

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



آزمایشگاه مرکزی

آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

تنظیم: نرجس رستمی

Atomic Absorption Spectroscopy-AAS

HISTORY:

➤ The technique was introduced in 1955 by Alan Walsh in Australia (1916 - 1998).



به طور کلی جذب اتمی در مفهوم تجزیه ای بعنوان روشی برای تعیین مقدار غلظت یک عنصر در نمونه با اندازه گیری مقدار جذب تشعشعات در بخار اتمی تولید شده از نمونه در طول موجی که مشخص و خاص عنصر تحت اندازه گیری می باشد توصیف می شود. کارائی این وسیله به تنهایی توسط این حقیقت که بین ۶۰ تا ۷۰ عنصر فلزی را با آن در غلظتهائی از حدود جزئی تا مقادیر نسبتاً زیاد می توان تعیین مقدار نمود روشن می شود.



اصول جذب اتمی

- ✓ همه اتم‌ها می‌توانند نور جذب کنند.
- ✓ طول موج نوری که جذب می‌شود برای هر عنصر متفاوت بوده و مختص همان عنصر است.
- ✓ میزان نور جذب شده مستقیماً به غلظت اتم‌های جذب‌کننده نور یا به عبارتی به غلظت عنصر مورد نظر در نمونه محلول، بستگی دارد.
- ✓ در یک تجزیه جذب اتمی فلز مورد اندازه‌گیری باید به حالت عنصری کاهش، تبخیر شده و سرراه دسته شعاع تابش منبع قرارگیرد.
- ✓ این فرایند اغلب با کشیدن محلولی از نمونه به صورت مه رقیق به داخل یک شعله مناسب انجام می‌گیرد.
- ✓ پس از تزریق نمونه به دستگاه و تبدیل شدن یونهای فلزی به اتم، اتم‌ها قادر خواهند بود نور منتشر شده از منبع نور را که از میان شعله حاوی اتم‌های عنصر عبور می‌نماید جذب نمایند در حالیکه میزان جذب متناسب با تراکم اتم‌ها در شعله می‌باشد.
- ✓ جذب یک فوتون به وسیله اتم‌های پایدار برای برانگیخته شدن اتم اساس روش جذب اتمی است.

آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

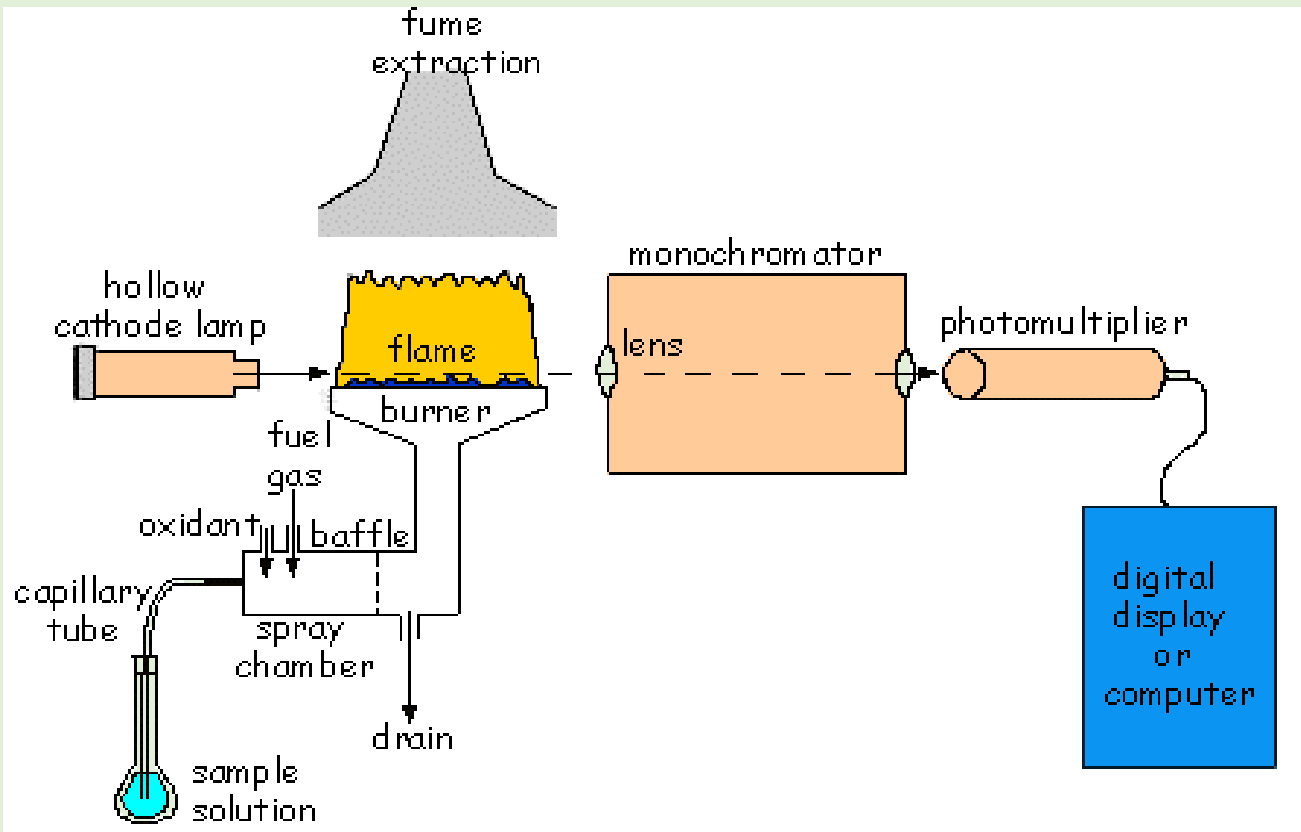
اجزای دستگاه جذب اتمی

منبع تابش

اتم ساز

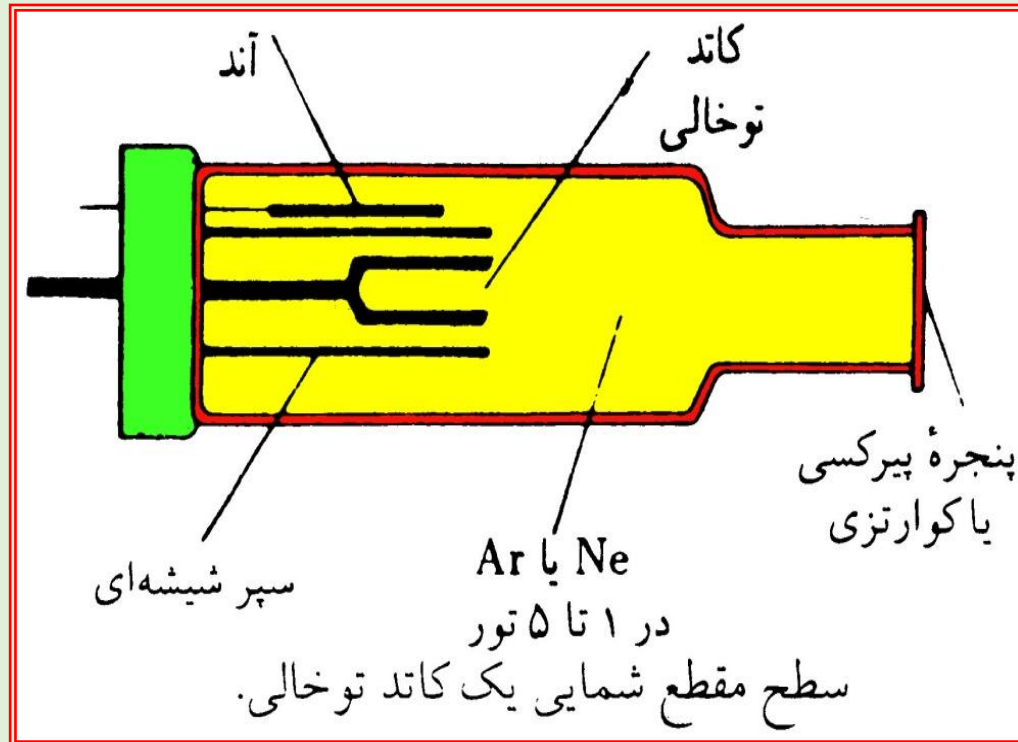
تکفام ساز

آشکار ساز



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

Hallow cathode lamp



پیوسته

منبع تابش

خطی

(Radiation Source)

لامپ هالوکاتد (HCL)

لامپ تخلیه بدون الکتروود

لامپ هیبریدی

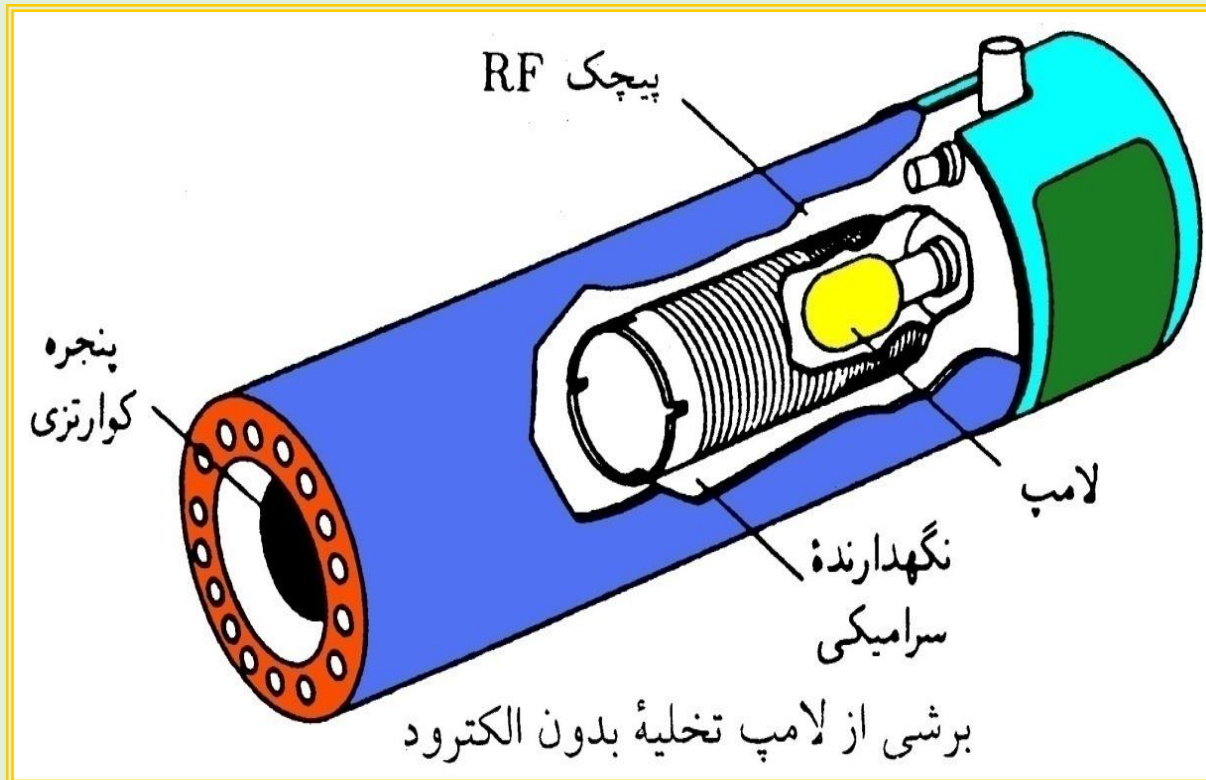
آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)



