

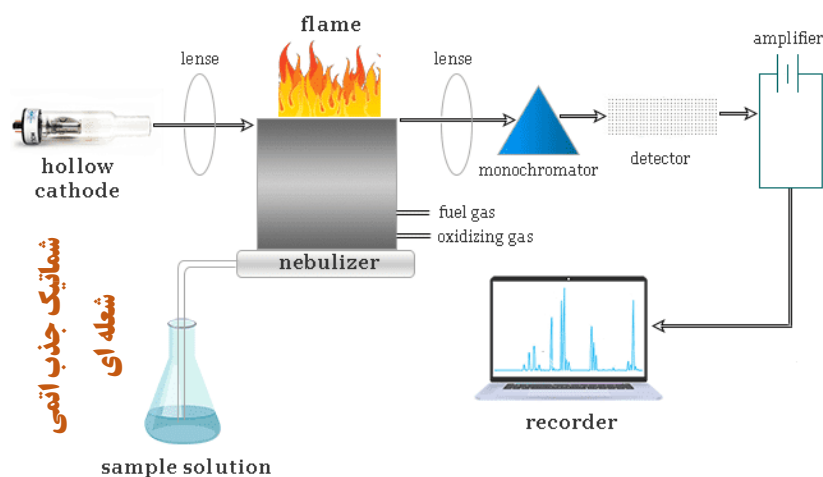
دانشگاه علوم پزشکی
و خدمات بهداشتی درمانی تبریز

دانشکده بهداشت

گروه مهندسی بهداشت محیط

تئوری و اصول

آنالیز دستگاهی با جذب اتمی



دکتر محمد مسافری

بهار ۱۴۰۴



دستگاه جذب اتمی Buck Scientific گروه مهندسی بهداشت محیط دانشکده بهداشت

فهرست مطالب

۵	مقدمه
۶	اهمیت آنالیز فلزات سنگین
۷	کاربردهای دستگاه جذب اتمی
۸	طیف سنجی
۹	جذب اتمی چیست؟
۹	اجزای دستگاه جذب اتمی
۱۰	منبع نور
۱۰	هالو کاتد لامپ
۱۰	نحوه کار هالو کاتد لامپ
۱۱	سیستم اتم‌سازی در دستگاه جذب اتمی
۱۱	مونوکروماتور
۱۱	آشکارساز
۱۲	سیستم پردازش داده‌ها
۱۲	قانون بیر-لامبرت
۱۳	روش کار دستگاه جذب اتمی
۱۳	انواع تکنیک‌های اتمیزاسیون
۱۴	طیف سنجی جذب اتمی شعله (FAAS)
۱۴	فرایند اتمیزاسیون در FAAS
۱۵	طیف سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی (GFAAS)
۱۸	مراحل برنامه ریزی دمایی در کوره جذب اتمی
۱۹	طیف سنجی جذب اتمی هیدرید (Hydride)
۲۰	نحوه رسم منحنی کالیبراسیون در جذب اتمی
۲۲	مراحل کار عملی با دستگاه جذب اتمی
۲۲	۱. کالیبراسیون دستگاه
۲۲	۲. آماده‌سازی نمونه‌ها
۲۲	۳. تنظیمات اولیه دستگاه
۲۳	اقدامات عملی در کار با دستگاه جذب اتمی

۱. روشن کردن دستگاه ۲۳
۲. اتصال گازها (برای سیستم شعله ای) ۲۳
۳. نصب لامپ مناسب ۲۳
۴. تنظیم شعله (در سیستم شعله ای) ۲۳
۵. آماده سازی کوره گرافیتی (برای سیستم کوره ای) ۲۴
- کالیبراسیون دستگاه جذب اتمی ۲۴
۱. تزریق نمونه ها ۲۴
۲. تکرار اندازه گیری ۲۴
۳. تجزیه و تحلیل داده ها ۲۵
- بررسی های پس از راه اندازی دستگاه ۲۵

مقدمه

سنجش آلاینده‌های محیطی در حوزه علم بهداشت محیط، نقش حیاتی و غیرقابل انکاری در تعیین میزان مواجهه با آلاینده‌ها و ارزیابی ریسک‌های مرتبط ایفا می‌کند. اهمیت این سنجش‌ها به ویژه در راستای اطمینان از رعایت حدود استانداردهای بهداشتی و زیست‌محیطی، هر روز بیشتر از پیش احساس می‌شود. با توجه به رشد سریع صنعتی و افزایش آلودگی‌های ناشی از فعالیت‌های انسانی، توجه به کیفیت محیط زیست و سلامت عمومی، به یکی از اولویت‌های اصلی جوامع تبدیل شده است.

در میان انواع مختلف آلاینده‌ها، فلزات سنگین به دلیل گستردگی منابع، اثرات بهداشتی قابل توجه و پایداری در محیط، از اهمیت ویژه‌ای برخوردارند. این فلزات، به راحتی در زنجیره غذایی تجمع می‌یابند و می‌توانند تأثیرات مخربی بر سلامت انسان و اکوسیستم داشته باشند. از این رو، سنجش این فلزات در نمونه‌های مختلف محیطی از جمله آب، پساب، خاک، لجن، رسوبات، گرد و غبار و همچنین مواد غذایی و سبزیجات، امری ضروری و حیاتی به شمار می‌آید.

برای اندازه‌گیری دقیق و مؤثر این آلاینده‌ها، روش‌های مختلفی وجود دارد که از میان آن‌ها، جذب اتمی و تکنیک ICP به عنوان دو روش متداول و معتبر شناخته می‌شوند. این روش‌ها به محققان و کارشناسان این امکان را می‌دهند که با دقت بالا، غلظت فلزات سنگین را در نمونه‌های مختلف اندازه‌گیری کنند و نتایج حاصل را برای انجام ارزیابی‌های لازم به کار ببرند.

این جزوه به منظور آموزش دانشجویان کارشناسی ارشد مهندسی بهداشت محیط و درس آنالیز دستگاهی تهیه شده است. در این مجموعه، تئوری و اصول مربوط به روش جذب اتمی و نحوه کار با دستگاه‌های مرتبط به تفصیل شرح داده شده است تا دانشجویان بتوانند به راحتی مفاهیم را درک کرده و در عمل به کار ببرند.

مبانی تئوری جذب اتمی و مراحل اجرایی آن نقش بسیار مهمی در تحلیل‌های شیمیایی و تعیین غلظت عناصر دارند. این تکنیک به واسطه قابلیت‌های متنوعش در زمینه‌های مختلف علمی و صنعتی، اعتبار و جایگاه بالایی را در عرصه‌های مختلف تحقیقاتی و کاربردی کسب کرده است. از این رو، آشنایی با اصول و روش‌های مربوط به جذب اتمی به‌ویژه برای پژوهشگران و کارشناسان حوزه‌های مختلف علمی و صنعتی حائز اهمیت است.

امید است که این مطالب برای استفاده‌کنندگان، منبعی مفید و کارآمد باشد و به ارتقای دانش و مهارت‌های آنان در این زمینه کمک کند. در نهایت، هدف این جزوه، آماده‌سازی دانشجویان برای ورود به دنیای حرفه‌ای و چالش‌های مرتبط با بهداشت محیط است.

دکتر محمد مسافری

مدرس آنالیز دستگاهی جذب اتمی

اهمیت آنالیز فلزات سنگین

فلزات سنگین به عنوان گروهی از عناصر شیمیایی با چگالی بالا و خواص سمی شناخته می‌شوند که به دلیل تأثیرات منفی آن‌ها بر سلامت انسان و محیط زیست، اهمیت ویژه‌ای دارند. این فلزات شامل عناصری مانند سرب (Pb)، جیوه (Hg)، کادمیوم (Cd)، آرسنیک (As)، مس (Cu)، نیکل (Ni) و روی (Zn) هستند. فلزات سنگین به طور معمول در چگالی بالاتر از ۵ گرم بر سانتی‌متر مکعب طبقه‌بندی می‌شوند و به دلیل پایداری و تجمع‌پذیری در محیط، می‌توانند به راحتی وارد زنجیره غذایی شوند. به عنوان مثال، جیوه به دلیل خاصیت تجمع در ماهی‌های بزرگ به یک ماده خطرناک برای انسان تبدیل می‌شود. این فلزات می‌توانند از طریق منابع مختلفی مانند آب‌های آلوده، مواد غذایی و ذرات معلق در هوا به بدن انسان وارد شوند. به همین دلیل، بررسی و شناسایی منابع آلاینده و تأثیرات آن‌ها بر سلامت عمومی از اهمیت بالایی برخوردار است.

اثرگذاری فلزات سنگین بر سلامت انسان می‌تواند به شکل‌های مختلفی نمایان شود. سرب، به عنوان یکی از فلزات سنگین سمی، می‌تواند منجر به مشکلات عصبی، اختلالات یادگیری و کاهش IQ در کودکان شود. این فلز به ویژه در دوران رشد و تکامل مغز کودکان تأثیرات مخربی دارد و می‌تواند به بروز مشکلات رفتاری و شناختی منجر شود. جیوه نیز به عنوان یک ماده سمی شناخته می‌شود که می‌تواند به سیستم عصبی آسیب برساند و باعث بروز بیماری‌هایی مانند "سندرم جیوه" شود. این بیماری شامل علائمی نظیر لرزش، اختلالات حرکتی و مشکلات شناختی است. همچنین، قرارگیری در معرض جیوه در دوران بارداری می‌تواند به ناهنجاری‌های مادرزادی منجر شود. کادمیوم، دیگر فلز سنگین سمی، می‌تواند به آسیب‌های کلیوی، بیماری‌های ریوی و افزایش خطر ابتلا به سرطان منجر شود. این فلز همچنین می‌تواند به کاهش تراکم استخوان و بروز بیماری‌های استخوانی کمک کند. آرسنیک، که به عنوان یک ماده سرطان‌زا شناخته می‌شود، می‌تواند به بروز سرطان‌های پوستی، ریه و مثانه منجر شود و همچنین مشکلات قلبی و عروقی و اختلالات عصبی را به همراه داشته باشد.

