

طيف سنجي جذب اتمى

آشنایی با طیف سنجی جذب اتمی

طیف سنجی (یا طیف نمایی یا اسپکتروسکوپی) مطالعه ماده و خواص آن، با بررسی نور، صوت و ذرات گسیل شده، جذب شده یا پراکنده شده از ماده مورد نظر است. طیف‌سنجی به عنوان مطالعه برهمکنش بین نور و ماده نیز تعریف می‌شود. از لحاظ تاریخی طیف سنجی به شاخه‌ای از علم برمی‌گردد که برای مطالعات نظری در ساختار ماده و آنالیزهای کیفی و کمی از نور مرئی استفاده می‌شد. در حال حاضر طیف سنجی به عنوان یک تکنیک جدید نه فقط برای نور مرئی بلکه برای بسیاری از تابش‌ها با طول موج‌های متفاوت به کار برده می‌شود. طیف سنجی جذب اتمی یکی از روشهای طیف سنجی است که به وسیله آن می‌توان با دقت بالایی غلظت عناصر فلزی موجود در یک نمونه را تعیین نمود.

۱ - طیف های جذب اتمی

طیف جذبی یک عنصر در شکل گازی و اتمی آن یک سری خطوط باریک کاملاً مشخص است که از جهش‌های الکترونی بیرونی ترین الکترون‌ها بوجود می‌آیند. الکترون‌های لایه ظرفیت اتم، تابش الکترومغناطیس در گستره فوق بنفش و مرئی را جذب یا نشر می‌کند. در اتم‌های آزاد، بر خلاف مولکول‌ها که دارای ترازهای انرژی ارتعاشی و چرخشی است، فقط جهش‌های الکترونی صورت می‌گیرد. به همین دلیل وقتی که انرژی توسط اتمها جذب یا نشر می‌شود، خطوط طیفی مجزا مشاهده می‌شود، که اساس روش‌های طیف بینی اتمی است. مولکول‌ها و یون‌های چند اتمی دارای نوارهای جذبی پهن هستند، درحالی که اتمها دارای خطوط جذبی باریک (معمولاً با پهنای $0,001$ الی $0,01$ نانومتر) هستند؛ با این حال دو اثر زیر تمایل دارند که خطوط جذبی اتمها را تا $0,02$ تا $0,05$ انگستروم پهن کنند:

۱- تعریض داپلر: از حرکت سریع ذرات جذب کننده، نسبت به منبع ناشی می شود. برای اتم هایی که به طرف منبع حرکت می کنند طول موج تابش بطور موثری توسط اثر داپلر کم می شود؛ بنابراین، در واقع طول موج های قدری بلندتر جذب می شوند. عکس این مسئله، درباره اتمهایی که از منبع دور می شوند، نیز صادق است. (اثر داپلر بیان می کند که با توجه به اینکه ناظر به سمت چشمه حرکت می کند یا از آن دور می شود، فرکانسی (یا به عبارتی دیگر طول موجی) که از منبع ساطع می شود را بیشتر یا کمتر دریافت میکند.

۲- تعریض فشاری: برخوردهای بین اتم ها سبب تغییرات کوچکی در ترازهای انرژی حالت عادی می شود و در نتیجه پیک ها پهن می شوند.

پیکهای جذبی یا نشری باریک که هنگام طیف بینی جذب یا نشر اتمی مشاهده میشوند، طیف خطی نامیده می شوند .

اصول پایه طیف سنجی جذب اتمی:

۱- همه اتم ها می توانند نور جذب کنند .

۲- طول موج نوری که جذب می شود برای هر عنصر متفاوت بوده و مختص همان عنصر است .

۳- میزان نور جذب شده مستقیماً به غلظت اتم های جذب کننده نور یا به عبارتی به غلظت عنصر مورد نظر در نمونه محلول، بستگی دارد . در تجزیه جذب اتمی، ماده مورد اندازه گیری باید به حالت عنصری کاهش یابد، تبخیر شود و سر راه شعاع تابش منبع، قرارگیرد. در این فرایند نمونه ها باید بصورت محلول باشند. در اولین قدم آزمایش، محلول حاوی عنصر مورد نظر، بوسیله یک شعله که به عنوان مثال با هوا و استلین می سوزد در دمای ۲۰۰۰ درجه سلسیوس (درجه حرارتی پایین تر از طیف تابشی) بخار می شود. در اثر بخار شدن، قسمت اعظم عناصر موجود در محلول به حالت خنثی در می آید و پرتوی تابش شده از لامپ های کاتدی (لامپ مخصوص

برای هر عنصر (توسط اتم های خنثی شده، جذب می شود. در این حالت شدت اشعه تابش اولیه کمتر می شود. تفاوت شدت دو پرتوی تابشی و خروجی معیار غلظت عناصر موجود در محلول است .

عیب اصلی این تکنیک، وجود نیاز به یک لامپ منبع جداگانه برای هر عنصر مورد تجزیه است. برای رفع این نقیصه کوشش هایی به عمل آمده است تا یک منبع پیوسته به همراه یک تکفام ساز (تکفام ساز، جلوی منبع نور قرار می گیرد و طول موج مورد نظر را عبور می دهد.) با قدرت جداکنندگی بسیار بالا به کار گرفته شود. اما این تکنیک به اندازه به کارگیری یک لامپ مخصوص برای هر عنصر رضایت بخش نیست.

