

دستگاه جذب اتمی

امروزه کاربرد دستگاه جذب اتمی جهت تجزیه ترکیبات فلزی در هوا اهمیت روز افزونی پیدا کرده است. دقت دستگاه جذب اتمی همراه با استفاده از کوره آنرا را روشی ایده آل برای تعیین بسیاری از ترکیبات شیمیایی فلزی در هوا قرار داده است. بطور کلی موسسه ملی بهداشت و ایمنی شغلی آمریکا و اداره بهداشت و ایمنی شغلی تجزیه دهها ترکیب شیمیایی فلز دار در هوا بوسیله دستگاه جذب اتمی توصیه نموده است.

اجزاء دستگاه جذب اتمی

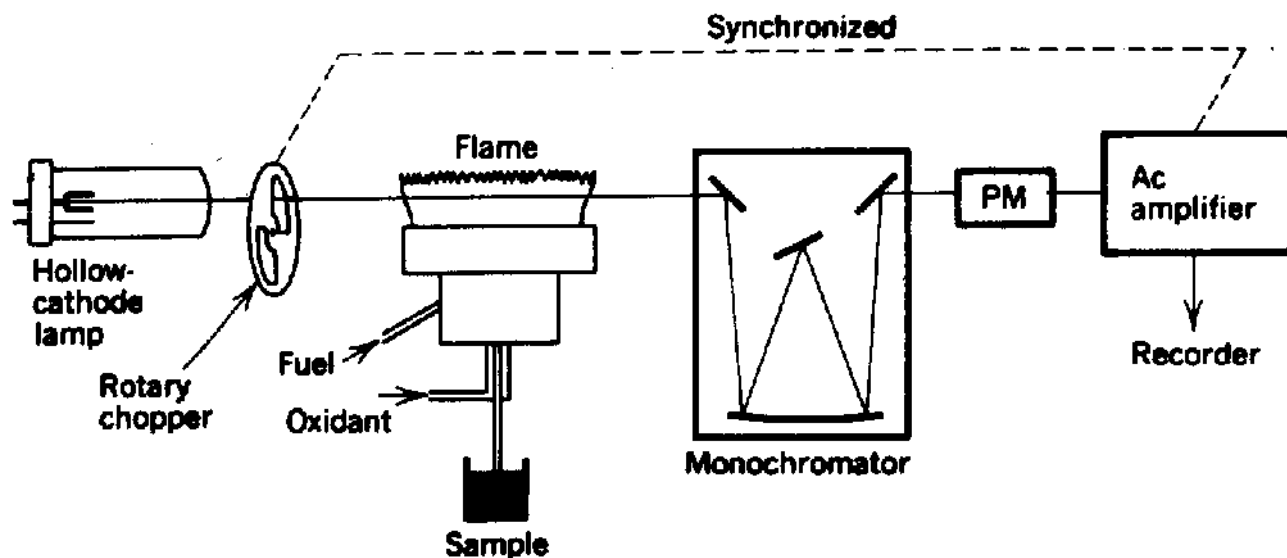
دستگاه جذب اتمی اولین بار در سال ۱۹۵۲ در ملبورن استرالیا برای تجزیه عناصر بکار گرفته شد. اجزای اصلی دستگاه جذب اتمی که در شکل زیر نشان داده شده است عبارتند از :

