مجلة جامعة تشرين للدراسات والبحوث العلمية – سلسلة العلوم الأساسية المجلد /16/ العدد /3/ 1414 هـ 1994م.

"استخدام البزموت (Bi) كعنصر سهل التطاير من أجل مقارنة النتائج التحليلية لطرق طيفية ذرية متعددة."

د. محمد الشحنة*

د. عصام محمد**

□ ملخص □

لقد تمَّ قياس عنصر البزموت السهل التطاير باستخدام طرق طيفية ذرية عديدة من أجل مقارنة النتائج التحليلية لهذه الطرق، ومن ثمَّ معرفة الطريقة الحساسة لهذا العنصر والعناصر المشابهة له. تتبع إلى هذه الطرق مطيافية الامتصاص الذري (AAS) والاصدار الذري (AES) اللتان تتنوعان حسب المذررات المستخدمة. فطريقة الامتصاص الذري بالتذرية الكهروحرارية(ETA - AAS) تستخدم أنابيب الغرافيت والصفائح الفحمية التي توضع بداخلها (PFT - ETA - AAS) حيث يجري حقن العينة المدروسة مباشرةً فيها، وفي تقنية أخرى تسمى الامتصاص الذري بالهدرجة (Hydride - AAS)فيها يجري تحويل العينة المدروسة إلى هيدريدات طيارة ثمَّ تنتقل إلى المذررات المصنوعة من الكوارتز والغرافيت. ومما تجدر الإشارة إليه هنا أنَّ مطيافية الإصدار الذري هي طريقة تحليل منفردة أي أنه لا يُمكن قياس أكثر من عنصر في آن واحد، لذا كان لا بد من اللجوء إلى مطيافية الامتصاص الذري التي يُمكن بوساطتها قياس عناصر عديدة سوية والتي تُستخدم منابع تهييج، مثل: البلازما المحرضة (ICP - AES) التي عدّلت بوصلها مع المبخّر الكهروحراري- ETV) (ICP - AESوالقرن الذري بالتهييج اللاحراري المسمى: بالفانس (FANES) الذي ربط مع طريقة الهدرجة حيث تمَّ نقل الهيدريدات المتشكلة إليه بوساطة الجرف الحار:
(Hydride - FANES - AES with Hot trapping)

بعد قياس عنصر البزموت بالطرق المذكورة سابقاً ومقارنة النتائج الحاصلة تبيّن أنَّ طريقة الامتصاص الذري بالتذرية الكهروحرارية بوجود الصفائح الفحمية وطريقة الإصدار الذري بالهدرجة الموصولة مع الفانس بالجرف الحار هما أفضل الطرق الحساسة والملائمة لقياس هذا العنصر والعناصر السهلة التطاير المشابهة له.

---

* الدكتور محمد الشحنة مدرس في قسم الكيمياء بكلية العلوم – جامعة تشرين – اللاذقية – سورية.

** الدكتور عصام محمد مدرس في قسم الكيمياء بكلية العلوم – جامعة تشرين – اللاذقية – سورية.

1ـ المقدمة:

تُعتبر طرق التحليل باستخدام طيوف الامتصاص الذرية (AAS) وطيوف الإصدار الذرية (AES) إحدى فروع التحليل الآلي الهامة وتقع تحت مفهوم طرق التحليل الطيفية الذرية (Atomic spectroscopic analysis) التي تتميز بحساسية تحليل عالية وانتقائية طيفية جيدة وسهولة استخدام وسرعة في إنجاز التحليل، وهذا ما يجعلها ملائمة لتحديد الأثر الكمي للعناصر وما لذلك من فائدة في مجالات عديدة، مثل: الجيوكيمياء، المواد الغذائية، البيئة البحرية، نفايات المعامل، الصناعات التعدينية والتلوث البيئي بشكله العام، ما تجدر الإشارة إليه هنا هو الميزة التي تنفرد بها هذه الطرق باستخدام عينات ميليغرامية (1-10mg) وعينات ميكروليترية (1-10µl) حتى 10ml.