روش جذب اتمی به عنوان یکی از دقیق‌ترین و پرکاربردترین تکنیک‌ها در تعیین غلظت عناصر مختلف شناخته می‌شود. این تکنیک به طور گسترده‌ای در صنایع غذایی به منظور کنترل کیفیت و بررسی آلاینده‌ها استفاده می‌شود. همچنین، در علوم محیط زیست برای اندازه‌گیری غلظت عناصر خطرناک و آلاینده‌ها در خاک، آب و هوا به کار می‌رود. در آزمایشگاه‌های پزشکی، این روش برای تعیین غلظت عناصر ضروری مانند آهن و روی در نمونه‌های بیوشیمیایی استفاده می‌شود. به طور کلی، قابلیت اطمینان بالای روش جذب اتمی در اندازه‌گیری دقیق و سریع غلظت عناصر، آن را به ابزاری ضروری در تحقیقات و کاربردهای صنعتی تبدیل کرده است. اهمیت این تکنیک نه تنها در دقت اندازه‌گیری بلکه در سادگی و سرعت انجام فرایند نیز نهفته است. به همین دلیل، در سال‌های اخیر توسعه‌های زیادی در این حوزه ایجاد شده که به بهبود کارایی و کاهش هزینه‌های عملیاتی کمک شایانی کرده است.

اندازه‌گیری فلزات سنگین به عنوان یک اقدام حیاتی در مدیریت بهداشت عمومی و حفاظت از محیط زیست شناخته می‌شود. از آنجا که این فلزات می‌توانند به راحتی در محیط تجمع یابند و به زنجیره غذایی وارد شوند، پایش و ارزیابی غلظت آن‌ها در منابع آب، خاک و مواد غذایی ضروری است. این اندازه‌گیری‌ها به شناسایی نقاط آلوده و تعیین منابع

آلودگی کمک می‌کند و به تصمیم‌گیرندگان این امکان را می‌دهد که اقدامات مؤثری برای کاهش مواجهه با این فلزات سمی انجام دهند. علاوه بر این، داده‌های به‌دست‌آمده از اندازه‌گیری‌های دقیق می‌توانند به توسعه استانداردهای ایمنی و مقررات زیست‌محیطی کمک کنند و به افراد این امکان را بدهند که از خطرات ناشی از فلزات سنگین آگاه شوند. در نهایت، اندازه‌گیری منظم و دقیق فلزات سنگین می‌تواند به حفظ سلامت عمومی و بهبود کیفیت زندگی در جوامع مختلف منجر شود.

کاربردهای دستگاه جذب اتمی

دستگاه AAS، کاربردهای متعددی در زمینه‌های مختلف که نیاز به تحلیل عنصری نمونه‌ها هست دارد.

- آنالیز غذا و نوشیدنی
- اندازه‌گیری سطوح عناصر ضروری یا سمی در محصولات غذایی مانند غلات، میوه‌ها، سبزیجات، گوشت، محصولات لبنی و غیره. به عنوان مثال، دستگاه جذب اتمی می‌تواند محتوای کلسیم در شیر، آهن موجود در غلات یا محتوای سرب در غذاهای کنسرو شده را تعیین کند.
- آنالیز آب
- با اندازه‌گیری غلظت عناصری مانند سدیم، پتاسیم، منیزیم، کلسیم، آهن، منگنز، مس و روی می‌توان از این دستگاه برای نظارت بر کیفیت آب آشامیدنی، فاضلاب یا آب دریا استفاده کرد. مثلاً دستگاه جذب اتمی می‌تواند در شناسایی آلودگی آرسنیک در آب‌های زیرزمینی یا آلودگی جیوه در آب دریا استفاده شود.
- تحقیقات بالینی
- با این دستگاه می‌توان برای تشخیص یا درمان بیماری‌های مربوط به عدم تعادل عنصری یا کمبود مایعات بدن انسان مانند خون، ادرار و بزاق استفاده کرد. به عنوان مثال دستگاه جذب اتمی می‌تواند سطوح آهن در خون را برای تشخیص کم‌خونی یا نظارت بر درمان اندازه‌گیری کند یا سطح لیتیم خون را برای پایش درمان اختلال دوقطبی آنالیز کند.
- آنالیز دارویی
- با اندازه‌گیری غلظت مواد فعال یا ناخالصی‌های موجود در محصولات دارویی مانند قرص، کپسول و پودر می‌توان از دستگاه جذب اتمی برای تأیید خلوص و قدرت داروها استفاده کرد. مثلاً دستگاه جذب اتمی می‌تواند میزان آسپرین را در مسکن‌ها تعیین کند یا وجود فلزات سنگین در داروهای گیاهی را اندازه بگیرد.
- اسپکترومتری

طیف سنجی

اسپکتروسکوپی (Spectroscopy) معادل انگلیسی کلمه‌ی طیف سنجی است. طیف سنجی جذب اتمی یا همان اسپکتروسکوپی جذب اتمی، یک تکنیک تجزیه است که برای تعیین غلظت اتم‌ها یا یون‌های فلزی در یک نمونه به کار می‌رود. جذب اتمی، به فرایندی گفته می‌شود که اتم‌ها (الکترون‌ها) انرژی جذب می‌کنند و برانگیخته می‌شوند. اتم‌ها دارای دو بخش اصلی هستند. بخش داخلی هسته و بخش خارجی آن. الکترون‌های هر اتم بیرون از هسته در حال گردش به دور هسته هستند. این الکترون‌ها، هر کدام در یک لایه قرار دارند و هر لایه به ترتیب از هسته دور می‌شود. به این صورت که مثلاً لایه‌ی سوم نسبت به لایه‌ی یکم، خیلی از هسته دورتر است. بنابراین الکترون‌هایی که در لایه‌های با انرژی بالاتر هستند، فاصله‌ی بیشتر از هسته‌ی اتم دارند.

این الکترون‌ها، گاهی بین لایه‌های مختلف حرکت می‌کنند. مثلاً ممکن تحت شرایطی، الکترون لایه‌ی ۳ وارد لایه‌ی ۴ شود. به این حالت برانگیختگی می‌گویند و وقتی اتم در این موقعیت قرار می‌گیرد، به آن برانگیخته می‌گویند. علت این نام‌گذاری هم این است که وقتی اتم در حالت عادی است، تمام الکترون‌ها در لایه‌ی مربوط به خود هستند. به بیانی دیگر، برای این جابه‌جایی الکترون، اتم از حالت عادی خارج شده و به حالت برانگیخته می‌رود.

علل زیادی می‌توانند موجب برانگیختگی یک اتم شوند؛ اما فصل مشترک تمام این علت‌ها، دریافت انرژی از سوی اتم است. در حقیقت، یک الکترون برای این که به یک لایه با انرژی بالاتر برود، نیاز دارد تا انرژی دریافت کند. از طرفی هنگامی که یک الکترون به لایه‌ای با انرژی پایین‌تر برمی‌گردد، مقداری انرژی آزاد می‌کند. در حقیقت، الکترون‌ها تنها در صورت دریافت میزان مشخصی از انرژی به لایه‌های با انرژی بالاتر می‌روند و به همین شکل، وقتی از یک لایه با انرژی بالا به پایین می‌آیند، میزان مشخص و منحصر به فردی از انرژی را آزاد می‌کنند. میزان انرژی جذب‌شده یا منتشرشده از یک الکترون با الکترون دیگر متفاوت است. یعنی الکترون‌ها برای رفتن به لایه‌های با انرژی بالاتر، نیاز به مقدار مشخصی از انرژی دارند که این مقدار برای الکترون‌های هر اتم، عددی منحصر به فرد است.

نور از بسته‌هایی به نام فوتون تشکیل شده است که این بسته‌ها، در اصل بسته‌های انرژی هستند. هر فوتون، مقدار مشخصی از انرژی است. یکی از راه‌های انتقال انرژی به اتم جهت برانگیختگی، پرتاب فوتون به سمت آن است. در نظر داشته باشید که وقتی ما یک منبع نور را روشن می‌کنیم، در حقیقت تعداد زیادی فوتون به صورت پیوسته از سمت آن منبع نور پرتاب می‌شود. حال، اگر اندازه‌ی انرژی این فوتون‌ها، دقیقاً همان مقداری باشد که یک الکترون برای برانگیختگی به آن نیاز دارد، بنابراین آن الکترون مشخص از آن عنصر خاص، آن فوتون را جذب کرده و انرژی مورد نیاز خود برای رفتن به لایه‌ی با انرژی بالاتر را به دست آورده است.

از آن سو، هنگامی که الکترون از حالت برانگیخته به حال پایدار باز می‌گردد، انرژی خود را به صورت فوتون آزاد می‌کند. نکته‌ی حائز اهمیت این است که انرژی آزادشده توسط الکترون در هنگام بازگشت به لایه‌ی خودش، دقیقاً معادل میزان انرژی‌ای است که برای رفتن به لایه با انرژی بالاتر نیاز دارد.