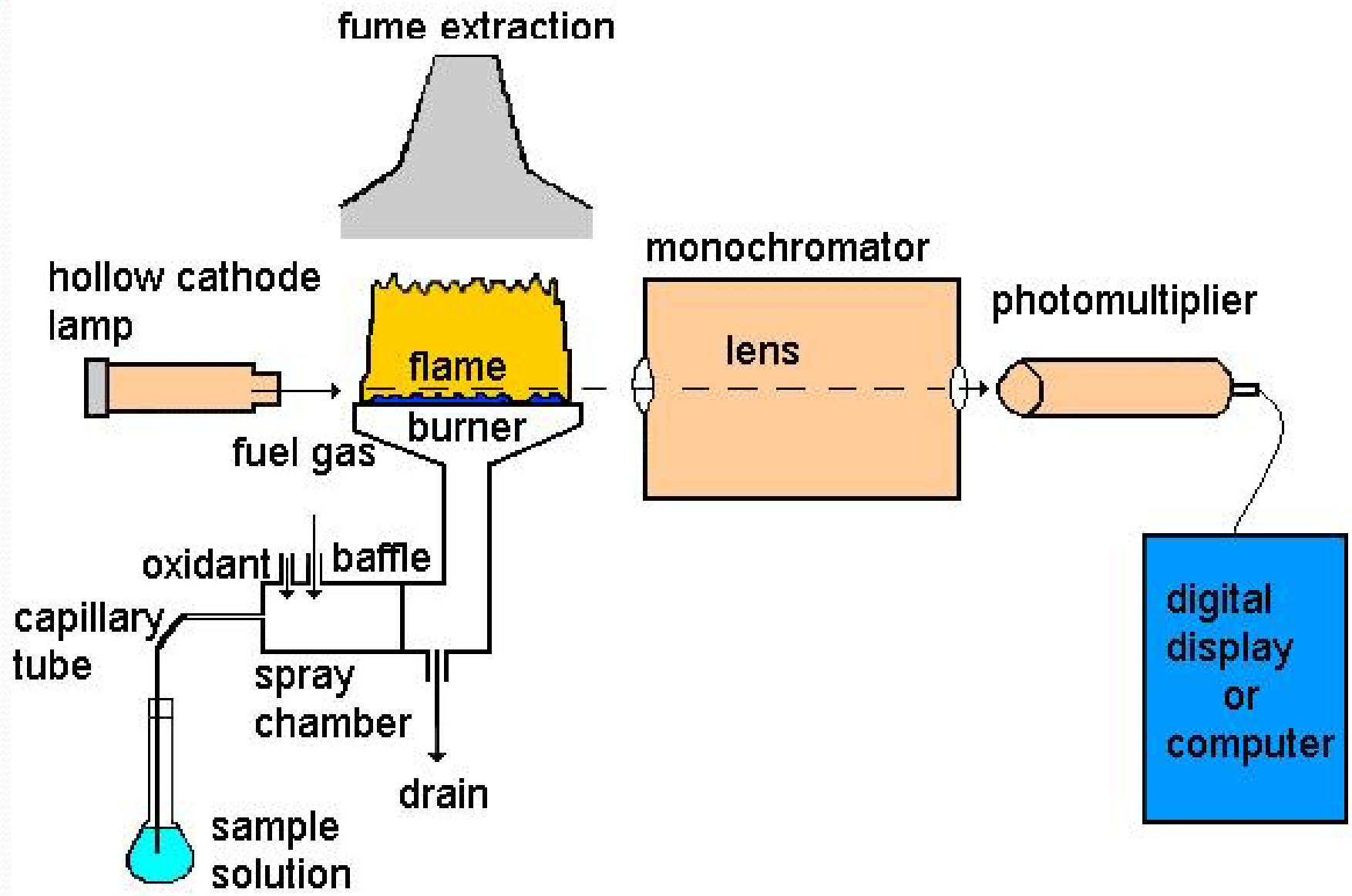
الف - منبع تابش

ب - اتم ساز

ج - تکفام کننده و شکاف

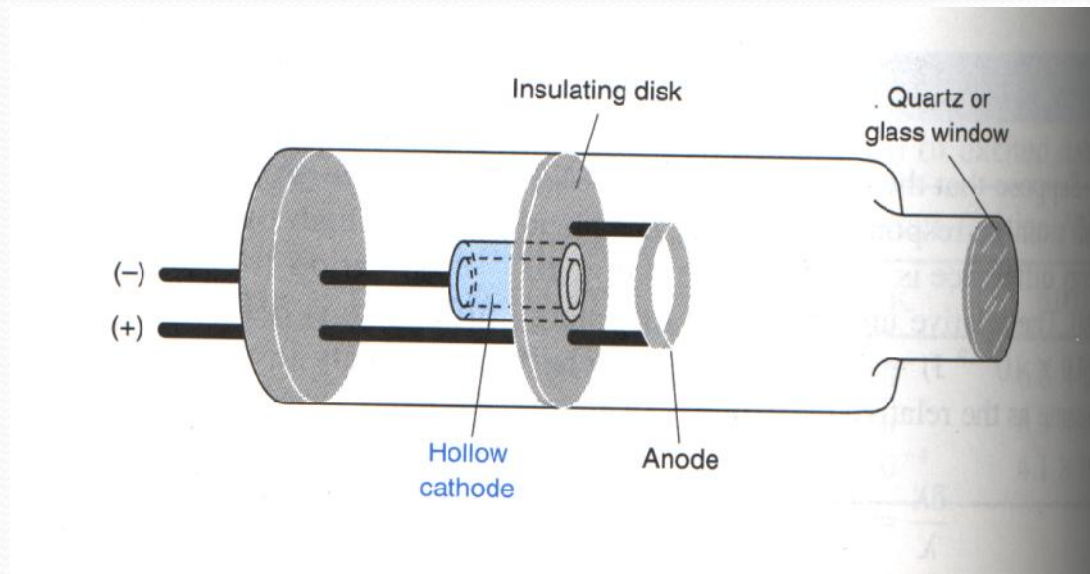
د - آشکارسازها





لامپ کاتد توخالی (Hollow Cathode Lamp)

برای اندازه‌گیری هر عنصر از لامپ کاتد توخالی اختصاصی استفاده می‌شود، این لامپ از یک استوانه شیشه‌ای، یک آند و یک کاتد تشکیل شده است کاتد به شکل یک سیلندر از عنصر مورد نظر ساخته شده یا از آن پر شده که قطر آن 3 - 5 mm است. آند به شکل یک سیم باریک و معمولاً از جنس تنگستن، نیکل، تیتانیوم و یا زیرکونیوم است.