تتمتع الطرق المذكورة سابقاً باستطاعة كشف مميزة (عتبة كشف) تقع من أجل 60 عنصراً ضمن مجال يتراوح ما بين $(10^{-6} - 10^{-12} g)$[1]. كما أنه يجب التنويه إلى تنوع الطرق بتنوع المذررات المستخدمة، مثل: طريقة (ETA - AAS) والتي تستخدم أنابيب الغرافيت بشكل رئيسي يجري خلالها حقن العينة مباشرةً على جدار الأنبوب الداخلي أو على صفيحة فحمية زجاجية توضع في منتصف أنبوب الغرافيت، وطريقة (Hydride - AAS) المستخدمة لقياس العناصر الميالة لتشكيل هيدريدات طيارة [2] مثل البزموت حيث يجري تشكل الهيدريدات بإضافة وسط مرجع [3] ونقلها بوساطة تيار من غاز خامل، مثل الأرغون، إلى المذررات المصنوعة من الكوارتز [4 , 5] أو الغرافيت والمسخنة لدرجة حرارة معينة [6 , 7 , 8 , 9].

مما تجدر الإشارة إليه هو إمكانية تحليل عينات صغيرة الحجم (5-50µl)[10] بطريقة الـ(ETA - AAS) ، مما يجعلها تتمتع بعتبات كشف مطلقة ممتازة بالمقارنة مع طريقة الـ (Hydride - AAS) التي تتمتع بعتبات كشف نسبية ممتازة من أجل المحاليل الممددة جداً نتيجة استهلاك هذه الطريقة لحجم عينات أكبر من 1µl[10] إلى جانب إمكانية فصل العنصر المدروس عن العناصر الأخرى المرافقة له قبل إجراء القياس التحليلي.

عند التحدث عن مطيافية الامتصاص الذري لا بد من التنويه إلى أنها طريقة تحليل لا يُمكن بوساطتها قياس أكثر من عنصر في الوقت نفسه، لهذا كان لا بد من اللجوء إلى طرق الإصدار الذرية التي تُمكننا من قياس مجموعة عناصر في آن واحد.

تحتاج طرق (AES) إلى منابع تهييج تتشكل من خلالها جزيئات غنية بالطاقة تتصادم مع ذرات العنصر المدروس وتنقلها إلى

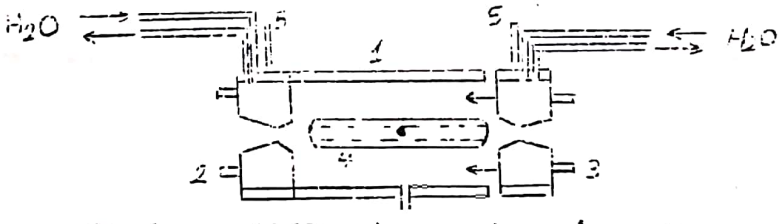
وضع طاقي أعلى نتيجة امتصاص كمية معينة من الطاقة يجري إصدارها بعد فترة زمنية. سابقاً استخدمت منابع تهييج مثل: اللهب،القوس الكهربائي. وحديثاً تُستخدم البلازما الموصولة تحريضياً أو المحرضة- ICP) (AESوالتي عُدلت بدمجها مع المبخر الكهروحراري (ETV - ICP) خاصةً بالنسبة للعناصر سهلة التطاير إذ يُساعد تحليل عينات ميكروليترية صغيرة الحجم، أما نقل العينة إلى البلازما (ICP) بعد تجفيفها وترميدها على وشيعة من التنغستين فيتم بوساطة تيار من مزيج غازي $(Ar + H_2)$ وقد تمَّ دمج مبخر وشيعة من التنغستين مع الـ (ICP)من قبلنا، إلى جانب ذلك استخدمت طريقة إصدار ذرية هي الفانس (الفرن الذري للتهييج الحراري) ورمزه المختصر (FANES)ومدلولات هذا الرمز هي: (furnace atomic nonthermal excitation spectrometry)يُستخدم هذا الفرن كمنبع تهييج يعمل تحت الضغط المنخفض ويتم تجميع الهيدريدات المنقولة في أنبوب الغرافيت الموجود داخل الفرن والمسخن لدرجة حرارة محددة كافية لتفككها وبعد ذلك تبخيرها برفع درجة حرارة الفرن وتهيجها وإصدارها للضوء. وقد سُميت طريقة النقل هذه بالجرف الحار(hot trapping)وتمَّ ربط طريقة الهدرجة بالفانس للمرة الأولى من قِبلنا.

إنَّ دراسة عنصر البزموت كعنصر سهل التطاير نُفِّذَتْ من أجل مقارنة النتائج التحليلية المترتبة من الطرق الآنفة الذكر وذلك للدلالة على الطريقة الأكثر حساسية لقياس هذا العنصر وما يُشابهه وهذا ما يفسح المجال مستقبلاً لدراسة العناصر المشابهة له.