کاربردهای جذب اتمی

طیف سنجی جذب اتمی یک روش فوق العاده با کاربرد چند منظوره در شیمی تجزیه است. غلظت عناصر کمیاب سمی موجود در آب آشامیدنی و چند عنصر معمول دیگر، مانند کلسیم، سدیم و همچنین مقادیر بسیار ناچیز غلظت فلزات دیگر توسط این روش، قابل اندازه گیری است. طیف سنج های جذب اتمی همچنین برای تعیین اینکه آیا سطح درمانی داروهایی نظیر لیتیم در خون، تامین شده است یا خیر و همچنین برای تعیین تراکم آهن در هوای محیط کار، مورد استفاده قرار می گیرد. از جمله کاربردهای دیگر آن عبارتند از: سنجش سرب یا کادمیوم در یک قطره خون ، سنجش نقره در آب باران مصنوعی، جستجوی ناخالصی در آلیاژها و فعال کردن واکنش-گرها، آنالیز آب، آنالیز مستقیم هوا، آنالیز مستقیم سنگ معدن فلزات و فلزهای تصفیه شده، سنجش عناصر آلیاژی در فولاد همانند منگنز، منیزیم، کروم، مس، نیکل، مولیبدن، وانادیم، کبالت، تیتانیوم، قلع، آلومینیوم و سرب.

مزایای دستگاه

دستگاه طیف‌سنجی جذب اتمی دارای مزایایی است که در زیر آورده شده است:

۱- حساسیت خوب آن برای عناصر مختلف

۲- ساده بودن دستگاه

۳- تعیین غلظت عناصر مختلف بوسیله یک محلول

۴- دقت، صحت، تکرارپذیری خوب و سرعت بالا

۵- مزاحمت‌ها

مزاحمت‌های رایج در طیف نورسنجی چهار نوع هستند که عبارتند از: شیمیایی، یونش، طیفی و زمینه‌ای. مزاحمت‌های شیمیایی از واکنش‌های اتفاق افتاده ناشی می‌شوند. چون در شعله مقداری از عنصر مورد تجزیه، مصرف می‌شود، لذا تعداد آنها که باید تابش را جذب کنند کاهش و در نتیجه جذب کاهش می‌یابد.

از جمله مزاحمت‌های شیمیایی، تشکیل اکسیدهای دیرگداز درون شعله با حضور اکسیژن است. مثل تبدیل آلومینیوم و آهن به اکسیدهای دیرگداز Al_2O_3 و Fe_2O_3 در حضور اکسیژن.

یک راه برای کاهش مزاحمت شیمیایی استفاده از شعله‌های با دمای زیاد، مانند شعله نیتروز اکسید و استیلن به جای شعله هوا - استیلن است. در این شعله علاوه بر دمای زیاد، با کاهش غلظت اکسیژن در حذف مزاحمت شیمیایی موثر است. راه دیگر برای حذف مزاحمت شیمیایی، افزایش یک ماده رها ساز (بافرطیف بینی) به نمونه مورد تجزیه است. عامل رها ساز ماده‌ای است که با یک یا چند عوامل مزاحم واکنش می‌دهد و ترکیبات غیر دیرگداز ایجاد می‌کند و از تشکیل اکسیدهای دیرگداز جلوگیری می‌کند. برای مثال، جهت اندازه‌گیری کلسیم در حضور فسفات، نمک لانتانیم با فسفات ترکیب شده و از تشکیل ترکیب دیرگداز جلوگیری می‌کند.

مزاحمت یونش زمانی اتفاق می افتد که تعداد زیادی از اتم ها درون شعله یونیده شوند و باعث کاهش اتم های جذب کننده تابش شود. از آنجا که یون ها در طول موج مورد آزمایش برای عنصر مورد تجزیه، جذب ندارند، جذب کم می شود. معمولاً یونش توسط دمای خیلی زیاد شعله اتفاق می افتد و انرژی یونش توسط گرمای شعله تامین شود. مزاحمت طیفی، زمانی اتفاق می افتد که دو عنصر یا یک عنصر و یا یک ترکیب چند اتمی درون سلول، در طول موج مورد نظر، جذب یا نشر داشته باشند. در صورتی که ترکیب مزاحم، تابش را جذب کند منجر به خطای مثبت و اگر تابش را نشر کند، سبب خطای منفی می شود.

مزاحمت زمینه ای، معمولاً توسط جذب گونه های چند اتمی یا پراکندگی تابش درون سلول ایجاد می شود و برای حذف آن از روش افزایش استاندارد نمی توان استفاده کرد. برای حذف مزاحمت زمینه ای، ضروری است که مقدار جذب مربوط به زمینه تعیین و از جذب کل کم شود، تا جذب تصحیح شده مربوط به آنالیز بدست آید.