جذب اتمی چیست؟

جذب اتمی فرایند جذب نور توسط اتم‌های آزاد در حالت گاز است. هر عنصر شیمیایی دارای طیف خاصی از جذب نور است که مشخصه آن عنصر بوده و به نوع و ساختار اتمی آن بستگی دارد. در واقع، اتم‌ها دارای سطوح انرژی مشخصی هستند و هنگامی که نور با طول موج مشخصی به آنها تابیده می‌شود، اتم‌ها انرژی را جذب کرده و به حالت‌های بالاتر انرژی منتقل می‌شوند. این پدیده موجب می‌شود که بخشی از نور تابش شده نسبت به شدت اولیه آن کاهش یابد. بنابراین، می‌توان با اندازه‌گیری این کاهش شدت، به تعیین غلظت عناصر موجود در یک نمونه پرداخت.

جذب اتمی به صورت کلی شامل سه مرحله اصلی است. این مراحل به شرح زیر است:

تولید اتم‌های آزاد:

در ابتدای فرایند، نمونه موردنظر باید به شکل گاز درآید. این کار معمولاً با استفاده از شعله یا کوره گرافیتی انجام می‌گردد. در این مرحله، پیوندهای مولکولی در نمونه شکسته می‌شوند و اتم‌های آزاد تشکیل می‌گردند. تولید اتم‌های آزاد بسیار حیاتی است، زیرا جذب نور تنها توسط اتم‌های منفرد امکان‌پذیر است. اگر اتم‌ها به صورت مولکولی باقی بمانند، قادر به جذب نور نخواهند بود و لذا مراحل بعدی ناتمام خواهند ماند.

تابش نور با طول موج مشخص:

در مرحله دوم، پرتو نوری با طول موج مشخص که به طول موج جذب اتم‌ها مربوط می‌شود، به اتم‌های آزاد تابیده می‌شود. به منظور تولید این نور، از منابع خاصی مانند لامپ‌های کاندی استفاده می‌شود. نور تابیده شده به اتم‌ها انرژی می‌دهد و بخشی از آن توسط اتم‌ها جذب می‌شود. این ویژگی منحصر به فرد جذب نوری، اساس محاسبه غلظت عناصر مورد نظر از طریق اندازه‌گیری میزان نور جذب شده است.

اندازه‌گیری شدت نور عبوری:

پس از آنکه نور به اتم‌های آزاد تابیده شد و بخشی از آن جذب گردید، مقدار نوری که از اتم‌ها عبور می‌کند، کاهش می‌یابد. این کاهش شدت نور باید به دقت اندازه‌گیری شود. آشکارسازها این کاهش شدت را ثبت کرده و داده‌های لازم برای تجزیه و تحلیل را فراهم می‌آورند. میزان کاهش نور مستقیماً با غلظت عنصر در نمونه نسبت دارد و با مقایسه با استانداردهای مشخص می‌توان میزان غلظت عنصر را محاسبه کرد.

اجزای دستگاه جذب اتمی

یک دستگاه جذب اتمی معمولی، از چهار جزء اساسی تشکیل شده است:

منبع نور (Light Source)

سیستم اتمیزاسیون (Atomizer)

تکفام‌ساز (Monochromator)

سیستم آشکارساز (Detector)

بنابراین اجزای اصلی دستگاه جذب اتمی شامل منبع نور، سیستم اتم‌سازی، مونوکروماتور، آشکارساز و سیستم پردازش داده‌ها هستند.

منبع نور

یکی از اجزای کلیدی دستگاه جذب اتمی، منبع نور است. این منبع به منظور تولید نور با طول موج خاص هر عنصر طراحی شده است. در این زمینه، دو نوع لامپ متداول وجود دارد:

۱. لامپ‌های کاتد توخالی (Hollow Cathode Lamps – HCL) این لامپ‌ها به طور خاص برای تولید نور در طول موج‌های مشخص هر عنصر طراحی شده‌اند. لامپ‌های کاتد توخالی دارای کاتد توخالی هستند که از ماده‌ای از عنصر مورد نظر ساخته شده است. هنگامی که این لامپ‌ها فعال می‌شوند، الکترون‌ها از کاتد به سمت آنود حرکت کرده و با اتم‌های درون لامپ برهمکنش می‌کنند. این برهمکنش منجر به تولید نور در طول موج خاص عنصر می‌شود.
۲. لامپ‌های تخلیه بدون الکترود (Electrodeless Discharge Lamps – EDL) این لامپ‌ها برای عناصر خاص به کار می‌روند و در مقایسه با لامپ‌های کاتد توخالی، معمولاً خروجی نوری بیشتری دارند. در این لامپ‌ها، گازرسانی به گونه‌ای انجام می‌شود که نوری با کیفیت بالا و در طول موج‌های خاص تولید شود. این نوع لامپ‌ها برای تعیین غلظت عناصر در سطوح بسیار پایین به ویژه کاربرد دارند.

هالو کاتد لامپ

هالو کاتد لامپ یکی از اجزای کلیدی در دستگاه‌های جذب اتمی است. این لامپ‌ها به عنوان منبع نور برای تولید تابش مشخصی از طول موج‌های خاص استفاده می‌شوند که برای تحلیل عناصر مختلف در نمونه‌ها ضروری است. هالو کاتد لامپ دارای یک کاتد توخالی است که معمولاً از جنس فلز عنصر مورد نظر ساخته شده است. این کاتد به صورت توخالی طراحی شده تا گازهای نادر (مانند آرگون) بتوانند درون آن نفوذ کنند. در سمت دیگر لامپ، یک آند قرار دارد که معمولاً از جنس فلزات غیر فعال (مانند تنگستن) ساخته می‌شود. این آند به عنوان قطب مثبت عمل می‌کند. لامپ با گاز نادر (معمولاً آرگون) پر می‌شود که به ایجاد پلاسما کمک می‌کند. این گاز در فشار پایین درون لامپ قرار دارد. تمام اجزای لامپ درون یک محفظه شیشه‌ای قرار دارند که به عنوان دیواره لامپ عمل می‌کند و از نفوذ گازهای خارجی جلوگیری می‌کند. هالو کاتد لامپ‌های تک عنصر برای تحلیل یک عنصر خاص طراحی شده‌اند. به عنوان مثال، لامپ‌های هالو کاتد برای عناصر مانند سرب، مس، و روی وجود دارند. هالو کاتد لامپ‌های چند عنصر می‌توانند تابش چندین عنصر مختلف را تولید کنند و برای کاربردهای خاصی که نیاز به تحلیل چندین عنصر دارند، مناسب هستند.

نحوه کار هالو کاتد لامپ

- ایجاد پلاسما: هنگامی که ولتاژ بالا به آند و کاتد اعمال می‌شود، الکترون‌ها از کاتد آزاد می‌شوند و به سمت آند حرکت می‌کنند. این حرکت الکترون‌ها باعث ایجاد پلاسما درون لامپ می‌شود.
- تحریک اتم‌ها: الکترون‌های آزاد به مولکول‌های گاز نادر برخورد کرده و آن‌ها را تحریک می‌کنند. این تحریک باعث می‌شود که اتم‌های فلز در کاتد نیز تحریک شوند و به حالت برانگیخته (Excited State) بروند.
- انتشار تابش: زمانی که اتم‌های فلز به حالت پایه (Ground State) باز می‌گردند، انرژی اضافی خود را به صورت تابش نور در طول موج‌های خاص آزاد می‌کنند. این تابش نور همان طول موجی است که برای تحلیل عنصر مورد نظر استفاده می‌شود.

- انتقال نور به دستگاه جذب اتمی: نور تولید شده از هالو کاتد لامپ به سمت نمونه‌ای که در دستگاه جذب اتمی قرار دارد، هدایت می‌شود. در اینجا، نور توسط اتم‌های عنصر مورد نظر در نمونه جذب می‌شود و میزان جذب نور برای تعیین غلظت عنصر در نمونه اندازه‌گیری می‌شود.

سیستم اتم‌سازی در دستگاه جذب اتمی

- جهت تحلیل نمونه‌ها، نیاز به تبدیل نمونه‌ها به اتم‌های آزاد وجود دارد. سیستم اتم‌سازی در دستگاه جذب اتمی به این منظور تجهیز شده است و معمولاً به دو صورت زیر عمل می‌کند:
- شعله‌ای: در این سیستم، مخلوطی از گازهای اکسیدکننده (مانند هوا یا اکسیژن) و سوخت (مانند استیلن) برای تولید شعله استفاده می‌شود. هنگامی که نمونه در شعله قرار می‌گیرد، حرارت شعله سبب حرارت‌دهی به نمونه و ایجاد اتم‌های آزاد می‌شود. این روش به‌خوبی برای اندازه‌گیری غلظت‌های متوسط مورد استفاده قرار می‌گیرد، اما در اندازه‌گیری غلظت‌های بسیار پایین ممکن است دقت کافی را نداشته باشد.
- کوره گرافیتی: این نوع سیستم اتم‌سازی به‌ویژه برای اندازه‌گیری غلظت‌های بسیار پایین با دقت و حساسیت بالاتر کاربرد دارد. در این سیستم، نمونه درون کوره گرافیتی قرار می‌گیرد و با استفاده از حرارت مستقیم و کنترل شده، اتم‌ها آزاد می‌شوند. دقت بالای این روش، آن را برای کاربردهای حساس و دقیق ایده‌آل می‌سازد.