روش کار لامپ کاتد توخالی

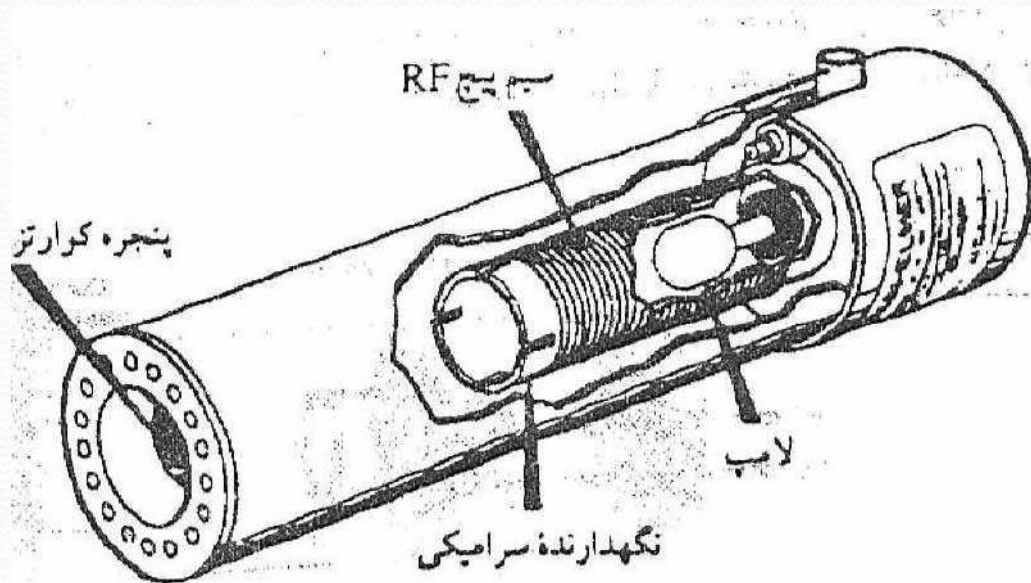
ابتدا لوله شیشه‌ای تخلیه شده و با یک گاز بی‌اثر مانند آرگون یا نئون پر می‌شود (فشار گاز بی‌اثر $0,2 - 0,5$ Kpa است). در یک لامپ کاتد توخالی ولتاژ $100 - 400$ V بین آند و کاتد برقرار می‌شود که در نتیجه آن گاز موجود در داخل لامپ یونیزه شده، جریانی حدود $3 - 10$ میکرو آمپر از آن عبور می‌کند. سپس یونهای آرگون یا نئون شتاب گرفته به کاتد برخورد نموده و موجب خارج شدن اتمهای فلزی از سطح آن می‌شوند. در این حالت اتمهای فلزی یونیزه شده در اثر برخورد با یونها یا الکترونها برانگیخته می‌شوند.

لامپ تخلیه بدون الکتروود

-در میان منابع تابش خطی، لامپهای تخلیه بدون الکتروود بیشترین تابش و باریکترین پهنای خطوط نشری را دارند. این لامپها هم در جذب اتمی و هم در فلوئورسان اتمی به کار رفته و شدت تابش آنها می تواند چندین برابر لامپهای کاتد توخالی باشد

روش کار لامپ تخلیه بدون الکتروود

عمل این لامپها بدین صورت است که مقدار کمی از عنصر یا نمک آن و یا مخلوطی از این دو را داخل یک حباب کوارتزی که محتوی مقدار کمی از یک گاز بی اثر است قرار داده و سپس این حباب را در داخل یک استوانه کوچک سرامیکی قرار می دهند. اگر این استوانه تحت تاثیر فرکانس میدان رادیویی قرار گیرد گاز بی اثر داخل حباب یونیزه شده، باعث برانگیخته شدن اتمهای فلزی داخل حباب می شود و سپس طیف مشخصه خود را نشر می نماید.



(Flame)

➤ از ابتدای به کارگیری روش جذب اتمی تاکنون شعله مورد استفاده داشته است کیفیت شعله، نوع سوخت و نسبت سوخت به اکسیدکننده از فاکتورهای مؤثر برنتایج آنالیز دستگاه جذب اتمی بشمار می‌روند. عملیاتی که با شعله انجام می‌شود.