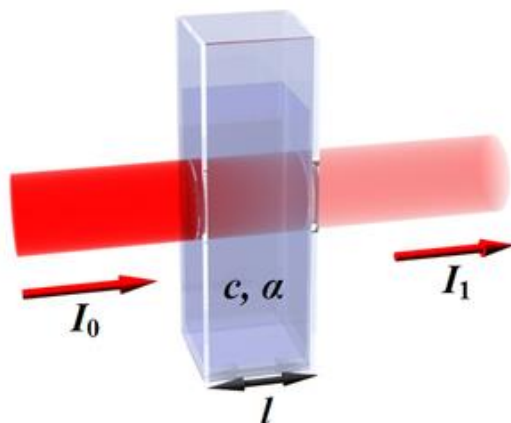
قانون بیر لامبرت

برای به دست آوردن غلظت نمونه مورد بررسی در طیف سنجی، نیازمند رابطه ای میان میزان نور جذب شده توسط نمونه و غلظت نمونه هستیم که همان قانون بیر لامبرت است. وقتی یک دسته امواج نورانی تکرنگ از محیطی وارد محیط یکنواخت دیگر می شود، قسمتی از آن منعکس و قسمتی جذب محیط دوم و قسمتی هم از محیط دوم خارج می شود. رابطه بین شدت نور تابش و خارج شده از محیط، توسط لامبرت (Lambert) در سال ۱۷۶۰ به دست آمد. و بیر (Beer) در سال ۱۷۶۲ درستی آن را درباره محلول ها بررسی نمود و نتیجه گرفت که این قانون درباره محلول ها هم صادق است.

قانون بیر لامبرت یکی از قوانین اصلی در اپتیک است. این قانون تجربی ارتباط شدت نور جذب شده در اثر عبور از ماده همگن بدون پراکندگی را با خصوصیات ماده بیان می کند. این قانون بطور کلی به صورت زیر بیان می شود

$$A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right) = \alpha l c \quad (1)$$

که در آن I_0 شدت نور اولیه، I شدت نور عبوری و A مقدار جذب ماده، α ضریب خاموشی، l ضخامت سلول و C غلظت ماده است.



شکل ۱ - اثر جذب ماده در هنگام برخورد نور به آن.

حدود اعتبار قانون بیر

قانون بیر، منحصرأ در شرایط ایده آل زیر اعتبار دارد:

۱- نور عبور کرده از محیط جاذب، به مقدار کافی تک‌رنگ باشد.

۲ - C یعنی مولاریته جسم حل شده، نمی تواند به طور دلخواه، هر مقداری در محلول داشته باشد. قانون بیر -

لامبرت غالباً در مورد محلول های رقیق تر از ۰,۰۱ مولار، به خوبی صادق است.

۳ - نباید تصور شود که انحلال و حضور اجسام بی رنگ در محلول، اگرچه واکنشی شیمیایی هم با جسم جاذب

ندهد، برمیزان جذب بی تأثیر است، گاهی اتفاق می افتد که این تأثیر شدید می باشد.

۴ - قانون بیر-لامبرت در مورد محلول های کولوئیدی صادق نمی باشد، چون قسمتی از امواج نورانی به علت برخورد و پخش، از بین می رود.

۵ - قانون جذب، برای امواج IR و UV و همچنین امواج با انرژی خیلی بالا مانند اشعه X و اشعه گاما صادق است.

۶ - محیطی که نور را جذب می کند، باید یکنواخت باشد.

طرز تعیین غلظت یک ماده توسط طیف سنجی جذب اتمی

برای اینکه غلظت ماده مورد نظر توسط طیف سنجی جذب اتمی معین شود، باید مراحل زیر را انجام داد:

۱. تهیه محلول بلانک (یا محلولی که دارای تمامی گونه ها غیر از گونه مورد نظر است). ۲. تهیه نمونه های استاندارد از گونه مورد نظر با غلظت های مشخص ۳. قرائت جذب محلول های استاندارد ۴. رسم جذب بر حسب غلظت های استاندارد و بدست آوردن نمودار کالیبراسیون ۵. اندازه گیری جذب محلول مجهول و بدست آوردن غلظت مجهول از روی نمودار.

دو روش در تجزیه کمی رایج است که عبارتند از: روش نمودار کار (یا روش نمودار درجه بندی) و روش افزایش استاندارد. در روش نمودار کار، ابتدا محلول های استاندارد با غلظت های مناسب و خطی از آنالیت، دقیقاً به همان روش که محلول نمونه تهیه شده است، تهیه می شود. سپس بعد از تنظیم جذب صفر توسط محلول بلانک، جذب محلول های استاندارد به ترتیب از رقیق به غلیظ توسط دستگاه خوانده و ثبت می شود. در پایان، جذب محلول مجهول نیز در همان شرایط ثبت می شود. سپس نمودار جذب بر حسب غلظت، برای محلول های استاندارد رسم می شود و جذب مربوط به محلول مجهول روی آن مشخص کرده و غلظت آن تعیین می شود. در این حالت دقت نتایج بین دو الی پنج درصد و صحت آنها در محدوده ۰,۱ الی ۲,۰ درصد است. روش دیگر که صحت بیشتری دارد افزایش استاندارد متعدد است. در روش افزایش استاندارد متعدد، به حجم معینی از محلول مجهول (به غلظت x) حجم های مختلفی از یک محلول استاندارد افزوده، سپس جذب این محلول ها بر حسب غلظت رسم

می شود و از طریق آن غلظت محلول مجهول بدست می آید. حساسیت در طیف سنجی جذبی عبارت است از مقدار ppm یک عنصر که بتواند مقدار جذبی برابر با ۰,۰۰۴۴ تولید کند. حد تشخیص یک عنصر برابر مقداری از آن عنصر است، که بتواند پاسخی معادل دو برابر انحراف استاندارد زمینه در آشکار ساز ایجاد کند، یا به عبارت دیگر با کمترین مقدار حساسیت برابر است. مقدار حساسیت برای عناصر مختلف در روش جذب اتمی در حدود ۰,۰۰۰۳ الی ۲۰ ppm است.

