۱ cm در محدوده‌ی ۴۰۰-۷۰۰ nm، با سرعت پیمایش  $500 \text{ nm.min}^{-1}$ ، شکاف مونوکروماتور ۴ nm و  $\Delta\lambda = 5 \text{ nm}$  ثبت گردید. ارتفاع نقاط ایزودیفرانسیلی در طول موج‌های ۵۶۵ و ۵۱۵ نانومتر به ترتیب برای اندازه‌گیری منیزیم و استرانسیم اندازه‌گیری گردید.



شکل ۲- طیف‌های نرمال کمپلکس منیزیم (a) و استرانسیم (b) و مخلوط آنها (c) با آنترالین در محیط سورفکتانتی. شرایط: دما، ۲۵°C؛ pH=۱۰/۵؛ منیزیم و استرانسیم،  $5 \text{ mg L}^{-1}$ ؛ آنترالین،  $4 \times 10^{-3} \text{ M}$ ؛ CPC، ۰/۰۵٪ وزنی.



**شکل ۳-** طیف‌های مشتق اول کمپلکس منیزیم (a) و استرانسیم (b) و مخلوط آنها (c) با آنترالین در محیط سورفکتانتی. شرایط: دما  $25^{\circ}\text{C}$ ;  $\text{pH}=10/5$ ; سرعت پیمایش  $500 \text{ nm}\cdot\text{min}^{-1}$ ; شکاف منوکروماتور  $4 \text{ nm}$ ;  $\Delta\lambda=5 \text{ nm}$ ; منیزیم و استرانسیم  $0/5 \text{ mg L}^{-1}$ ; آنترالین  $4 \times 10^{-4} \text{ M}$ ; CPC  $0/05\%$  وزنی.

نمودار تغییرات جذب کمپلکس منیزیم- آنترالین در  $515 \text{ nm}$  و کمپلکس استرانسیم- آنترالین در  $565 \text{ nm}$  برحسب غلظت آنترالین در محدوده  $1-6 \times 10^{-4} \text{ M}$  انجام گردید. نتایج در شکل ۵ آورده شده و نشان می‌دهد که حداکثر جذب با مقدار  $4 \times 10^{-4} \text{ M}$  از آنترالین به دست می‌آید و پس از آن ثابت می‌ماند. جذب کمپلکس‌ها در کمتر از این مقدار آنترالین، حداکثر نیست زیرا تشکیل هر دو کمپلکس، کامل نمی‌باشد. بنابراین مقدار غلظت آنترالین برابر  $4 \times 10^{-4} \text{ M}$  در نظر گرفته شد.

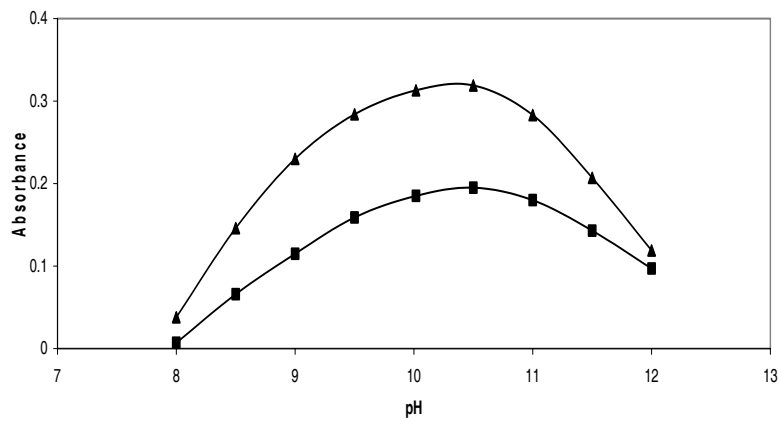
به منظور افزایش حساسیت، استفاده از سورفکتانت مطرح گردید. برای این منظور، سه نوع سورفکتانت آنیونی (سدیم دودسیل سولفونات)، خنثی (تری‌تون X-100) و کاتیونی (CPC) انتخاب و تاثیر آنها بررسی گردید. نتایج در جدول ۱ آمده است.