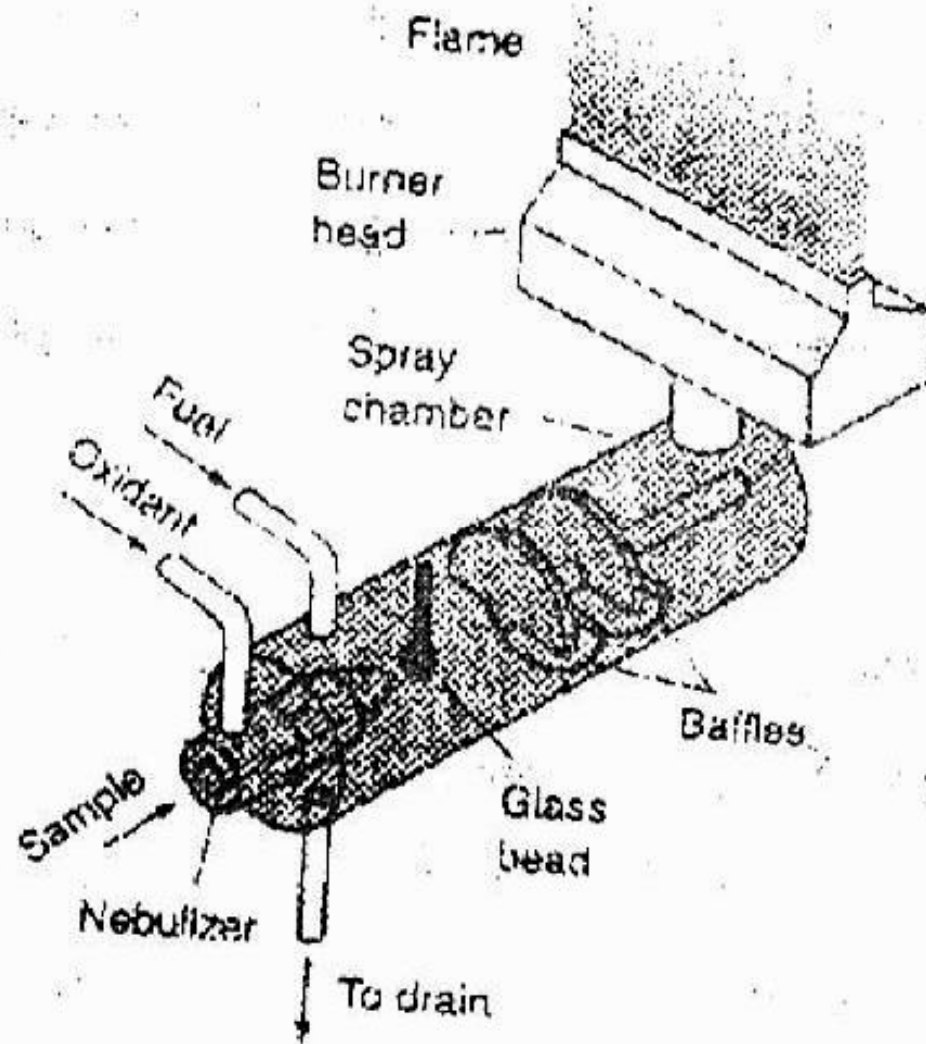
➤ **اصول کار:** محلول نمونه به صورت قطره‌های ریز به داخل شعله پاشیده می‌شود، حلال موجود در محلول به علت گرمای زیاد شعله به سرعت بخار می‌شود ذرات جامد مواد حل شده که پس از تبخیر حلال باقی می‌مانند، ذوب و به مایع تبدیل می‌شوند سپس به حالت گازی درآمده در پایان به شکل اتمی تجزیه می‌شوند.

مشخصات شعله های متداول در جذب اتمی

حدود دما $\hat{E}C$	سوخت	اکسید کننده مورد استفاده
۴۰۰-۱۰۰۰	هیدروژن	آرگون-هوا
۲۰۵۰	هیدروژن	هوا
۲۳۰۰	استیلن	هوا
۲۶۵۰	هیدروژن	نیتروز اکساید
۲۹۵۰	استیلن	نیتروز اکساید
۳۱۰۰	استیلن	اکسیژن