نتیجه گیری:

روش طیف سنجی جذب اتمی یک روش ساده و بادقت بالا برای اندازه گیری غلظت عناصر فلزی بر مبنای میزان جذب طیف عبوری از نمونه در شرایطی که عنصر مورد نظر به صورت اتمی درآمده، می باشد. به دلیل حساسیت بالای این روش می توان از آن برای اندازه گیری عناصر کمیاب سمی موجود در آب آشامیدنی، تعیین اینکه آیا سطح درمانی داروهایی نظیر لیتیم در خون تامین شده است یا خیر و همچنین برای تعیین تراکم آهن در هوای محیط کار، مورد استفاده قرار می گیرد.

مقدمه-اجزاء دستگاه جذب اتمی

یک دستگاه طیف سنج جذب اتمی شامل اجزای زیر می باشد:

منبع اولیه ی تابش - یک طول موج گزین برای تولید تابش تکفام - یک وسیله برای افشاندن محلول به درون شعله و تولید بخار اتمی -یک آشکارساز- وسیله ای برای خواندن داده ها.

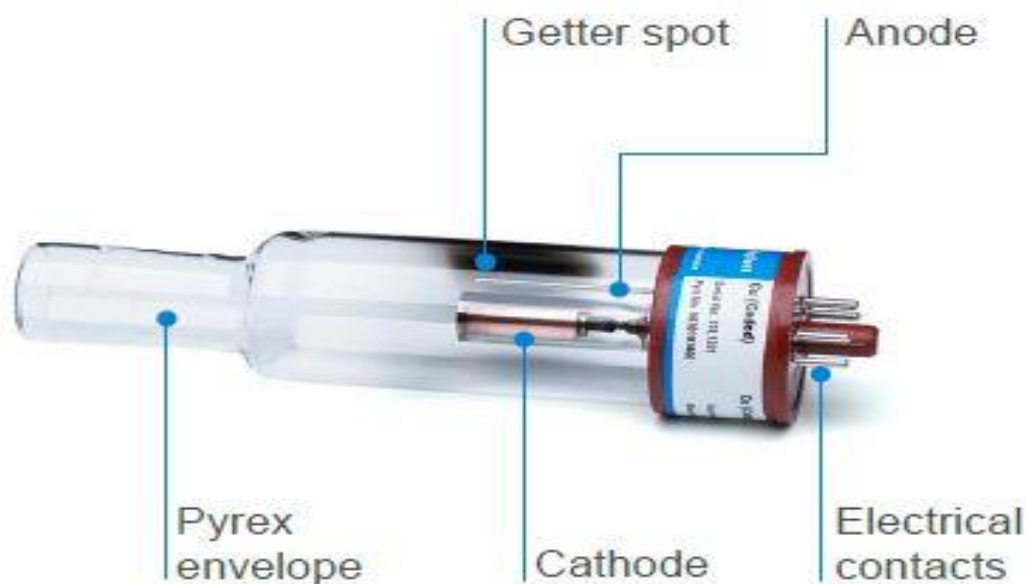
۱ - منابع تابش

لامپ های کاتدی توخالی و لامپ های تخلیه بدون الکتروود به طور عمده برای تامین تابش اولیه در طیف سنجی جذب اتمی بکار می روند.

۱-۱- لامپ کاتدی توخالی

یک لامپ کاتدی توخالی شامل یک کاتد استوانه ای توخالی به قطر ۲۰-۱۰ میلی متر است که از جنس فلز مورد نظر می باشد (هر فلز طول موج مشخصی را از خود ساعت می کند). این کاتد استوانه ای همراه یک سیم تنگستنی به عنوان آند در یک شیشه حاوی گاز نادر در فشار ۱ تا ۲ میلیمتر جیوه قرار داده شده است. الکتروودها بوسیله ی پتانسیلی در حدود ۲۰۰ تا ۴۰۰ ولت انرژی داده می شوند و در جریان هایی تا حدود ۱۰۰ میلی آمپر کار می کنند. گاز نادر که اساسا شامل نئون یا آرگون است به یونهای مثبت، یونیده شده و یونها پس از شتاب گرفتن به دیواره داخلی کاتد استوانه ای برخورد می کنند. اگر پتانسیل به اندازه کافی بزرگ باشد این یونهای نئون و یا آرگون انرژی جنبشی کافی برای کندن تعدادی از اتم های فلزی را از سطح کاتد پیدا می کنند و سپس اتم های کنده شده بوسیله این یون ها برانگیخته می شوند. پیکر بندی استوانه ای کاتد باعث می شود تا تابش را در یک ناحیه محدود از لوله متمرکز سازد، این طرح همچنین احتمال اینکه رسوب دادن مجدد اتم های فلزی، روی کاتد را نسبت به رسوب دادن روی دیواره های شیشه ای را افزایش می دهد. عموما کاتد بیشتر لامپ ها فقط شامل

یک عنصر است. اما گاهی از عناصری مناسب برای ساخت یک آلیاژ کاتدی استفاده می شود. بنابراین، یک لامپ برای اندازه گیری دویا چند عنصر به کار برده می شود.