با توجه به نتایج مندرج در جدول ۱، مشاهده می‌شود که سدیم دودسیل سولفونات بر هردو کمپلکس منیزیم و استرانسیم تاثیر منفی داشته و تری‌تون X-100 بر هر دو کمپلکس منیزیم و استرانسیم تقریباً بی‌تاثیر بوده است. این اثر در مورد سورفکتانت CPC برای کمپلکس استرانسیم، مثبت بوده و منجر به افزایش جذب گردید، در صورتی که برای کمپلکس منیزیم، تقریباً بی‌تاثیر بوده است. همچنین این سورفکتانت سبب حل شدن کامل معرف آنترالین نیز می‌گردد. از این رو ترکیب CPC به عنوان سورفکتانت مناسب انتخاب گردید. بررسی غلظت بهینه‌ی این سورفکتانت بر جذب کمپلکس‌های منیزیم و استرانسیم در محدوده  $0/07-0/1\%$  وزنی انجام و با انتخاب غلظت  $0/05\%$  وزنی، حداکثر جذب برای هر دو کمپلکس به دست آمد (شکل ۶).

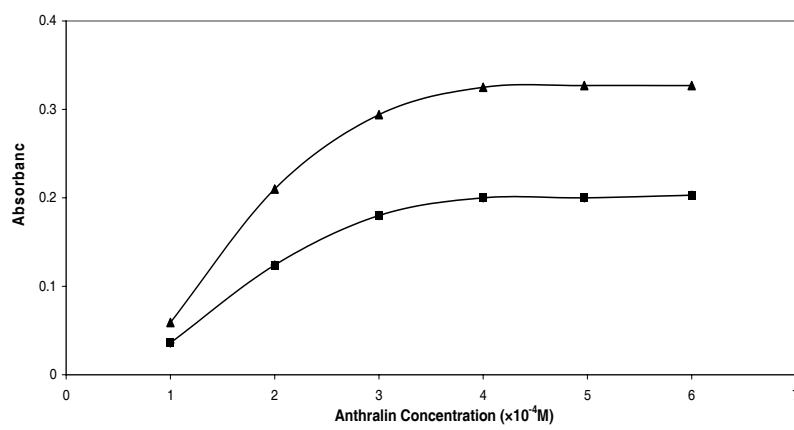
با توجه به تئوری طیف‌سنجی مشتقی و بررسی انجام شده با محلول‌های استاندارد این دو فلز، ارتفاع طیف مشتقی درجه اول از مخلوط کمپلکس‌های منیزیم و استرانسیم با آنترالین در نقطه‌ی  $565 \text{ nm}$  فقط مربوط به غلظت یون منیزیم و در نقطه‌ی  $515 \text{ nm}$  فقط به غلظت یون استرانسیم می‌باشد. بنابراین اگر در نقاط  $565 \text{ nm}$  و  $515 \text{ nm}$  مقادیر  $dA/d\lambda$  طیف مشتقی مخلوط خوانده شود، این مقادیر به ترتیب فقط با غلظت منیزیم و استرانسیم رابطه‌ی مستقیم دارد.

### ۳-۲- بهینه‌سازی روش

بهینه‌سازی روش مورد نظر با تغییر در pH محیط، غلظت بافر، غلظت معرف، نوع و غلظت سورفکتانت، دما، زمان انجام واکنش و فاکتورهای دستگاهی انجام گردید. نمودار تغییرات جذب کمپلکس‌های منیزیم و استرانسیم با آنترالین برحسب pH در محدوده‌ی ۸-۱۲، در شکل ۴ نشان داده شده است. همانگونه که از شکل ۴ مشاهده می‌شود، به ازای  $\text{pH}=10/5$ ، مقادیر جذب برای هر دو کمپلکس، در طول موج‌های  $515 \text{ nm}$  برای منیزیم و  $565 \text{ nm}$  برای استرانسیم، حداکثر است. از این رو، بهینه‌کردن سایر فاکتورها و انجام آزمایشات دیگر، در  $\text{pH}=10/5$  انجام گرفت. در این خصوص، بافر دی‌سدیم هیدروژن فسفات ( $0/13 \text{ M}$ ) - سدیم هیدروکسید ( $0/04 \text{ M}$ ) به کار رفته و مقدار بهینه‌ی آن،  $1 \text{ ml}$  به دست آمد. با این مقدار بهینه، محلول‌های تهیه شده تا ۶۰ دقیقه پایدار هستند.



