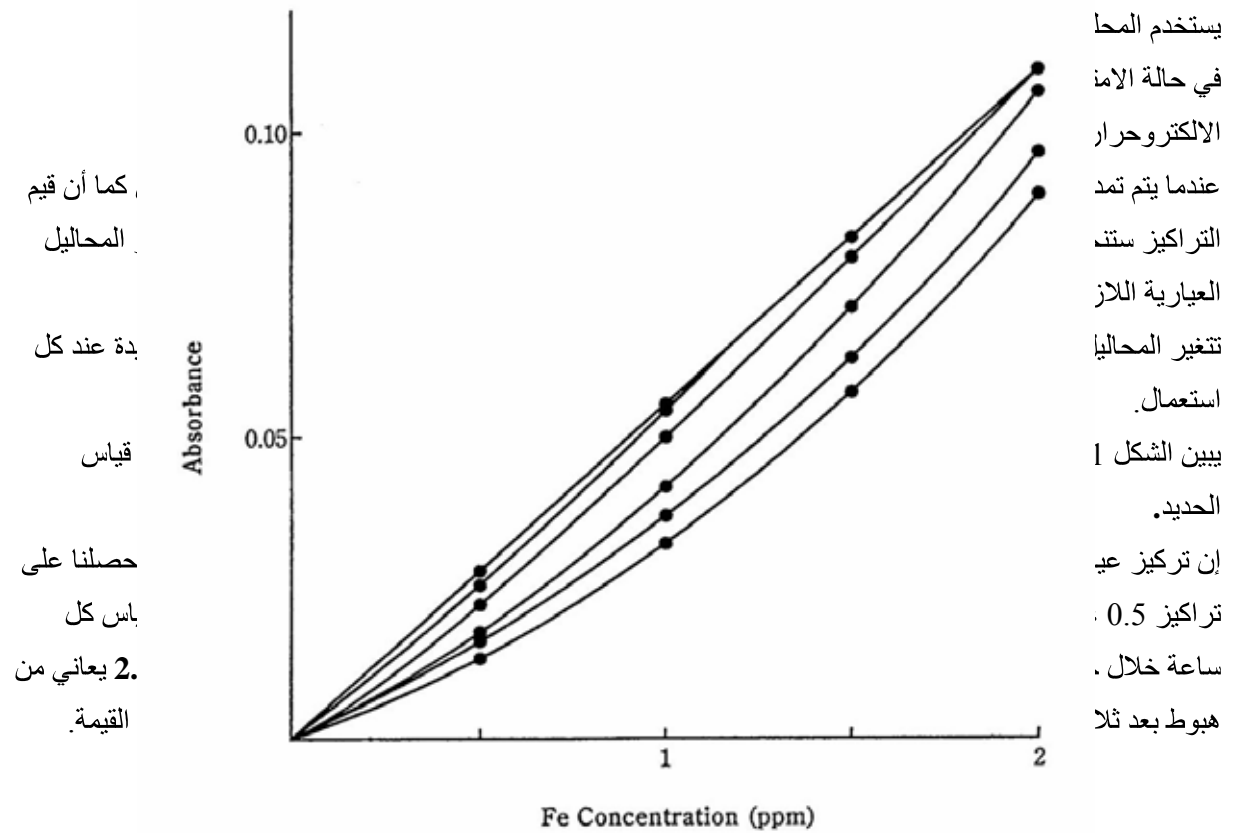


3. العينة القياسية

3.1 عياري التخزين

إن العينات القياسية المستخدمة في الامتصاص الذري هي عبارة عن معادن أو أملاح منحلّة في حمض. عندما يتم تخزينها لفترة طويلة فإنها تترسب، أو تُمتص من قبل جدران العبوة الحاوية نتيجة للهيدروكسيد أو الكربونات الناتجة و بالتالي يتغير تركيزها. إن المحاليل القياسية المتوفرة في الأسواق تكون مجهزة بحث تكون متوافقة مع نظام اختبار للمحاليل القياسية. يكون هذا النظام نظام معياري ويكون عبارة عن حمض أو أساس. تكون فترة الضمان و التي هي عبارة عن سنة أو سنتين ظاهرة على العبوة و يجب أن يتم استعمال المحاليل خلال هذه الفترة. يكون عياري التخزين (المحضر حسب طريقة قياسية) محلول عالي التركيز حمضي أو قلوي حاوي على معدن بتركيز من رتبة 1 ملغ في اللتر. على أي حال لا ينصح باستخدام المحاليل بعد فترة أكثر من سنة. تجنب عند تخزين المحلول القياسي تعريضه لأشعة الشمس و قم بحفظه في مكان بارد.

3.2 المحلول القياسي (العياري) لمنحي المعايرة



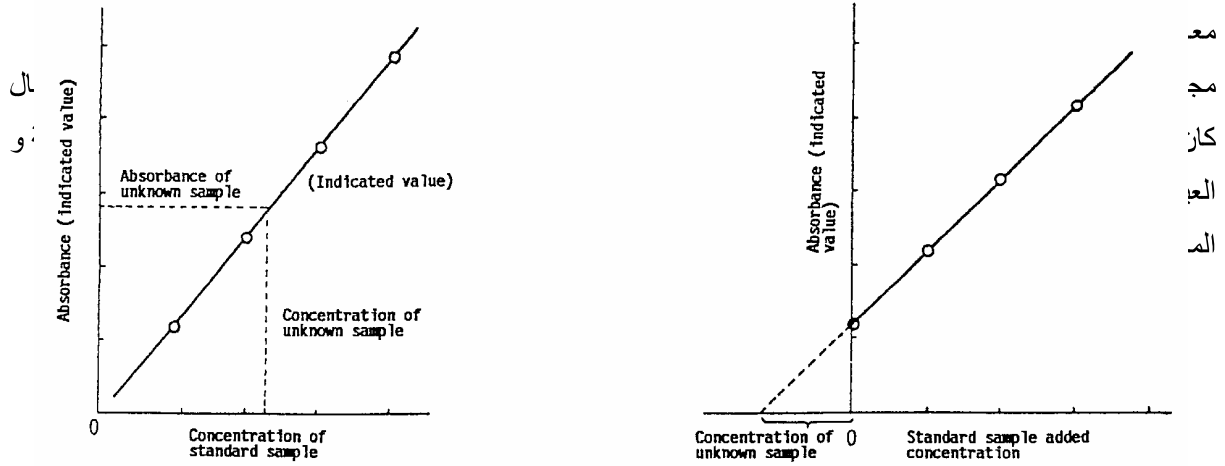
شكل 3.1 التغير في عينة عيارية للحديد

4. تحضير منحني المعايرة و طريقة التحديد (القياس)

يقوم سبيكتروفوتوميتر الامتصاص الذري بقياس العينة بالاعتماد على حقيقة أن تركيز العينة يتناسب مع امتصاصية الضوء في مرحلة التذرية. هناك طريقتان للقياس هما (1) طريقة منحني المعايرة و (2) طريقة إضافة المحلول العياري. يكون منحني المعايرة في سبيكتروفوتوميتر الامتصاص الذري بشكل عام خطياً في حالة التراكيز المنخفضة، لكنه يصبح منحنيًا لعدة أسباب في حالة التراكيز العالية مما يؤدي لظهور بعد الأخطاء. بالتالي، ينصح باستخدام المنطقة التي تكون فيها التراكيز خطية تماماً.