مونوکروماتور

برای بهبود محدودیت‌های آشکارسازی، تکفام‌سازها (Monochromator) برای انتخاب طول موج یکسان نور جذب‌شده به وسیله‌ی نمونه و جداکردن سایر طول موج‌ها به کار می‌روند. این امر تضمین می‌کند که تنها عنصر مورد نظر آشکارسازی خواهد شد. بنابراین مونوکروماتور به‌عنوان یک جزء اصلی دیگر در دستگاه جذب اتمی عمل می‌کند. وظیفه این دستگاه جداسازی طول موج موردنظر از طیف نوری تولیدشده توسط منبع نور است. به‌طور کلی، مونوکروماتورها با استفاده از اصول تفرق نور و یا جذب، قادرند که نورهای غیرضروری را از بین ببرند و تنها نور با طول موج خاص عنصر مورد نظر را به آشکارساز منتقل کنند. این فرآیند جداسازی بسیار حیاتی است، زیرا تاخیر در آن می‌تواند منجر به کاهش دقت اندازه‌گیری‌ها شود.

آشکارساز

آشکارساز دستگاه جذب اتمی، به‌عنوان ابزار نهایی در فرآیند اندازه‌گیری شدت نور عمل می‌کند. یکی از رایج‌ترین نوع‌های آشکارسازها، فتومولتی‌پلایر (Photomultiplier Tube) است. این دستگاه با تبدیل فوتون‌های نور به جریان الکتریکی، می‌تواند به‌صورت دقیق شدت نور جذب‌شده را اندازه‌گیری کند. استفاده از فتومولتی‌پلیرها به‌دلیل حساسیت بالای آن‌ها، در بسیاری از سیستم‌های تجزیه و تحلیل اتمی رایج است.

بنابراین آشکارساز (Detector) سیگنال نور را به یک سیگنال الکتریکی متناسب با شدت نور تبدیل می‌کند. تجهیزات قدیمی، از تکثیرکننده‌های فوتونی برای آشکارسازی استفاده می‌کردند؛ اما امروزه با آشکارسازهای CCD جایگزین شده‌اند. رزولوشن به ازای هر پیکسل در یک آشکارساز آرایه‌ی CCD حدود $1.5 \mu\text{m}$ است که برای استفاده از نور پیوسته به اندازه کافی کوچک است. علاوه بر این اگر یک آشکارساز CCD مثلاً از ۲۰۰ پیکسل استفاده کند، هر یک از آن‌ها اندازه‌گیری

خود را از جذب یا جذب یکپارچه انجام می‌دهند که یعنی دستگاه ۲۰۰ آشکارساز مستقل دارد که نسبت سیگنال به نویز بهتری را ارائه می‌کند.

سیستم پردازش داده‌ها

سیستم پردازش داده‌ها به عنوان آخرین جزء در دستگاه جذب اتمی، وظیفه کنترل دستگاه و تجزیه و تحلیل داده‌ها را بر عهده دارد. این سیستم‌ها معمولاً شامل نرم‌افزارهایی هستند که داده‌های خام جمع‌آوری شده از آشکارساز را پردازش و تجزیه و تحلیل می‌کنند. هدف از این پردازش، دستیابی به نتایج دقیق و قابل اعتماد در اندازه‌گیری غلظت عناصر موجود در نمونه‌های مختلف است. علاوه بر این، نرم‌افزارها قادرند تا داده‌ها را به صورت گرافیکی نمایش دهند و امکان مقایسه و تحلیل نتایج را برای کاربر فراهم آورند.

قانون بیر-لامبرت

قانون بیر-لامبرت یکی از اصول بنیادی در اسپکترومتری است که رابطه بین غلظت یک ماده حل شده و شدت نور جذب شده توسط آن ماده را توصیف می‌کند. این قانون بیان می‌کند که جذب (A) برابر است با حاصل ضرب ضریب جذب مولاری ϵ ، غلظت (C) و طول مسیر نور (L)، به‌طوری‌که رابطه به صورت زیر نوشته می‌شود:

$$A = \epsilon \cdot C \cdot L.$$

ضریب جذب مولاری به ویژگی‌های خاص ماده بستگی دارد و بر حسب $L/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ اندازه‌گیری می‌شود، غلظت محلول بر حسب mol/L و طول مسیر نور بر حسب سانتی‌متر است. با افزایش غلظت ماده، تعداد مولکول‌هایی که نور را جذب می‌کنند افزایش می‌یابد و بنابراین جذب نیز افزایش می‌یابد. همچنین، هر چه طول مسیر نور بیشتر باشد، نور بیشتری با مولکول‌های ماده برخورد خواهد کرد و در نتیجه جذب افزایش می‌یابد. این قانون کاربردهای گسترده‌ای دارد، از جمله تعیین غلظت مواد، تحلیل کیفی و کمی و توسعه روش‌های سنجش. با این حال، محدودیت‌هایی نیز وجود دارد؛ به عنوان مثال، در غلظت‌های بسیار بالا، جذب ممکن است به صورت غیرخطی رفتار کند و قانون بیر-لامبرت دیگر به درستی کار نکند. همچنین، وجود سایر مواد در محلول می‌تواند بر روی جذب تأثیر بگذارد و نتایج را مخدوش کند. در نهایت، برای استفاده مؤثر از این قانون، باید از طول موجی استفاده شود که در آن ماده خاص حداکثر جذب را دارد.

روش کار دستگاه جذب اتمی

روش کار دستگاه جذب اتمی نیز مانند روش جذب اتمی است. در حقیقت، اندازه‌گیری میزان جذب نور به این صورت انجام می‌شود که ابتدا باید ماده‌ی مورد نظر به حالت اتمیزه در بیاید. یعنی باید تمام پیوندهای آن بشکند و به شکل اتم یا یون در بیاید. در یک آزمایش معمولی، نمونه‌ی مایع یا جامد، در یک شعله یا یک کوره گرافیت اتمیزه می‌شود. سپس اتم‌های آزاد و رها، در معرض نوری قرار می‌گیرند که معمولاً به وسیله‌ی یک لامپ کاندی توخالی تولید می‌شود. در اینجا اتم‌های آزاد با جذب انرژی (همان‌طور که در بالا گفتیم با جذب نور) دست‌خوش گذارهای الکترونی از حالت پایه به حالات الکترونی برانگیخته می‌شوند.

واضح است که انرژی تابش، به صورت مستقیم با طول موج جذب‌شده به وسیله‌ی نمونه‌ی اتمیزه متناظر است. حال، آن بخش از نور که جذب ماده نشده، از میان اتم‌ها عبور کرده و به سمت آشکارساز حرکت می‌کند. ضمناً یک تک‌فام‌ساز بین نمونه و آشکارساز قرار می‌گیرد تا تداخل پس‌زمینه را کاهش دهد.

از اینجا آشکارساز، شدت باریکه‌ی نور را اندازه‌گیری کرده و آن را به داده‌های جذب تبدیل می‌کند. در نهایت، با مقایسه‌ی شدت نور تابیده شده و شدت نور دریافت‌شده، مشخص می‌شود که چه میزان نور توسط نمونه جذب شده است. با فهمیدن این میزان، متوجه می‌شویم که نمونه‌ی ما دارای چه غلظتی از عنصر مورد نظر است.

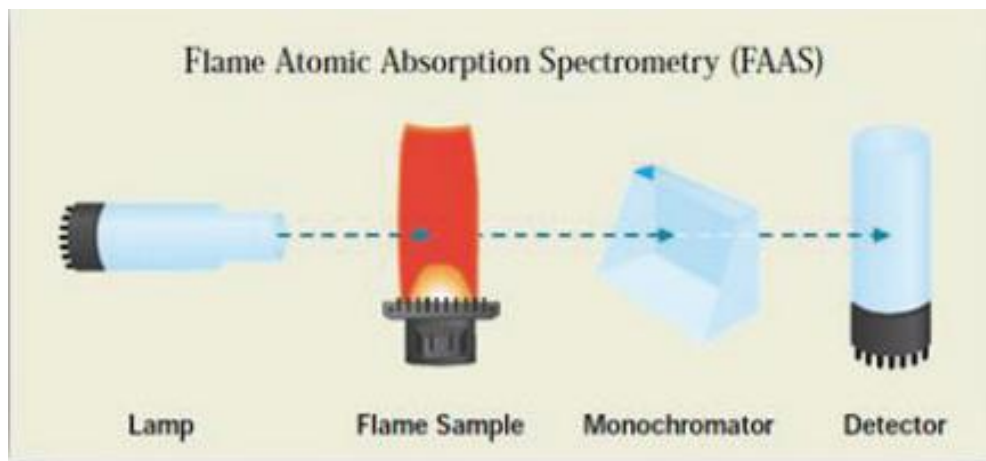
در نظر داشته باشید که نمونه‌های جامد را هم می‌توان در دستگاه AAS به کار برد. اما این روش آنالیز معمولاً به کوره‌های گرافیت گران‌قیمت محدود می‌شود که در آن نمونه را می‌توان به جای شعله، با گرمایش الکتریکی کنترل‌شده‌ی مستقیم، گرم کرد. همچنین AAS معمولاً تنها برای آنالیز اتم‌های فلزی به کار می‌رود. دلیل اصلی این موضوع هم آن است که فلزات، دارای خطوط گسیل و جذب منفرد باریک، درخشان و واضح هستند.