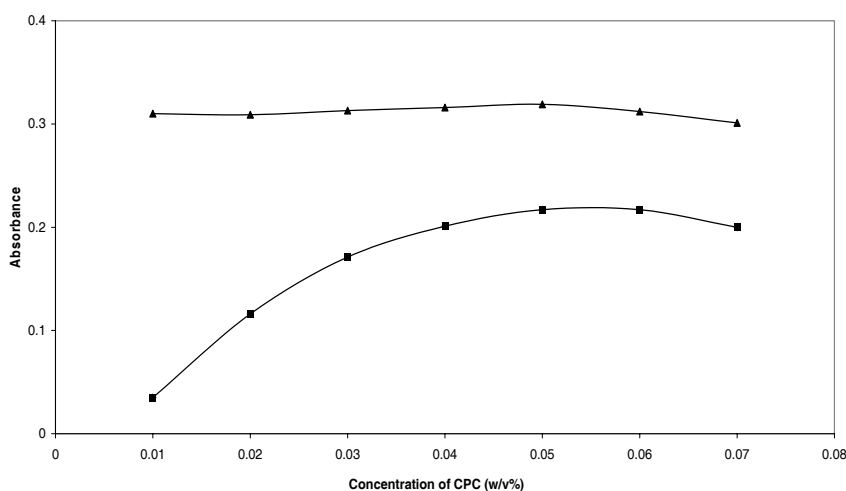
شکل ۴- ارتباط جذب کمپلکس منیزیم-آنترالین (▲) و استرانسیم-آنترالین (■) با pH محلول. شرایط: دما ۲۵°C؛ منیزیم و استرانسیم ۰/۵ mg L<sup>-1</sup>؛ آنترالین ۴×۱۰<sup>-۴</sup> M؛ CPC ۰/۰۵٪ وزنی.



شکل ۵- ارتباط جذب کمپلکس منیزیم-آنترالین (▲) و استرانسیم-آنترالین (■) با غلظت آنترالین. شرایط: دما ۲۵°C؛ pH=۱۰/۵؛ منیزیم و استرانسیم ۰/۵ mg L<sup>-1</sup>؛ CPC ۰/۰۵٪ وزنی.

جدول ۱- نتایج تاثیر سورفکتانت بر جذب کمپلکس‌های منیزیم و استرانسیم با آنترالین.

نوع سورفکتانت	جذب کمپلکس منیزیم-آنترالین در ۵۱۵ nm	جذب کمپلکس استرانسیم-آنترالین در ۵۶۵ nm
—	۰/۳۱۱	۰/۱۸۱
سدیم دودسیل سولفونات (۰/۵٪ وزنی)	۰/۲۳۴	۰/۱۳۲
تریتون X-۱۰۰ (۰/۵٪ وزنی)	۰/۳۱۵	۰/۱۸۴
CPC (۰/۵٪ وزنی)	۰/۳۱۸	۰/۲۲۰



شکل ۶- ارتباط جذب کمپلکس منیزیم-آنترالین (▲) و استرانسیم-آنترالین (■) با غلظت CPC. شرایط: دما ۲۵°C؛ pH=۱۰/۵؛ منیزیم و استرانسیم ۰/۵ mg L<sup>-1</sup>؛ آنترالین ۴×۱۰<sup>-۴</sup> M.

جدول ۲- مشخصه‌های تجزیه‌ای روش در اندازه‌گیری منیزیم و استرانسیم.