2ـ الأجهزة والأدوات المستخدمة:

2ـ 1 ـ جهاز الامتصاص الذري من النوع (811) وخلية أنبوب الفحم من النوع (Beckmann) 1268:

يستخدم هذا الجهاز طريقة الخطين لتصحيح أرضية الإشارة، والغاز المستخدم هو الأرغون، وتجري تذرية العينة في أنبوب فحمي طوله 6.8 cm وقطره الداخلي 0.9 cmوهذا ما يوضحه الشكل (1).



الشكل (1): مخطط خلية أنبوب الفحم من النوع(Beckmann 1268)

1) صفيحة نحاس، 2) إلمترود نحاس ثابت، 3) إلكترود نحاس متحرك، 4) أنبوب فحمي، 5) أماكن التماس الكهربائي.

إنَّ شروط القياس والشروط الحرارية المثلى لهذا الجهاز لُخصت في الجدول (1) و (2).

الجدول (1):

نوع الجهاز	العنصر	المنبع الضوئي	طول الموجة (nm)	شدة التيار (mA)	عرض الشق الطيفي (mm)
811	Bi	HKL	223.1	10	0.4
AAS3	Bi	HKL	223.1	8	0.3

الجدول (2):

الشروط الحرارية الملائمة لقياس عنصر البزموت باستخدام خلية (Beckman 1268):

	تجفيف	ترميد	تحليل	تنظيف	كمية العنصر المدروس
درجة الحرارة (C°)	250	1050	2800	2800	3ng Bi^3 + /10µl/1M HNO3
الزمن (ثانية)	30	10	4	4	
غاز التنظيف آرغون (L/min)	1-1.3	1-1.3	1-1.3	1-1.3	

2 . 2ـ مطياف الامتصاص الذري من النوع AAS3 وخلية أنبوب الفحم من النوع:EA3

يُستخدم هذا الجهاز مصباح الديتريوم لتصحيح أرضية الإشارة وغاز الأرغون ومزرر عبارة عن أنبوب فحمي طوله cm2.8 وقطره الداخلي mm. 5.8 وقد تمَّ وضع الشروط الحرارية وشروط القياس الملائمة له في الجدول (1) و (3).

الجدول (3):

الشروط الحرارية وشروط قياس عنصر البزموت المثلى باستخدام خلية:EA3

الشروط المثلى لقياس عنصر البزموت بواسطة التذرية الكهرحرارية لجهاز من النوع (AAS3) , (811):

الطور	درجة الحرارة (C°)	السرعة K/S	الزمن (S)	الغاز	كمية العنصر المدروس
0 التجفيف	100	10	20	142	1ng Bi^{3+}/10µl 1M
1	150	50	5	142	
الترميد	500	50	5	142	1M HNO3
التحليل	2000	FP	5	102	
التنظيف	2700	FP	5	172	

2 . 3ـــ الامتصاص الذري بالتذرية الكهرحرارية على صفائح فحمية زجاجية (PFT - ETA - AAS):

تعتمد هذه الطريقة على وضع صفيحة فحمية ـــ زجاجية طولها 15mm وعرضها 4 mm في منتصف الأنبوب الفحمي حيث تحقن عليها العينة. وهذا ما يؤدي إلى تبخر العينة بعد تسخين الصفيحة بوساطة الإشعاعات الواردة من القضيب الفحمي مما يرفع حساسية التحليل في جو من البلازما الساخنة، كما يحقق التجانس الحراري المطلوب ضمن أنبوب الغرافيت [11].

وتُعتبر هذه الطريقة فعّالة جداً للعناصر السهلة التطاير وغير فعّالة للعناصر الصعبة التطاير التي تتطلب سرعات تسخين كبيرة. والمطياف المستخدم هو المذكور في الفقرة (2.2).

أما شروط لقياس والشروط الحرارية المثلى دونت في الجدول (1) و (4).

الجدول (4):

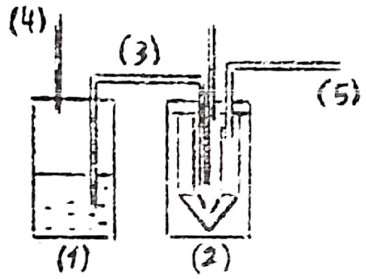
الشروط الحرارية الملائمة (قياس عنصر البزموت في خلية EA3 بعد إدخال الصفائح الفحمية:(PFT - ETA - AAS)

الطور	درجة الحرارة (C°)	السرعة K/S	الزمن (S)	الغاز	كمية العنصر المدروس
0 التجفيف	100	10	20	142	1ng Bi^{3+}/10µl 1M
1	150	50	5	142	
الترميد	650	50	5	142	1M HNO3
التحليل	2300	FP	5	102	
التنظيف	2700	FP	5	172	

2 . 4ـ جهاز الامتصاص الذري من النوع (AAS3)مع أنبوب كوارتز طوله 150 mmوقطره الداخلي 18 mm تصل درجة حرارته إلى 1000° cبوساطة مقاومة تسخين كهربائية.

