



مطيافيات الامتصاص والانبعث

Absorption and Emission Spectrometers

منقول بتصريف

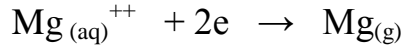
مقدمة: يتم الامتصاص على المستوى الجزيئي في مطياف الأشعة المرئية، ومطياف الأشعة فوق البنفسجية، ونتيجة لهذا الامتصاص الطاقى تحدث انتقالات الكترونية في الذرات داخل الجزيئات، وكذلك يتم الامتصاص على المستوى الجزيئي في مطياف الأشعة تحت الحمراء مسبباً اهتزازات داخل الجزيئات ويحدث انتقال الجزيء من المستوى الاهتزازي الصفري إلى المستويات الاهتزازية العالية الطاقة مما يؤدي لتمدد أو انكماش الروابط الكيماوية بين الذرات أو يحدث تغيير في الزوايا بين الروابط المكونة للجزيئات، بينما في حالة مطياف الامتصاص الذري للعناصر يتم الامتصاص على المستوى الذري فقط وليس على مستوى الجزيء، ولذلك لا بد من تحويل العنصر المطلوب قياسه في الجزيء الى الحالة الذرية.

وهناك العديد من التقنيات التي تمكننا من إثارة ذرات العناصر ونقلها من الحالة المستقرة Ground state إلى الحالة المثارة Excited state، وأبسط الطرق لإثارة المادة تقوم على تسخين العينة إلى درجة حرارة عالية، مما يؤدي إلى حدوث إثارة نتيجة للتصادمات التي تحدث بين ذرات العينة، وتستخدم هذه التقنية في مطياف الامتصاص والانبعث عن طريق اللهب Flame atomic absorption and flame atomic emission spectrometer ويعمل مطياف الامتصاص الذري Absorption spectrometer Atomic على اختبار أطوال موجات الفوتونات الممتصة أثناء إثارة ذرات العناصر، بينما يعمل مطياف الانبعث الذري Atomic Emission Spectrometer على اختبار أطوال موجات الفوتونات المنبعثة من الذرات أثناء إنتقالها من الحالة المثارة إلى الحالة المستقرة أو ذات الطاقة الأدنى، ومن المعروف أن كل عنصر يبعث مجموعة مميزة من الأطوال الموجية المنفصلة طبقاً لتركيبه الإلكتروني، وبدراسة هذه الأطوال الموجية يمكن معرفة العناصر المكونة للعينة.

تقوم مطيافيات الامتصاص والانبعث الذري بتقدير العناصر في محاليلها بطريقة من طرق القياسات الطيفية Spectroscopy، وتعتمد فكرة التقدير على تحويل محلول العينة الى رذاذ Atomization، ثم مزج الرذاذ مع مزيج من الغازات مثل الأسيثيلين والهواء أو الأسيثيلين، وأكسيد الأزوت NO، ويتم حرق العنصر بواسطة اللهب الناتج عن مزج هذه الغازات، فيتحول العنصر إلى الصورة الذرية والتي تتعرض إلى مصباح كاثود Hollow Cathode lamp خاص بالعنصر المراد قياسه.

ويعطي مصباح الكاثود الخاص بكل عنصر ضوء ذو تردد معين مشابه للطيف الذري للعنصر المطلوب قياسه، فتمتص ذرات العنصر قدر من هذا الضوء يتناسب مع تركيزها في اللهب، أي أنه كلما كان عدد ذرات العنصر أو تركيز ذرات العنصر في اللهب عالي فإنه يحدث امتصاص لعدد كبير من الطاقة، وبمقارنة كمية الطاقة الممتصة أو المنبعثة بواسطة تراكيز معلومة من العنصر بكمية الطاقة الممتصة بواسطة العينات المجهولة التركيز لنفس العنصر يتم التقدير. وهناك عدة مراحل تحدث للعينة خلال تكوين طيف الامتصاص أو الانبعث عن طريق اللهب:

1. التبخير Evaporation: يحدث تجفيف Dehydration للعينة المحتوية على المعدن بسبب حرارة اللهب ويتبخر المذيب.
2. مرحلة التكسير Dissociation: وفيها تتحول الجزيئات الى ذرات.
3. التحويل الى ذرات Atomization: يتم إرجاع أيونات المعدن التي كانت ذائبة في مذيب العينة إلى ذرات المعدن، على سبيل المثال تحول أيونات المغنزيوم إلى ذرات المغنزيوم



4. الإثارة Excitation: تمتص الكترولونات المعدن الطاقة من حرارة اللهب وتنتقل بذلك إلى مستويات طاقة أعلى، أي يحدث لها إثارة، وتتوقف كمية الطاقة الممتصة على قوى التجاذب الالكتروستاتيكية بين الالكترولونات السالبة الشحنة ونواة الذرة الموجبة الشحنة والتي بدورها تتوقف على عدد البروتونات داخل النواة. وتنتقل الالكترولونات بعد امتصاصها للطاقة إلى مستويات طاقة أعلى وتصبح في حالة مثارة.

وهنا يمكن قياس الطاقة اللازمة لحدوث هذه الاثارة أي قياس الطاقة الممتصة بواسطة مطياف الامتصاص Flame Absorption Spectrometer (شكل 1)، أو أنه نتيجة أن الذرات أصبحت مثارة فهي تكون غير مستقرة ولكي تعود مرة أخرى وبسرعة الى الحالة المستقرة فإنها تبتث الطاقة التي امتصتها في شكل انبعاث اشعاعي وبذلك تقاس الطاقة اللازمة للرجوع من هذه الحالة المثارة إلى الحالة المستقرة أي قياس الطاقة المنبعثة بواسطة مطياف الانبعاث Flame Emission Spectrometer (شكل 2).



شكل (2): مطياف الانبعاث عن طريق اللهب
Flame emission spectrometer



شكل (1): مطياف الامتصاص الذري عن طريق اللهب
Flame atomic absorption spectrometer

وهذا الامتصاص أو الانبعاث الاشعاعي يكون في نطاق الطيف المرئي لبعض المعادن. ولأن الكترولونات الذرة أساسا في مستويات طاقة مختلفة فإنها كلها تمتص ضوء اللهب وبذلك ينبعث خليط من الأطوال الموجية المختلفة للذرة الواحدة.

وببساطة شديدة يمكن ملاحظة طيف الانبعاث عن طريق اللهب وذلك باستخدام موقد بنزن Bunsen burner وعينات من المعادن، فمثلا عند وضع معدن الصوديوم على اللهب فإنه يتوهج باللون الأصفر بينما يتوهج معدن الكالسيوم باللون الأحمر والنحاس باللون الأخضر.

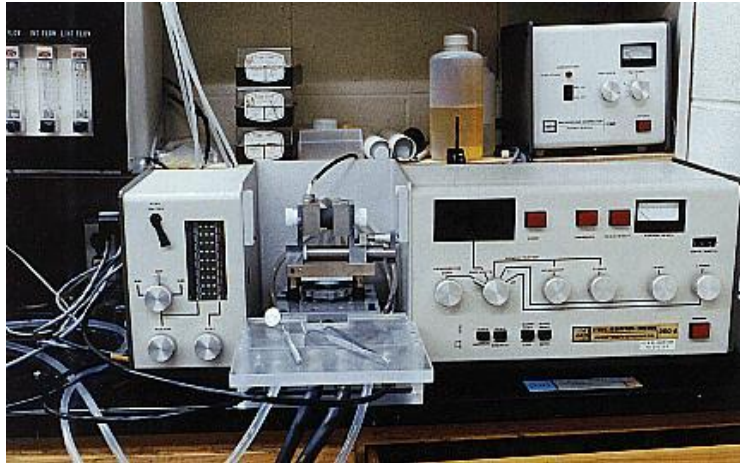
مطياف الامتصاص الذري Atomic Absorption Spectrometer (AAS)

1- طرق تقدير الامتصاص الذري: يوجد أكثر من تقنية Technique لتقدير الامتصاص الذري للعناصر، وتختلف باختلاف نوع وتركيز العنصر المراد تقديره في العينة.