عنوان	منیزیم	استرانسیم
طول موج	۵۶۵ (nm)	۵۱۵ (nm)
حد تشخیص	۹ (μg L <sup>-1</sup> )	۲۰ (μg L <sup>-1</sup> )
معادله جذب-غلظت	A=۰/۰۰۸۲C - ۰/۰۰۰۴	A=۰/۰۰۷۳C + ۰/۰۰۰۶
ضریب همبستگی خطی (r)	۰/۹۹۹۲	۰/۹۹۹۰
محدوده خطی غلظت	۰/۰۵ - ۱/۸ (mg L <sup>-1</sup> )	۰/۱ - ۱/۶ (mg L <sup>-1</sup> )
انحراف استاندارد نسبی *	۰/۹۸ (%)	۱/۳۴ (%)

\* برای غلظت ۰/۵ mg L<sup>-1</sup> از منیزیم و استرانسیم (با ۵ بار تکرار)

### ۳-۴- گزینش پذیری

به منظور اندازه‌گیری منیزیم و استرانسیم در نمونه‌های حقیقی، لازم بود که گزینش‌پذیری روش مورد نظر بررسی گردد. برای این منظور، محلول حاوی منیزیم و استرانسیم (هر کدام ۰/۵ mg L<sup>-1</sup>) با مقادیر مختلفی از دیگر یون‌ها مطابق بخش ۲-۳ آغشته گردید. مزاحمت با تغییر ۵٪ ± در ارتفاع مشتق اول، در نظر گرفته شده و نتایج حاصل از این بررسی در جدول ۲ آورده شده است. این مزاحمت‌ها با استفاده از رقیق سازی مناسب، استفاده از عوامل پوشاننده و یا احیاءگر نظیر EDTA و اسکوربیک اسید، رفع شدند.

### ۴. کاربرد روش

به منظور کاربردپذیری این روش، ابتدا منیزیم و استرانسیم نمونه‌های حقیقی آب شهر تهران به روش آغشته کردن، اندازه‌گیری شدند و سپس برای

معمولاً جذب در بیشتر مواد با یک ضریب دمائی ۰/۰۷٪ به ازای هر درجه، تغییر می‌کند که رابطه‌ی این ضرایب با جذب‌های مربوطه، از قاعده‌ی مشخصی تبعیت نمی‌کند. این اثرات را می‌توان به انحراف در طول موج مورد نظر در طیف اصلی نسبت داد که با افزایش دما اتفاق می‌افتد. بنابراین در استفاده از طیف‌نورسنجی مشتقی برای تجزیه‌ی کمی، معلوم بودن دمای محلول نمونه و استاندارد، در زمان اندازه‌گیری ضروری است. بررسی این فاکتور برای هر دو کمپلکس در محدوده‌ی دمایی ۲۵-۷۰°C انجام و نتایج نشان می‌دهد که این فاکتور تا دمای ۵۰°C بی‌تاثیر بوده و پس از آن، کاهش علامت برای هر دو کمپلکس مشاهده گردید. بنابراین در این روش، کلیه‌ی اندازه‌گیری‌ها در دمای ۲۵°C انجام گردید. در روش طیف‌سنجی مشتقی، انتخاب صحیح فاکتورهای دستگاهی (نظیر شکاف مونوکروماتور، سرعت پیمایش و حدفاصل طول موجی) در طیف‌های مشتقی بسیار مهم می‌باشد. تاثیر این فاکتورها در دستیابی به حداکثر علامت/نوفه بوده تا طیف مشتقی به اصطلاح نرم و با حداکثر حساسیت به دست آید. این فاکتورها با روش سعی و خطا با طیف‌گیری‌های مکرر از محلول‌های استاندارد منیزیم و استرانسیم انجام گردید و در نتیجه فاکتورهای بهینه‌ی شکاف مونوکروماتور ۴ nm، سرعت پیمایش ۵۰۰ nm.min<sup>-1</sup> و Δλ= ۵ nm به دست آمد.

### ۳-۳- مشخصه‌های تجزیه‌ای

تحت شرایط بهینه، مشخصه‌های تجزیه‌ای روش مورد نظر برای منیزیم و استرانسیم در جدول ۲ آورده شده است.

نتایج حاصل از این روش با روش نشر اتمی ICP-AES (به عنوان یک روش استاندارد) در جدول ۵، حاکی از سودمندی و کاربردپذیری این روش مشتقی در اندازه‌گیری هم‌زمان این عناصر در نمونه‌های حقیقی سوخت می‌باشد.