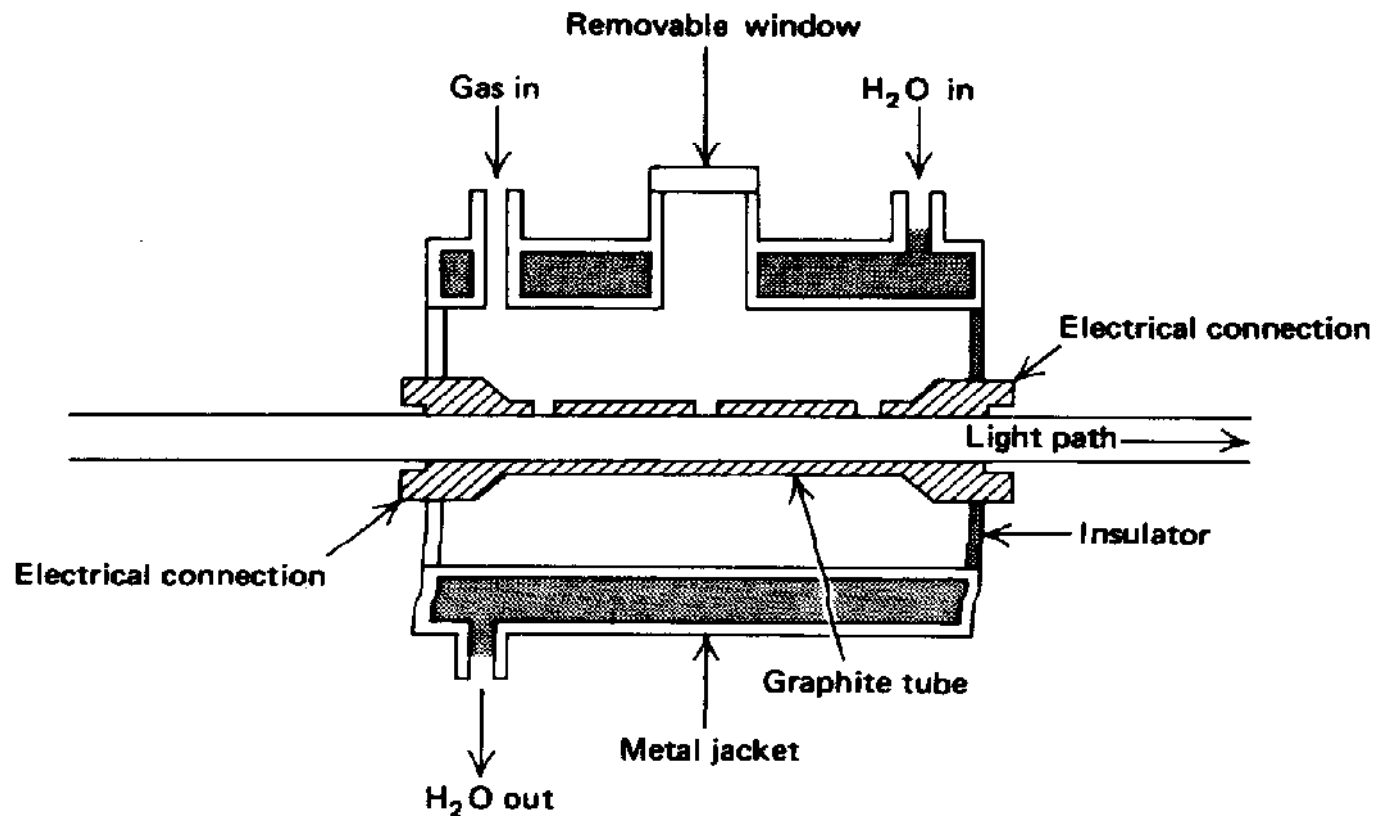
روش کار شعله

در هنگام عملیات گازهای اکسیدکننده و سوخت وارد یک محفظه مخلوط‌کننده شده و از آنجا بطرف یکسری پره حرکت کرده که این امر باعث مخلوط شدن کامل آنها قبل از رسیدن به سر مشعل می‌شود سوراخ مشعل به شکل یک شکاف باریک دراز می‌باشد بطوریکه باعث ایجاد شعله نواری می‌گردد. نمونه در محلول توسط مهپاش به صورت ذرات ریز داخل محدوده آبی مشعل پاشیده می‌شود. پره‌ها از تشکیل قطره‌های درشت‌تر جلوگیری نموده بطوریکه قطره‌هایی که به شعله می‌رسند تقریباً یکنواخت می‌باشند. گازهایی که وارد مشعل می‌شوند. بوضوح سبب خطر می‌شوند زیرا اگر شعله عقب بزند و به محفظه اختلاط برسد باعث انفجار شدیدی خواهد شد.



کوره (Furnace)

کوره اولین روش تجزیه غیرشعله‌ای است، دستگاه از دو قسمت تشکیل شده است، قسمت اول الکترونی است که نمونه در آن قرار می‌گیرد قسمت دوم یک لوله‌ای گرافیتی است که بوسیله یک مقاومت الکتریکی گرم شده و در یک درجه حرارت بالا نگهداشته می‌شود.



کوره

■ معمولاً برای محافظت از اکسیده شدن کوره‌ها در حین کار از آرگون یا نیتروژن استفاده می‌شود لازم به ذکر است که در دمای بالاتر از 600°C گاز نیتروژن مورد استفاده قرار نمی‌گیرد زیرا در اثر واکنش با گرافیت به سیانوژن تبدیل می‌شود. منبع تغذیه مورد استفاده برای گرمایش باید توانایی ایجاد جریانهای با حداقل 300A با اختلاف پتانسیل تقریباً 12 ولت را داشته باشد.

■ مراحل کار:

■ الف) مرحله خشک کردن:

در این مرحله با قرار دادن دمای کوره در اندکی بالاتر از نقطه جوش حلال ، تبخیر حلال از محلول نمونه انجام می‌شود. معمولاً برای محلولهای آبی، کوره به مدت 30 ثانیه در 110°C قرار می‌گیرد. در مرحله خشک کردن برای جلوگیری از پخش شدن باید دما در حد کاملاً پایینی نگه داشته شود پس از انجام این مرحله نمونه به صورت جامد باقی می‌ماند.