أولاً: الامتصاص الذري بطريقة اللهب (Flame Atomic Absorption (Direct Aspiration method): يتم تحويل هنا العنصر إلى الحالة الذرية عن طريق اللهب حيث يتم تسليط حزمة ضوئية من مصباح كاثود - مصنوعة من نفس العنصر المراد تقديره - خلال اللهب إلى موحد الموجات ثم إلى كشاف لقياس كمية الضوء الممتص بواسطة اللهب، ويعتمد الامتصاص على وجود ذرات حرة في حالتها المستقرة في اللهب، ويتم تقدير العناصر بهذه الطريقة في حدود تراكيز من العنصر بالجزء في المليون ppm

ثانياً: الامتصاص الذري للعناصر بطرق غير اللهب (Flameless Atomic Absorption): وهنا يتم تحويل العنصر إلى الحالة الذرية بطرق أخرى غير اللهب، مثل استخدام الأفران الكهربائية، أو الاعتماد على بعض التفاعلات الكيماوية مثل توليد هيدريدات الغازات المتطايرة Volatile Gaseous Hydrides لبعض العناصر مثل الزرنيخ، والسيلينيوم، والأنتيمون، والقصدير بالإضافة عامل مرجع، أو على بعض الخصائص الكيميائية مثل ظاهرة التسامي لتقدير بعض العناصر مثل الزئبق والتي يتحول فيها العنصر إلى بخار بدون تسخين سواء باللهب أو بالأفران الكهربائية.

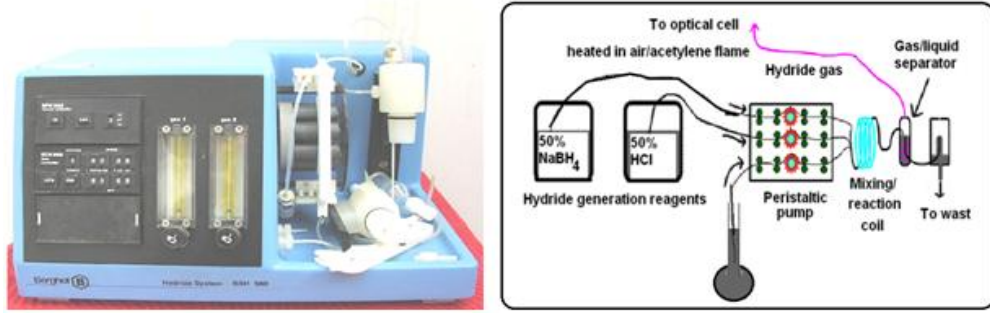
2- استخدام الأفران الكهربائية Graphite furnace method: وهي تقنية أكثر حساسية من استخدام اللهب حيث يصل فيها التقدير إلى حدود تراكيز بالجزء في البليون ppb، وهنا توضع العينة في أنبوبة من الجرافيت في فرن كهربائي حيث يتم تبخيرها حتى الجفاف وحرقتها وتحويلها إلى الحالة الذرية وهنا يكون نسبة الذرات التي تتبخر وتتحلل وتصبح جاهزة لامتصاص الطاقة أكبر مما هو في حالة اللهب المباشر مما يجعل هذه الطريقة مناسبة لتقدير التركيزات الضئيلة من العناصر، وفكرة التقدير هنا مماثلة تماماً لما يحدث في حالة اللهب المباشر عدا أن الفرن هنا هو الذي يقوم بتحويل محلول العينة إلى ذرات بدلاً من اللهب المباشر (شكل 3):



شكل (3): استخدام الأفران الكهربائية Graphite furnace method

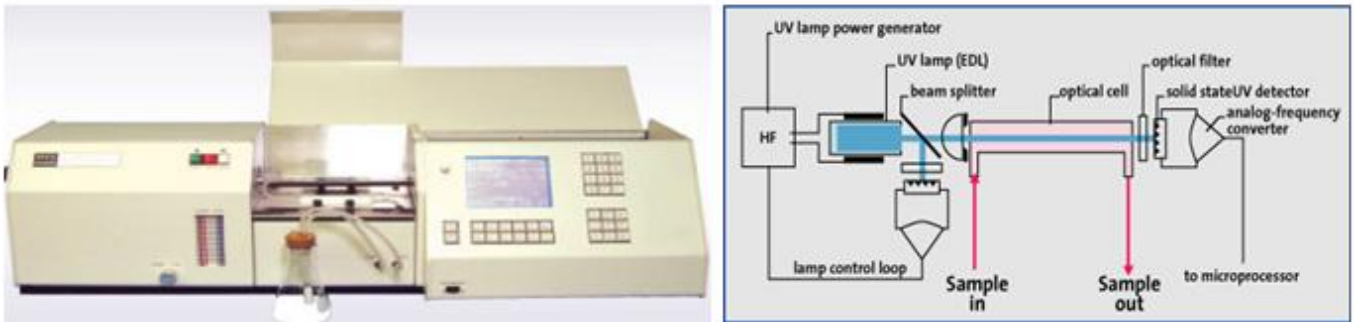
3- استخدام تقنية توليد الهيدريد Hydride Generation method: وهي تقنية قديمة تستخدم في جهاز الامتصاص الذري للعناصر لأخذ عينة كبيرة وفصل هيدريدات الغازات المتطايرة Volatile Gaseous Hydrides لبعض العناصر مثل الزرنيخ arsenic والسيلينيوم selenium والأنتيمون antimony والقصدير tin، وهنا يتم إضافة عامل مرجع Reducing agent مثل مادة بوروهيدريد Borohydride أو مادة ليثيوم - ألومنيوم هيدريد Lithium Aluminium Hydride إلى حجم كبير من العينة وحمل الهيدريد المتطاير Volatile hydried إلى رأس الموقد Burner head في وحدة الامتصاص الذري للعناصر، وتسمى تلك العملية

توليد الهيدريد Hydried generation ويسمى الجزء الذي يجري فيه هذا التفاعل الكيماوي مولد الهيدريد Hydride generator (شكل 4).



شكل (4-8): طريقة توليد الهيدريد Hydride generation method

4- استخدام تقنية البخار البارد Cold vapor method: تقنية كيميائية تستخدم لتقدير عنصر الزئبق، وتعتمد على ظاهرة تسامي الزئبق بتحويله من الصورة الصلبة إلى البخارية مباشرة. ويتم فيها عزل بخار الزئبق الذري من محاليل العينة المائية. فيستخدم كلوريد القصدير Stannous chloride كمادة مرجعة لتحرير الزئبق من المحلول، كما يستخدم غاز الأرجون أو الهواء لغسل Flushes البخار الذري وامتصاصه خلال خلية من الكوارتز 150 mm Quartz flow-through absorption cell محمولة Mounted على رأس الموقد Burner head في جهاز الامتصاص الذري (شكل 5):

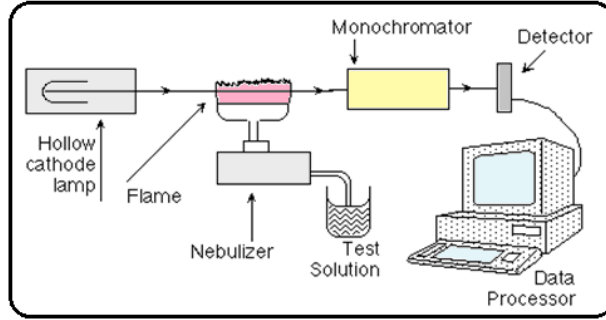


شكل (5): استخدام طريقة البخار البارد Cold vapor method

وعموما فان تحليل العناصر- بصرف النظر عن الطريقة المستخدمة - سواء باللهب المباشر، أو بطرق لا يستخدم فيها اللهب مثل الفرن الكهربائي أو التسامي، والذي يتم عبر الخطوات:

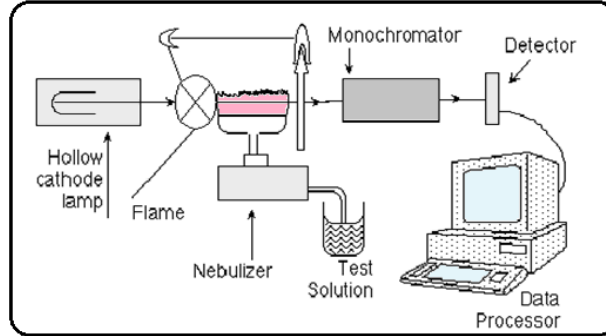
- 1- عمل محلول قياسي محمض للعنصر Standard solution
 - 2- تحضير سلسلة تراكيز في مدى معين في حدود الجزء في المليون في حالة استخدام اللهب المباشر أو في حدود الجزء في البليون في حالة استخدام الفرن تحضير العينة في صورة محلول مائي محمض (مثلا محلول 10% حمض الأزوت مذابا في ماء مقطر ومنزوع الأيونات Redistilled deionized water)
 - 3- يتم إدخال البلائك الخاص بالمحلول القياسي ثم المحلول القياسي للعنصر الى الجهاز.
 - 4- يتم إدخال البلائك الخاص بالعينات ثم محلول العينات المطلوب تقدير تركيز نفس العنصر فيها إلى الجهاز عن طريق إدخال أنبوب سحب المحلول المتصلة بالجهاز في داخل المحلول المراد قياسه حيث يسحب جزء من المحلول ويحول الى رزاز ثم يخلط الرذاذ مع الغازات وهكذا.
 - 5- أنواع مطياف الامتصاص الذري للعناصر:
- 1-5- مطياف الامتصاص الذري أحادي الحزمة الضوئية Single beam AAS: وتعتمد القياسات في مطياف الامتصاص الذري أحادي الحزمة الضوئية على مرور شعاع منفرد على العينة في اللهب.

ومن عيوب هذا المطياف أن القراءات تتأثر بأي أخطاء أو أي تذبذب يحدث في مصدر الضوء. وللتغلب على هذا التذبذب في شدة الضوء يتم تسخين مصباح الكاثود قبل بدء القياسات، ولكن ذلك أيضا يؤثر على العمر الافتراضي لمصباح الكاثود (شكل 6):



شكل (6): مطياف الامتصاص الذري أحادي الحزمة الضوئية Single beam AAS

5-2- جهاز الامتصاص الذري ثنائي الحزمة الضوئية Double beam AAS: تعتمد القياسات في جهاز الامتصاص الذري ثنائي الحزمة الضوئية على أن الأشعة الناتجة من مصدر الضوء تنقسم إلى جزئين، جزء من الشعاع يمر على العينة في اللهب Sample beam وجزء آخر من الشعاع يدور حول اللهب ولا يمر به Reference beam ويستخدم هذا الشعاع المرجع كدليل على شدة مصدر الضوء (شكل 7).



شكل (8): مطياف الامتصاص الذري ثنائي الحزمة الضوئية Double beam AAS

ويتميز مطياف الامتصاص الذري ثنائي الحزمة عن المطياف أحادي الحزمة الضوئية فيما يلي:

- 1- أن القراءة الناتجة في حالة الجهاز ثنائي الحزمة الضوئية Double beam عبارة عن نسبة بين شدة الشعاع الذي يمر على العينة Sample beam والشعاع المرجع Reference beam ما يعني أن التذبذب في شدة مصدر الضوء لا يؤثر على القراءات في أجهزة Double beam. بينما في حالة المطياف أحادي الحزمة الضوئية Single beam فإن القراءة تعطي شدة الشعاع المنفرد والتي تتأثر بأي تذبذب في مصدر الضوء.
- 2- تمتاز الأجهزة ذات النظام الثنائي أيضا بأنها أكثر دقة حيث يمكن التخلص من التداخلات الطيفية عن طريق إضافة كمية مناسبة من المواد المتداخلة في كلا الوعائين.
- 3- صفر الجهاز والذي يضبط عليه قراءة البلانك Blank يكون أكثر ثباتاً، لأن التذبذب في شدة مصدر الضوء لا يؤثر على القراءات.

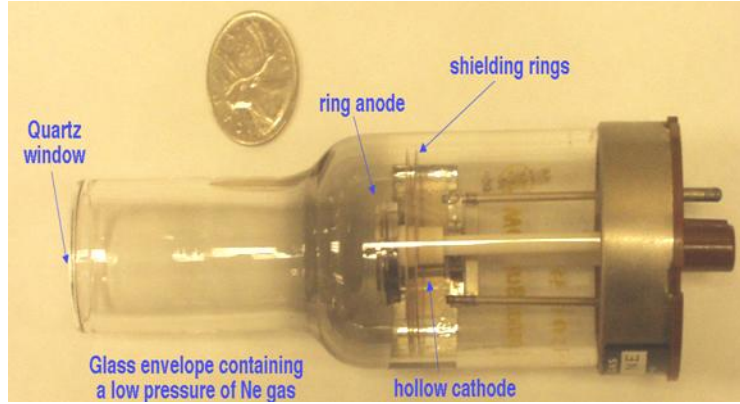
4- لا نحتاج إلى تسخين مصباح الكاثود في أجهزة الامتصاص الذري ثنائي الحزمة الضوئية قبل بدء القياسات كما يحدث في المطياف الأحادي الحزمة مما يطيل من العمر الافتراضي لها.

6- مكونات مطياف الامتصاص الذري: يتكون مطياف الامتصاص الذري للعناصر من الوحدات الأساسية:

6-1- مصدر الضوء Light Source: مصدر الضوء في مطياف الامتصاص الذري لعناصر مصباح الكاثود هو Hollow Cathode Lamp، وهي تعطي طيفاً في المدى 800 – 190 nm، كما أن كل عنصر له مصباح خاصة به تمثل مصدر للضوء، ويشع مصدر الضوء الطيف الذري للعنصر المراد تقديره ويسمى مصدر الضوء باسم

العنصر نفسه، أي مصباح الرصاص تستخدم لتقدير عنصر الرصاص. ومصباح النحاس تستخدم لتقدير عنصر النحاس وهكذا...

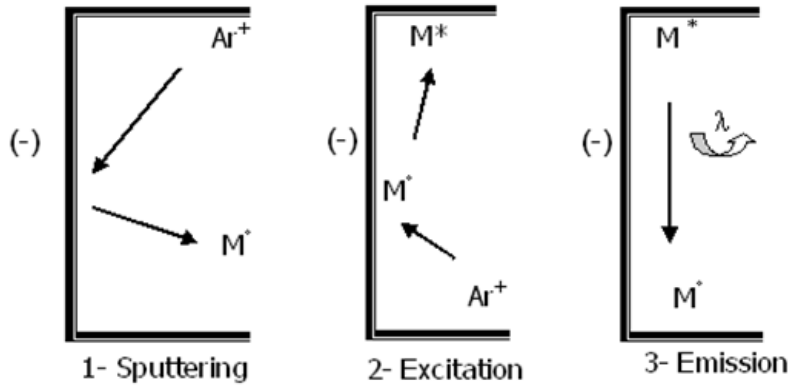
ويتكون مصباح الكاثود - كما هو موضح بالرسم (شكل 8) من أنبوبة زجاجية مفرغة تحت ضغط يصل إلى 2 mm Hg، وتملأ هذه الأنبوبة بغاز خامل مثل النيون أو الأرجون، ويوجد في أحد طرفيها نافذة يمر منها الضوء وعند الطرف الآخر يوصل التيار الكهربائي حيث ينتهي هذا الطرف بسلكين من مصدر التجسستن أحدهما يعمل أنود والآخر يعمل كاثود وهو متصل بأسطوانة مفرغة ومغطاة بطبقة من المعدن (نحاس - قصدير - نيكيل أو أي عنصر آخر).



شكل (8): مصباح الكاثود Hollow Cathode lamp

ويمكننا استخدام مصباح لأكثر من عنصر، وتسمى Multi-element lamp، والمصابيح المستخدمة لعنصر واحد فقط single element تكون أفضل في الاستخدام لأنها أرخص ثمنًا، وإذا تلف المصباح لأي سبب من الأسباب تكون لعنصر واحد فقط مما يسهل شراء غيرها.

وينبعث الضوء من المصباح على ثلاث مراحل Process كما هو موضح بشكل (9) وهي:



شكل (9): مراحل انبعاث الضوء

أولاً: مرحلة التهييج Sputtering: عند توصيل التيار الكهربائي يحدث فرق في الجهد بين الأنود والكاثود فينتج عنه تأين لبعض جزيئات الغاز الخامل الموجود داخل المصباح.