4.1 طريقة منحني المعايرة

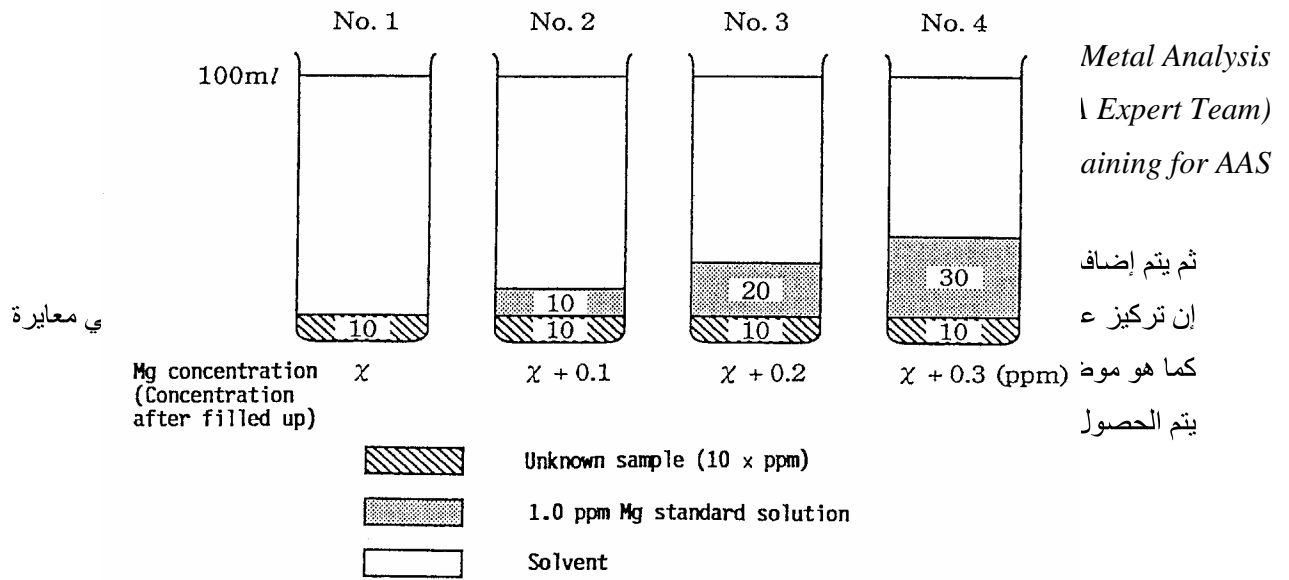
يتم في البداية قياس عدة عينات معلومة التركيز (ثلاث محاليل أو أكثر بتراكيز مختلفة) فبذلك يكون قد تم تحضير منحني



شكل 4.1 منحني المعايرة

4.2 طريقة إضافة المحلول العياري

يتم تحضير عدة عينات من العينة المجهولة بكميات متساوية (أربعة أو أكثر)، و يتم إضافة محاليل قياسية معلومة و مختلفة التراكيز. يتم قياس امتصاصيات هذه السلسلة من العينات. يتم رسم منحني المعايرة المعبر عن العلاقة بين الامتصاصية و تركيز محلول المعايرة كما هو موضح في الشكل 4.1 (2). يتم إيجاد التركيز بالاستقراء حيث أن البعد بين مركز الاحداثيات و نقطة تقاطع منحني التركيز مع المحور x يمثل تركيز العينة المجهولة. يبين الشكل 4.2 كيفية تحضير العينات بطريقة إضافة المحلول العياري. نحضر أربع بوالين معايرة حجم 100 مل و نضع 10 مل من العينة المجهولة من Mg بتركيز من رتبة 100 ppm في كل بالون. نضع 0 ، 10 ، 20 ، 30 مل في كل بالون من المحلول القياسي لل Mg ذو التركيز 1.0 ppm.



شكل 4.2 تحضير المحلول المعياري بطريقة إضافة المحلول المعياري

إن ميزة هذه الطريقة أنها تنقص أخطاء التحليل الناتجة عن مختلف التداخلات الناشئة عن اختلاف التركيب. بما أن تركيب منحنى المعايرة قريب من العينة، فيملك منحنى المعايرة خطية جيدة حتى في منطقة التراكيز المنخفضة كما أنه يمر في نقطة الصفر. أما إذا كان هناك اختلاف في التركيب فيحصل خطأ.

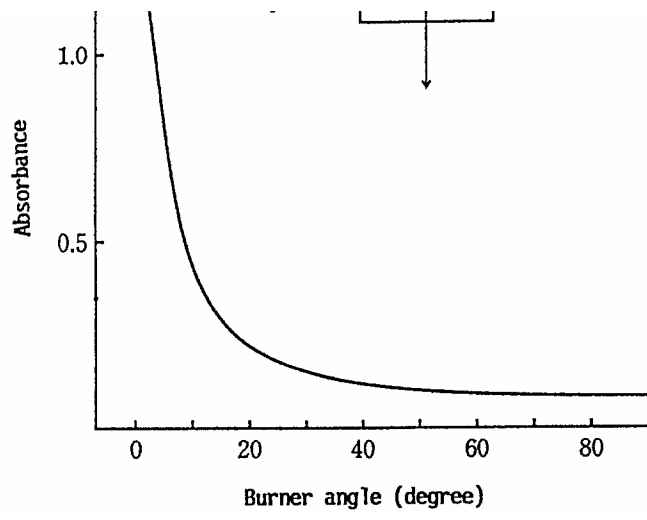
4.3 تركيز منحنى المعايرة

يعتبر المجال الذي يكون فيه منحنى المعايرة خطياً في سبيكتروفوتوميتر الامتصاص الذري هو المجال حتى امتصاصية 0.5 و يفضل أخذ الامتصاصية 0.3 أو أقل لإعطاء بعض الانزياح. في الوقت الحالي، يعبر عن حساسية الامتصاص بقيمة 1% امتصاصية (0.0044 Abs) أو بقيمة حد الكشف لسبيكتروفوتوميتر الامتصاص الذري. إن قيمة الامتصاصية 1% هي تركيز العينة الذي يعطي امتصاصية 0.0044 أما قيمة حد الكشف فهو تركيز العينة التي تعطي إشارة أوسع بمرتين من عرض الضجيج.

بما أن حساسية 1% امتصاص تقابل 0.004 Abs. فإنه عندما تحضير منحنى المعايرة يجب أن يكون أدنى تركيز للعينة في منحنى المعايرة هو عشرة إضعاف من التركيز المقابل ل حساسية الامتصاص 1% و أن يكون أكبر تركيز للعينة في منحنى المعايرة هو 70 إلى 80 ضعف و يكون المجال الأمثل للتركيز هو الممتدة على منحنى المعايرة في المنطقة المقابلة لامتصاصية بين 0.004 و 0.3. لو أخذنا الكاديوم Cd كمثال فإن مجال التراكيز في منحنى المعايرة هي بين 0.12 و 0.96 ppm، لأن قيمة 1% امتصاصية في طريقة الامتصاص الذري باللهب هي 0.012 ppm كما هو موضح في الجدول 4.1.

عندما يتم تحديد مجال التراكيز في منحنى المعايرة بالاعتماد على قيمة حد الكشف، فإن مجال التركيز في منحنى المعايرة يكون حوالي 1000 مرة من حد الكشف، لأن قيمة حد الكشف تساوي حوالي 1/10 إلى 1/20 من قيمة 1% امتصاصية. عندما يكون تركيز عينة مجهولة اصغر من مجال التركيز في منحنى المعايرة المحضر حسب هذه الطريقة، يتم اللجوء إلى طريقة الامتصاص الذري الالكتروحراري لأن التركيز المقابل لتحديد 1% امتصاصية في طريقة الامتصاص الذري باللهب يساوي خمس مرات من التركيز المقابل لتحديد 1% امتصاصية في طريقة الامتصاص الذري الالكتروحراري على الرغم من أن الدقة تقل. عندما يكون تركيز العينة المجهولة أكبر من مجال التركيز، فإنه يتم ضبط زاوية الحارق إلى

رق و الحساسية. إذا كانت
شربن ضعف من الحالة



حساسية أدنى في طريقة الا
زاوية الحارق 90 درجة ما
المعتادة.

شكل 4.3 العلاقة ما بين زاوية الحارق و الحساسية

جدول 4.1 قيمة 1% امتصاصية في طريقتي الامتصاص الذري باللهب و الالكتروحراري

Element	Analysis line wavelength (nm)	Flame atomic absorption		Electro-thermal atomic absorption	
		Gas type	1% absorption concentration (ppm)	1% absorption concentration (ppb) Low	1% absorption concentration (ppb) High
Ag	328.1	Air-C ₂ H ₂	0.04		
Al	309.3	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.63	0.5	0.14
As	193.7	Ar-H ₂	0.4	1.0	0.22
Au	242.8	Air-C ₂ H ₂	0.2	0.48	
B	249.7	N ₂ O-C ₂ H ₂	12		
Ba	553.5	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.25		
Be	234.9	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.025		
Bi	223.1	Air-C ₂ H ₂	0.25	0.55	
Ca(1)	422.7	Air-C ₂ H ₂	0.06	0.06	
Ca(2)	422.7	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.02		
Cd	228.8	Air-C ₂ H ₂	0.012	0.02	0.005
Co	240.7	Air-C ₂ H ₂	0.06	0.28	0.07
Cr	357.9	Air-C ₂ H ₂	0.08	0.10	0.05
Cs	852.1	Air-C ₂ H ₂	0.03		
Cu	324.7	Air-C ₂ H ₂	0.04	0.20	0.05
Dy	421.2	N ₂ O-C ₂ H ₂	1.0		
Er	400.8	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.8		
Eu	459.4	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.5		
Fe	248.3	Air-C ₂ H ₂	0.08	0.19	0.12
Ga	287.4	Air-C ₂ H ₂	1.3		
Gd	368.4	N ₂ O-C ₂ H ₂	30		
Ge	265.1	N ₂ O-C ₂ H ₂	1.7		
Hf	307.3	N ₂ O-C ₂ H ₂	16		
Hg	253.7		0.14		
Ho	410.4	N ₂ O-C ₂ H ₂	1.2		
Ir	208.8	Air-C ₂ H ₂	1.4		
K	766.5	Air-C ₂ H ₂	0.012	0.03	
La	550.1	N ₂ O-C ₂ H ₂	70		
Li	670.8	Air-C ₂ H ₂	0.03		
Lu	360.0	N ₂ O-C ₂ H ₂	12		
Mg	285.2	Air-C ₂ H ₂	0.0035	0.02	
Mn	279.5	Air-C ₂ H ₂	0.028	0.15	0.02
Mo	313.3	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.5		0.5
Na	589.0	Air-C ₂ H ₂	0.005	0.02	0.004
Nb	334.9	N ₂ O-C ₂ H ₂	30		
Ni	232.0	Air-C ₂ H ₂	0.08	0.40	0.16
Os	290.9	N ₂ O-C ₂ H ₂	1.5		
Pb(1)	217.0	Air-C ₂ H ₂	0.1		
Pb(2)	283.3	Air-C ₂ H ₂	0.25	0.29	0.13
Pd	247.6	Air-C ₂ H ₂	0.09		
Pr	495.1	N ₂ O-C ₂ H ₂	30		