انواع تکنیک‌های اتمیزاسیون

آنالیت در دستگاه جذب اتمی باید اتمیزه شود. این کار به اشکال و طرق مختلف می‌تواند انجام پذیرد. انواع روش‌های اتمیزاسیون عبارتند از:

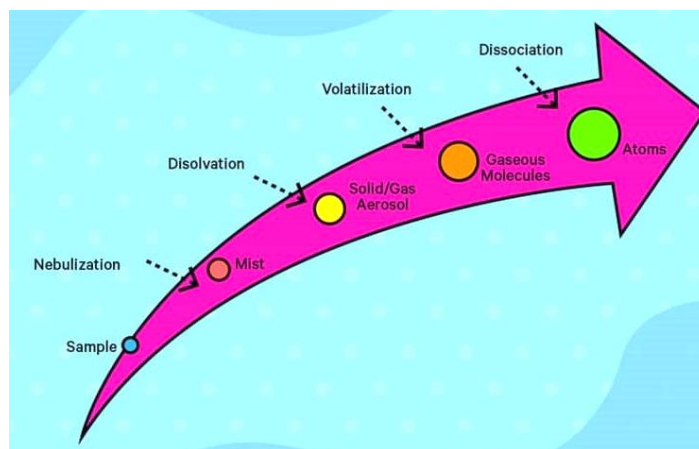
- شعله (Flame)
- کوره (Furnace)
- هیدرید یا اتمایزر بخار سرد (Cold Vapor)
- تکنیک‌های ویژه

طیف سنجی جذب اتمی شعله (FAAS)



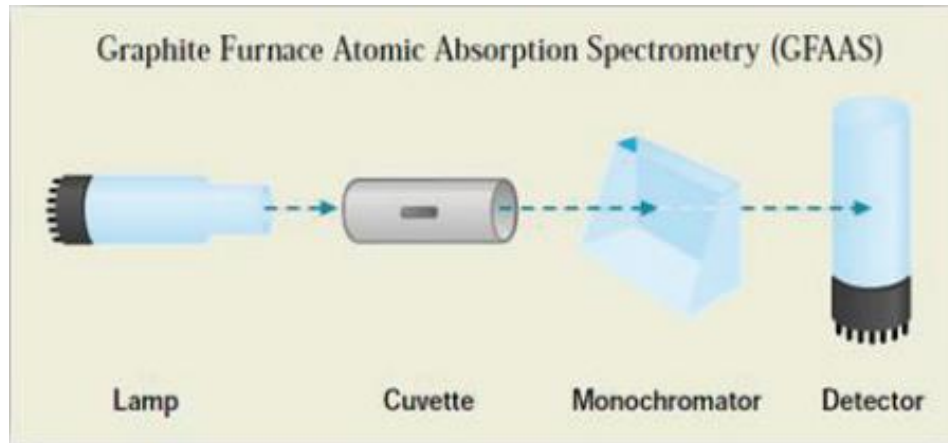
فرایند اتمیزاسیون در FAAS

FAAS به طور عمده برای تعیین غلظت فلزات در محلول بر حسب بخش در میلیون (ppm) یا بخش در میلیارد (ppb) به کار می‌رود. یون‌های فلزی به صورت یک افشانه‌ی ریز در یک شعله با دمای بالا اسپری می‌شوند که در آن به اتم‌های خود تجزیه می‌شوند و در نتیجه از یک لامپ کاتد توخالی با عنصر مشخصه نور جذب می‌کنند.

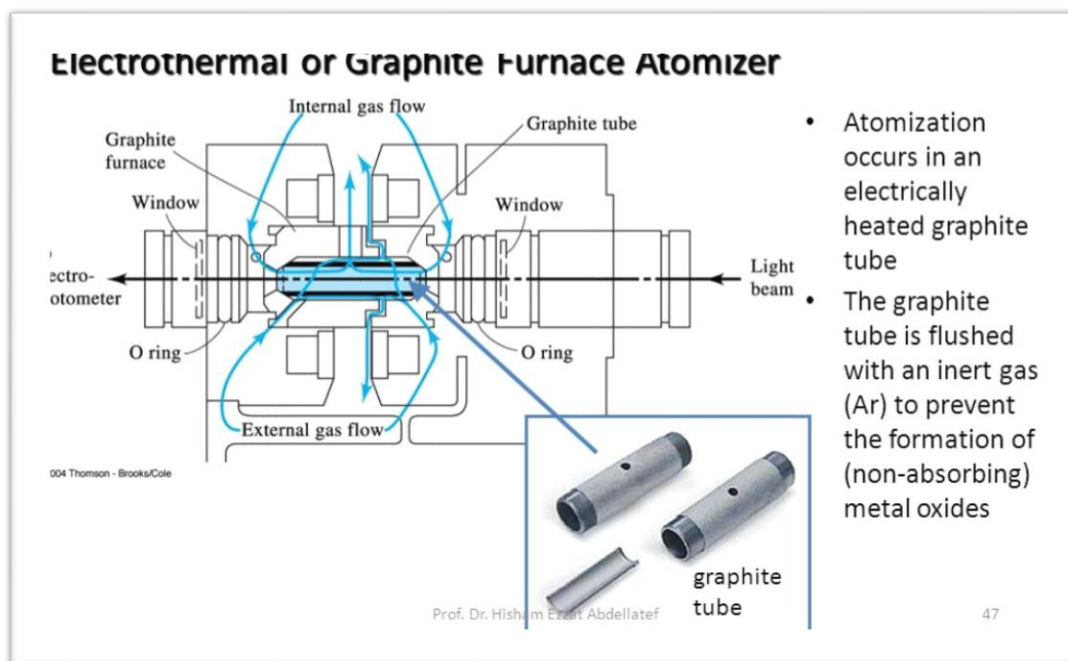


این روش به دلیل نویز طیفی ایجادشده به وسیله‌ی شعله، دارای حساسیت محدودی است. اما این ویژگی با توسعه فناوری بهبود یافته است. ایراد دیگر آن است که در هر بار آزمایش، تنها می‌توان یک فلز را اندازه‌گیری کرد و برای هر عنصر لامپ‌های مختلفی لازم است. هر بار که می‌خواهید چیز متفاوتی را آنالیز کنید لامپ باید تعویض شود. همچنین در FAAS، بخش بزرگی از نمونه (تا ۹۰٪) در شعله از بین می‌رود که روی حساسیت تاثیر می‌گذارد.

طیف سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی (GFAAS)



در GFAAS به عنوان نوعی از اتمیزاسیون الکتروگرمایی، نمونه در یک لوله‌ی گرافیتی توخالی قرار می‌گیرد که تا وقتی نمونه به طور کامل تبخیر گردد گرم می‌شود. نسبت به FAAS حساس‌تر بوده و می‌تواند حتی غلظت‌های کم فلزات کمتر از ۱ ppb را در نمونه‌های کوچک‌تر آشکارسازی کند. لوله گرافیتی باریک با استفاده از برق برای گرم کردن تضمین می‌کند که همه‌ی نمونه در مدت چند میلی‌ثانیه تا چند ثانیه اتمیزه شود. سپس جذب بخار اتمی دقیقاً در ناحیه‌ی بالای سطح گرم‌شده اندازه‌گیری می‌شود. طبیعتاً لازم نیست واحد آشکارسازی با نویز طیفی مقابله کند که به حساسیت بالاتر منجر می‌شود.



دیگرام شماتیک یک کوره گرافیتی

هر دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی دربرگیرنده قسمت‌های زیر است:

منبع تابش: طیف خطی باریک مخصوص عنصر گونه تجزیه‌های را نشر میکند. برای طیف سنجی جذب اتمی، لامپهای هالو کاتد و یا لامپهای تخلیه بدون الکتروود به‌عنوان منابع معمول تابش استفاده می‌شوند.

چاپر (Chopper) یا مدوله‌کننده مکانیکی یا الکتریکی: این قسمت بین منبع تابش و اتم ساز قرار گرفته و تابش حاصل از منبع را مدوله میکند. آشکارساز فقط تابش مدوله را تشخیص می‌دهد. از اینرو مزاحمت نورهای نشر شده از اتم ساز در طول موج همسان با منبع تابش حذف میشود.

سیستم تزریق نمونه: که در آن نمونه به صورت مایع به دستگاه تزریق میشود.

اتمساز: فرآیند تبدیل نمونه به بخار اتمی را اتمیزاسیون (اتم سازی) گویند. این فرآیند توسط اتمساز انجام میشود. در اتمساز کوره گرافیتی، به جای نبولایزر، محفظه اسپری و مشعل از یک کوره گرافیتی که توسط برق داغ شده استفاده میشود. نمونه به طور مجزا در اتمساز گذاشته و اتمساز به صورت الکتریکی و با یک برنامه ریزی دمایی کنترل شده گرم می‌شود تا ابری گذرا از بخار اتمی آنالیت تولید شود.

تک فام ساز: طول موج مورد نظر را به آشکارساز هدایت کرده و با جلوگیری از عبور طول موجهای دیگر، مزاحمت ناشی از آنها را رفع میکند.

آشکارساز: دستگاهی که تابش الکترومغناطیسی را به یک جریان الکترونی و در نتیجه جریان الکتریکی یا ولتاژی در مدار سیستم ثبات تبدیل میکند.

سیستم نمایش خروجی: این قسمت میتواند یک صفحه نمایشگر کامپیوتر با نرمافزارهای گوناگون باشد.

اتمسازهای کوره گرافیتی تجاری لوله های گرافیتی کوچکی به طول یک تا سه سانتیمتر و قطر سه تا هشت میلیمتر هستند. لوله روی پایه و جایگاه خود قرار گرفته و مجموعه جایگزین مشعل میشود. نمونه از راه یک میکروپیپت یا وسایل مشابه در حجمهای کم به لوله تزریق میشود. معمولاً برای محافظت از اکسیده شدن لوله گرافیتی، در هنگام کار از گاز آرگون یا نیتروژن استفاده میشود.