ثانياً: مرحلة الإثارة Excitation: تنجذب أيونات الغاز الخامل الموجبة إلى سطح الكاثود المحمل بشحنة سالبة وتصطدم به وتنشطر بعض ذرات العنصر التي تعمل كطبقة تغطي سطح الكاثود.

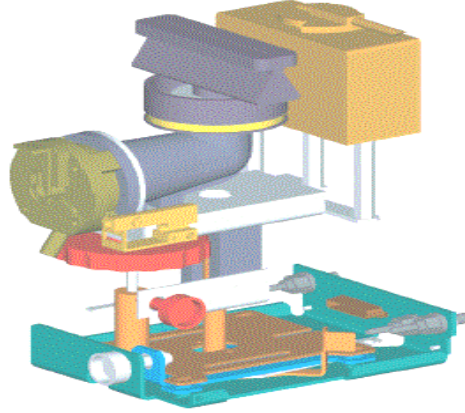
ثالثاً: مرحلة الانبعاث Emission: تثار بعض ذرات العنصر المنشطرة من سطح الكاثود وبالتالي تعود تلقائياً إلى حالة الاستقرار وينبعث منها أشعة لها نفس التردد والطول الموجي الخاص بطيف العنصر المراد قياسه. يمتص جزء من هذه الأشعة عند مرورها على ذرات العنصر في اللهب ويقاس تركيز هذه الذرات بمقدار كمية من الطاقة الممتصة.

2-6- العوامل التي تؤثر على كفاءة تشغيل المصباح:

1- يتم تشغيل المصباح باستخدام تيار مباشر DC لا يزيد عن 20-30 ميلي أمبير، ويمكن تشغيل المصباح لمدة 6 أشهر أو لفترة إضاءة إجمالية 5000 ساعة، وبما أن التشغيل ينتج عنه إزالة أو تآكل جزء من الكاثود، فإن المصباح يستهلك بعد فترة، ويتوقف معدل استهلاك المهبط على مقدار شدة التيار المستخدم، وعلى نوع العنصر - حيث أن العناصر الطيارة يكون فيها استهلاك المهبط بمعدل أعلى.

2- عدم تشغيل المصباح لفترات طويلة يؤدي لتآكله، لأنه يحدث ادمصاص لجزيئات الغاز على الجدار الداخلي الخاص بالمصباح، وبالتالي لا يحدث تأين لغاز الأرجون أو النيون المالى عند التشغيل.

3-6 وحدة مكونات العينة **Sample compartment** : يتم تقدير العنصر على صورة بخار ذري، ليحدث للعينة إرجاع فتصبح جسيمات ذرية متعادلة Neutral atoms ثم تبخير Vaporized وتنتشر Dispersed في حزمة الأشعة. وتتكون وحدة مكونات العينة من مرذاذ Nebulizer، وموقد Burner، ولهب Flame كما هو موضح في الشكل (10):



شكل (10): مكونات العينة Sample compartment

1- المرذاذ **Nebulizer**: وظيفة المرذاذ Nebulizer سحب محلول العنصر المطلوب تقديره وتحويله إلى رذاذ دقيق، ويمكن أن يسحب حجم من العينة حوالي 3-4 مل/دقيقة مما يجعل الاستجابة سريعة وتظهر القراءة بعد ثانية واحدة فقط من عملية السحب .

ويصنع المرذاذ من مادة غير قابلة للتآكل حيث أن العينات تحتوي على أحماض متخلفة عن عملية الهضم وكذلك أحماض مستخدمة في تخفيف العينات وإذابتها، ويتم سحب العينات خلال أنبوبة شعرية توضع في المحلول تحت تأثير ضغط الهواء الى داخل غرفة خلط الغازات بالموقد وتكون العينة في صورة رذاذ دقيق ويصرف بقية الرذاذ المتبقي الى الخارج من فتحة أسفل المرذاذ Nebulizer أو يتم تكسيورها إلى حبيبات أدق لزيادة حجم العينة المستخدمة في القياس التي لا تزيد عن 10 % من الكمية المستخدمة من العينة.

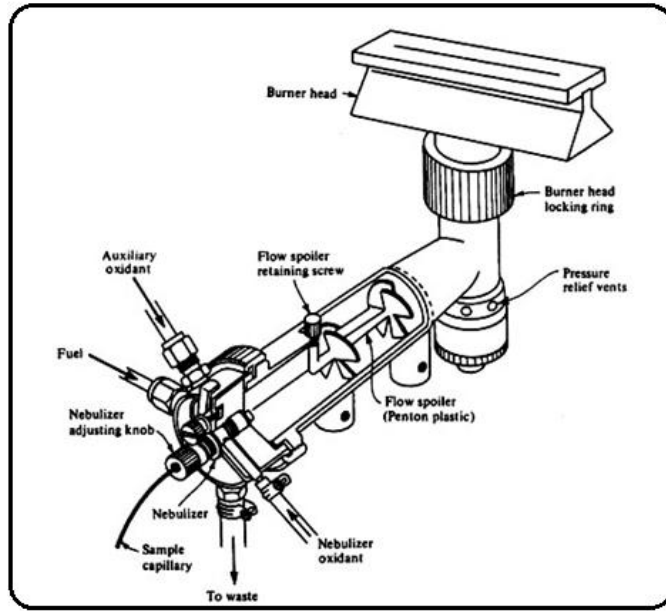
ومن أهم عيوب المرذاذ حدوث انسداد في الأنبوبة الشعرية بسبب وجود أي رواسب في العينة، لذلك يجب الترشيح والتأكد من تجانس العينة.

2- الموقد **Burner**: ويوجد نوعان من الموقد Burner وهما:

• الموقد المسبق المزج Pre-mix type

• الموقد كامل الاحتراق Total combustion type

ويتم مزج كل من العينة والوقود والمادة المؤكسدة في النوع الأول - الموقد المسبق المزج - قبل الوصول الى اللهب في غرفة خلط الغازات (شكل 11) ، حيث يتم سحب المحلول داخل المرذاذ ويدفع في صورة رذاذ دقيق في غرفة مزج الغازات التي تحتوي على فتحتين أحدهما يدخل منها الوقود والأخرى العامل المؤكسد لحدوث الاشتعال، ويدفع تيار الغاز حبيبات الرذاذ معه الى رأس الموقد Burner head فيتم الاشتعال والاحتراق، ويتم تحويل العنصر إلى ذرات. ويصنع رأس الموقد من مادة غير قابلة للتأكسد بدرجات الحرارة العالية.



شكل (11): طريقة خلط العينة والوقود والمادة المؤكسدة

3- اللهب Flame: يشترط في أجهزة Flame Atomic Absorption أن تكون حرارة الشعلة 2000 k أو أكثر، ولهذا يتم إشعال الغاز مع عامل مؤكسد مثل الهواء، أو أكسيد الأزوت، أو الأكسيجين ممزوجاً مع النتروجين أو الأرجون.

ويوجد عدة مزائج من الغازات تعطي لها ذو درجات حرارة مختلفة تتناسب وخواص العناصر تحت التقدير للحصول على أعلى حساسية من المحلول المستخدم في القياس (جدول 1):

جدول (1): مخاليط الغازات المستخدمة في تكوين اللهب ودرجات الحرارة المقابلة لكل مزيج منها.

<i>Fuel gas</i>	<i>Oxidant gas</i>	<i>Temperature</i>
<i>Acetylene</i>	<i>Air</i>	<i>2300 °C</i>
<i>Acetylene</i>	<i>Nitrous oxide</i>	<i>2900 °C</i>
<i>Hydrogen</i>	<i>Air</i>	<i>2200 °C</i>
<i>Hydrogen</i>	<i>Nitrous oxide</i>	<i>2900 °C</i>
<i>Propane</i>	<i>Air</i>	<i>1900 °C</i>
<i>Propane</i>	<i>Nitrous oxide</i>	<i>3000 °C</i>

ويجب مراعاة ضبط سرعة سريان غاز الاشتعال والغاز المؤكسد حيث يكون أحياناً معدل سريان غاز الاشتعال هو الأعلى، وأحياناً أخرى يكون سريان الغاز المؤكسد هو الأعلى.