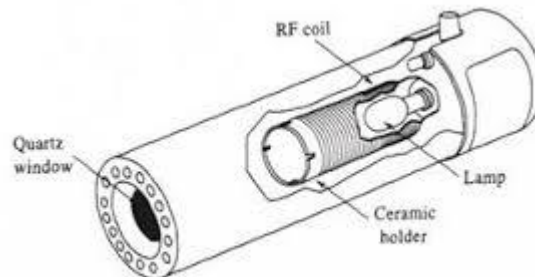


شکل ۱- نمایی از یک لامپ کاتدی توخالی

۱-۲- لامپ تخلیه بدون الکتروود

در میان منابع تابش خطی، لامپ های تخلیه بدون الکتروود بیشترین تابش و باریکترین پهنای خطوط نشری را دارند. این لامپ ها هم در جذب اتمی و هم در فلئورسان اتمی به کار رفته و شدت تابش آنها می تواند چندین برابر لامپ های کاتد توخالی باشد. این لامپ ها متشکل از یک محفظه شیشه ای از جنس کوارتز می باشد که توسط گاز بی اثر با فشار چند تور (تور واحد فشار است) پر شده است. داخل این لامپ ها یک قطعه از فلز مورد نظر یا نمک آن قرار می گیرد و اطراف آن، سیم پیچی قرار می گیرد که امواج رادیویی یا میکروویو از آن عبور می کند. بر اثر امواج رادیویی، گاز آرگون یونیده شده و تحت میدان مغناطیسی ایجاد شده با سرعت بسیار زیادی

حرکت می کند و به سطح فلز و یا نمک فلز برخورد کرده و موجب ایجاد اتمهای زیادی در حالت برانگیخته می شود. این اتم ها در هنگام برگشت به حالت پایه، خط نشری مورد نظر را تولید می کنند.



شکل ۲-نمایی از یک لامپ تخلیه بدون الکتروود

از آنجایی که آسیب پذیرترین قسمت یک لامپ، الکتروود است و در اغلب موارد عامل اصلی خرابی و پایان عمر لامپ، از بین رفتن الکتروود است؛ با حذف الکتروود در این لامپ ها، طول عمر آنها نسبت به بقیه لامپ ها، بسیار بالا است، مگر اینکه لامپ دچار شکستگی شود.

۲-تکفام سازها یا صافی ها

این قسمت از دستگاه، پرتو چند فام را به پرتو تکفام تبدیل می کند. در واقع دستگاه باید قادر به ایجاد یک پهنای نوار باریک باشد تا خط انتخاب شده برای اندازه گیری را از خطوط طیفی دیگری که ممکن است مزاحمت ایجاد کنند یا حساسیت را کاهش دهند، جدا سازد. انتخاب گرهای طول موج به دو دسته صافی ها و تکفام سازها تقسیم می شوند. صافی ها خود به دو دسته صافی های تداخلی و صافی های جذبی طبقه بندی می شوند.

۱-۲- صافی ها:

۱-۱-۲- صافی های جذبی :

این صافی ها که عموماً نسبت به صافی های تداخلی بهای کمتری دارند استفاده گسترده ای برای انتخاب طیف در ناحیه مرئی را دارند و با جذب بخش مشخصی از طیف، کار می کنند. معروف ترین نوع آن، از شیشه های رنگی یا تک رنگ که به صورت معلق در ژلاتین درآمده و بین صفحات شیشه ای قرارداده شده، تشکیل گردیده است. پهنای موثر نوار در مورد این صافی ها، بین ۳۰ تا ۳۰۰ نانومتر است (پهنای پیک در نصف ارتفاع را پهنای موثر باند می گویند . این پهنای برای معرفی صافی ها استفاده می شود و هرچه پهنای موثر کوچکتر باشد، محدوده عبوری نور کمتر خواهد بود). صافی هایی می توانند باریک ترین پهنای تولید کنند که قسمت قابل توجهی از تابش دلخواه را جذب کنند. این صافی ها ممکن است شدت عبوری در حدود ۱۰ درصد یا کمتر در پیک های نوار خودشان داشته باشند. خصوصیات عملی صافی های جذبی بطور قابل ملاحظه ای نسبت به صافی های نوع تداخلی برتری دارد.

۲-۱-۲- صافی تداخلی:

در صافی های تداخلی، از یک باریکه موازی، تنها طول موج خاصی از آن عبور می کند و بقیه طول موجها، بازتابیده می شود و همان طور که از اسم آن مشخص است صافی های نوری متکی به تداخل نوری هستند تا نوارهای باریک تابشی. این صافی ها در نواحی فرابنفش، مرئی و مادون قرمز، کاربرد دارند.