لوله گرافیتی به عنوان قلب دستگاه، نقش مهمی را در ثبات یک اندازه گیری بر عهده دارد. طراحی پایه، جایگاه کوره و جنس خود کوره گوناگون است، این طراحیها و تفاوتها برای کم کردن آثار جذب و نشر و مزاحمتهای موجود و همچنین بهتر کردن تکرارپذیری و حدتشخیصها است. برای اطمینان از شرایط اندازه گیری پایدار از یک مرحله متمیزه شدن به مرحله بعد و از یک لوله گرافیتی به لوله گرافیتی دیگر، تمام قطعات گرافیتی - اتصالها، لوله ها و صفحه لوو- باید تحت کنترل دقیق کیفی توسط سازنده دستگاه قرار گیرند. توزیع دمای فوق العاده یکنواخت به دست آمده با گرمایش عرضی به طور قابل توجهی باعث کاهش تراکم اجزای ماتریس نمونه و اثرات حافظه و بهبود کارایی اتمیزاسیون برای عناصر مقاوم در برابر حرارت میشود.

لوله های گرافیتی را هرگز با انگشت لمس نکنید. تعریق باعث آلودگی و آسیب رساندن به سطح گرافیت شده و روی نتایج اندازه گیری تأثیر می گذارد و سرانجام طول عمر لوله را کاهش میدهد.

به طور کلی فن جذب اتمی کوره گرافیتی حساسیت بیشتر و دقت کمتری (انحراف استاندارد بزرگتر) نسبت به فن جذب شعله دارد. در جذب اتمی شعله، در مرحله ورود نمونه و در مهپاش بخش زیادی از نمونه (به صورت قطرات درشت) هدر میرود. بخار اتمی تولید شده از نمونه در روش شعله با گازهای داغ شعله رقیق میشود. در اتمساز کوره گرافیتی، نمونه به طور مستقیم میتواند در اتمساز قرار گیرد و با تنظیم مناسب برنامه دمایی، نمونه به صورت توپی از بخار درمی آید. زمان ماند اتمها در کوره گرافیتی بیشتر از شعله است. بازده اتمی شدن در کوره گرافیتی بیشتر است. کوره گرافیتی برخلاف اندازه کوچکی که دارد تعداد زیادی اتمهای آزاد در راه نوری ایجاد میکند. بازدهی سیستم نبولایزر- مشعل ده درصد و کوره گرافیتی نود درصد است. مصرف نمونه در جذب اتمی کوره گرافیتی بسیار کمتر است و لذا برای اندازه گیری مقادیر بسیار کم نمونه مناسب است. قابلیت برنامه ریزی دمایی برای اتمسازی در کوره گرافیتی وجود دارد. در مجموع، در فن جذب اتمی شعله نمونه با ضریب در حدود هزار در مقایسه با روش کوره رقیق میشود. البته

این غظت هزاربرابر در کوره، با مشکل همراه است، زیرا غلظت دیگر اجزای گازی حاصل از ماتریس نمونه نیز به نسبت زیاد است. از اینرو اثرات مزاحمت در کوره در مقایسه با شعله جدیتر است.

مراحل برنامه ریزی دمایی در کوره جذب اتمی

فرایند اتمی شدن عنصر در کوره گرافیتی، دارای چند مرحله در برنامه ریزی دمایی است که برای هر عنصر متفاوت بوده و به دست آوردن شرایط بهینه برای اندازهگیری عناصر در نمونه های مختلف، از موارد مهم این روش است. خشک کردن: در این مرحله با قرار دادن دمای کوره در اندکی بالاتر از نقطه جوش حلال، تبخیر حلال از محلول نمونه انجام میشود. تبخیر حلال باید آهسته و یکنواخت صورت گیرد. اگر حلال با جوشاندن سریع حذف شود، نمونه کف کرده و پاشیده خواهد شد و برخی از ذرات نمونه به همراه جریان گاز به بیرون از لوله حمل میشود. خاکسترسازی: در این مرحله جریان منبع تغذیه مقداری افزایش مییابد و ماده آلی موجود در نمونه بهصورت خاکستر درمی آید تا به CO_2 و H_2O تبدیل شود. در این حالت ترکیبات فرار معدنی به شکل بخار درمی آیند. اتم سازی: در این مرحله دما تا اندازه ای افزایش می یابد که اتمهای آزاد گازی تشکیل شده و در مسیر نوری قرار می گیرند و جذب نمونه اندازه گیری میشود. در مرحله اتمسازی جریان گاز درونی آرگون یا نیتروژن قطع میشود. تمیزکردن: مدت زمانی که برای پاکسازی و رفع آلودگیها به لوله در دمای بالا اعمال میشود. سرد کردن: مدت زمانی که صرف میشود تا کوره گرافیتی توسط خنک کننده، خنک شود. در روش جذب اتمی کوره گرافیتی، اصلاح ماتریکس روشی برای کاهش یا حذف مزاحمتهای تبخیر و فاز گازی است. با اصلاح ماتریکس، عنصر اندازه گیری شونده، به شکل پایدارتر درمی آید یا ماتریکس فرارتر از آنالیت میشود. در این فن معمولاً نمکهای معدنی به محلولهای نمونه و استاندارد اضافه میشوند.

برای اصلاح ماتریکس، اصلاحگر یا با تبخیر سریع مواد مزاحم، باعث حذف آنها پیش از اتم سازی عنصر مورد اندازه گیری شده یا با تشکیل نمکها، اکسیدها یا ترکیبات فلزی پایدار حرارتی عنصر اندازه گیری شونده را به شکل کم فرار تبدیل می کند. برای مثال در اندازه گیری آرسنیک و سلنیم معمولاً از نیکل به عنوان اصلاحگر ماتریکس استفاده میشود. نیکل آرسنیک را تا حدود 1700 k و سلنیم را تا 1500 k پایدار میکند که به علت تشکیل نیکل آرسنید و نیکل سلنید پایدار حرارتی است. از اسید فسفریک میتوان برای جلوگیری از هدرروی کادمیم در جریان پیش عمل حرارتی و امکان کاربرد دماهای اتم سازی بالاتر استفاده نمود.

مزاحمتهای طیفی و شیمیایی دو نوع مزاحمت اجتناب ناپذیر در طیفسنجی جذب اتمی هستند. مزاحمتهای طیفی مربوط به گونه هایی است که خط طیفی نزدیک به عنصر اندازه گیری شونده را دارند و تفکیک آنها با تک فام ساز امکانپذیر نیست. مزاحمتهای شیمیایی نیز در نتیجه فرایندهای پیچیده های است که در مرحله ای اتمی شدن اتفاق می افتد و ویژگی جذبی مانند شکل طیف جذبی و بیشترین مقدار جذب عنصر اندازه گیری شونده را تغییر میدهند. در هر دو مزاحمت، چون جذب مزاحم همراه جذب اتمی عنصر اندازه گیری شونده صورت میگیرد، نامطلوب بوده و باید حذف شوند. این مزاحمت جذبی را مزاحمت زمینه مینامند و روشهای حذف آن به نام تصحیح زمینه شناخته میشوند.

طیف سنجی جذب اتمی هیدرید (Hydride)

این اتمایزرها از واکنش‌های شیمیایی برای تبدیل عناصر خاص (مانند آرسنیک، سلنیوم، جیوه و غیره) به هیدریدها یا بخارات فرار استفاده می‌کنند که می‌توانند به سلول کوارتز منتقل و توسط یک سیم‌پیچ تنگستن گرم‌شده تبخیر شوند. این اتمایزرها، حساسیت و گزینش‌پذیری بسیار بالایی برای این عناصر دارند؛ اما به معرف‌ها و تجهیزات خاصی نیز نیاز دارند. تکنیک‌های ویژه

در سیستم‌های اتمیزاسیون تخلیه‌ی تابان (glow-discharge atomizing systems) یک بخار اتمیزه تولید می‌شود که می‌توان برای آشکارسازی جذبی درون یک سلول وارد کرد. سلول‌های تخلیه‌ی تابان را می‌توان به عنوان یک افزونه برای اغلب سیستم‌های FAAS به کار برد. نمونه‌ی حالت جامد وارد یک کاتد می‌شود و سپس یون‌های آرگون پرانرژی (Ar) که به وسیله یک جریان الکتریکی از آند به کاتد تولید می‌شوند، برای بمباران و بیرون راندن اتم‌ها در مسیر تابش به کار می‌روند. این فرایند گندوپاش (sputtering) نامیده می‌شود. برای این تکنیک، نمونه‌ها باید رسانای الکتریسیته بوده یا با رسانایی از قبیل گرافیت ریز یا Cu مخلوط شوند. حدود آشکارسازی برای نمونه‌های جامد در بازه بخش در میلیون (ppm) است.

اتمیزرهای تولید هیبریدی اغلب برای آنالیز نمونه‌های فلزی سنگین و حتی عناصر دیگر مانند آرسنیک (As)، قلع (Sn)، سلنیم (Se) و بیسموت (Bi) مورد استفاده قرار می‌گیرند. نمونه‌ها قبل از اختلاط با سدیم بوروهیدرید (NaBH_4) رقیق و اسیدی می‌شوند. یک هیبرید فلزی تولید و به وسیله یک گاز خنثی مانند آرگون به محفظه‌ی اتمیزاسیون منتقل می‌شود. در اینجا نمونه وارد یک شعله یا کوره می‌گردد تا اتم‌های فلزی آزادی تولید کند که آماده آشکارسازی هستند. جیوه (Hg) تنها فلزی است که در یک شعله یا کوره به خوبی اتمیزه نمی‌شود. برای آنالیز Hg، تکنیک ویژه‌ای به نام اتمیزاسیون بخار سرد به کار می‌رود. نمونه‌ی Hg اسیدی می‌شود و قبل از جاروب‌شدن با یک گاز خنثی کاهش می‌یابد. سپس جذب گاز تعیین می‌گردد.