ويمكن استخدام الأسيتيلين التجاري كغاز اشتعال Commercial grade acetylene، كما يمكن استخدام الهواء المدفوع Compressed air من مضخة Laboratory compressor (شكل 8)، أو من خلال أسطوانة بها هواء مضغوط كغاز مؤكسد:



شكل (8): مضخة دفع الهواء وعدادات ضبط سرعة الغازات

ويعتبر مخلوط الهواء مع الأسيتيلين Air-Acetylene هو أفضل أنواع المزائج حيث يعطي درجة حرارة لهب مناسبة لتقدير حوالي 39 عنصر. وعند استخدام غاز الأسيتيلين كوقود في مطياف الامتصاص الذري يجب مراعاة ما يلي:

أ- عدم انخفاض مخزون أسطوانة غاز الأسيتيلين عن 5 Kg / cm^2 وبخاصة اذا استخدمنا غاز الأسيتيلين التجاري المستخدم في اللحام. لأنه غالباً يكون ممزوجاً مع الأسيتون مما يقلل من دقة النتائج، فعند انخفاض الضغط يخرج الأسيتون مخلوطاً مع الأسيتيلين، وبالتالي يؤثر الأسيتون على بعض الوصلات في الجهاز المصنوعة من المطاط.
ب- عدم زيادة ضغط غاز الأسيتيلين الخارج من الأسطوانة عن $0.8 : 1 \text{ كجم/سم}^2$ حتى لا يحدث تحلل للغاز يعقبه انفجار. وبصفة عامة المواصفات القياسية لأسطوانة الأسيتيلين هي:

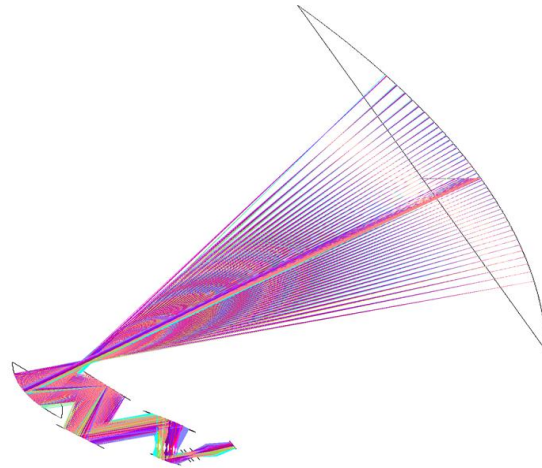
• سعة الاسطوانة حوالي 8500 لتر

• الضغط الابتدائي للغاز حوالي 17 كجم/سم² ولا يتم تشغيلها اذا انخفض الضغط إلى 5 كجم/سم².

يستخدم خليط غاز أكسيد الأزوت مع الأسيتيلين في تقدير العناصر التي تحتاج إلى حرارة عالية مثل الفوسفور والكالسيوم والسيليكون والألمنيوم، حيث أن هذه العناصر تكون ثابتة عند درجة الحرارة التي يوفرها مزيج الهواء مع الأسيتيلين ($2300 \text{ }^\circ\text{C}$) ولكن عند رفع درجة الحرارة إلى $2900 \text{ }^\circ\text{C}$ يسهل تفكك ذرات هذه العناصر وتحويلها إلى الصورة الذرية المستقرة.

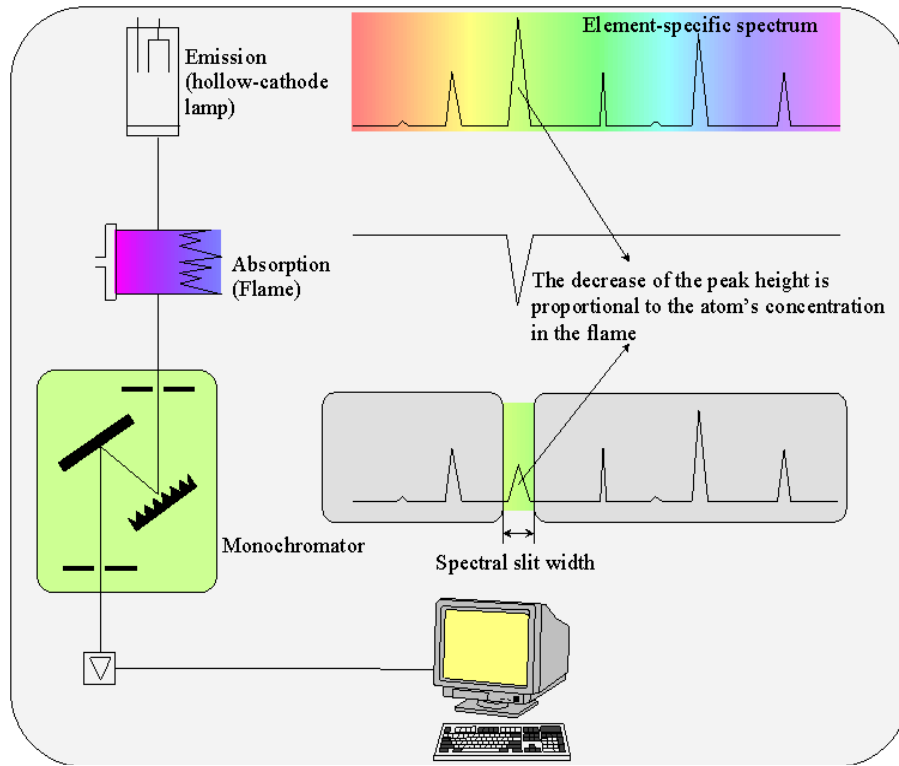
أما تقدير العناصر باستخدام الفرن الكهربائي Furnace فإننا لا نحتاج هنا إلى غاز أسيتيلين أو أكسيد الأزوت أو الهواء لأننا لا نحتاج إلى لهب، ولكن نحتاج فقط لغاز الأرجون لعمليات التبريد حيث أن حرق العينات يتم في الفرن الكهربائي بعد سحبها بطريقة آلية بواسطة Auto sampler.

4- قاطع الضوء Chopper: يقوم بالتحكم بمرور الأشعة Modulate the radiation source حيث يمنع ثم يسمح بمرور الأشعة الناتجة من مصدر الضوء إلى اللهب بسرعة ثابتة على التوالي Switched on and off، مما يؤدي إلى تكبير الأشعة الناتجة من مصدر الضوء في فترة السماح بمرور هذه الأشعة وعدم السماح بمرور الضوء المنبعث من اللهب في فترة الظلام شكل (13).



شكل (13): قاطع الضوء Chopper

5- موحد الموجات Monochromator: يستخدم المحزوز Grating كمحدد للموجات في مطياف الامتصاص الذري لتمييز الأطوال الموجية المنبعثة من مصدر الضوء والمارة باللهب وذلك للسماح فقط بمرور الأطوال الموجية المطلوبة دون مرور الموجات الأخرى لتصل إلى الكشاف Photomultiplier tube (PMT) حيث تدخل الحزمة الضوئية المنبعثة من المصباح والمارة باللهب من فتحة دخول موحد الموجات فتصل إلى مرآة عاكسة لتعكس الحزمة الضوئية على المحزوز Grating الذي يعمل على تفريق وتمييز الموجات الساقطة عليه ثم تعكسها على مرآة عاكسة أخرى موضوعة بزواوية معينة بحيث تسمح فقط بمرور الأطوال الموجية المرغوب فيها من فتحة الخروج إلى الكشاف (شكل 14):



شكل (14): موحد الموجات في مطياف الامتصاص الذري Monochromator

6- الكشاف **Detector**: تستخدم أنابيب تكبير الضوء **Photomultiplier tube** للكشف عن شدة الشعاع الساقط عليها وذلك بتحويلها إلى تيار كهربائي يعتمد في شدته على شدة الضوء الساقط على الخلية الضوئية. ثم يتم تكبير التيار الكهربائي الناتج من الخلية الضوئية ويحول إلى قياسات تدل على مقدار امتصاص العينة من الضوء **Absorbance** على شاشة رقمية تتراوح قراءتها بين 0.000 – 1.999 على أساس قانون **Beer**، وفي الأجهزة الحديثة تحول القراءة مباشرة إلى تركيز العنصر في العينة معبرا عنها بوحدات **mg/liter (ppm)**

7- **التقدير الكمي بواسطة مطياف الامتصاص الذري Quantitative analysis**: عندما يمر شعاع ضوئي شدته (I_0) على اللهب أثناء احتوائه على العنصر المراد تقديره فان جزء من الشعاع يمتص **Absorbed** وجزء آخر يمر **Transmitted**.