		Flame atomic absorption		Electro-thermal atomic absorption	
Pt	265.9	Air-C ₂ H ₂	1.3	0.35	
Rb	780.0	Air-C ₂ H ₂	0.06		
Re	346.0	N ₂ O-C ₂ H ₂	12		
Ru	349.9	Air-C ₂ H ₂	0.6		
Sb	217.6	Air-C ₂ H ₂	0.33	1.6	0.25
Sc	391.2	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.5		
Se	196.0	Ar-H ₂	0.5	0.7	0.28
Si	251.6	N ₂ O-C ₂ H ₂	1.3		0.57
Sm	429.7	N ₂ O-C ₂ H ₂	15		
Sn(1)	224.6	Air-C ₂ H ₂	2.0		2.0
Sn(2)	286.3	Air-C ₂ H ₂	5.0	5.5	
Sn(3)	224.6	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.8		
Sn(4)	286.3	N ₂ O-C ₂ H ₂	2.0		
Sr	460.7	Air-C ₂ H ₂	0.06		
Ta	271.5	N ₂ O-C ₂ H ₂	15		
Tb	432.6	N ₂ O-C ₂ H ₂	12		
Te	214.3	Air-C ₂ H ₂	0.3	2.1	
Ti	364.3	N ₂ O-C ₂ H ₂	1.8	2.1	
Tl	276.8	Air-C ₂ H ₂	0.3		
V	318.4	N ₂ O-C ₂ H ₂	1.0	1.3	
W	255.1	N ₂ O-C ₂ H ₂	8.0		
Y	410.2	N ₂ O-C ₂ H ₂	3.0		
Yb	398.8	N ₂ O-C ₂ H ₂	0.1		
Zn	213.9	Air-C ₂ H ₂	0.011	0.03	
Zr	360.1	N ₂ O-C ₂ H ₂	15		
As(H)	193.7	Air-C ₂ H ₂	0.06		
Bi(H)	223.1	Air-C ₂ H ₂			
Sb(H)	217.6	Air-C ₂ H ₂	0.12		
Se(H)	196.0	Air-C ₂ H ₂	0.25		
Sn(H)	286.3	Air-C ₂ H ₂			
Te(H)	214.3	Air-C ₂ H ₂			

5. التداخلات في سبيكتروفوتوميتر الامتصاص الذري

تصنف التداخلات في سبيكتروفوتوميتر الامتصاص الذري بشكل عام إلى : تداخلات طيفية، تداخلات فيزيائية، و تداخلات كيميائية.

إن سبب التداخلات الطيفية هو الأجهزة و خواص اللهب. تحصل هذه التداخلات عندما لا يكون بالإمكان فصل الخط الطيفي المستخدم للتحليل عن بقية الخطوط المجاورة بشكل كامل، أو عندما تقوم مواد أخرى غير الضباب الذري للعنصر المراد تحليله و الذي تم إنتاجه في اللهب بامتصاص خط الطيف المستخدم للتحليل .

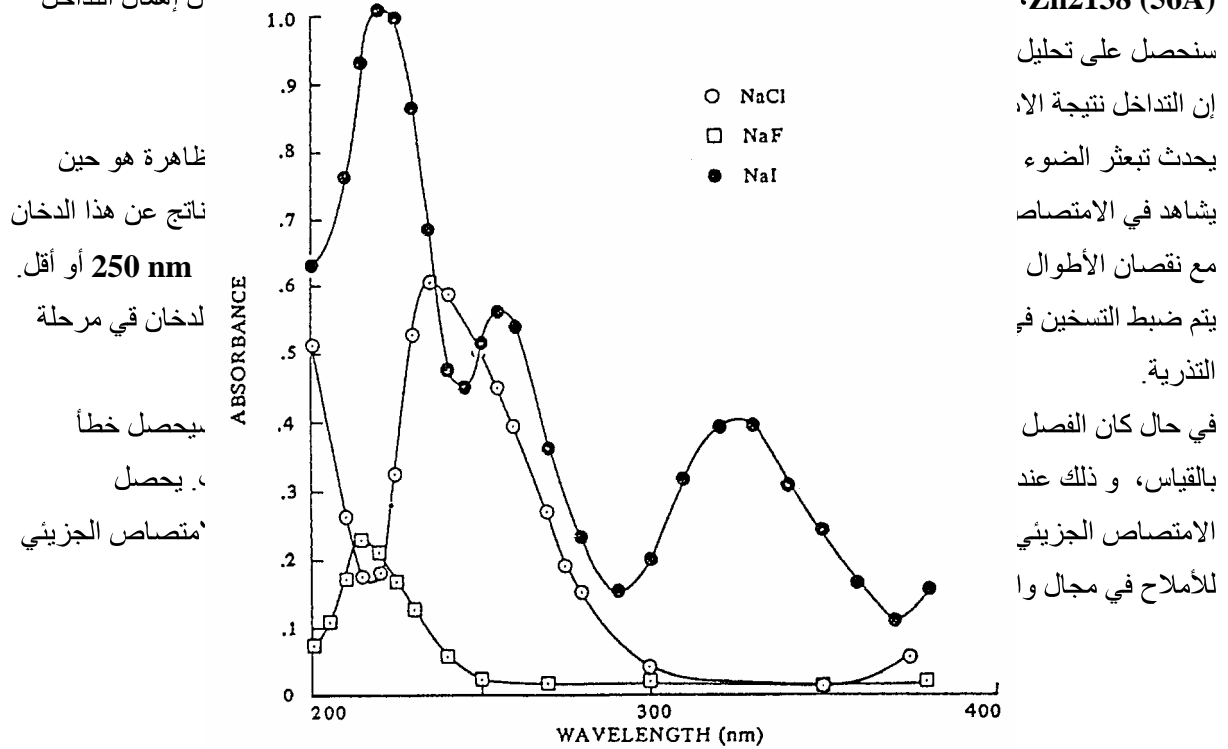
تنتج التداخلات الفيزيائية عن خلل في إدخال العينة إلى اللهب نتيجة لظروف فيزيائية كلزوجة العينة أو توترها السطحي.

إن التداخلات الكيميائية تتعلق بالعينة و العنصر بحد ذاتهما. تحصل هذه التداخلات عندما تنتشر الذرات في اللهب، أو عندما تتفاعل الذرات مع مواد معينة فتنتج مركبات صعبة التفكك. و بالتالي، ينخفض عدد الذرات الموجودة بالحالة الخاملة التي تساهم في الامتصاص.

5.1 التداخلات الطيفية و طريقة تصحيحها

تنتج التداخلات الطيفية عن الحزمة الذرية أو عن الامتصاص الجزيئي. تظهر تداخلات الحزمة الذرية عندما يتداخل خط طيفي خاص بقياس ما مع خطوط طيفية مجاورة .

تظهر هذه التداخلات في حال ظهور أطيف المكونات الأخرى عند قياس العنصر الهدف مثل **Eu3247 (530A)** ل **Cu3247 (540A)** أو **V2506 (905A)** ل **Si2506 (899A)**. التداخلات من هذا النوع ليسا تداخلات عامة و يمكن تجنبها باختيار الخط الطيفي الذي لا يظهر فيه تداخلات. تظهر إعاقة عند قياس **Fe2138 (589A)** في حال وجود **Zn2138 (56A)**،



شكل 5.1 الامتصاص الجزيئي من قبل مركبات الصوديوم

في حال قياس عنصر ذو خط طيفي في مجال الأطوال الموجية الظاهرة في الشكل 5.1، يتم قياس مجموع الامتصاص الذري و الامتصاص الجزيئي مما يعطي خطأ إضافي. يكون هكذا امتصاص جزيئي في حالة الامتصاص الذري بطريقة اللهب متناسب مع تركيز الأملاح كنسبة مئوية، أي يكون متناسب مع تركيز الأملاح كعدة مئات من ال ppm .