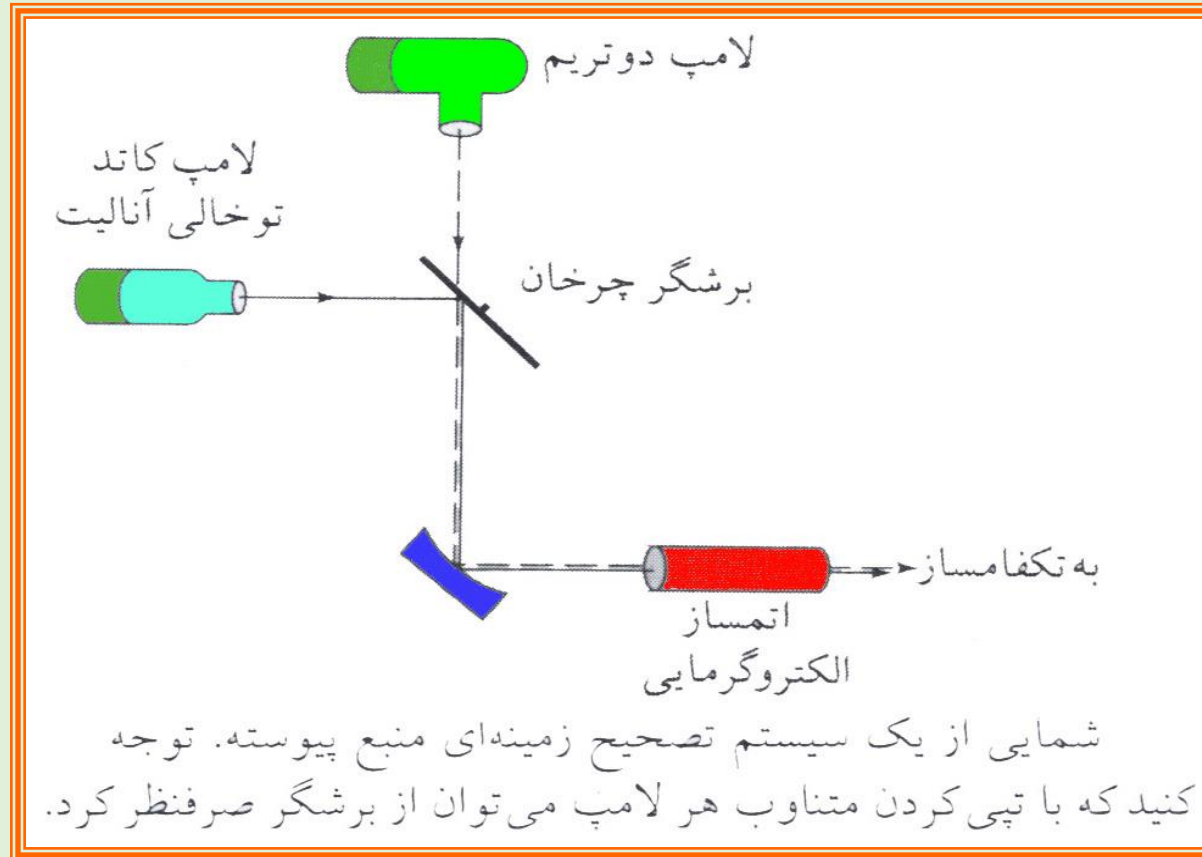
آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

لامپ تخلیه بدون الکتروود (EDLS)

Electrodeless Discharge Lamps



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)



اتم ساز (Atomizer)

فرایند تبدیل آنالیت به اتم های آزاد گازی را گویند.

پیوسته

روش شعله ای
(Flame Atomization)

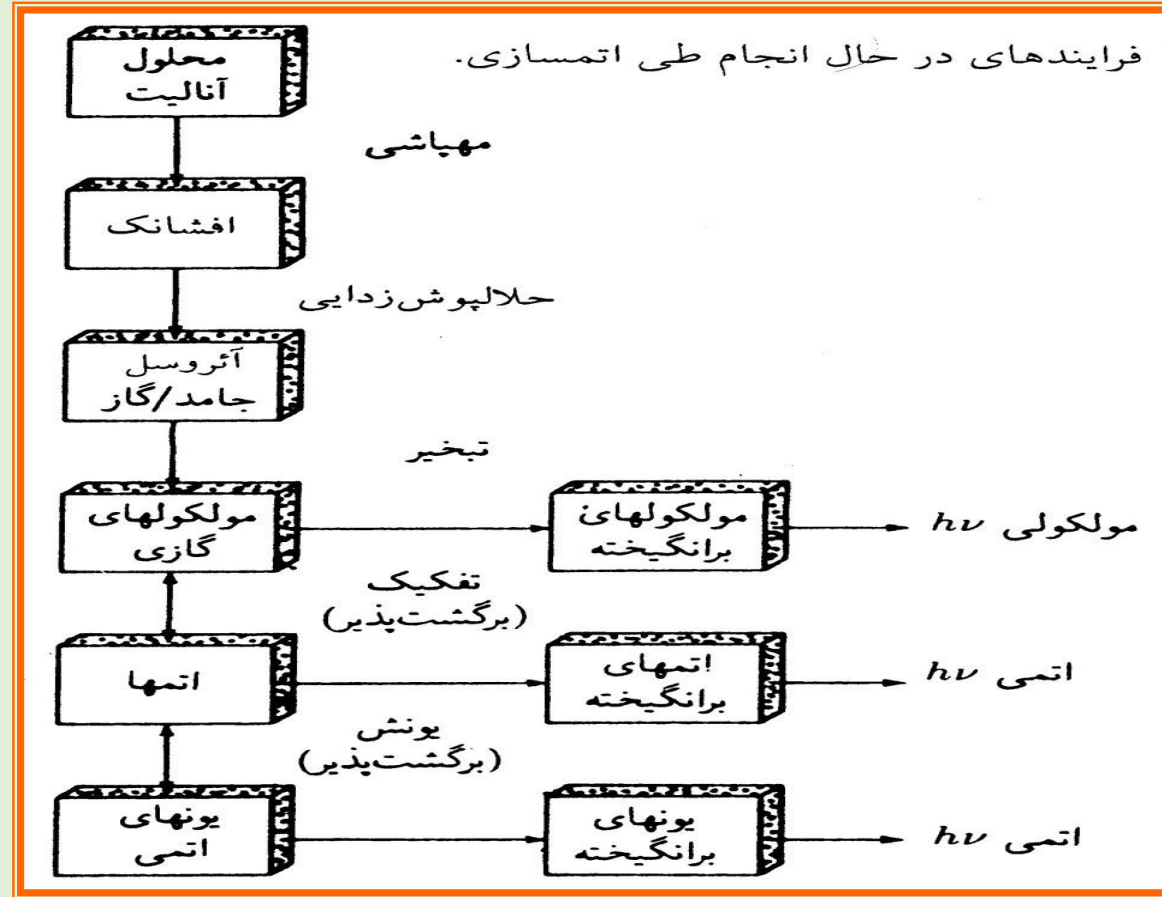
گسسته

روش غیر شعله ای
(کوره ی الکتریکی)

انواع اتمسازهای به کار گرفته شده برای طیف بینی اتمی

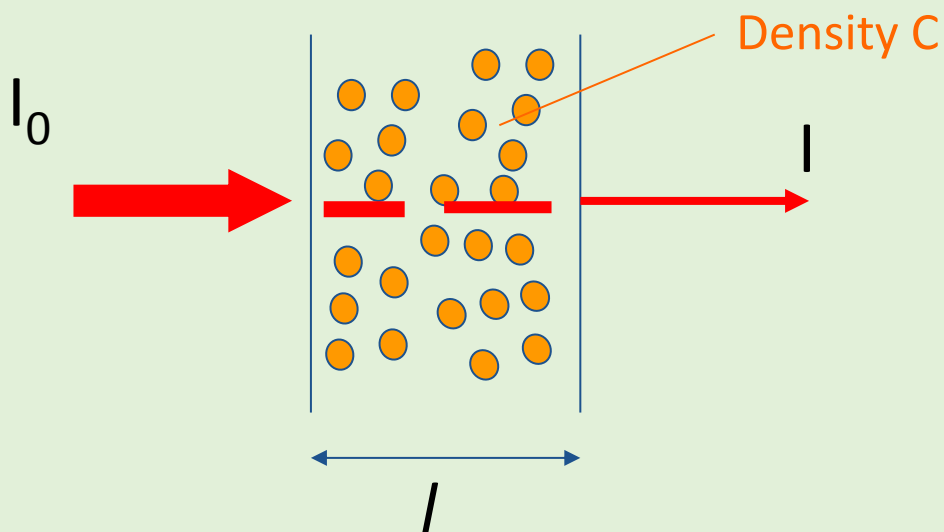
| نوع اتمساز | دمای اتمسازی نوعی، °C |
|-------------------------------------|-----------------------|
| شعله | ۱۷۰۰ تا ۳۱۵۰ |
| تبخیر الکترو گرمایی (ETV) | ۱۲۰۰ تا ۳۰۰۰ |
| پلاسمای جفت شده القایی (ICP) | ۴۰۰۰ تا ۶۰۰۰ |
| پلاسمای آرگون با جریان مستقیم (DCP) | ۴۰۰۰ تا ۶۰۰۰ |
| پلاسمای آرگون القایی ریز موج (MIP) | ۲۰۰۰ تا ۳۰۰۰ |
| پلاسمای تخلیه افروزشی (GD) | ناگرمایی |
| قوس الکتریکی | ۴۰۰۰ تا ۵۰۰۰ |
| جرقه الکتریکی | ۴۰۰۰۰ (?) |

آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)



Relation between light absorption and density

این قانون تجربی، ارتباط شدت نور جذب شده در اثر عبور از ماده همگن بدون پراکندگی را با خصوصیات مواد بیان می کند.