یک صافی تداخلی از دو لایه نیمه شفاف فلزی و از دو لایه شفاف تشکیل شده است . قسمت سفید، لایه دی الکتریک است که ضخامت آن طول موج این تابش عبوری را تعیین می کند. وقتی یک پرتو عمودی از تابش با این آرایش برخورد می کند یک قسمت از آن، از میان نخستین لایه فلزی عبور کرده در حالی که قسمت باقی مانده، منعکس می شود. بخشی از نور عبوری وقتی به لایه بعدی فلز برخورد می کند بازتاب می شود. اگر قسمت

بازتابیده، تداخل سازنده با نور فرودی داشته باشد در این طول موج خاص، نور تقویت می شود در حالیکه اغلب طول موج های دیگر با طول موج بازتابیده هم فاز نبوده و دستخوش تداخل مخرب می شود. صافی های تداخلی با پیک های قابل عبور در سراسر ناحیه فرابنفش و مرئی و تا حدود ۱۴ میکرومتر در مادون قرمز در دسترس می باشند. بطور کلی پهنای نوار موثر ۱,۵ درصد از طول موج عبوری پیک است. با این وجود در این حالت در بعضی از صافی ها نوار باریک تا ۰,۱۵ درصد از طول موج عبوری کاهش می یابد. این صافی ها دارای ماکسیمم شدت عبوری برابر ۱۰ درصداند.

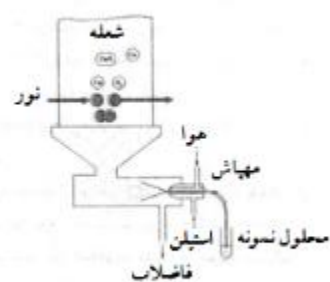
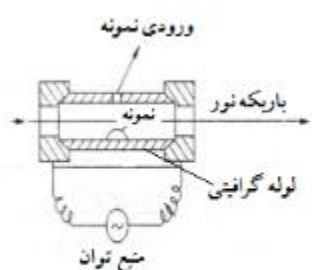
۲-۲- تکفام سازها :

تکفام ساز وسیله ای است که تابش را به اجزا سازنده آن تفکیک کرده و هر قسمت دلخواهی از طیف را از باقیمانده آن جدا می کند. قطعات یک تکفام ساز: ۱- یک شکاف ورودی، ۲- یک عدسی محدب یا آینه که یک پرتو موازی از تابش تولید می نماید، ۳- یک قطعه اپتیکی مانند منشور که تابش را به طول موج های تفکیک شده تبدیل می کند، ۴- یک عنصر جمع کننده که تصویر پرتو را روی سطح تختی جمع می کند که صفحه جمع کننده نام دارد، ۵- یک منفذ خروجی در صفحه جمع کننده که باند طیفی دلخواه را جدا می نماید. در تکفام ساز منشوری، نوری که از درون یک شکاف ورودی وارد می شود توسط یک عدسی موازی شده و سپس با زاویه ای به سطح منشور برخورد می کند. برای نور در هر دو سطح منشور شکست اتفاق می افتد و پس از آن بر روی سطحی که کمی خمیده است و حاوی شکاف خروجی است متمرکز می شود. با چرخاندن منشور می توان از شکاف تابش با طول موج های مورد نظر داشت. تکفام سازهای منشوری، برای پراکنده کردن تابش فرابنفش، مرئی و مادون قرمز مورد استفاده قرار می گیرند. مواد مورد استفاده برای ساختن آنها اگرچه به طول موج بستگی دارد، متفاوت است.

۳- وسایل لازم برای تشکیل بخارهای اتمی

هدف از اتم سازی نمونه، تولید اتم های آزاد است. اتمهای آزاد اتم هایی هستند که با اتم های دیگر ترکیب نمی شوند. هیچ اتمی به حالت آزاد وجود ندارد بجز اتم گازهای نادر که با هم به صورت مولکولی در می آیند. بنابراین

برای ایجاد اتم های آزاد ضروری است که مولکول ها شکسته شوند. این فرایند را اتم سازی گویند. بهترین روش برای اتمی کردن مولکول ها، تفکیک آنها به وسیله گرماست. برای آنالیز محلول ها، از شعله به عنوان منبع گرما استفاده می شود و نمونه برای تبدیل به اتم های آزاد در دمای زیاد گرم می شود. این روش را روش اتم سازی شعله ای می گویند (شکل ۴ الف). در روش غیرشعله ای کوره گرافیتی برای اتم سازی محلول ها، محلولهای آبی و نمونه های جامد مورد استفاده قرار می گیرد. (شکل ۴ ب).



شکل ۴- الف) نمایی از یک دستگاه اتم ساز نوعی در حضور شعله ای از جنس هوا-استیلن (شکل سمت راست) ب) نمایی از دستگاه اتم سازی بدون شعله (شکل سمت چپ).

۳-۱- روش شعله :

در این حالت، تمام یا قسمتی از محلول یک نمونه به صورت مه رقیقی به داخل شعله ای که در مسیر تابش از منبع قرار دارد، افشانده می شود (مهپاش). نواحی مهم شعله از پایین به بالا عبارتند از پایه، مخروط داخلی، منطقه واکنش و پوشش بیرونی (شکل ۵).