يعبر عن الجزء الممتص من الشعاع بالنسبة المئوية للامتصاص **% Absorption** ويمكن التعبير عن ذلك رياضيا باستخدام قانون **Lambert Beer's law**

$$\text{Absorbancy (A)} = \text{Log } (I_0 - I) = \text{Log } 100 / \%T = \text{Log } 100 - \text{Log } \%T = 2 - \text{Log } \%T$$

حيث: **A**: تعبر عن الامتصاص، I_0 : شدة الشعاع الساقط من مصدر الضوء، I : شدة الشعاع النافذ الى أنابيب تكبير الفوتونات **PMT**

$$A = 2 - \text{Log } \%T = K L C$$

حيث: **K**: معامل الامتصاص ويتوقف على نوع العنصر المراد تقديره، **L**: طول مسار الضوء في العينة (flame)، **C**: تركيز العنصر.

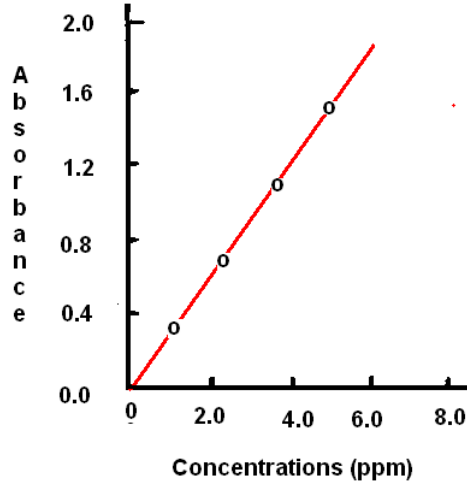
يمكن تمثيل العلاقة بين الامتصاص وتركيز العنصر المراد تقديره في صورة معادلة خط مستقيم وتوقيعها بيانيا (شكل 15).

$$A = 2 - \text{Log } \%T$$

وعندما يحدث امتصاص كامل لشدة الضوء السقط فان النفاذية تكون صفرا

$$\text{Log } \% T = \text{zero} \rightarrow A = 2 - \text{Log zero: } A = 2 = K L C$$

توقع A على المحور الصادي بحد أقصى 2 أي عندما يحدث امتصاص كامل للضوء الساقط، وتوقع C على المحور السيني ويعبر عن التركيزات المختلفة للعنصر المراد قياسه بوحدة ppm ، ويجب أن تقع القراءات في خط مستقيم حتى ينطبق عليها صورة معادلة الخط المستقيم.



شكل (15): العلاقة بين الامتصاص و تركيز العنصر المراد تقديره

8- الحساسية Sensitivity: هي تركيز العنصر المراد تقديره في المحلول بوحدة ميلليغرام /ليتر (mg / L) والذي يمتص ما يوازي 1 % من الأشعة الآتية من مصدر الضوء الخاص بالعنصر. أو هي تركيز العنصر (mg / L) الذي يعطي امتصاص يساوي 0.0044 تبعا لقانون Lambert – Beer

$$A = \text{Log } 100 - \text{Log } \%T$$

$$\% A = 100 - \% T \quad (1)$$

$$\% T = 100 - \% A, \quad \% A = 1$$

$$\% T = 100 - 1 = 99 \quad (2)$$

From (1) and (2):

$$A = \text{Log } 100 - \text{Log } 99 = 2 - 1.9956 = 0.0044$$

وفي النهاية يمكن القول أن الحساسية Sensitivity هي التركيز الذي يقابل امتصاص قدره 0.0044 أو 1 % من الشعاع الساقط.

9- حدود التقدير Detection Limit: هو أقل تركيز من العنصر يمكن تقديره بحد ثقة Confidence limit يصل إلى 95 % أو هو أقل تركيز يعطي إشارة مميزة عن الـ Back ground noise وهي تعادل ضعفي قيمة تذبذب قراءة البلانك على الجهاز (Signal to noise ratio)، أو هي تركيز العنصر الذي يعطي امتصاص يساوي ضعفي قيمة الانحراف القياسي لسلسلة من القياسات.

10- الاحتياطات الواجب اتباعها عند استخدام وتداول العينات للتحليل باستخدام جهاز الامتصاص الذري للعناصر: يعتبر تلوث العينات أو فقد جزء منها أثناء التقدير هاماً جداً خاصة عند تحليل تركيزات ضئيلة منها. ومن مصادر تلوث العينات في المخابر:

1- الأتربة والغبار Dust الموجودة في هواء المخبر.

2- الشوائب Impurities الموجودة في الكيماويات المستخدمة في التحضير.

3- الشوائب والأتربة الموجودة على الأجهزة الموجودة بالمعمل.

4- في حالة العينات السائلة فإن الأوعية التي توضع فيها العينات Sample containers يمكن أن تسبب خطأ في القياس، وقد يكون هذا الخطأ بالزيادة Positive error أو بالنقص Negative error حيث يمكن أن يحدث انتقال

للملوثات من الجدار الداخلي للأوعية إلى محلول العينات فيزيد التركيز أو العكس، وقد يحدث ادمصاص لبعض العناصر من محلول العينات على جدار أوعية العينات.

5- يمكننا استخدام أوعية العينات Sample bottle المصنوعة من زجاج السليكا Borosilicate glass أو من البولي ايثيلين Polyethylene أو من البولي بروبيلين Polypropylene أو من التيفلون Teflon بعد تنظيفها على الشكل:

- غسلها جيدا بالماء العادي والصابون
- غسلها بمحلول من حمض الآزوت والماء العادي بنسبة 1:1
- غسلها بمحلول من حمض كلور الماء والماء العادي بنسبة 1:1
- غسلها بماء مقطر منزوع الأيونات Deionized distilled water
- يمكن استخدام حمض الكروم في الغسيل لازالة المتبقيات العضوية من الزجاج ولكن يجب الغسيل جيدا بالماء للتخلص من آثار الكروم وخاصة إذا كنا نرغب في تقدير عنصر الكروم في العينات.

11- تحضير المحاليل القياسية Preparation of standard solution: يتم التحضير باستخدام معادن عالية النقاوة High purity metals أو أكاسيدها Metal oxides أو أملاح المعادن النقية Non hygroscopic reagent grade salts باستخدام ماء مقطر منزوع الأيونات Deionized distilled water وحموض الآزوت أو كلور الماء بعد تقطيرها Redistilled nitric or hydrochloric acids وينصح بتجنب حمض الكبريتيك والفوسفور. وعموما تستخدم الآن حموض عالية النقاوة دون الحاجة الى تقطيرها.

يتم تحضير تركيز 1000 ppm من العنصر المراد تحليله، ويمكن استخدام المحاليل القياسية المحضرة تجاريا

Commercially standard solutions

يتم تجهيز محاليل قياسية للمعايرة Calibration standards بتمديد تركيز المعدن الأصلي عند التحليل، ويجب أن يتم ذلك عند كل تحليل ويهمل ما يتبقى من تلك المحاليل الممددة للمعايرة ولا تستخدم في المرة التالية للتحليل.

يجب تحضير بلانك Blank وعلى الأقل أربعة تركيزات Calibration standards متدرجة التمديد في المدى المناسب للقياس وهو المدى الخطي Linear range أي الذي يكون فيه علاقة تضاعف طردية بين التركيز والامتصاص.

مثال: لتحضير محلول قياسي من الكالسيوم في المدى المسموح به لقرارات الجهاز.