Lambert-beer's Law

$$A = \log I_0/I = \epsilon bc$$

A: میزان جذب

I₀: شدت نور تابشی از منبع

I: شدت نور عبوری از نمونه

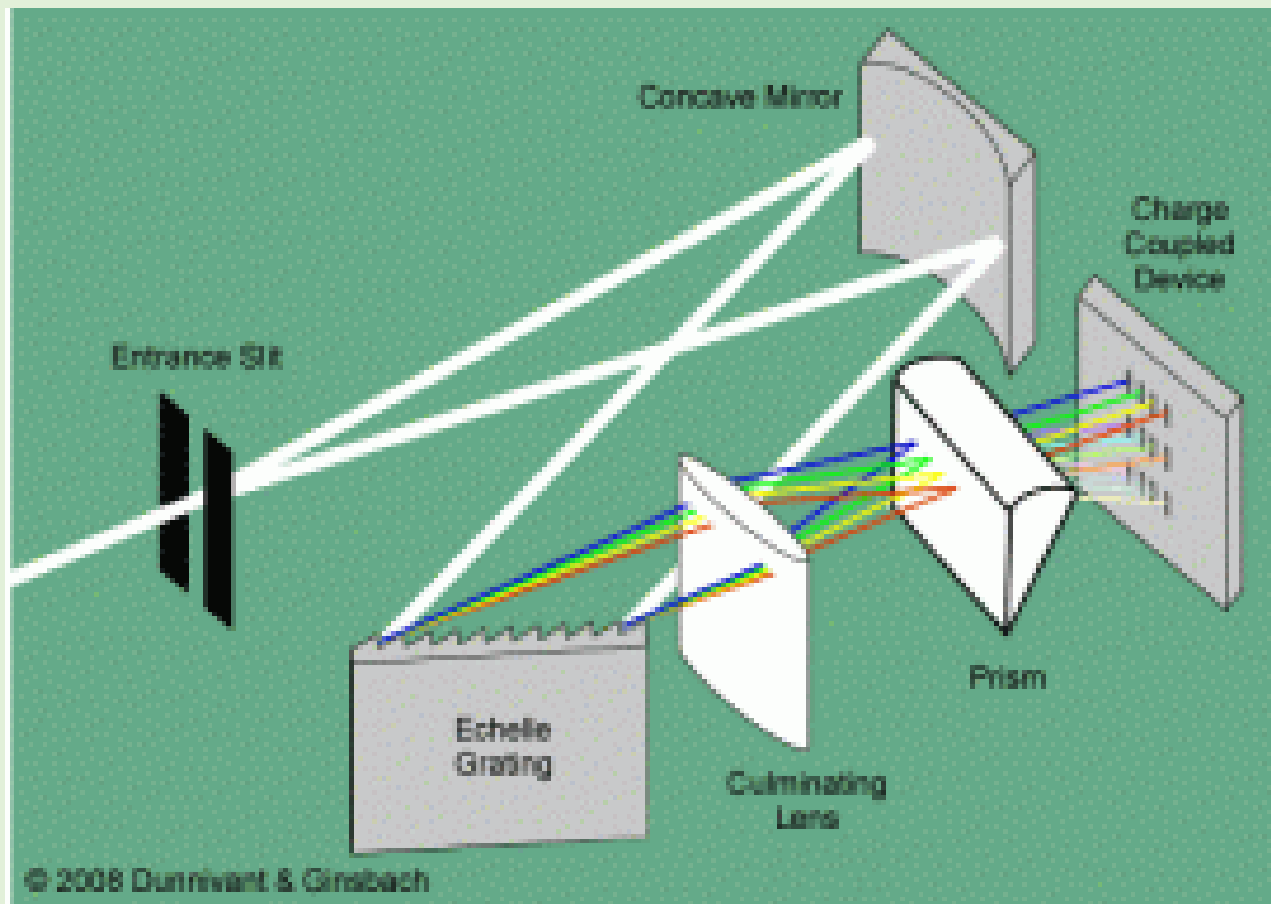
C: غلظت نمونه

b: طول مسیر (سل)

ε: ضریب جذب مولی

تکفام ساز (Monochromator)

تکفام ساز طول موج مورد نظر را به آشکارساز هدایت کرده و با ممانعت از عبور طول موج های دیگر مزاحمت ناشی از آنها را رفع می کند.



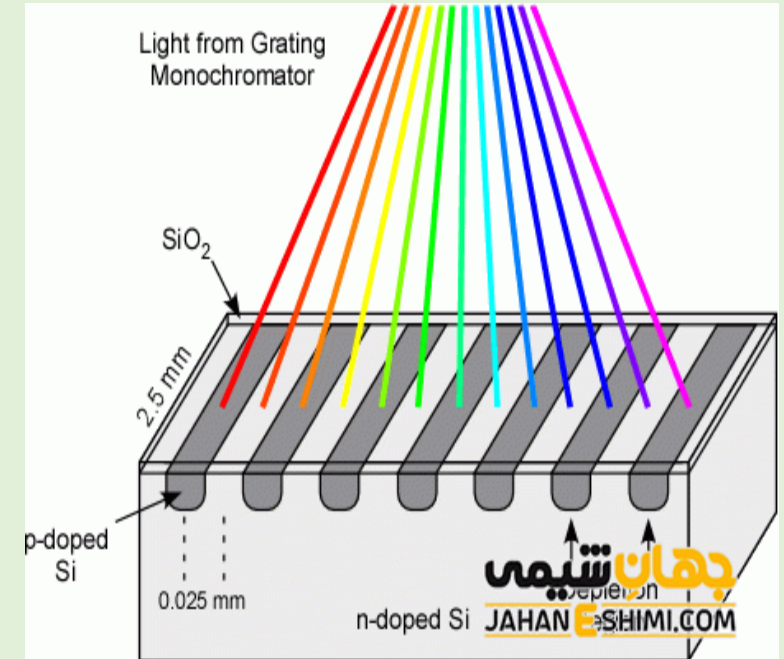
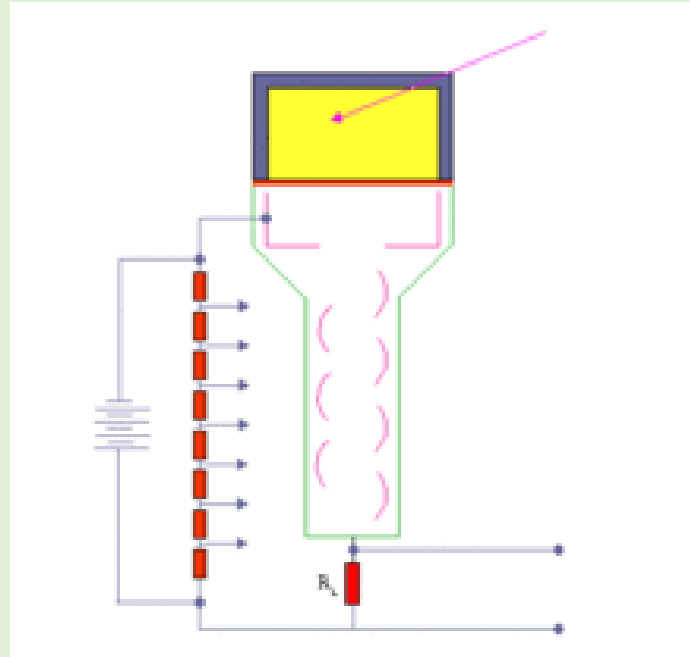
- ✓ منشور Prism
- ✓ توری یا گریٹینگ Grating



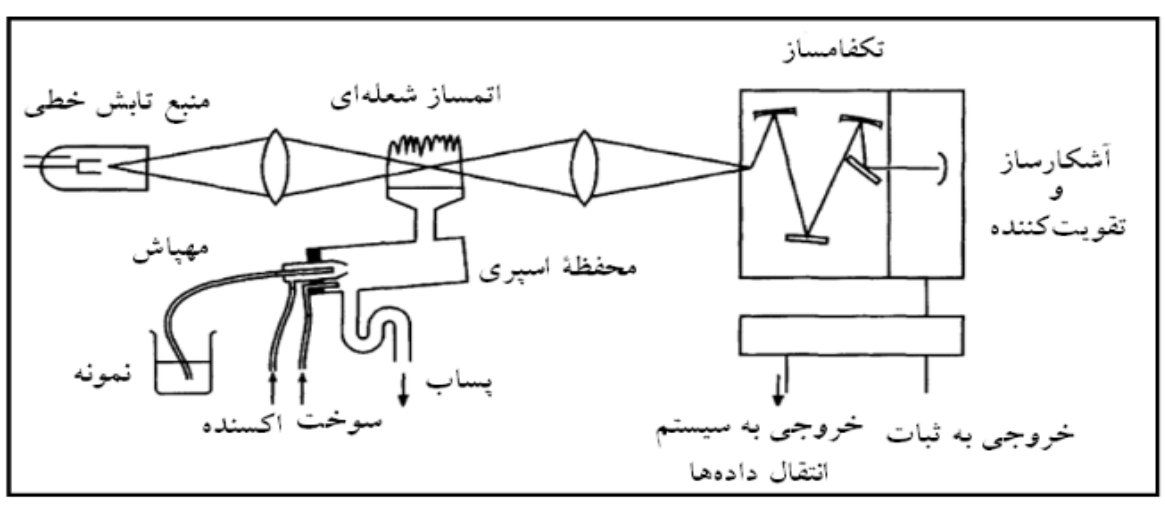
آشکار ساز (Detector)

آشکار ساز می تواند یک وسیله مکانیکی، شیمیایی یا الکتریکی باشد که تغییر یک متغیر را در محیط آن اندازه گیری می کند. در طیفسنجی جذب اتمی، مقدار تشعشعی که از یک نمونه می گذرد اندازه گیری می شود و به طور کمی با عبور توصیف می شود. آشکار ساز سیگنالی متناسب با میزان نور دریافتی توسط آن تولید می کند.