مراحل کار با کوره

ب) مرحله خاکستر شدن

در مرحله خاکستر شدن جریان منبع تغذیه مقداری افزایش می یابد که دمای کوره بسته به نوع نمونه به مدت ۴۵ ثانیه بین 1250°C - 350°C قرار گیرد در این مرحله ماده آلی موجود در نمونه به صورت خاکستر درمی آید تا به CO_2 و H_2O تبدیل شود در این حالت ترکیبات فرار معدنی به شکل بخار در می آیند.

ج) مرحله اتمی کردن

در این مرحله دما به حدی افزایش می یابد که اتمهای مجزای (گازی) جزء مورد تجزیه تشکیل شوند. دمای کوره در این مرحله در طی ۵ ثانیه به 2000°C - 3000°C می رسد. در مرحله اتمی کردن میزان جذب نمونه اندازه گیری می شود. تمام مراحل فوق بعنوان یک برنامه ریزی دمایی جهت هر عنصر به دستگاه داده می شود.

سیستم تک فام کننده و شکاف

■ عمل سیستم تک فام کننده و شکاف، جدا کردن طول موج مورد نظر از بقیه تابش نشر شده بوسیله نور می باشد. تابش مورد نظر که معمولاً خط رزونانس نشر شده عنصر مورد اندازه گیری است اجازه می یابد که از مسیر نور عبور کرده و به دتکتور برسد و این در حالی است که از رسیدن سایر طول موجهای تابشی به دتکتور جلوگیری به عمل می آید.

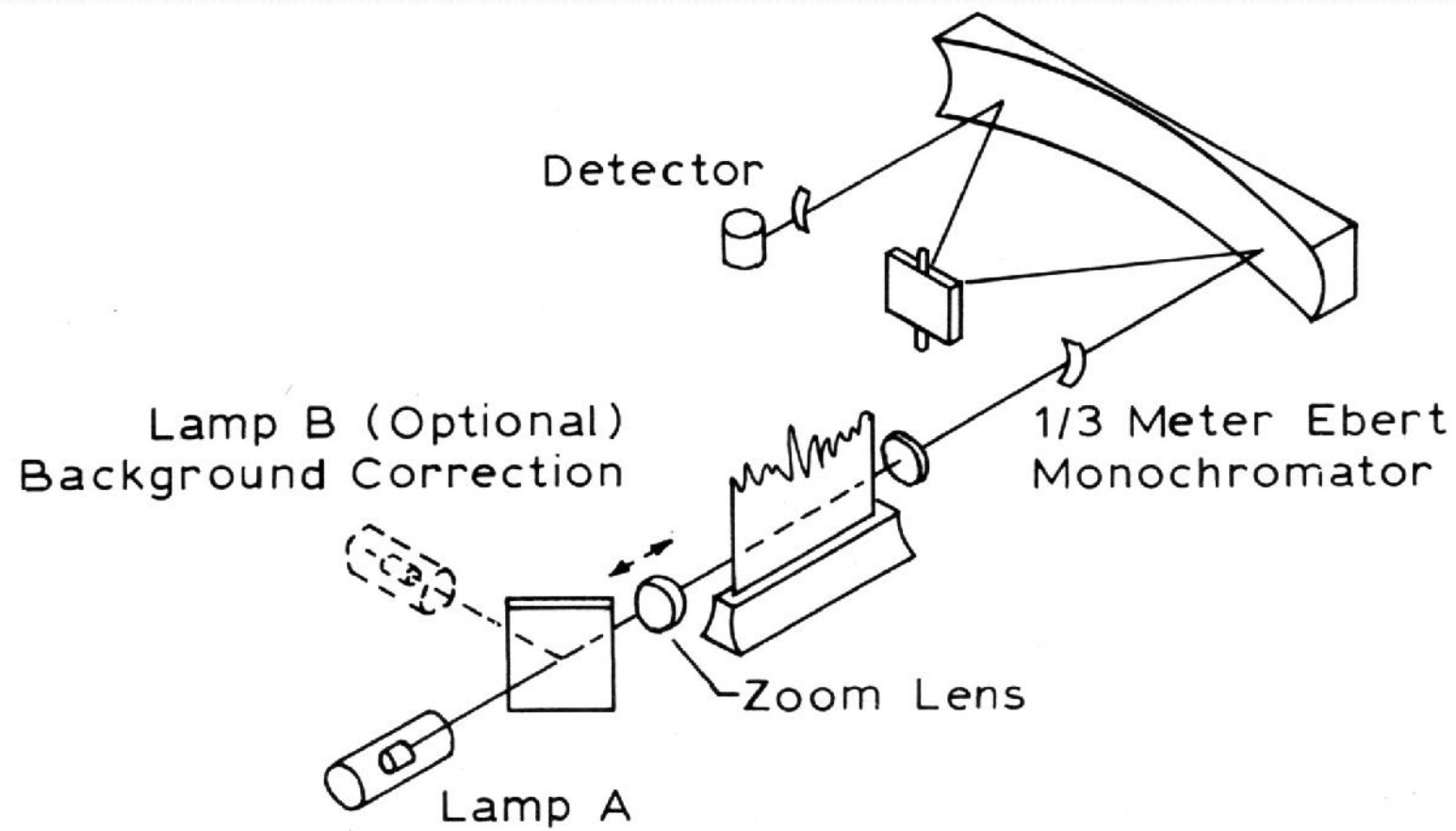
■ دو جزء اصلی در این جداسازی، تک فام کننده و شکاف اصلی در دستگاه وجود دارد. شکاف ورودی و دیگری شکاف خروجی است. وظیفه شکاف ورودی اجازه ورود کاتیون تک فام کننده و جلوگیری از ورود تابشهای پراکنده از چراغها، پنجره و غیره نور بوده و از طرف دیگر شکاف خروجی از فام کننده قرار دارد. اجازه عبور طول موج را فراهم کرده و از عبور جلوگیری