يستخدم ملح كربونات الكالسيوم ويذاب في أقل كمية من حمض HCl لتحضير تركيز 1000 ppm على أساس الكالسيوم:

1000 ppm = 10 ³ g / 10 ⁶ ml = 1 g Ca / L		
1 mole CaCO ₃	⇒	1 mole Ca
40 + 12 + (3x16) g CaCO ₃	⇒	40 g Ca
100 g CaCO ₃	⇐	40 g Ca
x g CaCO ₃	⇒	1 g Ca
∴ 2.5 g Ca CO ₃	⇒	1 g Ca
2.5 g Ca CO ₃ dissolved in 1 L Solvent to give 1000 ppm Ca		

Prepare secondary stock solution of 10 ppm Ca using the following equation:

$$1000 \text{ ppm} \times V_{ml} = 10 \text{ ppm} \times 500 \text{ ml}$$

$$V_{ml} = 5 \text{ ml}$$

يؤخذ 5 مل وتخفف إلى 500 مل لتعطي 10 جزء في المليون ثم نحضر منها سلسلة التراكيز المطلوبة وهي 1،2،3،4 أجزاء بالمليون في حجم 100 مل:

$$10 \text{ ppm} \times V_{ml} = 5 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} \quad \Rightarrow \quad V_{ml} = 50 \text{ ml}$$

$$10 \text{ ppm} \times V_{ml} = 4 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} \quad \Rightarrow \quad V_{ml} = 40 \text{ ml}$$

$$10 \text{ ppm} \times V_{ml} = 2 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} \quad V_{ml} = 20 \text{ ml}$$

$$10 \text{ ppm} \times V_{ml} = 1 \text{ ppm} \times 100 \text{ ml} \quad V_{ml} = 10 \text{ ml}$$

وكل عنصر من العناصر له مدى من التراكيز التي تكون فيها الاستجابة خطية في حالة القياس بطريقة اللهب وفي حالة القياس بالأفران الكهربائية وكذلك حدود التقدير تختلف في كل طريقة (جدول 2):

جدول (2): الحساسية وحدود التقدير للعناصر باستخدام مطياف الامتصاص الذري

Metal	Flame technique			Furnace technique		
	Det. Limit Mg/L (ppm)	Sensit. mg/L (ppm)	Optimum Concentration range mg/L (ppm)	Det. Limit µg/L (ppb)	Optimum Concentration range µg/L (ppb)	
Al	0.1	1	5 - 50	3	20 - 200	
Sb	0.2	0.5	1 - 40	3	20 - 300	
Ba	0.1	0.4	1 - 20	2	10 - 200	
Cd	0.005	0.025	0.05 - 2	0.1	0.5 - 10	
Co	0.05	0.2	0.5 - 5	1	5 - 100	
Cu	0.02	0.1	0.2 - 5	1	5 - 100	
Fe	0.03	0.12	0.3 - 5	1	5 - 100	
Pb	0.1	0.5	1 - 20	1	5 - 100	
Mg	0.001	0.007	0.02 - 0.5	-	-	
Mn	0.01	0.05	0.1 - 3	0.2	1 - 30	
Hg	0.0002	-	0.0002 - 0.01	-	-	
Ni	0.04	0.15	0.3 - 5	1	5 - 50	
K	0.01	0.04	0.1 - 2	-	-	
Se	0.002	-	0.002 - 0.02	2	5 - 100	
Ag	0.01	0.06	0.1 - 4	0.2	1 - 25	
Na	0.002	0.015	0.03 - 1	-	-	
Sn	0.08	4	10 - 300	5	20 - 300	
Zn	0.005	0.02	0.05 - 1	0.05	0.2 - 4	

12- الطريقة العامة للتقدير بمطياف الامتصاص الذري :General Procedure:

- 1- نختار مصباح الكاثود المناسب للعنصر المطلوب تقديره.
- 2- يسمح للمصباح أن يسخن على الأقل 15 دقيقة في حالة الأجهزة Single beam أو يمكن استخدامها مباشرة في حالة أجهزة Double beam.
- 3- يضبط الجهاز بتحديد طول الموجة المستخدم وتحديد اتساع الفتحة التي تخرج منها حزمة الأشعة Slit width وضبط شدة التيار للمصباح Lamp current على حسب توصيات الشركة المصنعة للمصباح.
- 4- ضبط سرعة سريان الغازات في الموقد والمرذاذ لكي نحصل على أعلى نسبة امتصاص مع ثبات القراءات.
- 5- نرسم المنحنى القياسي Calibration curve الذي يربط العلاقة بين التركيز والامتصاص بالمحاليل القياسية.
- 6- يتم قياس العينة وتقدير تركيزها وإدخال المحاليل القياسية للتقدير بعد كل عدد من العينات للتأكد من ثبات الجهاز.

13- تجهيز العينات للتحليل بواسطة مطياف الامتصاص الذري:

- 13-1- يتوجب عند تقدير التراكيز المنخفضة من المعادن الحذر من تلوث العينات أو فقدانها، ويتوجب جمع العينات ومعاملتها قبل التقدير غاية في الأهمية وتحتاج لدقة عالية.
- 13-2- يتوجب عند تقدير مكونات منحلّة في العينة Dissolved constituents ترشيح العينة بمرشح دقيق 0.45μ Membrane filter، ويتم بعد جمع العينات مباشرة تحميض الرشاحة بحمض الأزوت الممدد : الماء (1:1) حتى الوصول الى رقم الحموضة $pH < 2$ ، ويكفي عادة إضافة 3 مل من محلول حمض النتريك: الماء (1:1) لكل لتر من العينة، ويكون ذلك كافياً لحفظ العينات Preserving، وإذا تكون ترسب بعد التحميض يتوجب إجراء عملية تهضيم Digestion للعينات.

13-3- يتوجب عند تقدير معادن معلقة Suspended metals في العينات أخذ حجم معلوم من العينة قبل أي إضافة إليها ونرشحها ونأخذ الراسب المتبقي على المرشح ونجري له عملية تهضيم.
13-4- يتوجب عند تقدير عينات صلبة مثل الخضروات أو الفواكه أو الحبوب أو غيرها هرسها أو طحنها وتجفيفها في فرن كهربائي على درجة 105 °م لمدة 24 ساعة ثم إجراء عملية الهضم. ويتم التهضيم عموماً بتقنيتين:

أ- التهضيم الرطب أو الهضم بالحموض Wet ashing:

- توضع وزنة معينة (1-5) غ من العينة المراد تهضمها في كأس Griffin beaker حجمه 250 مل ثم يضاف إليها 3 مل من حمض الأزوت المركز، ثم يغطى الكأس بزجاجة ساعة Watch glass ويتم التسخين الهادئ على سخان كهربائي Hot plate
- ترفع درجة الحرارة تدريجياً لإتمام عملية التهضيم وعندما يقترب المزيج من الجفاف نترك الكأس ليبرد.
- يضاف 3 مل أخرى من حمض الأزوت المركز ونغطي الكأس ونستمر بالتسخين حتى انتهاء عملية التهضيم والتي تعرف بالحصول على خليط رائق ملون بلون خفيف ويسمى Light colored digestate.
- يتم التبخير الاقتراب من الجفاف ويضاف 5 مل من محلول حمض كلور الماء مع الماء (1:1) ونسخن بعض الشيء لإذابة العينة المتبقية بعد التهضيم ثم يضاف ماء مقطر منزوع الأيونات Deionized distilled water لأخذ كل العينة.
- يتم الترشيح للتخلص من أي رواسب حتى لا يحدث انسداد في الـ Atomizer
- يضبط حجم المحلول بحسب التركيز المتوقع في العينات إلى حجم 100 مل أو 50 مل أو أقل، فتصبح العينة جاهزة للتحليل بمطيايف الامتصاص الذري.
- ويوجد مزائج حمضية يمكننا استخدامها في التهضيم بدلا من حمض واحد مثل استخدام مزيج حمضي الأزوت والكبريت المركزين: حمض البركلوريد Perchloric acid بنسبة (1:1:3).
- تؤخذ وزنة معينة من العينة ويضاف إليها حوالي 10 مل من المزيج الحمضي في كأس ويتم التسخين على سخان كهربائي على درجة 110 °م لمدة ساعتين.
- نرفع درجة الحرارة حتى 250 °م لمدة 2-3 ساعة حتى الوصول إلى خليط رائق ملون بلون خفيف بحجم حوالي 1 مل
- يمدد المتبقي بمحلول 10 % من حمض الكبريت.