تجزیه‌ی چند نمونه سوخت، به کار رفت. نتایج در جداول ۴ و ۵ آورده شده است. در جدول ۴ دیده می‌شود که نتایج بازیافت برای منیزیم و استرانسیم به ترتیب در محدوده‌ی ۱۰۲-۹۸٪ و ۱۰۵-۹۸٪ قرار دارد. همچنین مقایسه‌ی

جدول ۳- اثر مزاحمت گونه‌های مختلف بر اندازه‌گیری منیزیم (a) و استرانسیم (b).

نسبت مولی یون مزاحم به آنالیت		یون مزاحم (آن‌یون)	نسبت مولی یون مزاحم به آنالیت		یون مزاحم (کاتیون)
(b)	(a)		(b)	(a)	
>۲۰۰۰	>۲۰۰۰	BO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , Cl <sup>-</sup>	>۲۰۰۰	>۲۰۰۰	Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Li <sup>+</sup>
۱۰۰	۵۰		۱۵۰	۱۲۰	Al <sup>3+</sup> , UO <sub>2</sub> <sup>2+</sup> , Ga <sup>3+</sup>
			*۱۵	*۲۰	Ca <sup>2+</sup> , Ba <sup>2+</sup>
			۴۰	۵۵	Mn <sup>2+</sup>
			۳۵	۴۵	Fe <sup>3+</sup> , Ni <sup>2+</sup>
			*۲۲	*۱۰	Cr <sup>3+</sup>
			۴۰	۸	Co <sup>2+</sup>
			۱۲	۸	Cd <sup>2+</sup>
			*۱۰	*۶	Zn <sup>2+</sup>
			۸	۴	Cu <sup>2+</sup>

\* مزاحمت منفی

جدول ۴- اندازه‌گیری منیزیم و استرانسیم در نمونه حقیقی آب.

استرانسیم (mg L <sup>-1</sup> )			منیزیم (mg L <sup>-1</sup> )			نمونه
بازیافت (%)	یافت شد <sup>۲</sup>	اضافه شد	بازیافت (%)	یافت شد <sup>۲</sup>	اضافه شد	
-	یافت نشد <sup>۳</sup>	.	-	۶/۰	۰	آب (شهر تهران) <sup>۱</sup>
۱۰۵	۰/۴۲±۰/۰۶	۰/۴	۱۰۲	۶/۵±۰/۱۵	۰/۴	
۱۰۳	۰/۸۲±۰/۰۴	۰/۸	۹۸/۵	۶/۷±۰/۱	۰/۸	
۹۷	۰/۹۷±۰/۰۳	۱/۰	۹۹	۶/۹±۰/۰۷	۱/۰	
۹۸	۱/۳۷±۰/۰۲	۱/۴	۱۰۱	۷/۵±۰/۰۴	۱/۴	

<sup>۱</sup> پس از رقیق سازی مناسب. <sup>۲</sup> میانگین ۳ بار تکرار ± انحراف استاندارد. <sup>۳</sup> نتایج با روش نشر اتمی ICP-AES برای منیزیم و استرانسیم به ترتیب برابر ۶/۱۱ ± ۰/۰۴ mg L<sup>-1</sup> و ۰/۱۰ ± ۰/۰۰۶ mg L<sup>-1</sup> (با سه بار تکرار) به دست آمد.

جدول ۵- اندازه‌گیری منیزیم و استرانسیم در نمونه‌های سوخت<sup>۱</sup>.

اختلاف نسبی دو روش (%)		روش طیف‌سنجی نشر اتمی (ICP-AES)		روش طیف‌نورسنجی مشتقی		نمونه
استرانسیم (%)	منیزیم (%)	استرانسیم (%)	منیزیم (%)	استرانسیم (%)	منیزیم (%)	
-	+۴/۰	زیر حد تشخیص	۰/۱۲۵ ± ۰/۰۰۳	زیر حد تشخیص	۰/۱۲ ± ۰/۰۰۳	سوخت تک پایه
+۴/۸	+۲/۴	۰/۰۲۱ ± ۰/۰۰۳	۰/۴۱ ± ۰/۰۱	۰/۰۲۰ ± ۰/۰۰۴	۰/۴۰ ± ۰/۰۰۲	سوخت دو پایه
-۵/۰	-۳/۲	۰/۰۴۰ ± ۰/۰۰۴	۰/۳۰ ± ۰/۰۰۲	۰/۰۴۲ ± ۰/۰۰۳	۰/۳۱ ± ۰/۰۰۴	سوخت سه پایه

<sup>۱</sup> میانگین ۳ بار تکرار ± انحراف استاندارد.