نحوه رسم منحنی کالیبراسیون در جذب اتمی

منحنی کالیبراسیون در جذب اتمی (Atomic Absorption Spectroscopy - AAS) ابزاری اساسی برای تعیین غلظت یک عنصر خاص در نمونه‌های مختلف است. این منحنی به ما کمک می‌کند تا رابطه بین غلظت عنصر و شدت جذب نور را مشخص کنیم. در ادامه مراحل رسم منحنی کالیبراسیون توضیح داده می‌شود:

تهیه محلول‌های استاندارد:

- ابتدا باید چند محلول استاندارد با غلظت‌های مختلف از عنصر مورد نظر تهیه کنید. این غلظت‌ها باید به‌طور دقیق و بر اساس نیاز تحلیلی انتخاب شوند. معمولاً پنج تا هفت غلظت مختلف کافی است. اندازه‌گیری جذب:
- هر یک از محلول‌های استاندارد را در دستگاه جذب اتمی قرار دهید و شدت جذب (A) را برای هر غلظت اندازه‌گیری کنید. این مقادیر باید در شرایط یکسان (طول موج، دما و غیره) اندازه‌گیری شوند.
- تهیه جدول داده‌ها:
- مقادیر غلظت (C) و جذب (A) را در یک جدول ثبت می‌شود. به عنوان مثال:

جذب (A)	غلظت (mg/L)
0.001	0
0.09	1
0.22	2
0.35	3
0.41	4
0.52	5

رسم نمودار:

- با استفاده از داده‌های جدول، یک نمودار دو بعدی رسم می‌شود. محور افقی (X) را به غلظت (C) و محور عمودی (Y) به جذب (A) اختصاص می‌یابد.

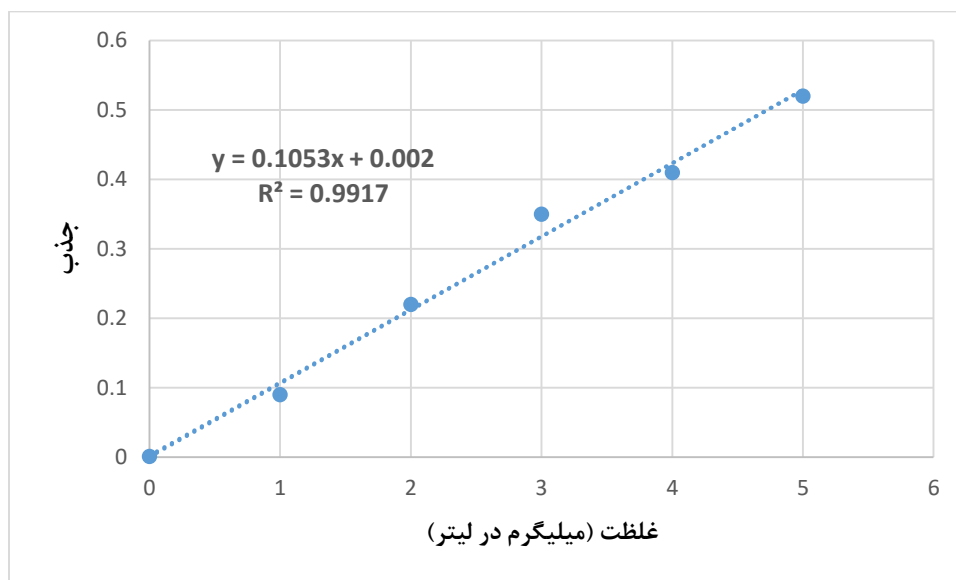
تحلیل داده‌ها:

- نقاط داده بر روی نمودار علامت‌گذاری می‌شود و یک خط بهترین برازش (Best Fit Line) به نقاط اضافه می‌گردد. این خط می‌تواند به صورت خطی یا غیرخطی باشد، اما در بیشتر موارد، انتظار می‌رود که رابطه بین غلظت و جذب خطی باشد.

محاسبه معادله خط:

- معادله خط بهترین برازش محاسبه می‌شود. این معادله به صورت $y = mx + b$ خواهد بود، که در آن y جذب، m شیب خط، x غلظت و b عرض از مبدا است.
- استفاده از منحنی کالیبراسیون:

- حال می‌توان از این منحنی برای تعیین غلظت عنصر در نمونه‌های ناشناخته استفاده کرد. با اندازه‌گیری جذب نمونه‌های ناشناخته و وارد کردن مقدار جذب در معادله خط، می‌توان غلظت آن‌ها را محاسبه نمود.



نکات مهم

- دقت و صحت: در تهیه محلول‌های استاندارد و اندازه‌گیری‌ها، دقت و صحت بسیار مهم است. از روش‌های مناسب برای آماده‌سازی و اندازه‌گیری استفاده کنید.
 - کنترل شرایط: شرایط آزمایش باید در تمام اندازه‌گیری‌ها یکسان باشد تا نتایج معتبر باشند.
 - تکرارپذیری: برای اطمینان از نتایج، اندازه‌گیری‌ها را چندین بار تکرار کنید و میانگین مقادیر را محاسبه کنید.
- رسم منحنی کالیبراسیون در جذب اتمی یک فرآیند سیستماتیک است که به ما این امکان را می‌دهد تا غلظت عناصر مختلف را در نمونه‌ها به‌طور دقیق تعیین کنیم. با رعایت مراحل فوق، می‌توان به نتایج معتبر و قابل اعتمادی دست یافت. تفسیر خروجی‌ها در AAS بسیار ساده است و از قانون بیر پیروی می‌کند که طبق آن جذب با غلظت، نسبت مستقیم دارد. این بدان معنی است که غلظت آنالیت با خروجی الکتریکی دریافتی از آشکارساز دارای همبستگی است. یکی از روش‌های تعیین غلظت نامعلوم یک آنالیت، استفاده از چند محلول با غلظت‌های معلوم به منظور کالیبره کردن دستگاه است. منحنی، تابش (جذب) بر حسب غلظت را نشان می‌دهد و وقتی نمونه اندازه‌گیری می‌شود، مقدار غلظت را می‌توان از منحنی کالیبراسیون دستگاه جذب اتمی به دست آورد.

مراحل کار عملی با دستگاه جذب اتمی

۱. کالیبراسیون دستگاه

کالیبراسیون دستگاه جذب اتمی، یکی از مهمترین مراحل در فرآیند تشخیص و آنالیز عناصر به شمار می‌رود. این مرحله به منظور اطمینان از دقت و اعتبار نتایج حاصله، ضروری است.

انتخاب محلول‌های استاندارد: نخستین گام در کالیبراسیون، انتخاب محلول‌های استاندارد با غلظت‌های مشخص از عنصر مورد نظر است. این محلول‌ها باید با غلظت‌هایی در محدوده کاری دستگاه تهیه شوند تا قادر باشند عملکرد دستگاه را به خوبی نمایان سازند. به عنوان یک اصل کلیدی، هر محلول باید از خلوص بالایی برخوردار باشد تا بتواند نتیجه مطلوبی ارائه دهد.

تنظیم منحنی کالیبراسیون: در مرحله بعدی، مقادیر جذب برای این محلول‌های استاندارد اندازه‌گیری می‌شود. سپس، داده‌های بدست آمده به صورت یک منحنی ترسیم می‌شود که تغییرات جذب را بر حسب غلظت نشان می‌دهد. این منحنی به عنوان مبنای محاسبات بعدی و ارزیابی نتایج استفاده خواهد شد. دقت در ترسیم این منحنی سبب خواهد شد که بتوان به راحتی نتایج نهایی را بر اساس منحنی کالیبراسیون تفسیر کرد.

۲. آماده‌سازی نمونه‌ها

پس از فرآیند کالیبراسیون، مرحله آماده‌سازی نمونه‌ها آغاز می‌شود. این مرحله به منظور تضمین آنالیز درست نمونه‌های مختلف ضروری است.

تجزیه نمونه‌ها: در صورتی که نمونه‌های *chosen* جامد باشند، لازم است که آن‌ها را به یک محلول قابل آنالیز تبدیل کنیم. این فرایند به وسیله هضم شیمیایی صورت می‌پذیرد. معمولاً برای انجام این هضم، از اسیدها یا سایر عوامل شیمیایی استفاده می‌شود که باید با احتیاط انتخاب شوند تا هیچگونه واکنش ناخواسته‌ای به وجود نیاید.

رقیق‌سازی: پس از هضم، غلظت محلول نهایی باید به محدوده قابل اندازه‌گیری دستگاه کاهش یابد. این موضوع احتمال به حداقل رساندن خطاهای موجود در اندازه‌گیری را افزایش می‌دهد و نتایجی دقیق‌تر را ارائه می‌دهد.

حذف ناخالصی‌ها: در نهایت، برای دستیابی به نتایج دقیق‌تر، ذرات معلق و آلودگی‌های احتمالی از محلول باید حذف شوند. این کار معمولاً با استفاده از فیلتر یا سانتریفیوژ انجام می‌شود. حذف ناخالصی‌ها نه تنها به افزایش دقت نتایج کمک می‌کند، بلکه احتمال وقوع خطا را به حداقل می‌رساند.

۳. تنظیمات اولیه دستگاه

تنظیمات اولیه دستگاه، بخش دیگری از فرایند آماده‌سازی است که بر روی دقت و صحت نتایج تأثیرگذار است. تنظیم جریان گازها: در مرحله اول، میزان جریان گازهای اکسید کننده و سوخت باید متناسب با روش انتخابی (شعله‌ای یا کوره گرافیتی) تنظیم شود. این تنظیمات به کنترل و بهینه‌سازی فرآیند اندازه‌گیری کمک می‌کند. انتخاب لامپ مناسب: در ادامه، لامپ کاتد توخالی (HCL) یا لامپ تخلیه الکتریکی (EDL) که مربوط به عنصر مورد نظر است، باید نصب شود.