يدعى الامتصاص الجزيئي بامتصاص الخلفية، و ما تقوم بقياسه اللبنة المفرغة المهبطية هو مجموع الامتصاص الذري و امتصاص الخلفية. في حال كان بالامكان قياس امتصاص الخلفية بطريقة ما، فإنه يمكن الحصول على الامتصاص الذري فقط بطرح القيمتين المقاستين.

يمكن تصحيح الخلفية بالطرق التالية.

طريقة استخدام خط مجاور

عند طول موجة مزاحة قليلاً عن خط التحليل للعنصر المطلوب، يحصل امتصاص الخلفية، بينما لا يحصل الامتصاص الذري. و بالتالي، في حال وجود لبنة مهبطية مفرغة أخرى، تعطي خط طيفي قريب مزاح بمقدار 5nm من طول موجة العنصر المطلوب، عندئذ يمكن قياس فقط امتصاص الخلفية. و هذه هي الطريقة باستخدام خط مجاور.

لا يمكن دوماً الحصول على لبنة مهبطية مفرغة تعطي ضوء قوي مع انزياح بحدود 5nm. و حتى لو تمكنا من الحصول عليها، هنالك محدودية حيث أنه قد يحدث امتصاص ذري عند طول الموجة هذه. تستخدم الطريقة المعتمدة على استخدام منبع ضوئي مستمر، و المذكورة لاحقاً، كطريقة قياسية لتصحيح الخلفية. حيث يمكن الحصول على تصحيح عالي الدقة بسبب عدم وجود مثل هذه المحدودية.

طريقة استخدام منبع ضوئي مستمر

يمكن الحصول على تصحيح خلفية عالي الدقة في حال استخدام منبع ضوئي، كلبنة الديتيريوم، يعطي باستمرار ضوء بأطوال موجية في المجال 190nm إلى 430nm.

في الوقت الذي يتم فيه ضبط طول الموجة الخارجة من المطياف على طول موجة العنصر المطلوب، يمكن ملاحظة حزمة موجية عريضة في ضوء لبنة الديتيريوم.

كما ذكر سابقاً يحصل الامتصاص الجزيئي في مجال أطوال موجية واسع، و بالتالي يحصل الامتصاص ضمن مجال لبنة الديتيريوم أيضاً. يلاحظ حصول انخفاض في شدة الضوء. تمتص الذرة الهدف الضوء الموجود في مركز الأطوال الموجية فقط، و لا يحصل أي امتصاص على مسافة 100 انغستروم أو أكثر. بسبب شدة ضوء لبنة الديتيريوم فإن القسم الأعظم من الضوء لا يتم امتصاصه.

ما ذكر سابقاً يوضح أنه يمكن فقط قياس الامتصاص الجزيئي (امتصاص الخلفية) في حال استخدام لبنة ديتريريوم. و بالتالي، يمكن قياس الامتصاص الذري بالطرح من الامتصاص الذي تم من اللبنة المهبطية المفرغة (مجموع الامتصاص الذري و امتصاص الخلفية).

طريقة العكس الذاتي

يعتمد تصحيح الخلفية بطريقة العكس الذاتي على لبنة مهبطية مفرغة من أجل العكس الذاتي (200-38456-XX) و تشغيل اللبنة بتزويدها بتيار مرتفع مع تيار منخفض.

يوضح القسم A في الشكل 5.2 موجة تيار اللبنة حيث يضبط تيار مرتفع I_H على مجال بين 300 ميلي أمبير إلى 600 ميلي أمبير و تيار منخفض I_L على 60 ميلي أمبير أو أقل. و يتم تشغيل اللبنة بتواتر 100 هرتز.

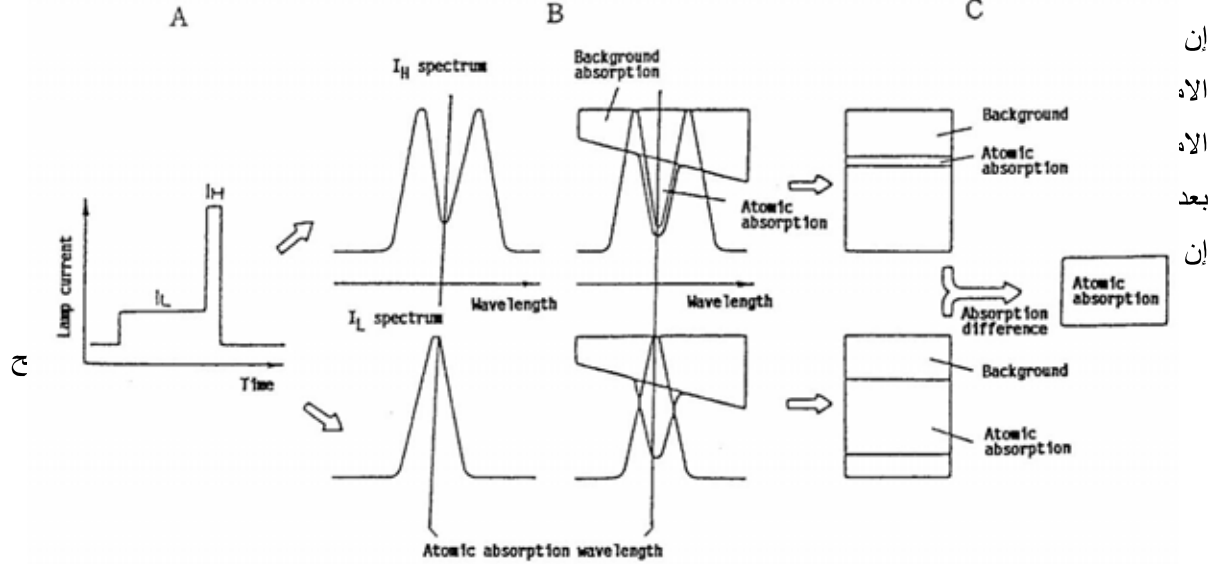
إن الطيف الناتج عن اللبنة بتيار مرتفع I_H يعطي قمتين (عكس ذاتي) مع مركز منخفض كما هو واضح في أعلى يسار القسم B من الشكل 5.2. هذا ناتج عن الامتصاص الداخلي من قبل الكثير من الغيوم الذرية المتبعثرة من اللبنة المهبطية المفرغة كانتشارت نصف عرضية.

بما أن الامتصاص الذري يحدث عند مجال ضيق من الأطوال الموجية حوالي 10^{-2} انغستروم من مركز الامتصاص، لا يملك خط التحليل المسبب للعكس الذاتي ضوء في منطقة طول موجة الامتصاص. و يحصل الامتصاص الذري بصعوبة

كما يظهر في أعلى يمين القسم B من الشكل 5.2

يحصل امتصاص الخلفية متضمناً الامتصاص الجزيئي و التبعثر في منطقة أطوال موجية عريضة. يحصل امتصاص

مرحلة عند خط التحليل المسبب للعكس الذاتي. انظر الشكل 5.2. انظر الشكل 5.2. انظر الشكل 5.2.



شكل 5.2 مبدأ طريقة تصحيح الخلفية حسب العكس الذاتي

5.2 التداخلات الفيزيائية

يحصل خطأ في قيمة التحاليل بسبب الخواص الفيزيائية للعينة متضمنة اللزوجة و التوتر السطحي حيث تختلف بين العينة القياسية و العينات. يؤثر اختلاف الخواص الفيزيائية في حالة الامتصاص الذري باللهب على كمية الغمامة و على معدل توليد الغمامة و على حجم جزيئات الغمامة.

يعتمد أثر المذيبات العضوية على الظاهرة السابقة.

عندما يذاب المعدن المطلوب قياسه في **4-methyl-2-pentanone** ، أو في **acetic acid-n-butyl** أو في أي مذيبات عضوية أخرى، تزداد الحساسية مرتين إلى ثلاث مرات منها في حالة الماء.

في حالة الامتصاص الذري الالكترودحراري بسبب الاختلاف في الخواص الفيزيائية اختلافاً في انتشار العينة أو ترسيبها في الأنبوب الغرافيتي. عندما تكون اللزوجة عالية، يبقى قسم من العينة في الممص أو في الأنبوب الشعري مما يؤدي إلى خطأ في التحليل.