شکل ۵- نواحی مهم یک شعله

محللول نمونه به صورت قطره های ریز به درون شعله پاشیده و به علت گرمای زیاد شعله، حلال موجود در محللول با سرعت زیاد تبخیر می شود. ذرات جامد مواد حل شده که پس از تبخیر حلال باقی می ماند، ذوب شده و به مایع تبدیل می شوند، سپس به حالت گازی درآمده و در پایان به اتم تفکیک می شوند. در این منطقه است که فرایندهای تحریک و جذب نیز شروع می شوند و قسمتی از تابش لامپ که از درون شعله می گذرد، توسط اتم های نمونه جذب می گردد. با وارد شدن به منطقه واکنش، اتمها به اکسید تبدیل می شوند. این اکسیدها سپس از داخل پوشش بیرونی عبور می کنند و متعاقبا از شعله دفع می شوند. هر قطره ای که به داخل شعله کشیده می شود نباید الزاما این تسلسل را طی کند. در حقیقت بسته به اندازه قطرات و سرعت عبور جریان، قسمتی از نمونه ممکن است اساسا بدون تغییر از داخل شعله عبور کند. سوخت های بکار رفته برای تولید شعله عبارتند از گاز طبیعی، پروپان، بوتان، هیدروژن و استیلن که پر مصرف ترین آن استیلن می باشد. اکسند های معمولی عبارتند از هوا، هوای غنی شده با اکسیژن، اکسیژن و نیتروس اکسید. شعله هوا-استیلن در گستره وسیعی به کار برده می شود و حدود ۳۰ عنصر با این شعله اندازه گیری می شوند. شعله نیتروس اکسید-استیلن بالاترین دما را در طیف بینی جذب اتمی تولید می کند. این شعله به طور موثری برای تجزیه عناصری مانند Al, V, Ti که تشکیل مولکول های اکسیدی خیلی پایدار می دهند و به سختی در دماهای معمولی مثلا در شعله هوا-استیلن به اتم تبدیل می شوند، به کار برده می شود. مخلوط نیتروس اکسید و استیلن به علت خطر انفجار کمتر آن در مواقع نیاز به یک شعله داغ ارجحیت دارد. شعله هایی که هیدروژن را به عنوان سوخت به کار می برند مانند هوا-

هیدروژن این مزیت را دارند که جذب تابش به وسیله شعله، در گستره طول موج کوتاه، بی نهایت کم است. این شعله ها در مقایسه با شعله ی هوا-اکسیژن نوسان کمتری دارند. بنابراین، تجزیه عناصری مانند As, Se, Zn, Pb با Sn ، با خطوط تجزیه ای با طول موج کوتاه در این شعله ها صورت می گیرد. یکی از معایب شعله های هیدروژنی این است که دمای شعله کم است. ناحیه ای از شعله که در آن حداکثر جذب یا نشر اتفاق می افتد به متغیرهایی نظیر اندازه قطرات، نوع شعله بکار رفته، نسبت اکسنده به سوخت و تمایل گونه ها به وارد شدن در تشکیل اکسید، بستگی دارد.

۲-۳- روش غیرشعله ای

روش اتم سازی بدون شعله توسط لوف توسعه یافت. او یک لوله گرافیتی گرم شده را که حساسیتی حدود ۱۰ تا ۱۰۰ برابر روش اتم سازی با شعله داشت به کار برد. کوره گرافیتی در مقایسه با شعله از مزایای بیشتری برخوردار است. در این وسیله نمونه ها مستقیماً درون کوره گرافیتی قرار می گیرند و کوره طی چند مرحله به صورت الکتریکی گرم شده و نمونه را خشک می کند. دمای لوله گرافیتی به طور آزادانه منطبق با تغییر جریان به کار برده شده به داخل لوله است و لوله گرافیتی به آهستگی گرم می شود تا اینکه نمونه در داخل لوله حرکت داده شود. بعد از گرم کردن، عمل تبخیر ترکیبات اصلی صورت می گیرد. در نهایت، لوله تا دمایی حدود ۳۰۰۰ درجه سانتیگراد گرم می گردد تا ترکیبات اتمی شوند. در این حین گاز نیتروژن و گاز بی اثری مانند آرگون از میان لوله گرافیتی جریان پیدا می کند تا لوله را از هوا تخلیه کند و از اکسایش جلوگیری شود.



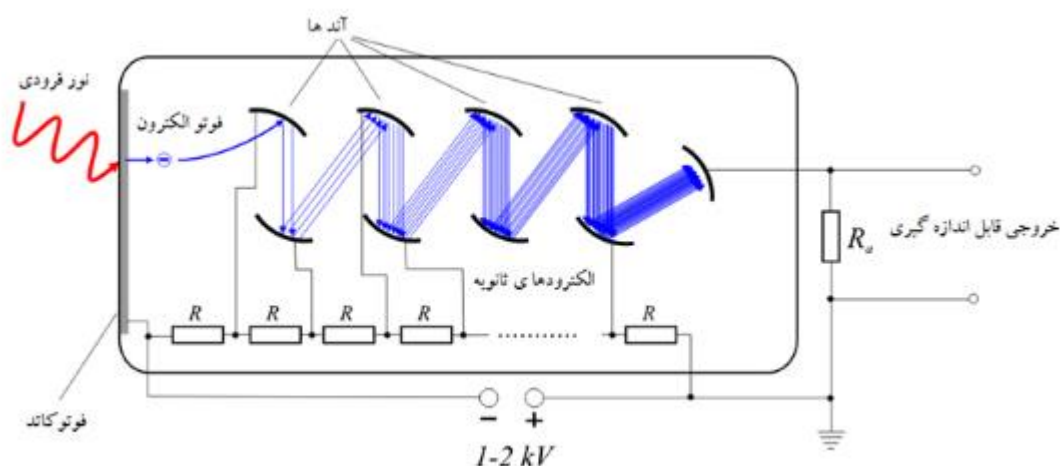
۳-۳- روش های شیمیایی:

در تجزیه ی آرسنیک، سلنیم، جیوه و بعضی از عناصر خاص دیگر، اغلب روش های اتم سازی مختلفی که حساسیت بیشتری از روش های اتم سازی شعله ای یا بدون شعله دارند، به کار برده می شود. در این روش ها، بعضی از واکنش های شیمیایی را برای اتم سازی به کار می برند، به طوری که نمونه در حالت مولکولی ساده بتواند تبخیر گردد. مثلاً در مورد آرسنیک، یون های آرسنیک یا پتاسیم یدید و استانوکلرید به یون های سه ظرفیتی کاهیده می شوند. سپس پودر روی به یون های در حالت اسیدی اضافه می گردد. اسید و روی واکنش داده و هیدروژن آزاد می شود. آرسنیک با هیدروژن ترکیب و ASH تولید می شود که کاملاً فرار است و بلافاصله تبخیر می گردد. این گاز به داخل شعله آرگون-هیدروژن فرستاده و به سادگی شکسته می شود و اتم های آرسنیک به صورت آزاد تولید می گردند. در مورد جیوه که در یک محلول به صورت یون های مثبت وجود دارد، وقتی که یون ها در حالت طبیعی کاهیده می شوند، به صورت اتم های آزاد تحت شرایط دمای طبیعی تبخیر خواهند شد. استانوکلرید به عنوان عامل کاهنده به کار برده می شود و اتم های جیوه به صورت آزاد از میان یک سلول گازی شکل که طول مسیر نوری آن ۱۰ تا ۳۰ سانتی متر است، جریان می یابند.

۴- آشکارسازها و شناساگرها

دستگاه هایی هستند که یک نوع از انرژی را به نوع دیگری تبدیل می کنند و معمولاً به سه گروه اصلی تقسیم می شوند: ۱- فتوالکتریک ۲- فتوشیمیایی و ۳- حرارتی. رایج ترین آنها، دستگاه فوتوتکثیرکننده است که انرژی تابشی را با بهره گیری از پدیده فوتوالکتریک به علامت الکتریکی تبدیل می کند و توانایی آشکارسازی نور مرئی، ماوراءبنفش و فرکانس های نزدیک مادون قرمز را دارد. این آشکارسازها می توانند نور تابشی را تا صد برابر تقویت کرده و حتی در شرایطی که شار فرودی خیلی کم است آن را آشکارسازی کند. یک فوتوتکثیرکننده، شامل یک فوتوکاتد و چندین کاتد ثانویه و یک آند است. فوتوکاتد با ماده ای نظیر آلایژ سزیم-آنتیموان که به سهولت یونیده می گردد، پوشیده می شود. چنانچه فوتون فرودی برای یونش ماده، به قدر کافی پرانرژی باشد موجب کنده شدن

الکترون می شود و بدین ترتیب پرتو نور به سیگنال الکتریکی تبدیل می شود. اگر لوله های فوتو تکثیرکننده بسیار کارآمد هم باشند، جریان تولید شده توسط این فرایند کوچک است و سیگنال با استفاده از فرآیند نشر ثانوی که در زیر توضیح داده می شود، تقویت می شود:



شکل ۶- نمایی از یک فوتو تکثیرکننده

همانطور که در شکل ۶ دیده می شود تکثیرکننده الکترون از تعدادی الکتروود تشکیل شده است که کاتد ثانویه نامیده می شوند. تمامی این کاتدهای ثانویه در ولتاژی مثبت تر از کاتد ثانویه قبل از خود قرار داده می شوند. نخستین الکترون کنده شده از فوتوکاتد، مقداری انرژی از فوتون های وارده دارد و وقتی وارد اولین کاتد ثانویه می شود به وسیله میدان الکتریکی شتاب می گیرد و به انرژی بالاتر می رسد. سپس الکترون ها به سمت دومین کاتد ثانویه شتاب می گیرند. کاتد ثانویه ها به صورت سری به یکدیگر متصل شده اند و در هر صورت در هر مرحله تعداد الکترون های تولید شده افزایش می یابد و در آخر به آند می رسند جایی که انباشتگی بارها یک جریان زیاد را نتیجه می دهد. لامپ های تکثیرکننده نور برای کارکرد درست به ۱۰۰۰ تا ۲۰۰۰ ولت اختلاف پتانسیل اعمالی احتیاج دارند.

۵-دستگاه نمایش خروجی

این قسمت، می‌تواند یک گالوانومتر، صفحه ثبات، اسلیسکوپ یا صفحه نمایشگر کامپیوتر با نرم افزارهای متنوع باشد.

نتیجه گیری:

درطیف سنجی جذب اتمی، عنصر مورد اندازه گیری باید به حالت اتمی کاهش یابد و سپس سر راه پرتو فرودی از منبع تابش مناسب قرارگیرد. با توجه به میزان جذب طیف عبوری از نمونه می توان مقادیر عناصر فلزی و شبهه فلزی در ترکیبات معدنی طبیعی و سنتزی، فلزات و آلیاژها را اندازه گیری نمود. از مزایای عمده طیف سنجی جذب اتم، ارزان بودن هزینه دستگاه و آنالیز است.