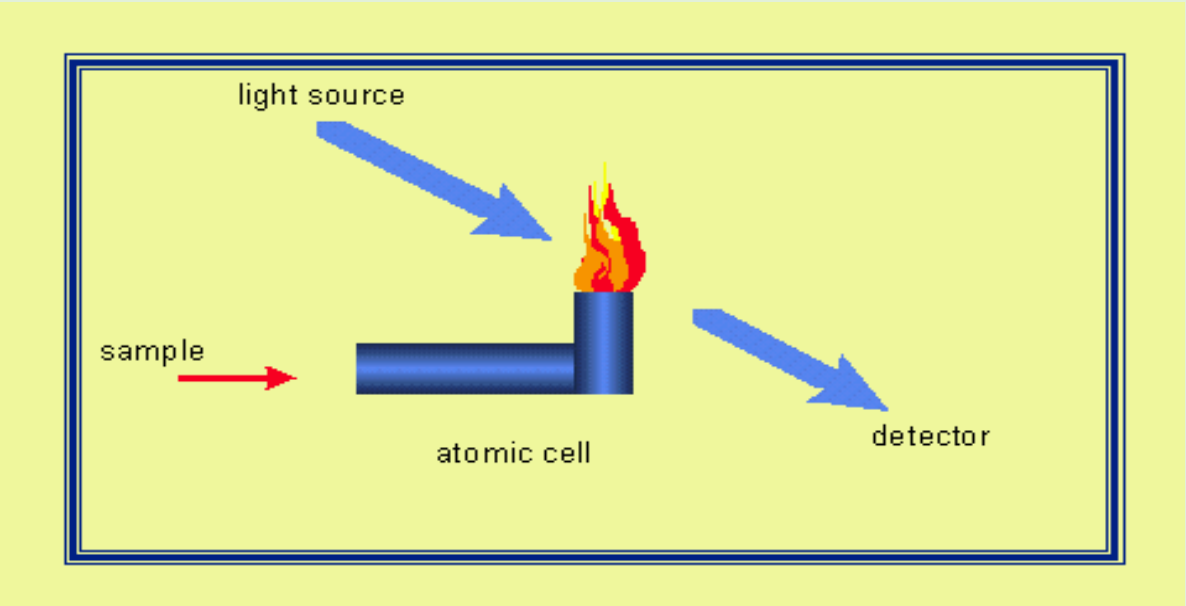
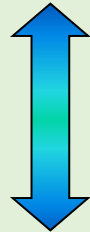
متداولترین آشکار ساز در اسپکتروسکوپی جذب اتمی، فتومولتی پلایر می باشد.



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)



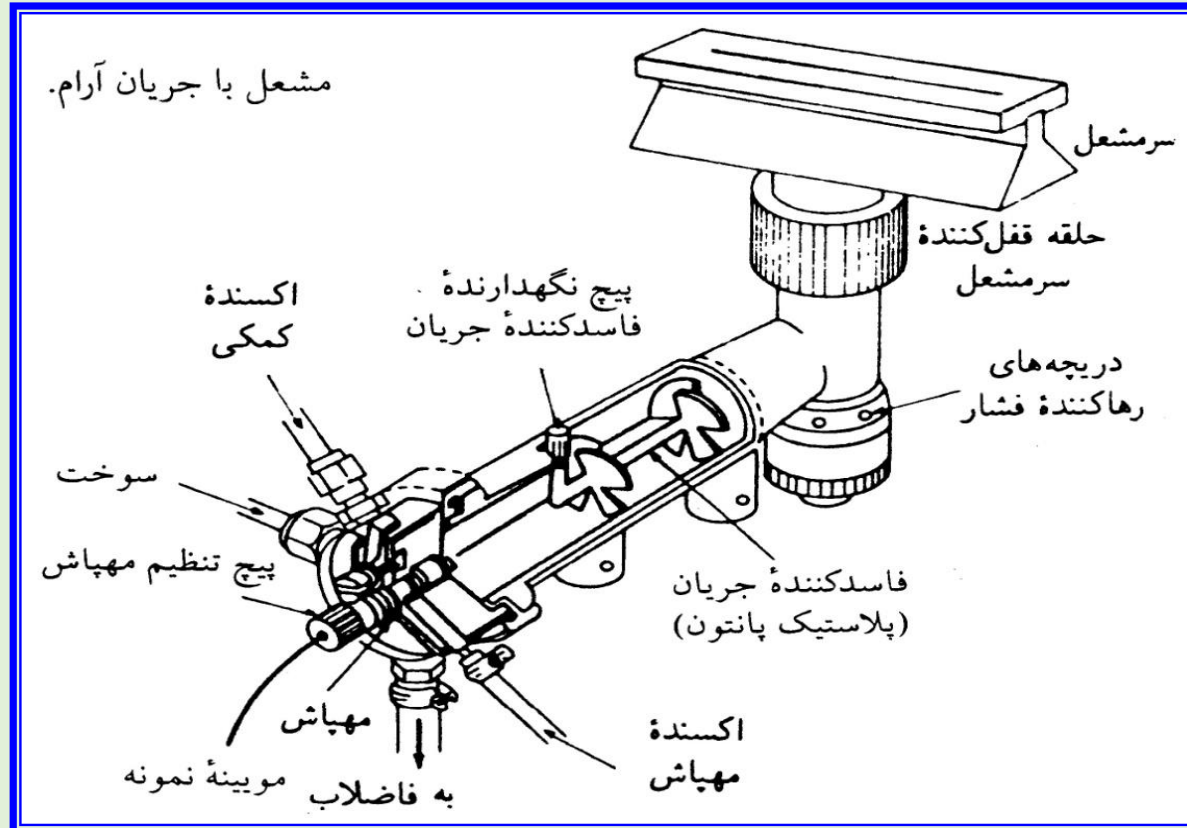
طیف سنجی جذب اتمی با شعله (AASF)
Flame Atomic Absorption Spectroscopy



اتم سازهای شعله ای

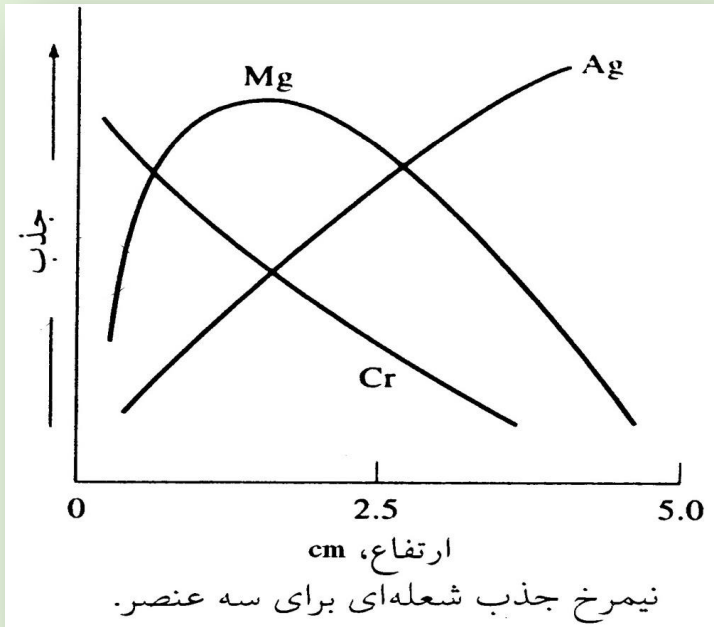
دستگاه اندازه گیری شعله

دقت اندازه گیری آن برای استانداردها در حد ppm
 اساس اندازه گیری : مکش محلول نمونه توسط نازل
 بر روی برنری که شعله پر قدرت را روشن نگه میدارد
 اتمی شدن نمونه در حرارت زیاد و تشکیل بخار اتمی
 و جذب نور هالوکاتد لامپ توسط بخار اتمی
 تعیین غلظت عنصر بر اساس میزان جذب نور لامپ