يستخدم من أجل التصحيح عينة قياسية ذات تركيب مشابه لتركيب العينة. هنالك العديد من الطرق لاستخلاص و فصل العنصر الهدف، لكن أسهل طريقة هو قياسها بطريقة إضافة المحلول العياري.

5.3 التداخلات الكيميائية و طريقة تصحيحها

إن العينات التي تدخل إلى اللهب تتحول إلى ذرات بالحرارة لكن قسم منها يتشرد. بما أن الامتصاص الذري يقيس كمية الذرات الحرة، فإن التشرد (تداخل سالب) يسبب نقصان بالامتصاصية. يدعى ذلك بتداخل التشرد، تزداد در

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل

لأن المغنيزيوم يتفاعل م

مثال أخير التداخل الناتج

المحلول ينتج مركبات ه

سهلة الحدوث في حالة ن

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل

لأن المغنيزيوم يتفاعل م

مثال أخير التداخل الناتج

المحلول ينتج مركبات ه

سهلة الحدوث في حالة ن

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل

لأن المغنيزيوم يتفاعل م

مثال أخير التداخل الناتج

المحلول ينتج مركبات ه

سهلة الحدوث في حالة ن

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل

لأن المغنيزيوم يتفاعل م

مثال أخير التداخل الناتج

المحلول ينتج مركبات ه

سهلة الحدوث في حالة ن

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل

لأن المغنيزيوم يتفاعل م

مثال أخير التداخل الناتج

المحلول ينتج مركبات ه

سهلة الحدوث في حالة ن

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل

لأن المغنيزيوم يتفاعل م

مثال أخير التداخل الناتج

المحلول ينتج مركبات ه

سهلة الحدوث في حالة ن

العناصر Na, K, Cs

الحرارة لهب هواء-أستيليد

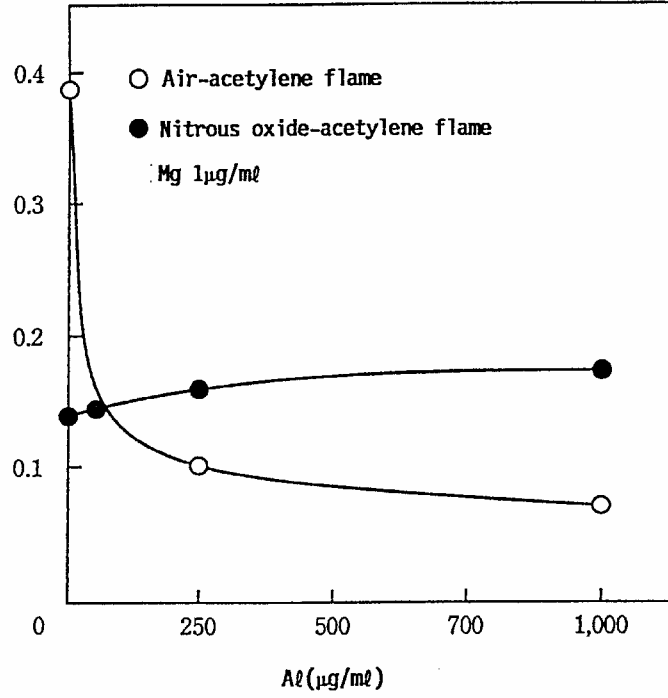
لفحص هذا التداخل يتم

تأثيرها عند مستوى معي

إن قسم من العينة التي ي

في المحلول تصبح مرك

أرضي قلوي بواسطة ل



شكل 5.3 تأثير الألمنيوم على المغنيزيوم

بما أنه تسخين العينة و تدريتها يتم في فراغ محدود في الأنبوب الغرافيتي في الامتصاص الذري الالكتروحراري فإن التداخلات الكيميائية تصبح هنا أكبر منها في حالة الامتصاص الذري باللهب. تصبح التداخلات أكثر تعقيداً و تختلف التفاعلات عن حالة الامتصاص الذري باللهب، لأن عملية التذرية تتم في وسط من الأرغون.

لفحص هذه التداخلات يتم إجراء الخطوات التالية في حالة الامتصاص الذري باللهب

1. التخلص من جميع أطيايف العناصر الأخرى و استخلاص العنصر الهدف باستخدام التبادل الشاردي و الاستخلاص بالمذيب.

2. إضافة كمية إضافية من العناصر المسببة للتداخل.

3. إضافة موانع تداخل.

4. طريقة إضافة المحلول العياري.

لفحص التداخلات الناتجة من المعادن الأرضية القلوية المذكورة سابقاً يتم إضافة كواشف كال Sr, La, EDTA أو غيرها من الكواشف الكلابية. يعتبر استخدام غاز أكسيد النتروز - أستيلين فعالاً للتأكد من التداخلات الناتجة من إنتاج مركبات صعبة التفكك حيث تكون درجة التداخلات أقل في حالة اللهب ذو درجة الحرارة العالية.

لفحص التداخلات في حالة الامتصاص الذري الالكتروحراري يتم إجراء ما يلي بنفس الطريقة التي تمت في حالة الامتصاص الذري باللهب.

1. تبادل شاردي استخلاص بالمذيب.

2. تكيف التركيبة أو تقنيات أخرى باستخدام طريقة إضافة المحلول العياري.

3. إضافة معدل التركيبة.

إن إضافة معدل التركيبة :

A. يزيد حساسية الامتصاص للعنصر المقاس في محلول مائي بسيط.

B. يتم استرداد الحساسية التي تتناقص كثيراً بوجود مواد مساعدة.

C. تحسين الحساسية أكثر من قبل، مع الوصول إلى تراكيز لبضعة ppm.

يوضح الجدول 3.1 أمثلة تطبيقية عن طريقة معدل الخلطة (التركيبة)

العنصر الهدف	معدل الخليط	ملاحظات
Cd	$\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 + \text{NH}_4\text{NO}_3$ $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4 + \text{HNO}_3$ $\text{Mg} (\text{NO}_3)_2$ $(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4 + \text{HNO}_3$ or $\text{Mg} (\text{NO}_3)_2$	ppb level OK with blood, serum and urine. Addition of F^- , SO_4 , PO_4 effective
Pb	$\text{Mg} (\text{NO}_3)_2$ $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ Pd , Pt (μg level)	Coexistence with NaCl , KCl , MgCl_2 , etc. prevents PbCl_2 sublimation Effective by alloying HNO_3 addition effective, high sensitivity attained by alloying
Hg	Sulfide + HNO_3 $\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}_2$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{Na}_2\text{S}$ Au , Pt , Pd (μg level) Se Organic acid (Succinic acid, tartaric acid)	Volatization prevention as HgS } For prevention of reduction vaporization } Volatization prevention by amalgamation Used for soil
T2	Pd , Pt , Ir $\text{La}(\text{NO}_3)_3$	Alloying Alloying
Bi	Pb	MIBK extract
Sn	$\text{Mg} (\text{NO}_3)_2$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ $\text{La} (\text{NO}_3)_3$	Use with ascorbic acid to prevent interference Effective by alloying

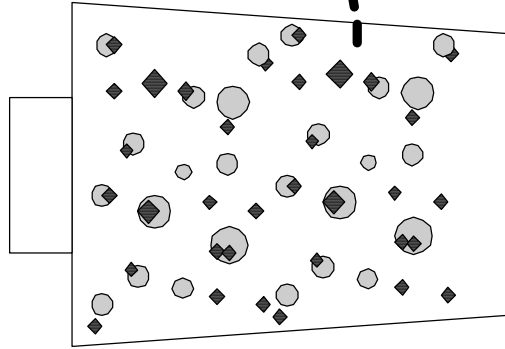
	K₂, WO₄, K₂MO₄	Sensitivity improves remarkably but chloride interference exists
	NH₄NO₃, (NH₄)₂C₂O₄	No chloride interference
Target element	Matrix modifier	Remarks
Se	Mg (NO₃)₂	Coexistence with Ni is effective (NiSe produced)
	Pd, Pt, Cu, Al, Ni	Particularly Pb good, PdSe produced
As	Pd best, Mo, Zr, Ba also good	Coexistence with Ni is effective
	La (NO₃)₃	Production of As₂O₆ seems to be effective
Sb	Cu best, Ni, Pt also effective	Alloying
	La (NO₃)₃	Alloying
Tl	Pd+HClO₄	Coexistence with ascorbic acid is effective, Pd checks TlCl production
	La (NO₃)₃	Alloying
In	Pd	Pd checks production of subliming InO
	La (NO₃)₃	Alloying
Ga	Ni	Ni checks GaO production and avoids inorganic matter interference
Zn	Succinic acid, oxalic acid	MaCl₂ produces ZnCl₂ and sublimes. Organic acid check it
P	La (NO₃)₃	Sensitivity improves by 6 times
Si, Al, Mn, Cu, Cd, Ba, Be, Cr	La (NO₃)₃	Effective with alloying