ب- التهضيم الجاف Dry ashing:

- يؤخذ حوالي 5 غ من العينة وتوضع في بوتقة من الصيني Crucible
- يضاف إلى العينة 3-4 نقطة Drop من حمض الأزوت المركز للمساعدة في عملية الترميد Ashing aid
- تتم عملية الترميد في فرن الترميد Muffle furnace برفع درجة الحرارة تدريجياً حتى 550 °م.
- تترك العينة في فرن الترميد على درجة 550 °م لمدة 4 ساعات.
- تترك العينة لتبرد ويتم نقلها كيميا بمحلول واحد جزيئي من حمض الأزوت.
- يتم الترشيح للتخلص من الرواسب.
- يضبط حجم الراشح إلى حجم 25 أو 50 مل بمحلول حمض الأزوت السابق فتصبح العينة جاهزة للتحليل.
- تحتاج بعض المعادن مثل الأنثيمون والزرنيخ والذهب والزنبق والسيلينيوم والفضة إلى تحويلات معينة Modifications في عملية التهضيم.

14- الاستخلاص بالمتخلبات **Chelation- extraction procedure**: تستخدم هذه التقنية لبعض المعادن عندما يكون تركيز المعدن ضئيل جداً لدرجة لا تسمح بتقديره، أو عندما تحتوي العينات على مواد صلبة أخرى ذائبة فيها فان بعض المعادن يمكن خلبها Chelated واستخلاصها من هذه العينات بمذيبات عضوية معينة.

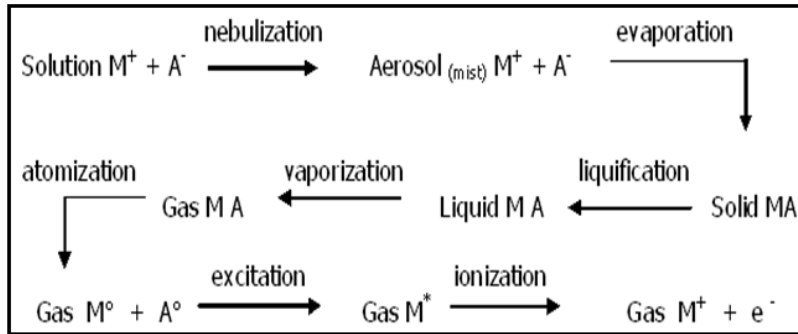
يستخدم الأمونيوم بيروليدين داي ثيوكرامات (APDC) Ammonium pyrrolidine dithiocarbamate المذاب في ميثيل أيزوبوتيل كيتون Methyl Iso Butyl Ketone (MIBK) كمادة مخلبة على نطاق واسع، وهذه الطريقة مفيدة في حالة تقدير عنصر الكروم Cr والرصاص Pb والفضة Ag والنحاس Cu والمنجنيز Mn والحديد Fe والكاديوم Cd والزنك Zn

يمكننا أيضا استخدام المشتق الحمضي له APDC-ammonium pyrrolidine dithiocarbamic acid مذابا في الكلوروفورم، وهو أفضل لأنه أكثر ثباتا ويمكن حفظه في زجاجات بنية اللون لعدة شهور في الثلاجة.

15- التداخلات الكيماوية أثناء التقدير Chemical interference: تتسبب عدة مصادر بتداخلات كيماوية في جهاز الامتصاص الذري منها:

15-1- عمليات الحرق في اللهب Flame process: تبدأ عمليات الحرق في اللهب على النحو التالي:

- يتحول محلول العنصر في اللهب إلى رذاذ بتأثير سحبه بتيار هوائي.
 - يخلط الرذاذ مع الغازات ويخرج من رأس الموقد إلى اللهب وفيه يحدث تجفيف للمحلول بتبخير الماء تاركا العنصر في صورة ملح صلب.
 - يتحول الملح الصلب إلى سائل ثم يتحول السائل إلى غاز ثم يتفكك الغاز إلى ذرات مستقرة M° , A°
 - بعد ذلك تمتص الذرات المستقرة الضوء فتتحول إلى ذرات مثارة M^*
- فإذا كانت حرارة اللهب أعلى من المطلوب فإن ذلك يؤدي إلى تحول بعض الذرات خطأ إلى أيونات M^+ مما يؤثر على عملية التقدير (شكل 16):



الشكل 16: عمليات اللهب

يتضح من ذلك أن العلاقة بين عدد الذرات في اللهب وتركيز العنصر في المحلول محكومة بعمليات اللهب السابق شرحها، وعلى ذلك فإن أي مكون في العينة حدث له أي تأخير في أي عملية من عمليات اللهب عن تلك التي تحدث في المحلول القياسي Standard solution يحدث ما يسمى بالتداخلات Interference وبالتالي نحصل على قراءات خاطئة لتركيز العنصر.

15-2- تداخل نسيج العينة Matrix interference: يحدث هذا التداخل أثناء تكوين الرذاذ Nebulization بسبب ارتفاع لزوجة الوسط في العينات عن المحلول القياسي أو تركيز المذيب مما يقلل من معدل سحب العينة عن المحلول القياسي فتعطي قراءة أقل من الحقيقة ويمكن التغلب على هذا الخطأ بالتمديد.

15-3- تكوين مركبات ثابتة Stable compound formation: تتكون مركبات ثابتة لا تتفكك على درجة الحرارة الناتجة عن استخدام مزيج الهواء مع الأستيلين، وبالتالي يتراجع عدد ذرات العنصر التي تمتص الضوء المنبعث من مصباح الكاثود وبالتالي نحصل على قراءات أقل من الحقيقة ويحدث ذلك في خطوة الـ Atomization في اللهب.

عند قياس الكالسيوم فإنه يتأثر بوجود الفوسفور الذي يتفاعل معه ويكون فوسفات الكالسيوم وهو مركب ثابت لا يتفكك على درجة حرارة حرق الهواء - الأستيلين، وبالتالي يقل تركيز الكالسيوم المتاح للتقدير في العينة قبل الحرق إلى حوالي 80% من قيمته الحقيقية . وللتغلب على هذا الخطأ يمكن إتباع أمرين:

1. استخدام مادة كلوريد اللانثانيوم lanthanum chloride عند تقدير الكالسيوم في وجود الفوسفور على اعتبار أنها مادة تقوم بتحرير الكالسيوم من الفوسفور ويطلق عليها Releasing reagent فعند إضافتها بتركيز عالي يتحد كلوريد اللانثانيوم مع الفوسفور وينفرد الكالسيوم والذي يتم تقديره.
 2. استخدام لهب يعطي درجة حرارة حرق عالية مثل مخلوط غازات أكسيد النيتروز - الأستيلين حيث أن درجة حرارته تصل إلى 2900 م مما يؤدي لتفكك فوسفات الكالسيوم وتحرير الكالسيوم.
- 4-15- تداخل الأيونات Ionization interference: يحدث تداخل الأيونات عند درجات الحرارة المرتفعة حيث نجد أن بعض ذرات المحلول لا تصل لصورة ذرات مستقرة بل تحولها إلى ذرات مثارة ثم إلى أيونات وبالتالي لا يحدث امتصاص للضوء من مصباح الكاثود لأن الامتصاص يرتبط بعدد الذرات المستقرة وبذلك يقل الامتصاص. ويمكن التغلب على ذلك باستخدام مزيج غازات يعطي درجة حرارة أقل أو إضافة عنصر آخر سهل التأين مثل الصوديوم أو البوتاسيوم وبتراكيز مرتفعة بحيث أنه يتأين ويرفع تركيز الشحنة السالبة في اللهب مما يقلل من تأين العنصر تحت التقدير.
- 5-15- تداخل المذيب أو مواد أخرى غير العنصر Back ground interference: قد يسبب وجود مذيبات في اللهب امتصاص للضوء في مدى واسع من الطيف وبالتالي يكون الامتصاص راجع إلى العنصر والمذيب معاً، أما وجود مواد صلبة في اللهب فيؤدي لتشتت الضوء وبالتالي تراجع الامتصاص.
- وللتخلص من هذا التداخل أو الخطأ في التقدير لابد من قياس Background absorption ثم يطرح من الامتصاص الكلي للتقدير وبالتالي يكون الامتصاص راجع للعنصر المطلوب تقديره فقط.