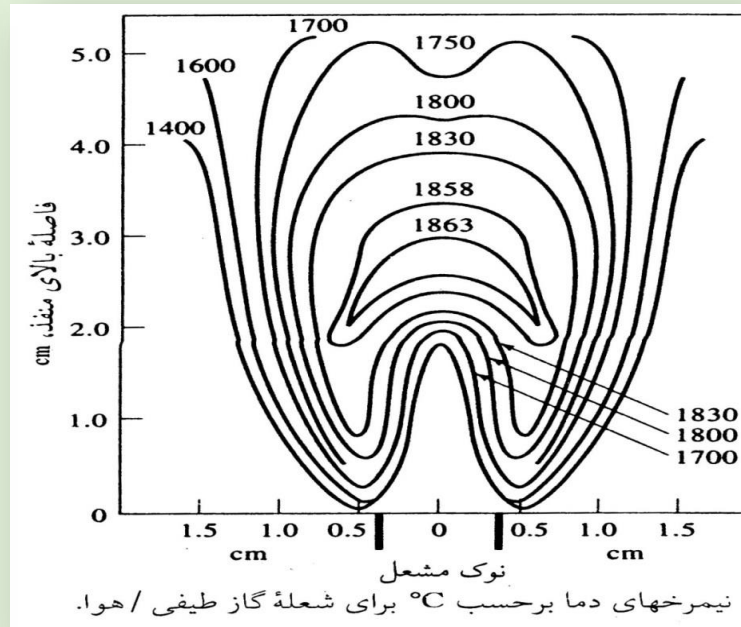


آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

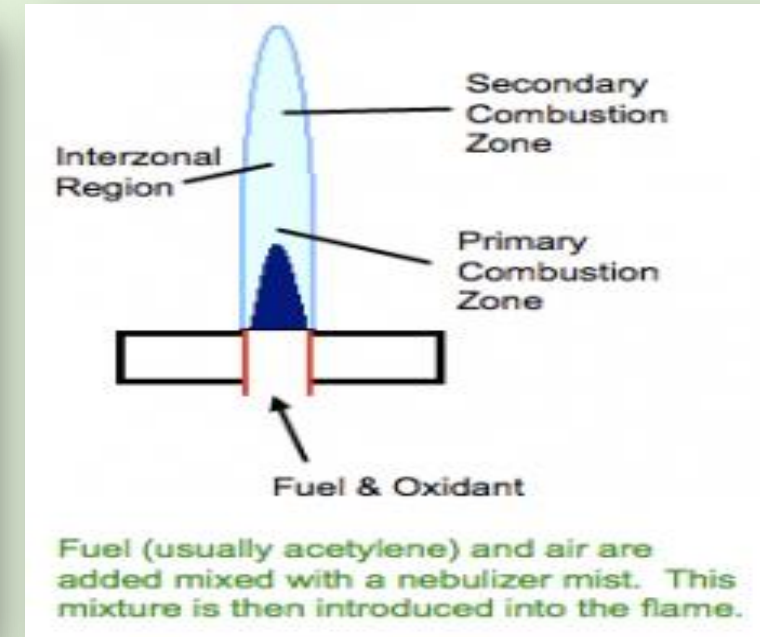
نیم رخ های جذب شعله



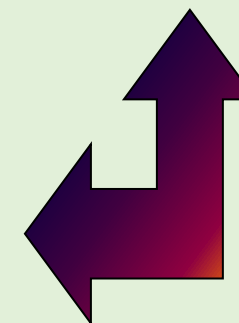
نیم رخ های دما



ساختار شعله



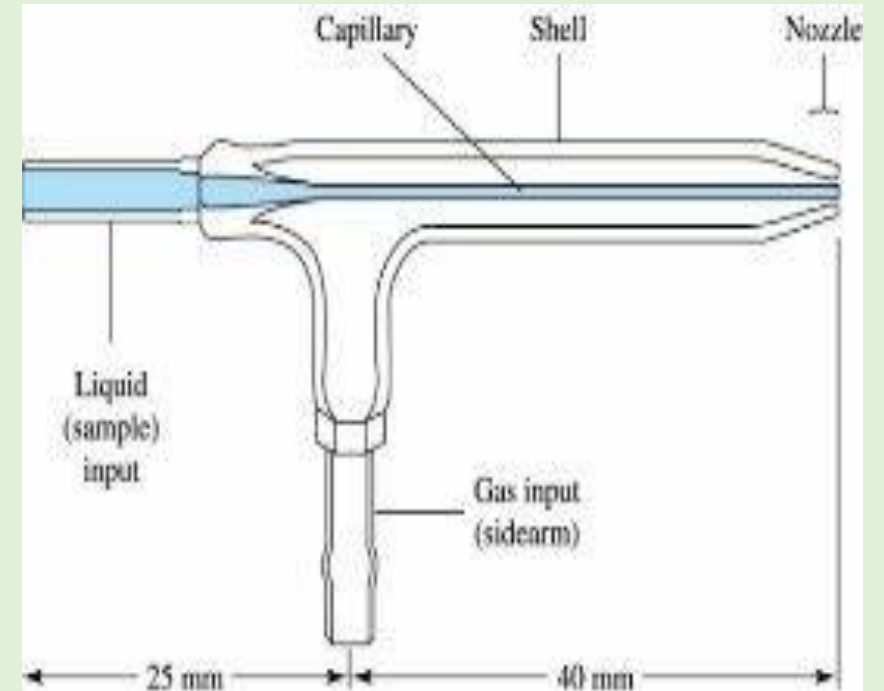
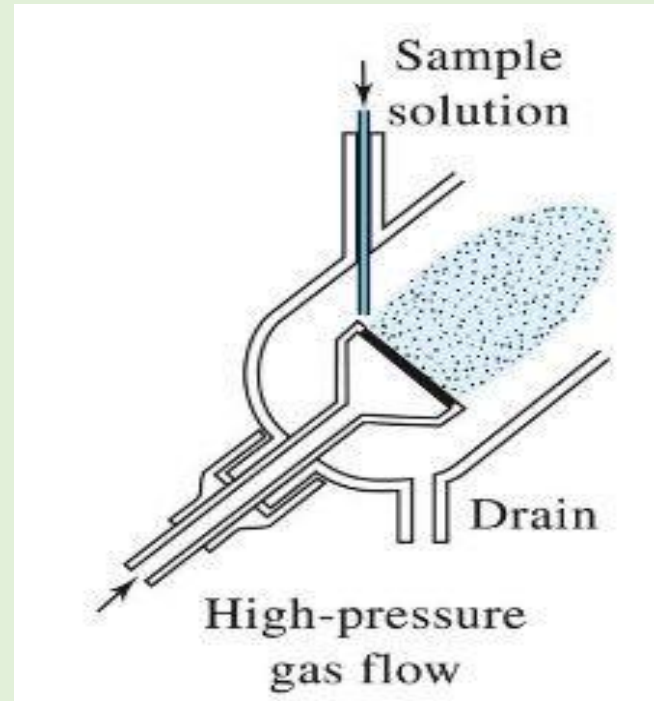
انواع شعله ها



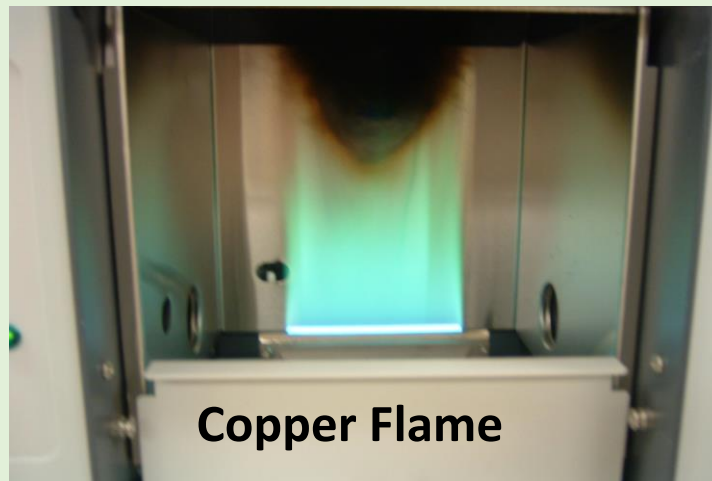
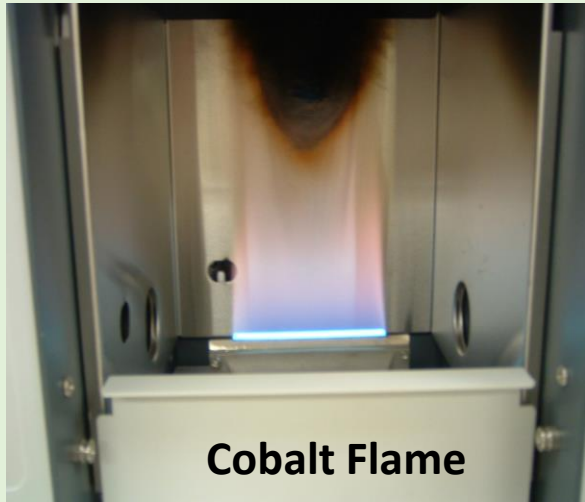
| خواص شعله ها | | | |
|--|-------------------------|---------------|-----------|
| ماکسیمم سرعت سوخت (cm s^{-1}) | دما، $^{\circ}\text{C}$ | اکسنده | سوخت |
| ۳۹ تا ۴۳ | ۱۷۰۰ تا ۱۹۰۰ | هوا | گاز طبیعی |
| ۳۷۰ تا ۳۹۰ | ۲۷۰۰ تا ۲۸۰۰ | اکسیژن | گاز طبیعی |
| ۳۰۰ تا ۴۴۰ | ۲۰۰۰ تا ۲۱۰۰ | هوا | هیدروژن |
| ۹۰۰ تا ۱۴۰۰ | ۲۵۵۰ تا ۲۷۰۰ | اکسیژن | هیدروژن |
| ۱۵۸ تا ۲۶۶ | ۲۱۰۰ تا ۲۴۰۰ | هوا | استیلن |
| ۱۱۰۰ تا ۲۴۸۰ | ۳۰۵۰ تا ۳۱۵۰ | اکسیژن | استیلن |
| ۲۸۵ | ۲۶۰۰ تا ۲۸۰۰ | نیتروژن اکسید | استیلن |

آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

نبولایزهای پنوماتیکی



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)





مراحل آنالیز

- تهیه محلول بلانک (محلولی که دارای تمامی گونه‌ها غیر از نمونه مورد نظر است).
- تهیه نمونه‌های استاندارد از گونه مورد نظر با غلظت‌های مشخص
- قرائت جذب محلول‌های استاندارد ۴
- رسم جذب بر حسب غلظت‌های استاندارد و بدست آوردن نمودار کالیبراسیون
- اندازه‌گیری جذب محلول مجهول و بدست آوردن غلظت مجهول از روی نمودار

نکات مورد توجه در کار با اتمیک شعله

محلول‌ها

1. رسیدن استانداردها به دمای محیط قبل از شروع کار دستگاه
2. تهیه روزانه استانداردهای کاری

دستگاهی

3. بررسی تمیز بودن تیغه برنر (محل خروج شعله)
 4. تنظیم نور هالوکاتد بر ارتفاع مشخصی از تیغه برنر
 5. گرم شدن لامپ به مدت ۱۰ الی ۱۵ دقیقه قبل از شروع کار
 6. روشن کردن هود بالای شعله
 7. خالی کردن ظرف ضایعات خروجی
 8. توجه به میزان گازاستیلن
 9. زمان کافی برای رسیدن نمونه بر روی شعله در نظر گرفته شود
- انتخاب محدوده ی کالیبراسیون و کنترل های پس از اندازه گیری

آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

The image shows a periodic table of elements. The transition metals, which are the focus of the analysis, are highlighted in red. These include the elements from the d-block (groups 3-10) and the f-block (lanthanides and actinides). The highlighted elements are: Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Ge, As, Se, Br, Kr, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Xe, Cs, Ba, La, Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg, Tl, Pb, Bi, Po, At, Rn, Fr, Ra, Ac, Th, Pa, U, Np, Pu, Am, Cm, Bk, Cf, Es, Fm, Md, No, Lr.



| | | | |
|-------------------------|--------------------------|---------------------|-------------------------|
| As arsenic 74.922 | Cd cadmium 112.411 | Pb lead 207.2 | Hg mercury 200.59 |
|-------------------------|--------------------------|---------------------|-------------------------|

اولین بار در سال ۱۹۳۶ فلزات سنگین مطرح شدند و دوباره در ۳۰-۴۰ سال اخیر مصطلح شده است، مجموعه ای از فلزات و شبه فلزات که با آلودگی های غذایی یا محیطی و یا مسمومیت در ارتباط اند.

بطور کلی فلزات و شبه فلزاتی که دانسیته نسبتا بالا (بیشتر از 4g/cm^3 یا ۵) دارند و در غلظت های پایین اثرات سمی ایجاد می کنند به دلیل آلاینده های محیطی پایدار در طبیعت، ایجاد عوارض نامناسب حضور آن ها در مواد غذایی و محیط زیست نیازمند تعیین حدود مجاز است. فلزات سنگین،

مهمترین فلزات سنگین Pb, Cd, As, Hg, Ag, Cr, Cu, Zn, Fe, Pt

منابع انتشار فلزات سنگین در طبیعت

منبع اصلی انتشار فلزات سنگین در طبیعت : استخراج معادن توسط انسان

منابع دیگر انتشار: عوامل طبیعی مثل آتشفشان ها، صنایع، محصولات صنعتی حاوی فلزات سنگین که پس از استفاده در طبیعت رها می شوند، ریخته گری ها، سوخت



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

گردش فلزات سنگین در طبیعت

1. استخراج معادن و آلوده شدن آبهای سطحی و زیر زمینی به فلزات سنگین
2. آلوده شدن خاک های کشاورزی
3. جذب شدن فلزات در گیاهان و تجمع در بافت های آن ها
4. تغذیه حیوانات و آبریان از آب ها و گیاهان آلوده
5. تجمع در بافت های حیوانی
6. ورود فلزات سنگین به بدن انسان با مصرف انسان / محصولات گیاهی، حیوان آلوده



روش های رایج آماده سازی نمونه جهت آنالیز فلزات سنگین

الف- روش هضم اسیدی Acid Digestion

ب- خاکستری Dry Ashing

روش هضم اسیدی

فرایند هضم نمونه توسط یک اسید قوی انجام می شود در مورد نمونه آلی برای تخریب کامل نمونه ، ممکن است از یک اکسید کننده نیز استفاده شود.

انواع روش های هضم اسیدی

1. روش های هضم باز Open Vessel

2. روش های هضم بسته Close Vessel



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

*روش هضم باز: نمونه پس از توزین در یک بشر قرار داده می شود. افزودن محلول هضم کننده، پوشاندن بشر با شیشه ساعت، حرارت دادن روی هیتر، نمونه به آرامی شروع به جوشیدن می کند.