Sampling for metals analyses

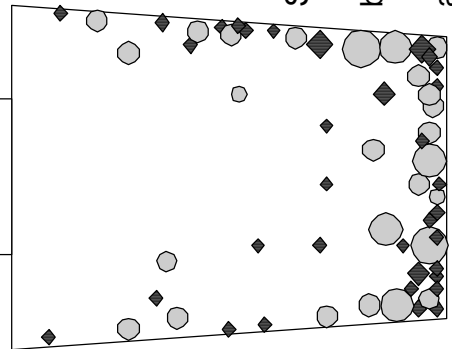
Collecting sample in bottle

Adding Acid
i.e. 10mL HNO₃ / 1L

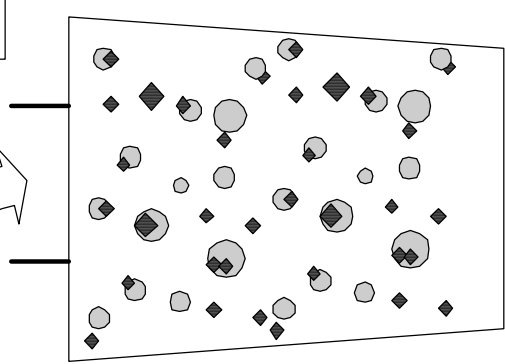
SS except metals
Suspended metals (solid)
Dissolved metals (liquid, ionized)
usually invisible



Time course



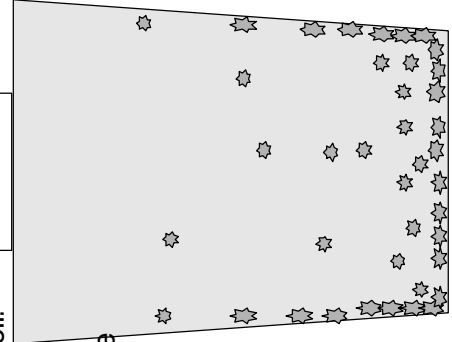
SS precipitate and adhere to the wall and bottom of the bottle.
(This makes an accurate analysis



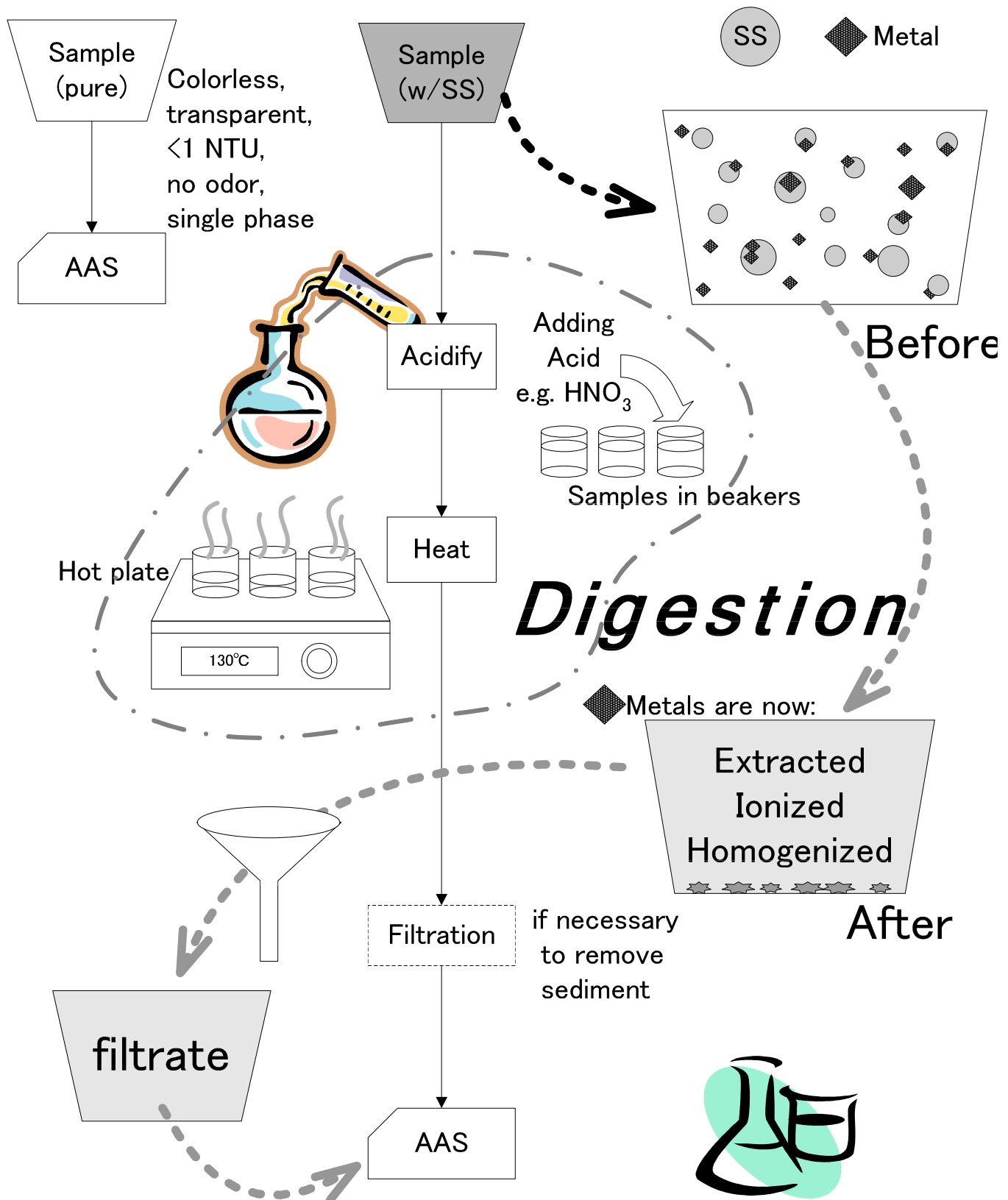
Generally, metals can be dissolved by acids

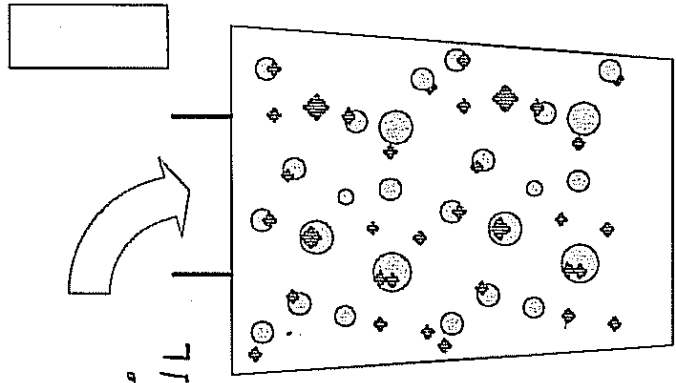
Most of suspended metals can be dissolve in liquid and preserved well.
SS may be decomposed by acid

This makes getting suitable sample easier for analyst.



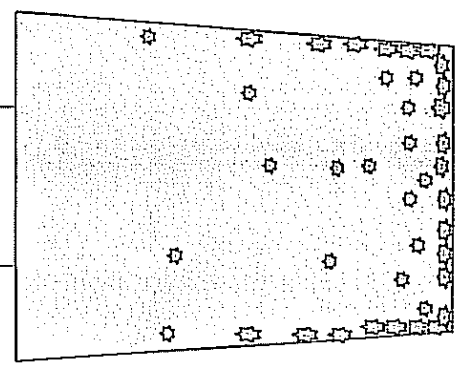
Pretreatment (preliminary treatment) for metals analyses





إضافة طحمت :
مثال : إضافة
10 ml HNO₃ / L

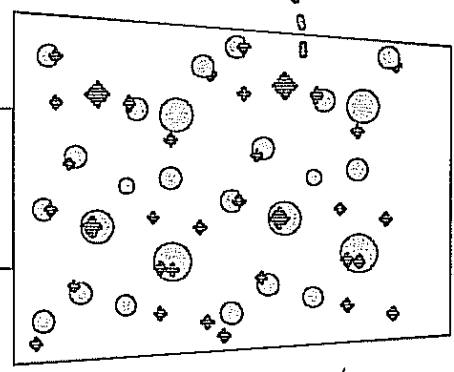
مكبلة عام عملية
المعادن بواسطة إضافة
الطحمت



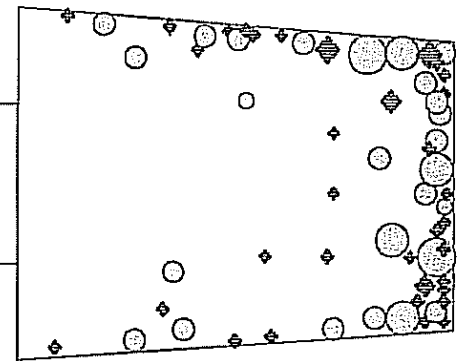
عينات معد أجل تحليل للمعادن

جرح لعينة في الزجاجة .