تکفام ساز

تکفام ساز وسیله‌ای است که تابش را به اجزا سازنده آن تفکیک کرده و هر قسمت دلخواهی از طیف را از باقیمانده آن جدا می‌کند. در تک فام‌ساز منشوری، نوری که از درون یک شکاف ورودی وارد می‌شود توسط یک عدسی موازی شده و سپس با زاویه‌ای به سطح منشور برخورد می‌کند. شکست در هر دو سطح منشور به وقوع پیوسته پس از آن تابش پاشیده بر روی سطحی که کمی خمیده است و حاوی شکاف خروجی است متمرکز می‌شود با چرخاندن منشور می‌توان باعث خروج تابش با طول موج مورد نظر از این شکاف شد.

فتومولتی پلایر

متداولترین آشکارساز در اسپکتروسکوپی جذب اتمی، فتومولتی پلایر می باشد. فتومولتی پلایر از یک سری الکتروود تشکیل شده که پتانسیل هریک دارای بار مثبت بیشتری نسبت به الکتروود قبلی می باشد. وقتی که یک فوتون به اولین سطح نشر کننده ضربه می زند یک الکترون کنده شده و به طرف دینود بعدی حرکت می کند که در این فرایند شتاب یافته وبا رسیدن به دینود بعدی چندین الکترون آزاد می کند که آنها نیز به نوبه خود به طرف دینود بعدی حرکت و باعث آزاد شدن الکترون های بیشتری می شود. این فرایند از میان هر دینود ادامه یافته و جریانی از الکترونها به آخرین مرحله تجمع می رسد و بدین ترتیب یک فوتون باعث تولید جریان الکتریکی قابل ملاحظه می شود،