پس از هضم کامل نمونه و ظاهر شدن یک محلول شفاف و کم رنگ تا نزدیک به خشک شدن تبخیر می شود. انتقال به ظروف حجمی به حجم رسانی با آب یا اسید رقیق

نکات مورد توجه:

نمونه نباید بطور کامل خشک شود.

در صورت صاف کردن محلول نمونه، کاغذ صافی نیز باید به دقت شسته شود تا آنالیت جذب شده روی آن به محلول برگردد.

- انتخاب اسید مناسب در روش هضم اسیدی باز.
- ✓ استفاده از یک اسید رقیق : برای نمونه های غیر آلی محلول و نمک ها.
- ✓ استفاده از یک اسید غلیظ : برای نمونه های نامحلول.
- ✓ استفاده از $HCl (1 N)$ برای هضم بهتر: بعد از هضم اسید نیتریک و قبل از صاف کردن و به حجم رسانی.
- ✓ استفاده از اسید سولفوریک: اگر نمونه با اسید نیتریک تنها یا اسید نیتریک همراه با اسید کلریدریک هضم خوبی پیدا نکند، مخلوط اسید نیتریک - سولفوریک (۲+۱) اضافه می شود.
- ✓ روش هضم شدیدتر: هضم با اسید نیتریک تا باقی ماندن چند میلی لیتر اسید سرد کردن نمونه افزودن مخلوط اسید نیتریک - اسید پرکلریک (۱+) ادامه حرارت تا ظاهر شدن بخارات سفید متراکم پرکلریک اسید.
- ✓ استفاده از اسید هیدروفلوریک: برای هضم نمونه های سخت تر.
- ✓ استفاده از تیزاب سلطانی: اسید کلریدریک-اسید نیتریک (۳+۱): می تواند طلا و پلاتین را نیز در خود حل کند.
- ✓ ترکیب اسید سولفوریک _ پروکسید هیدروژن : بعنوان یک اکسید کننده قوی عمل میکند.



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

اصول کلی در تهیه نمونه

الف-نمونه برداری sampling

تهیه و استفاده از نمونه های کاملا همگن

روش های همگن کردن نمونه: تکان دادن و هم زدن نمونه، آسیاب کردن

•تهیه دوغاب نمونه جامد و آب در همزن آسیاب می شود و یک دوغاب به وجود می آید.

•یک نمونه مناسب مجموعه ای از ۵-۱۰ نمونه کوچکتر از یک نمونه اصلی است.

ب- آماده سازی نمونه sample preparation

قاعده کلی در همه روش های آماده سازی نمونه، دستیابی به یک محلول شفاف است.

زیرا اکثر روش های تعیین مقدار فلزات سنگین بر اساس نمونه های مایع (محلول) عمل می کند.

اصول مورد توجه در آماده سازی نمونه جهت آنالیز فلزات سنگین

- شستشوی اسیدی (استفاده از اسیدها در شرایط ایمن، استفاده از ماسک، عینک ایمنی، دستکش ضد حلال) نیتریلی) و پوشش محافظتی لباس)
- استفاده از ظرف مناسب که جاذب یون های مورد سنجش نباشد. استفاده از ظروف و ابزار پلاستیکی به جای شیشه ای (لوله های فالكون و ظروف پلیمری مناسب)
- عدم استفاده از کروزه های پلاتینی برای عناصر خاص: فلزاتی مثل Pd, Au, Hg, Fe ممکن است در اثر حرارت بطور کامل جذب ظروف پلاتینی شوند (عدم استفاده از ظروف مناسب و یا اسیدواش نکردن ظروف، ضمن کم کردن غلظت آنالیت به خاطر جذب فلزات به جداره ظرف، سبب آلودگی آزمایشات بعدی نیز خواهند شد).
- جلوگیری از تبخیر و تغییر غلظت نمونه آماده شده
- عدم استفاده از حرارت زیاد برای عناصر فرار: جیوه و آرسنیک

عوامل موثر در فراریت یک عنصر

ماهیت عنصر

ماتریس نمونه: چنانکه ممکن است یک عنصر فرار در یک نمونه و در دمای خاص بازیافت خوب داشته باشد ولی در ماتریس دیگری بازیافت خوبی نداشته باشد.



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

- آماده سازی و تزریق نمونه در هوای کاملا تمیز و تهویه شده
- از آنجا که کل نمونه مورد آزمایش در هنگام تزریق به دستگاه فقط به چند میکرولیتر کاهش مییابد یک ذره کوچک غبار هوا نیز حتی با قرار گرفتن روی نمونه می تواند تفاوت های قابل توجه در نتیجه ایجاد کند.
- استفاده از حلال های ULTRA PURE
- اجتناب از رساندن به حجم زیاد: در صورت عدم اطلاع از میزان تقریبی آنالیت نمونه را در کمترین حجم تهیه کنید.
- فاصله زمانی کوتاه بین تهیه نمونه و اندازه گیری



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

*- روشهای هضم بسته

هضم اسیدی نمونه در یک ظرف کاملا بسته صورت میگیرد .

ظروف مورد استفاده در این روش، باید قابلیت تحمل حرارت و فشار زیاد را داشته و در برابر خاصیت خوردگی اسیدهای داغ مقاوم باشند.

نمونه رایج دستگاهی روش هضم بسته دستگاه هضم میکروویو است

Microwave Digestion



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

ویژگیهای هضم اسیدی بسته (هضم مایکروویوی)

1. در این روش ظروف هضم از پلیمرهای مقاوم به دمای زیاد ساخته میشود .
2. احتمال انتقال آلودگیهای فلزی از این ظروف ، نسبت به ظروف شیشه ای و سرامیکی و کروزه ها کمتر است
3. حذف احتمال نفوذ آلودگیهای ناشی از گرد و غبار
4. نیاز به حجم کمتری از اسیدها در ظروف درب بسته تحت فشار ، به دلیل کاهش میزان تبخیر حلال
5. کاهش قابل توجه از دست رفتن عناصر فرار (معضلی مهم در روشهای هضم در ظروف باز و روش خاکستر گیری خشک)
6. کاهش نیاز به دقت اپراتور به دلیل دارا بودن سیستم خودکار
7. بخارات اسیدی که در روشهای هضم باز



خاکسترگیری Dry Ashing

روشی مناسب برای نمونه های آلی مرطوب مثل نمونه های مواد غذایی و گیاهی :

- به دلیل سرعت و سهولت در تخریب مقادیر زیاد مواد آلی
- مناسب برای عناصر غیر فرار
- نوعی روش هضم باز است : انتقال نمونه به داخل یه کروزه (از جنس چینی ، سیلیس ، پیرکس یا پلاتین)، حرارت دادن روی شعله تا کربنیزه شدن، انتقال به کوره الکتریکی سرد و رساندن به حرارت ۴۵۰ درجه سانتی گراد، چندساعت ماندن در کوره تا تشکیل یک خاکستر سفید (حداقل ۴ ساعت)
- در صورت عدم تشکیل خاکستر سفید : خارج کردن کروزه از کوره، مرطوب کردن نمونه با اسید نیتریک غلیظ، تبخیر اسید روی هیتر، انتقال مجدد به کوره
- افزودن حدود HCL به خاکستر، تبخیر اسید روی هات پلیت، افزودن اسید رقیق و رساندن به حجم نهایی

نکات روش خاکستر گیری :

برای عناصر سرب ، کادمیم ، مس ، آهن ، روی در مواد غذایی در دمای ۴۵۰ درجه بازیافت کافی نشان داده است

روش مناسبی است برای تعیین مقدار عناصر مغذی در مواد غذایی از جمله : پتاسیم ، آهن ، منیزیم ، منگنز ، کلسیم

(به دلیل مقدار زیاد در مواد غذایی و پایداری در دماهای بالا)

مشکلات روش خاکستر گیری :

برای عناصر فرار مناسب نیست

احتمال آلوده شدن نمونه از هوای آزمایشگاه یا داخل کوره (سیستم باز) درب کروزه داخل کوره ببندیم.

نیاز به اسید شویی کامل ظروف به دلیل احتمال جذب فلزات از آزمایشات قبلی

کروزه ها را با اسید غلیظ تر مثلا تا ۳۰ درصد برای شستشوی کروزه استفاده شود

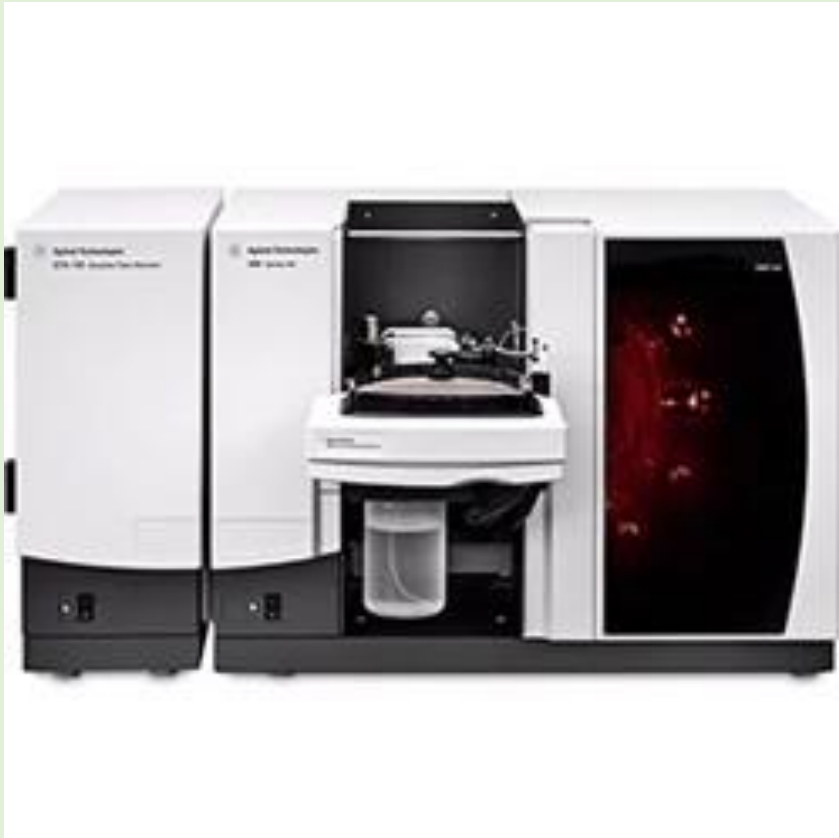
دشواری در خاکسترگیری نمونه های روغن و چربی به دلیل احتمال شعله ور شدن نمونه

آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)