## ۵. نتیجه‌گیری

در این پژوهش روش طیف‌نورسنجی مشتق اول برای اولین بار به‌عنوان یک روش ساده، کم‌هزینه و ارزشمند برای اندازه‌گیری هم‌زمان منیزیم و استرانسیم به‌کار رفت. در این روش از معرف آنترالین در محیط سورفکتانتی ستیل پیریدینیوم کلرید در اندازه‌گیری این دو عنصر استفاده گردید. نتایج به‌دست آمده حاکی از مشخصه‌های تجزیه‌ای مناسب نظیر حدود تشخیص، محدوده خطی غلظت و انحراف استاندارد نسبی (% RSD) می‌باشد. این روش به‌طور رضایت‌بخشی برای اندازه‌گیری منیزیم و استرانسیم در نمونه حقیقی آب (شهرتهران) و نمونه‌های مختلف سوخت جامد به‌کار رفت. مقایسه نتایج این روش با روش نشر اتمی پلاسما (ICP-AES) به‌عنوان یک روش مرجع حاکی از سودمندی و کاربردپذیری روش طیف‌نورسنجی مشتقی در اندازه‌گیری هم‌زمان این عناصر در نمونه‌های مختلف سوخت جامد است.

## ۶. مراجع

- carboxyanthraquinone by first-derivative spectrophotometry", *Analyst*, Vol. 112, pp. 1391-94 (1987).
- [5]. Hager R. N., "Derivative spectroscopy with emphasis on trace gas analysis", *Anal.Chem.*, Vol. 45, pp. 1131-5A (1973).
- [6]. Karpinska J., "Derivative spectrophotometry-recent applications and directions of developments", *Talanta*, Vol. 64, pp. 801-7 (2004).
- [7]. Marczenko Z., "Separation and Spectrophotometric Determination of Elements", John Wiley & Sons, New York (1986).
- [8]. Singh H.B., Agnihotri N. K. and Singh V.K., "Determination of trace amounts of beryllium and aluminum using derivative spectrophotometry in non-ionic micellar medium", *Talanta*, Vol. 47, pp. 1287-94 (1998).
- [9]. Pelizzetti E. and Pramauro E., "Analytical applications of organized molecular assemblies", *Anal. Chim. Acta*, Vol. 169, pp. 1-12 (1985).
- [10]. Segal A., Katz C. and Vanduuren B.L., "Structure and tumor-promoting activity of anthralin (1,8-dihydroxy-9-anthrone) and related compounds", *J. Med. Chem.*, Vol. 14, pp. 14-19 (1971).
- [11]. Zahn K and Koch H., "Catalytic reduction and hydrogenation of some hydroxy-anthraquinones", *Britain Chem.*, Vol. 71B, pp. 172-177 (1938).
- [12]. Beiraghi A. and Babaee S., "Spectrophotometric Determination of Trace Amounts of Beryllium Using 1,8-Dihydroxyanthrone as a New Chromogenic Reagent", *J. Iran. Chem. Soc.*, Vol. 4, pp. 459-466 (2007).
- [13]. Lurie J.J., "Handbook of Analytical Chemistry", Mir Publishers, English Translation, Moscow (1978).
- [1]. Fedorott B.T., "Encyclopedia of Explosive and Related Items", Picatinny Arsenal Dover, Vol. 4, New Jersey (1960).
- [2]. Akhavan J., "The Chemistry of Explosive", The Royal Society of Chemistry, New York (1998).
- [3]. V. Lindner, L.F.Locke wood, G.Ansel, P.O.Haddad, a. F.Zeller, "kirk-othmer encyclopedia of Chemical Technology", John Wiley & Sons, Vol. 9, 14 and 21, New York (1980).
- [4]. Salinas F., Munoz A. and Murillo J.A., "Simultaneous determination of beryllium and magnesium with 1-hydroxy-2-