عوامل مداخله کننده در تجزیه نمونه های هوا

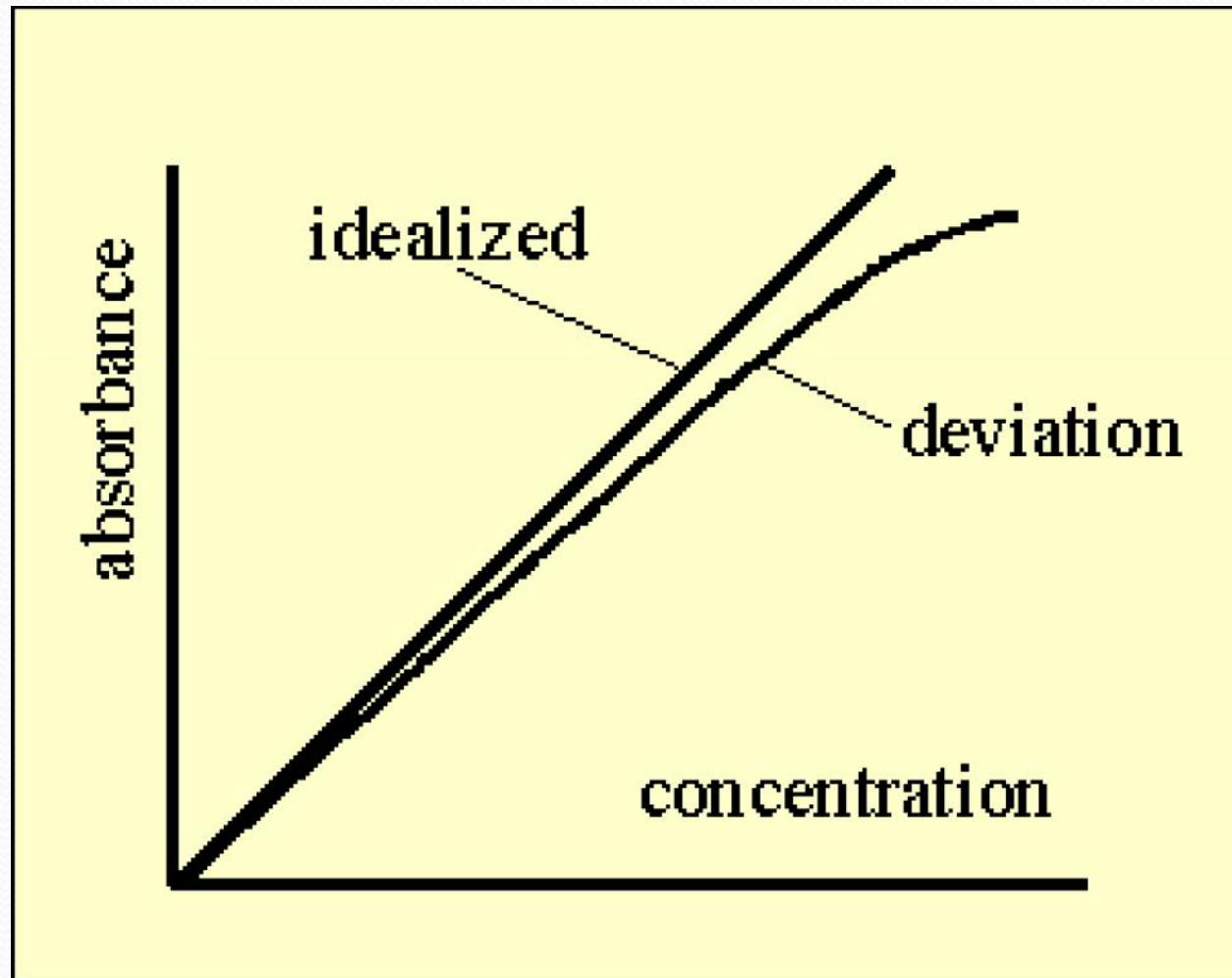
■ چنانچه مواد شیمیایی مختلف دیگری در داخل نمونه باشد ممکن است در فرایند تجزیه دخالت نمایند. این مواد شیمیایی قادرند میزان عنصر مورد نظر را کاهش و یا افزایش دهند. با کنترل دمای شعله یا با اضافه کردن بعضی عوامل مداخله کننده افزودنی که با مواد شیمیایی مداخله کننده وارد واکنش شوند می توان اثرات عوامل مداخله کننده شیمیایی را به حداقل رسانید.

■ در صورتیکه خصوصیات فیزیکی (ویسکوزیته، کشش سطحی و غیره) نمونه و محلول استاندارد با هم فرق نماید عمل مداخله انجام می گیرد. در صورتیکه نمونه حاوی مقدار بالایی از نمکهای غیرقابل حل یا اسید باشد و نیز در شرایطی که حلالهای مختلف برای آماده سازی نمونه و محلول استاندارد بکاربرده شود و یا وقتیکه دمای محلولهای و استاندارد با هم تفاوت نماید این حالت می تواند رخ دهد.

کنترل کیفی نتایج آنالیز

- درخواست روش انجام آنالیز و تطبیق با روش استاندارد
- درخواست ارائه نتایج نمونه های استاندارد و منحنی استاندارد (روزانه) و تطبیق با شرایط مناسب
- درخواست نتایج آنالیز نمونه های مادر
- تعیین حد حساسیت و حد تشخیص
- نتایج نمونه عاری از آلاینده (آب دی یونیزه) جهت صفر کردن دستگاه
- تطبیق زمانی نتایج کلیه آزمایشها
- کنترل محاسبات غلظت
- کنترل نمونه های کور
- درخواست مشخصات لامپها (ترجیحاً لامپ اختصاصی)، کوره، دستگاه و ...
- دبی مکشی نمونه تزریقی به دستگاه و ارائه روش کالیبراسیون آن
- درخواست ارائه روش تنظیم شعله
- اعلام فواصل و دوره زمانی قرائت میزان جذب دستگاه
- ارائه برگه چاپ شده برنامه تنظیمی دستگاه

منحنی جذب



مزایا و معایب روش

- با این روش نمی‌توان ترکیبات مختلف یک فلز را از هم تفکیک کرد، و فقط می‌توان مجموع ترکیبات یک فلز را تعیین نمود.
- نمی‌توان شکل، اندازه و مقدار ذرات را تعیین نمود.
- در نمونه برداری از ترکیبات فلز دار در هوا در صورتیکه روشهای نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه مشابه باشند. با یکبار روش نمونه‌برداری می‌توان عناصر مختلف را تجزیه نمود.
- روش نمونه‌برداری ساده بوده و پیچیدگی خاصی ندارد.

منحنی روش استاندارد با افزایش غلظت به نمونه مجهول