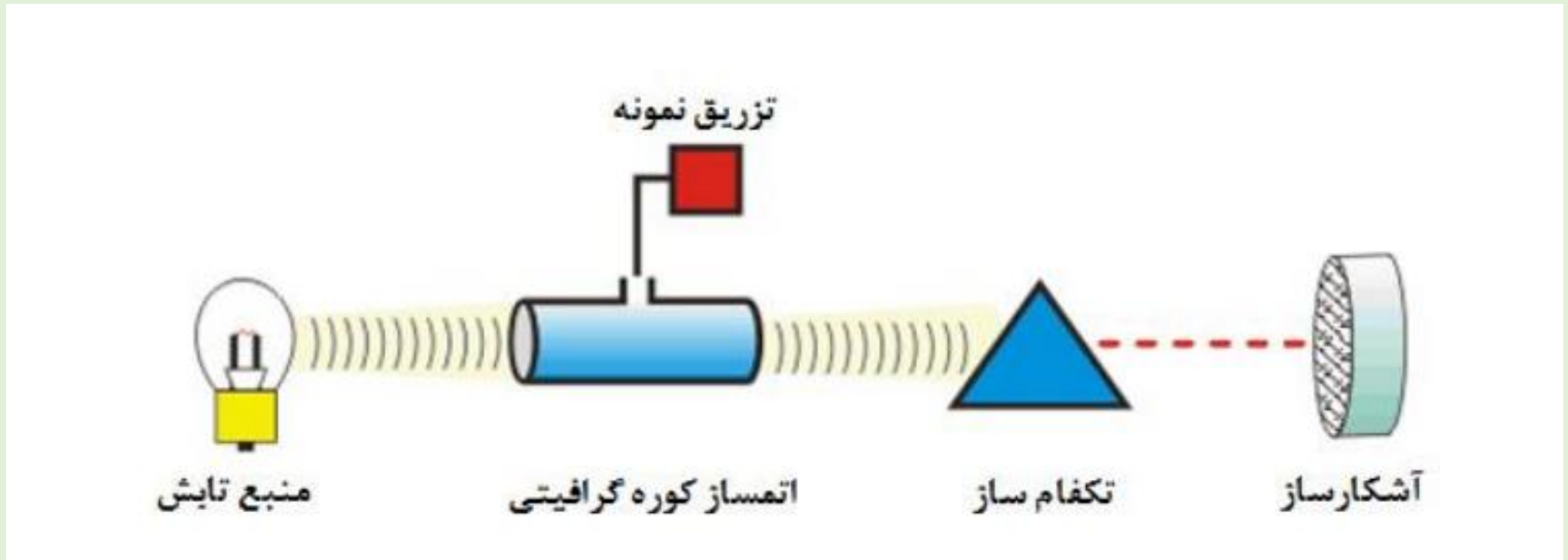
طيف سنجى جذب اتمى كوره

(GFAAS: Grafit Furnace Atomic Absorption Spectrometer)



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

اجزای مختلف دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی



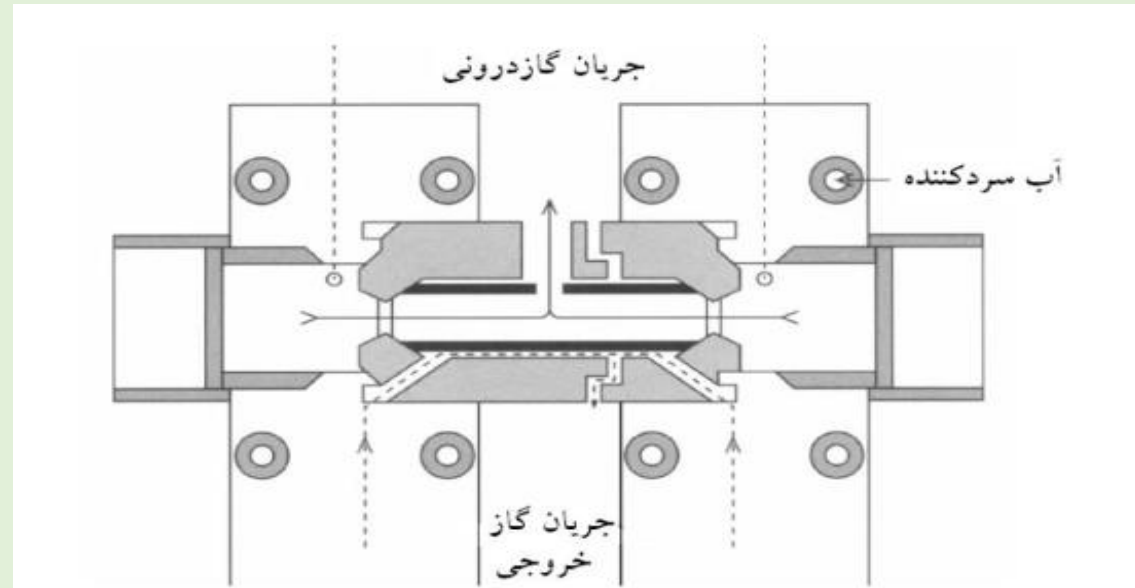
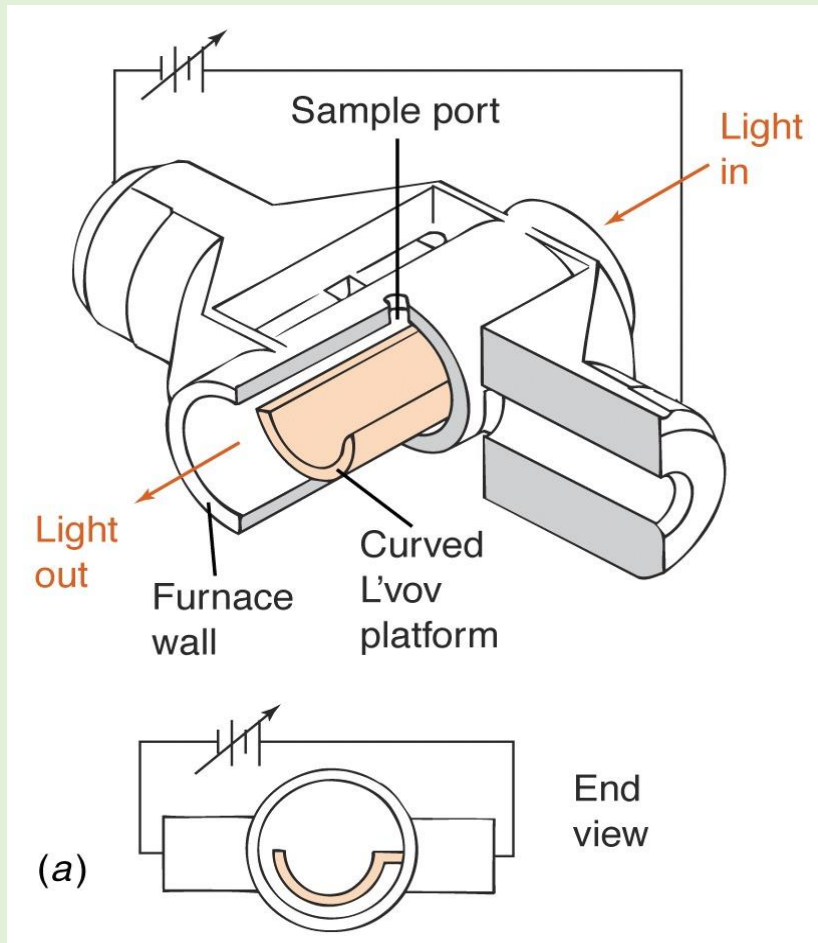
اجزای کوره گرافیتی



- لوله گرافیت – به عنوان یک سلول نمونه و همچنین به عنوان یک عنصر گرم کننده
- سیلندرهای تماس الکتریکی – اتصال الکتریکی به لوله
- محفظه خنک کننده آب – برای خنک سازی مجموعه است.
- گاز بی اثر – از لوله گرم شده در برابر اکسیداسیون جوی محافظت می کند. پنجره های کوارتز – در هر انتهای لوله به بستن لوله کمک می کند و به نور اجازه عبور می دهد.
- برنامه نویس منبع تغذیه – جریان تأمین شده به لوله را تحت پوشش برنامه کاربر کنترل می کند.

آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

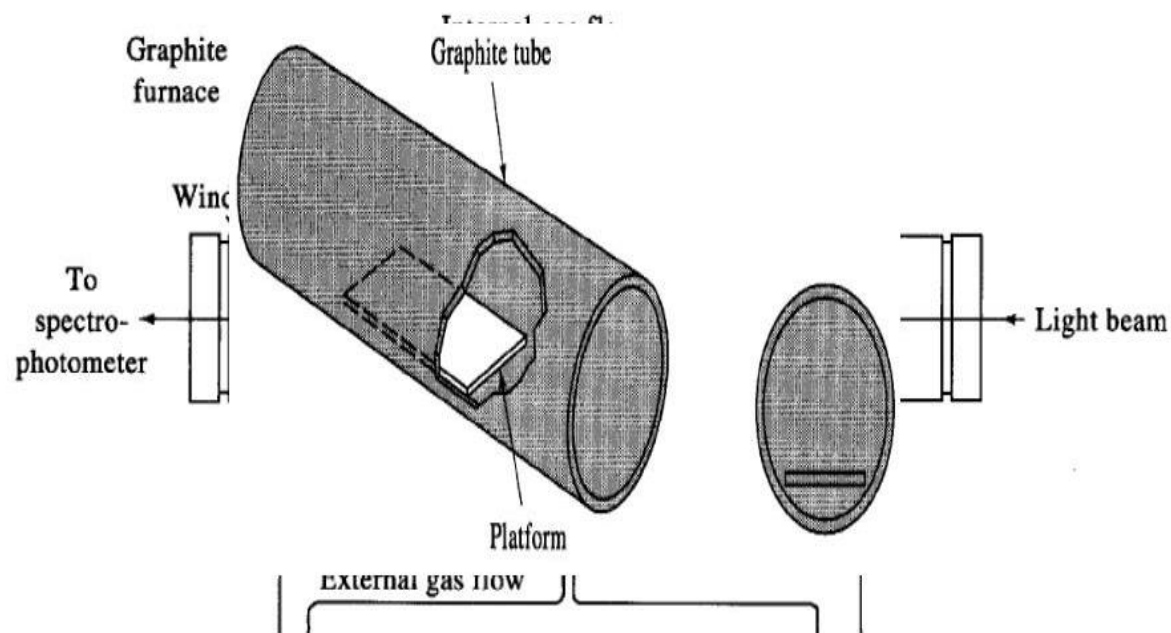
یک کوره گرافیتی از یک لوله گرافیتی باز در دو انتها با یک سوراخ در مرکز برای معرفی نمونه تشکیل شده است. لوله در دو انتها در داخل کنتاکت های الکتریکی گرافیت قرار دارد که برای گرم کردن نمونه کار می کنند. منبع آب برای خنک نگه داشتن کوره گرافیت استفاده می شود. یک جریان خارجی از گاز بی اثر در اطراف لوله جریان دارد تا از ورود هوای بیرون به محیط اتمیزاسیون جلوگیری کند. هوای بیرون می تواند لوله را مصرف کرده و از بین ببرد. یک جریان داخلی از گاز بی اثر از طریق لوله جریان می یابد و بخارات را از ماتریس نمونه می برد.