الجزئيات لعلاقة طبعها للمعادن
معادن صلبة وعلاقة
المعادن للتلوث غير متجانسة
سوائل لانت (سائلة أو غازية)



فترة زمنية

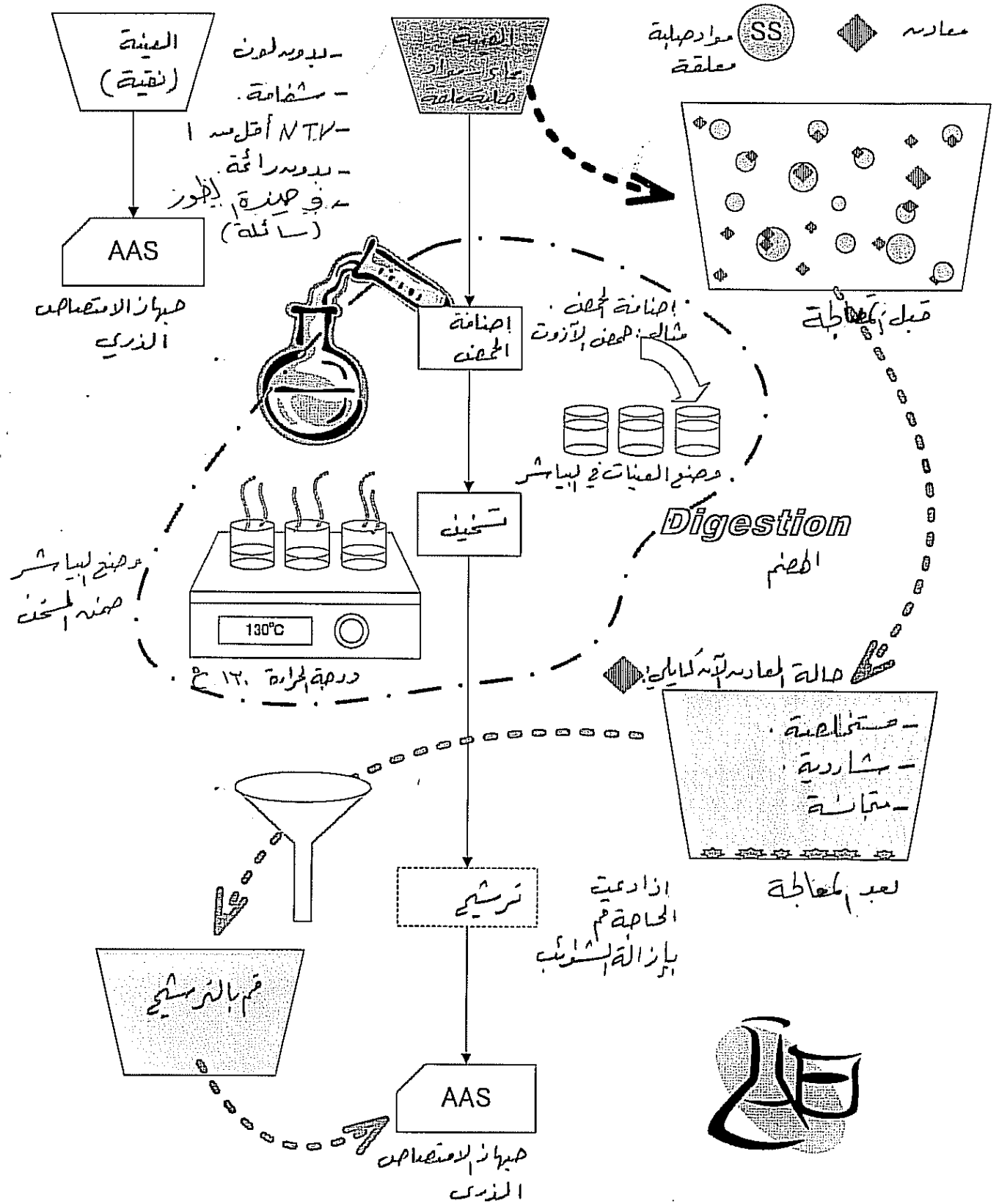


- تكون تحليل الجزئيات لعلاقة
في أسائل ، و مظهرها جيد .
- عملية تحليل الجزئيات لعلاقة
بواسطة طحمت .

- هذا يجعل الحصول على
عينة ناعمة أسهل
لمن يقدم بالتحليل

- تلصق جزئيات لعلاقة على
الجدار وتترسب في قاع الزجاجة .
- هذا يجعل الحصول على تحليل
دقيق صعبا .

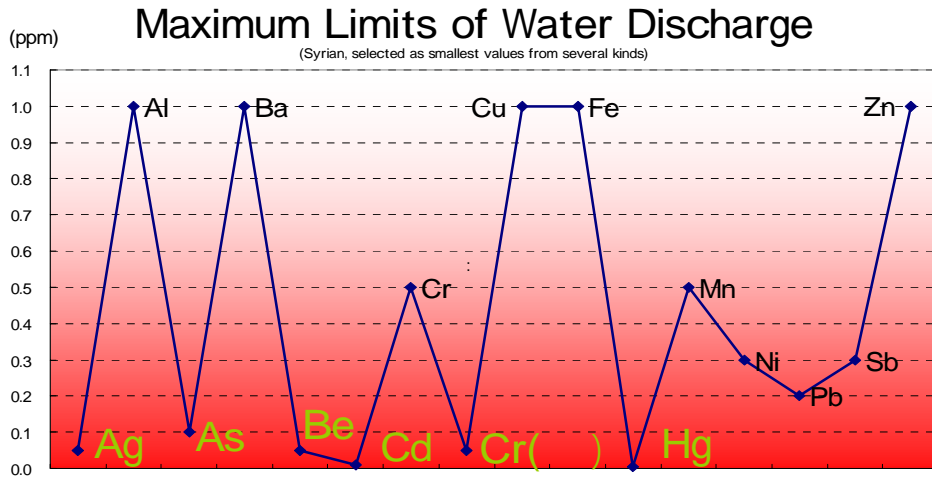
المعالجة الأولية من أجل تحليل لعاده



تتبع

Handling Toxins

1. Be Conscious



The easiest way to know the dangerous level of an element is to check its Maximum Limits of Water Discharge. If the limit is low, the element should have powerful influence on the environment or us. Toxicity depends on concentration. For example, even Al can affect if its concentration is high and you can't call 1/1,000,000ppb Cr() a toxin. But be careful that **Cd** and **Hg** are extremely dangerous even diluted.

The importance of consciousness is to prevent not only you but also others from toxins. If you leave apparatus contaminated by Hg, someone else may touch it. He may eat something by his bare hand and he may die. This is not an exaggerated example because something like this can happen anytime. **You must be conscious that you are risking others' life when you are handling toxins.** Follow instructions (O/M-3 ~ 5). And never drain them into sewage because people, animals, plants or other creatures are living as we are in the downstream regions.

2. Methods to handle

Let's consider how to dispose of waste. For example,

- 1) You get waste below the AAS. Where should you throw this out? This waste is from rinsing of the tip for the furnace and draining from the chamber for the flame. The tip for furnace sucks standards with acid but usually standards are already ppb level and it is rinsed by much amount of water, which means the water is not contaminated in a considerable level. As for drain from the flame system, Ba, Cu, Fe and Zn are only elements measured with flame. All of these elements are shown in the top level in the figure above and can be drained with concentration below 1ppm. Some of these elements

are prepared in about 5ppm but they should be diluted more than 5 times with other solutions or water from the furnace. The water from the flame system is acidified. In conclusion, The water from the furnace has little problems and the water from the flame is obviously acidified, accordingly The waste should be into the tank for acidified waste water. This is the way to decide the kind of waste.

2) Now you have 1ppm of Cu solution, which choice is the best to waste?

- a. Dispose of it into the “Heavy Metal” waste
- b. Dispose of it into the “Acidified Water” waste after dilution to make it less than 1ppm (Max. Limit)
- c. Dispose of it into the “Acidified Water” waste
- d. Dispose of it into the sewage after dilution to make it less than 1ppm

In this case, d. is not acceptable because Cu with less than 1ppm is not a problem but standard solutions are usually acidified. As for b. and c., if you put it into “Acidified Water”, it’ll be diluted anyway that means c. is preferred. When you can dispose of it to “Acidified Water”, you don’t have to increase the amount of “Heavy Metal” because it should be treated through more steps than “Acidified Water”. Thus, a. is not suitable.