تنظیم طول موج: در نهایت، باید طول موج جذب ویژه عنصر مورد نظر را روی دستگاه انتخاب کرد. این طول موج معمولاً از پیش در جداول مرجع مشخص شده است و انتخاب صحیح آن به بهبود کیفیت داده‌های حاصله کمک می‌کند.

اقدامات عملی در کار با دستگاه جذب اتمی

۱. روشن کردن دستگاه

اولین مرحله در راه‌اندازی دستگاه جذب اتمی، روشن کردن آن است. برای این منظور، دکمه روشن/خاموش (Power) دستگاه باید فشار داده شود. پس از روشن شدن دستگاه، نرم‌افزار کنترل آن باید باز شود. این مرحله بسیار حائز اهمیت است زیرا به سیستم اجازه می‌دهد تا به حالت پایدار برسد. معمولاً این فرآیند چند دقیقه زمان می‌برد و در این مدت، سیستم با دقت به تنظیم پارامترهای داخلی خود می‌پردازد. توجه به این مرحله می‌تواند تاثیر شگرفی در عملکرد صحیح دستگاه در مراحل بعدی داشته باشد.

۲. اتصال گازها (برای سیستم شعله ای)

دومین مرحله، اتصال گازهای مورد نیاز برای سیستم شعله‌ای است. در این مرحله، باید اطمینان حاصل شود که اتصالات گازها کاملاً محکم و بدون نشتی باشند. تنظیم جریان گازها نیز باید مطابق با دستورالعمل‌های موجود انجام گیرد. معمولاً جریان گازها از طریق رگلاتورهای موجود در دستگاه قابل تنظیم است. پس از تنظیم، باید با استفاده از آب صابون یا دستگاه‌های مخصوص، تست نشتی انجام شود. این تست به منظور جلوگیری از وقوع حوادث ناگواری نظیر آتش‌سوزی یا انفجار الزامی است.

۳. نصب لامپ مناسب

در مرحله سوم، نصب لامپ‌های لازم برای تحلیل عنصر مورد نظر انجام می‌گیرد. لامپ کاند توخالی یا لامپ تخلیه بدون الکتروود (EDL) باید به طور دقیق در سوکت مربوطه قرار گیرد و محکم شود. انتخاب طول موج مناسب برای عنصر مورد نظر از دیگر نکات مهم در این مرحله است. اطلاعات مربوط به طول موج در دفترچه راهنمای دستگاه و جداول طیفی موجود ذکر شده است. انتخاب دقیق طول موج تأثیر مستقیمی بر دقت نتایج به دست آمده خواهد داشت.

۴. تنظیم شعله (در سیستم شعله ای)

پس از نصب لامپ، نوبت به روشن کردن شعله می‌رسد. این کار معمولاً با استفاده از سیستم جرقه‌زن تعبیه‌شده در دستگاه یا به صورت دستی انجام می‌شود. تنظیم ارتفاع شعله نیز از جمله نکات کلیدی در این مرحله است. ارتفاع شعله باید به گونه‌ای تنظیم شود که نه خیلی کوتاه و نه خیلی بلند باشد، زیرا شعله کوتاه ممکن است منجر به ناقص شدن اتم‌سازی شود و شعله بلند می‌تواند به دستگاه آسیب بزند. بنابراین، دقت در تنظیم شعله نقش حیاتی در عملکرد صحیح دستگاه دارد.

۵. آماده سازی کوره گرافیتی (برای سیستم کوره ای)

در صورت استفاده از سیستم کوره ای، در این مرحله باید بررسی شود که تمیز و سالم باشد. همچنین، دما و زمان بندی مراحل مختلف شامل خشک کردن، خاکستر کردن و اتم سازی باید در نرم افزار دستگاه وارد شود. این پارامترها بسته به نوع نمونه و عنصر مورد نظر باید دقیقاً تنظیم شوند.

کالیبراسیون دستگاه جذب اتمی

پس از اتمام مراحل اولیه راه اندازی، نیاز به کالیبراسیون دستگاه از اهمیت ویژه ای برخوردار است. برای این کار، محلول های استاندارد با غلظت های مشخص و دقیق از عنصر مورد نظر باید تهیه شوند. این محلول ها معمولاً در محدوده ۱۰-۵ استاندارد مختلف با غلظت های افزایشی تهیه می گردند. استفاده از محلول های تازه و با کیفیت به منظور حفظ دقت کالیبراسیون حیاتی است. در اندازه گیری محلول های استاندارد هر محلول استاندارد باید به ترتیب وارد دستگاه شود و میزان جذب نور (Absorbance) برای هر یک ثبت گردد. نرم افزار دستگاه به طور معمول به صورت خودکار منحنی کالیبراسیون (Calibration Curve) را رسم می کند که باید خطی باشد. به عبارتی، با افزایش غلظت، میزان جذب نیز باید افزایش یابد. بررسی و ارزیابی این منحنی از اهمیت بالایی برخوردار است.

در پایان، بررسی منحنی کالیبراسیون الزامی است. انحراف از خط مستقیم ممکن است ناشی از مشکلاتی نظیر آلودگی لامپ، تنظیمات نادرست شعله یا خطای انسانی باشد. در چنین مواردی، نیاز به کالیبراسیون مجدد احساس می شود. روش اندازه گیری نمونه ها

اندازه گیری نمونه ها در آزمایشگاه های شیمیایی و علمی یکی از مراحل کلیدی در تجزیه و تحلیل مواد مختلف به شمار می رود. فرایند اندازه گیری شامل مراحل متعددی است که هر کدام به دقت و دقت تحلیلی نیاز دارند. در این مقاله، روش های مختلف اندازه گیری نمونه ها، از جمله تزریق نمونه ها، تکرار اندازه گیری، تجزیه و تحلیل داده ها و بررسی های پس از راه اندازی دستگاه را مورد بررسی قرار می دهیم.

۱. تزریق نمونه ها

اولین مرحله در اندازه گیری نمونه ها، تزریق آن ها به دستگاهی است که برای تحلیل استفاده می شود. این فرآیند معمولاً با استفاده از سیستم تزریق دستگاه، مانند نازل یا اسپراتور صورت می گیرد. نمونه های آماده شده به دقت و بر اساس پروتکل های مشخص شده وارد شعله یا کوره می شوند.

در این مرحله، دستگاه جذب اتمی توانایی ثبت میزان جذب نور هر نمونه را دارد. جذب نور از نوع خاصی از چندین عنصر که در نمونه وجود دارد، اطلاعات مهمی در مورد غلظت آن عناصر فراهم می آورد. فرآیند تزریق نمونه به دستگاه نه تنها نیازمند دقت بالاست، بلکه باید به گونه ای طراحی شود که هیچ گونه آلودگی یا نشتی به وجود نیاید.

۲. تکرار اندازه گیری

برای افزایش دقت نتایج به دست آمده، تکرار اندازه گیری هر نمونه حداقل باید سه بار انجام شود. این رویکرد از نظر علمی بسیار معتبر است، زیرا می تواند نوسانات احتمالی در اندازه گیری ها را کاهش دهد و به یک میانگین دقیق تر دست یابد.

ثبت و محاسبه میانگین نتایج، به پژوهشگران کمک می‌کند تا برآورد بهتری از غلظت واقعی عناصر هدف در نمونه داشته باشند. تکرار اندازه گیری همچنین به فرآیند کالیبراسیون کمک می‌کند و اعتماد به نفس بیشتری را در نتایج حاصله فراهم می‌آورد.

۳. تجزیه و تحلیل داده ها

پس از اندازه گیری نمونه‌ها و محاسبه میانگین نتایج، مرحله تجزیه و تحلیل داده‌ها آغاز می‌شود. نرم افزار مخصوص دستگاه، به طور خودکار غلظت عنصر مورد نظر را با استفاده از منحنی کالیبراسیون محاسبه می‌نماید. این مرحله از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است، زیرا به پژوهشگر امکان می‌دهد تا به یک تصویر کلی از ترکیبات موجود در نمونه دست یابد. همچنین، به منظور نظم‌دهی به نتایج و اطمینان از یکپارچگی داده‌ها، بهتر است که نتایج به طور سیستماتیک ذخیره و در صورت نیاز گزارشی دقیق تهیه گردد.

بررسی های پس از راه اندازی دستگاه

پس از اتمام فرآیند اندازه گیری و تجزیه و تحلیل داده‌ها، بررسی‌های پس از راه‌اندازی دستگاه یک جزء کلیدی از مدیریت و نگهداری تجهیزات است. تمیزکاری دستگاه

نخستین اقدام پس از پایان کار، خاموش کردن شعله یا کوره است. تمیزکاری نازل‌ها و مسیرهای انتقال گاز و نمونه برای جلوگیری از انسداد و کثیفی‌های ممکن، ضروری است. این اقدام باعث prolong efficiency دستگاه در تولید نتایج دقیق‌تر در آینده خواهد شد. خاموش کردن دستگاه

در ادامه، لامپ‌ها و سیستم گازرسانی دستگاه باید به آرامی خاموش شوند. این کار باید به گونه‌ای انجام شود که هیچگونه آسیب به دستگاه و اجزا آن وارد نشود. پس از آن، دستگاه باید به طور کامل خاموش و از برق جدا گردد تا از هر گونه حادثه یا آسیب آتی جلوگیری شود.