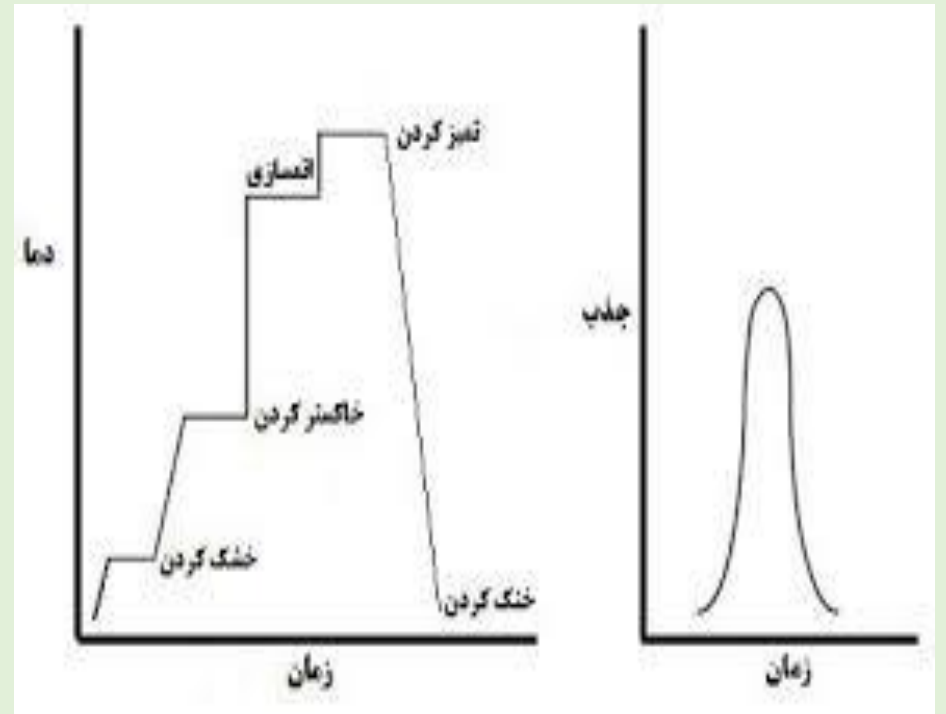
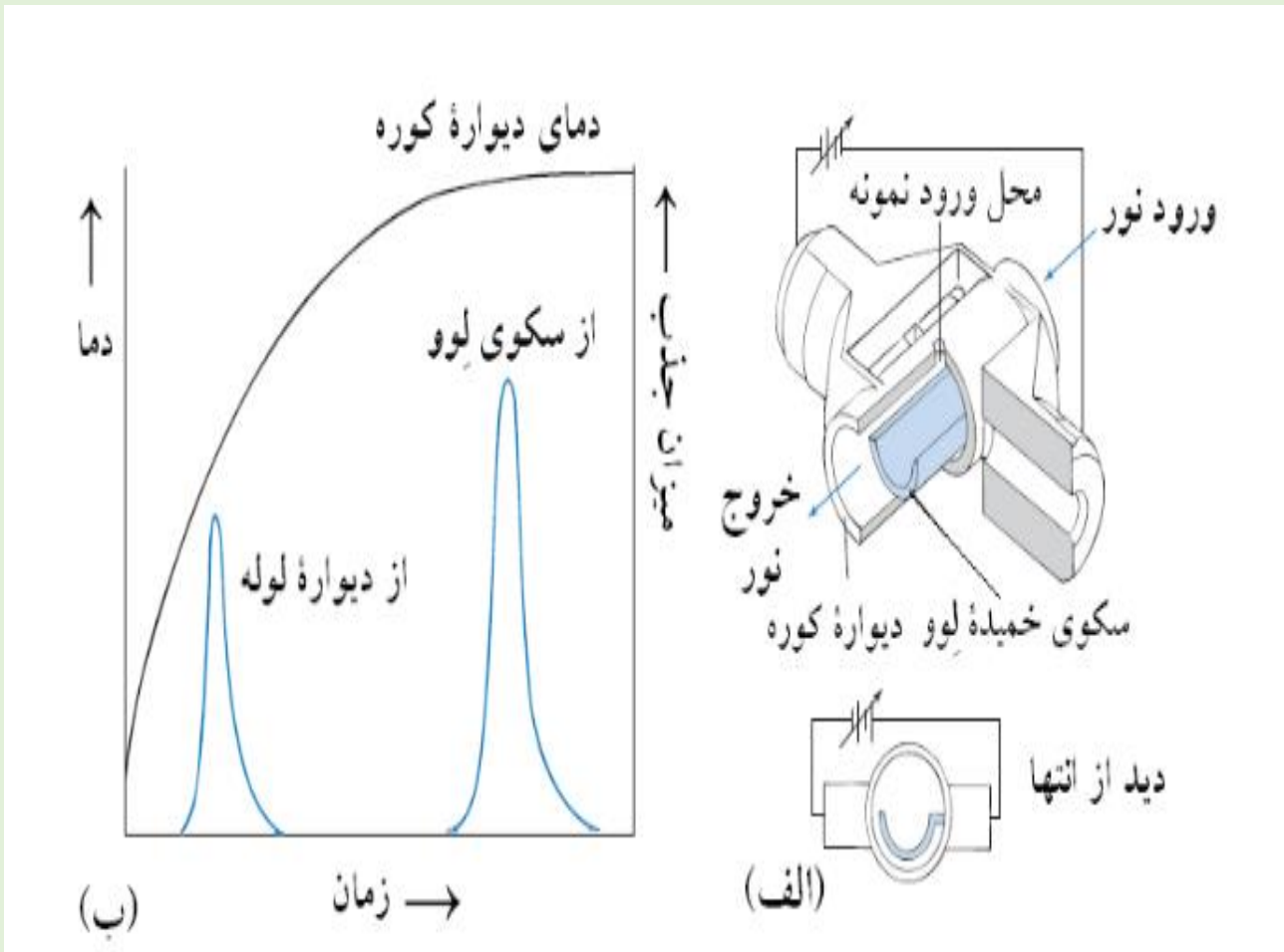
اتمیزاسیون الکتروترمال

در طول اتمیزاسیون الکتروترمال، یک نمونه برای رسیدن به اتمیزه شدن از سه فاز عبور می کند. ابتدا نمونه در دمای پایین خشک می شود. سپس نمونه در یک کوره گرافیت خاکستر می شود (که در زیر به آن پرداخته می شود)، به دنبال آن یک افزایش سریع دما در داخل کوره که در آن نمونه به بخار حاوی اتم های نمونه تبدیل می شود. جذب در بالای سطح گرم شده که در آن نمونه اتمیزه شده است اندازه گیری می شود.

❖ اتمایز کردن الکتریکی (GF): نمونه داخل بوته گرافیتی واقع و با عبور جریان الکتریکی گرم می شود.



آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)





اساس اندازه گیری

- ✓ تزریق محلول نمونه به داخل یک لوله گرافیتی
- ✓ گرم شدن چند مرحله ای لوله ی گرافیتی طی یک برنامه حرارتی
- ✓ تبخیر نمونه و تشکیل بخار اتمی از فلز مورد نظر
- ✓ جذب نور هالوکاتد توسط بخار اتمی
- ✓ تعیین غلظت فلز بر اساس میزان جذب نور هالوکاتد



برنامه حرارتی دستگاه جذب اتمی

حدود ۹ مرحله برنامه دمایی

۴ مرحله دمایی اصلی :

الف - **Drying** خشک کردن ۸۵ درجه سانتی گراد

ب - **Ashing** سه بار تکرار خاکسترگیری (کربن خارج شود) ۴۰۰ درجه سانتی گراد

ج - **Atomizing** اتمایز (افزایش ناگهانی دما) ۲۱۰۰ - ۴۰۰ درجه سانتی گراد

د - **cooling** (تمیز و خنک شدن) حدود ۲۶۰۰ درجه سانتی گراد

نکات مورد توجه در کار با اتمیک کوره

محلول ها :

1. رسیدن استاندارد ها به دمای محیط ، قبل از تزریق
2. تهیه روزانه استانداردهای کاری ، بدلیل غلظت پایین آنها

دستگاهی :

1. بررسی وضعیت سالم بودن لوله گرافیتی و موقعیت صحیح آن
2. تنظیم عبور نور هالوکاتد لامپ از داخل لوله گرافیتی از طریق پیچ های حرکت دهنده لوله گرافیتی یا پیچ های لامپ
3. روشن کردن هود بالای دستگاه
4. تمیز کردن گرافیت تیوپ و نوک سمپلر توسط نرم افزار
5. استفاده از ویال های اسید واش شده کاملا تمیز و خشک
6. تنظیم دقیق ورود نوک اتو سمپلر به داخل گرافیت تیوپ
7. تعیین محدوده غلظتی استانداردهای کالیبراسیون



تعیین محدوده خطی **Linearity**

خطی بودن منحنی کالیبراسیون نشان دهنده توانایی روش در بدست آوردن نتایج متناسب با غلظت است

تعیین محدوده غلظتی استانداردهای کالیبراسیون :

مرحله اول : شناسایی محدوده خطی شدن نسبت **dose/response** به کمک اطلاعات موجود در دفترچه فنی و تجربی

مرحله دوم : ساخت استانداردهای کالیبراسیون بر اساس غلظت مورد انتظار آنالیت

هر یک از استانداردها حداقل ۲ و ترجیحا ۳ بار باید تعیین مقدار شوند و میانگین آنها در رسم منحنی استفاده شود.

آنالیز فلزات سنگین با جذب اتمی (شعله و کوره)

ساخت استانداردهای کالیبراسیون بر اساس غلظت مورد انتظار آنالیت در محلول در محلول نمونه برای شناسایی محدوده خطی شدن

| | | |
|---------------------------|--------|-----------------------------------|
| 0.5 _ 3 ppb | دفترچه | } مثلا در این محدوده خطی دیده شده |
| 5 _ 10 _ 20 _ 50 ppb | تجربی | |
| 100 _ 200 _ 300 _ 400 ppb | تجربی | |

ساخت استانداردهای کالیبراسیون بر اساس غلظت مورد انتظار آنالیت در محلول نمونه
Expected Value 10 ppb
رنج کالیبراسیون بسته به نوع نمونه متغیر است
انتظار داریم غلظت در نمونه ۲ باشد
پس باید از منحنی 0.5 _ 1 _ 2 _ 3 استفاده کنیم .