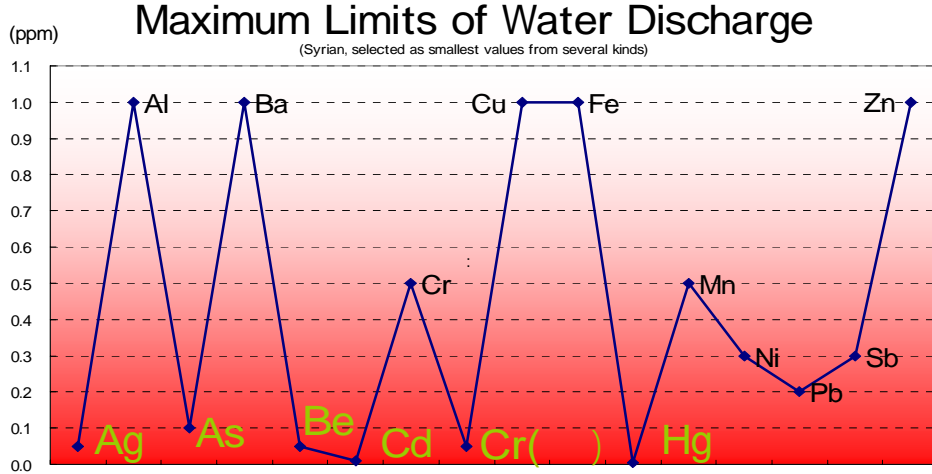
3) Now you have 100ppb of As solution, which choice is the best to waste?

- a. Dispose of it into the “Heavy Metal” waste
- b. Dispose of it into the “Heavy Metal” waste after dilution to make it less than 100ppb (Max. Limit)
- c. Dispose of it into the “Acidified Water” waste after dilution to make it less than 100ppb
- d. Dispose of it into the sewage after dilution to make it less than 100ppm

In this case, d. is definitely not acceptable because elements shown in the bottom part of the figure for Max. Limits (elements for the furnace method) are too dangerous unless it is diluted to a certain very low concentration to be safe and the solution is acidified. As for c., this idea is not wrong but it is better to distinguish elements for furnace from others that means it is not adequate in this case. As for b., if you put it into “Heavy Metal”, you should keep the amount of waste as little as possible. Accordingly, it is not correct. In conclusion, a. is the best choice after all. (See O/M manuals for “Handling Toxins”)

التعامل مع المواد السامة

1. كن حذراً



إن التأكد من الحدود القصوى لمنصرفات المياه هي الطريقة الأسهل لمعرفة الحدود الخطرة لأي عنصر. ففي حال كان الحد منخفضاً فهذا يعني أن للعنصر تأثيراً كبيراً علينا و على البيئة. تعتمد السمية على التركيز فحتى الألمنيوم على سبيل المثال يمكن اعتباره ساماً في حال كان تركيزه عالياً كما أننا لا نستطيع أن نقول أن تركيز 10000000 ppb من الكروم السداسي هو مادة سامة. لكن عليك الانتباه بأن الكاديوم و الزئبق خطرين جداً حتى لو كانا ممددين. إن أهمية أخذ الحذر لا تؤدي فقط إلى حميتك بل إلى حماية الآخرين أيضاً من المواد السامة. ففي حال قمت بترك الأدوات ملوثة بالزئبق فقد يقوم شخص آخر بلامستها و من ثم قد يقوم بأكل شيء بيديه مما قد يؤدي إلى موته. إن هذا المثال غير مبالغ فيه لأن شيء كهذا يمكن أن يحدث في أي وقت. عليك أن تعلم أنك تعرض حياة الآخرين للخطر عندما تتعامل مع المواد السامة. قم باتباع التعليمات في دليل التشغيل و الصيانة (3 إلى 5). و لا تقم برمي المواد السامة في الصرف الصحي لأن هناك أشخاص و حيوانات و نباتات و مخلوقات أخرى تعيش مثلنا في المناطق التي يصب فيها الصرف الصحي.

2. طرق التعامل

لنفكر كيف بإمكاننا التخلص من الفضلات. على سبيل المثال

(1) في حال كان لديك فضلات في الحاوية التي في أسفل جهاز الامتصاص الذري فأين يفترض بك رميها؟ إن هذه الفضلات ناتجة عن غسل رأس الفرن و عن مصرف غرفة اللهب. إن رأس الفرن يقوم بشطف الستاندرات مع الحمض لكن هذه الستاندرات موجودة بتركيز من رتبة الـ 10 ppb كم أنه يتم غسل الرأس بكمية كبيرة من الماء مما يعني أن الماء الموجود أسفل جهاز الامتصاص الذري غير ملوث بدرجة كبيرة. أما بالنسبة للمصرف الخارج من اللهب فإن العناصر Ba و Cu و Fe و Zn تقاس فقط بطريقة اللهب. و جميع هذه العناصر موجودة في القسم العلوي من الشكل العلوي و يمكن رميها مباشرة عندما تكون بتركيز أقل من 1 ppm . أما في حال كانت هذه العناصر محضرة بتركيز حوالي 5 ppm فإنه يجب تمديدها أكثر من خمس مرات بمحلول آخر أو بالماء القادم من الفرن. إن ماء اللهب هو ماء

محمض. كنتيجة فإن الماء القادم من الفرن يملك مشاكل قليلة بينما الماء القادم من اللهب هو ماء محمض و بالتالي فإنه يجب أن يتم رميه في حاوية فضلات الماء المحمضة. و بالتالي هذه هي الطريقة الصحيحة للتخلص من الفضلات.

(2) إذا كان لديك ستاندر نحاس بتركيز 1 ppm فأى الخيارات هي الأفضل للتخلص منه؟

1. ارمها في حاوية " معادن ثقيلة".
2. ارمها في حاوية " ماء محمض" بعد التمديد لجعل تركيزها أقل من 1 ppm (الحد الأعظمي).
3. ارمها في حاوية " ماء محمض".
4. ارمها في الصرف الصحي بعد التمديد لتصبح أقل من 1ppm.

في هذه الحالة فإن الخيار الرابع غير مقبول لأن تركيز النحاس الأقل من 1 ppm ليش هو المشكلة بل لأن محاليل الستاندرات عادة تكون محمضة. أما بالنسبة للخيار الثاني و الثالث فإنه عند وضع الستاندر في حاوية "ماء محمض" فإن العينة بأى حال من الأحوال سوف تتمدد و بالتالي فإن الخيار الثالث هو الأفضل. عندما يكون بالإمكان طرح الفضلات إلى حاوية "ماء محمض" فيجب عدم زيادة كمية الفضلات في حاوية " معادن ثقيلة" لأنها تحتاج عند المعالجة لخطوات أكثر من الماء المحمض و بالتالي فإن الخيار الأول غير مناسب.

(3) إذا كان لديك ستاندر زرنخ بتركيز 100ppb فأى الخيارات هي الأفضل للتخلص منه؟

1. ارمها في حاوية فضلات " المعادن الثقيلة".
2. ارمها في حاوية " المعادن الثقيلة " بعد التمديد لجعل تركيزها أقل من 100ppb (الحد الأعظمي).
3. ارمها في حاوية " الماء المحمض " بعد التمديد لجعل تركيزها أقل من 100ppb.
4. ارمها في الصرف الصحي بعد التمديد لتصبح أقل من 100 ppb.

في هذه الحالة فإن الخيار الرابع مرفوض بالتأكيد لأن العناصر الموجودة في القسم السفلي من الشكل الموضح للحدود القصوى (العناصر الخاصة بطريقة الفرن) هي عناصر شديدة الخطورة إلا إن تم تمديدها إلى تركيز منخفض جداً لتصبح آمنة بالإضافة إلى أن المحلول محمض. أما بالنسبة للخيار الثالث فإن الفكرة ليست خاطئة لكن يفضل تمييز العناصر المستخدمة في الفرن عن بقية العناصر أي أن هذا الخيار غير كافي. أما بالنسبة للخيار الثاني فإنك إن وضعت الفضلات في حاوية "معادن ثقيلة" فإن عليك إبقاء كمية الفضلات قليلة قدر الإمكان. و بالتالي فإنه خيار غير صحيح. كنتيجة فإن الخيار الأول هو الخيار الأفضل بين الجميع. (انظر دليل التشغيل و الصيانة الخاص بالتعامل مع المواد السامة).