2–5 ــ جهاز الهدرجة(hg/Hydride system HS3)

تابع لجهاز الامتصاص الذري(AAS3) ويتكون هذا الجهاز من وعائين يحوي الأول الوسط المرجع الذي هو عبارة عن رباعي هيدريد بورات الصوديوم ($NaBH_4$) والثاني توضع العينة المدروسة فيه، ويتم ضخ كمية الوسط المرجع إلى وعاء التفاعل بوساطة ضغط من تيار غاز الأرغون. إنَّ الشكل (2) يُمثل صورة تخطيطية لهذا الجهاز.



الشكل (2): مخطط جهاز الهدرجة(HS3)

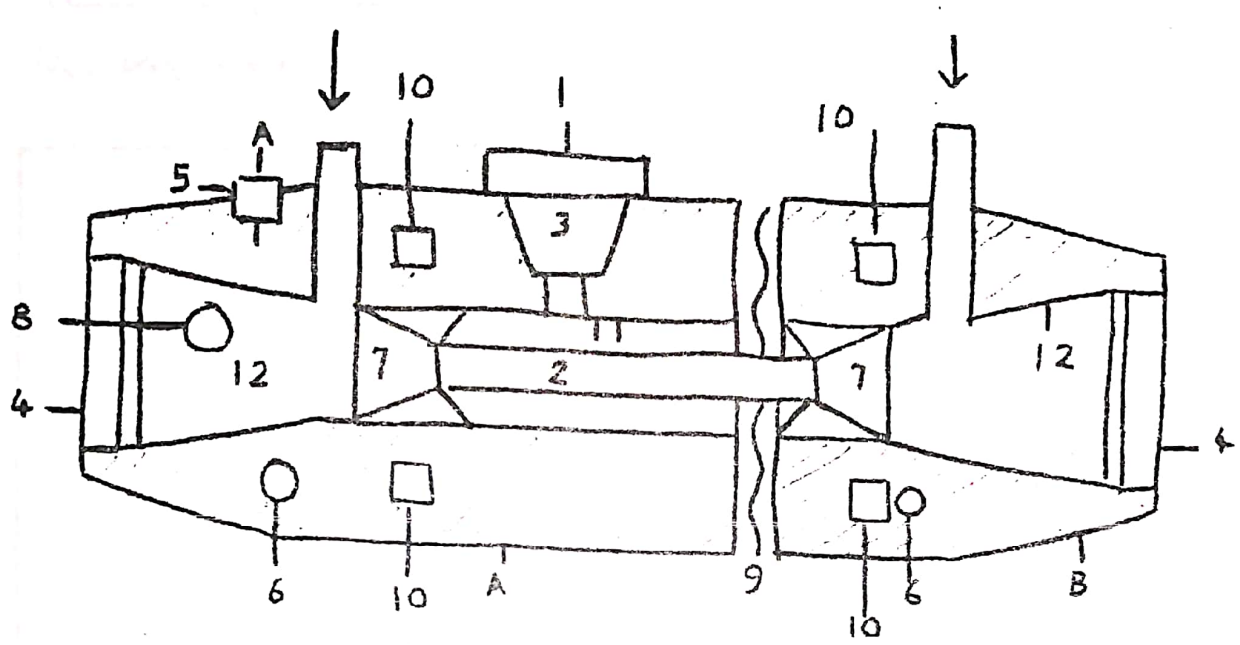
1) وعاء الوسط المرجع، 2) وعاء العينة، 3) أنبوب بلاستيكي لنقل الوسط المرجع، 4) ضغط من تيار غاز الأرغون، 5) أنبوب لنقل الهيدريدات المتشكلة إلى المزرر.

2 . 6ـ جهاز الاصدار الذري باستخدام طريقة الهيدريد ــ فانس- (Hydride FANES):

يتكون جهاز الفانس من أنبوب غرافيت طوله 28 mm وقطره الداخلي 6 mmمُثبت بوساطة إلكترودات من الغرافيت في منتصفه، حيث يجري تسخين هذا الأنبوب إلى درجة تصل إلى 2700° Cبوساطة مقاومة تسخين كهربائية ويتم تبريده بوساطة أقنية يجري خلالها الماء البارد. ويغلق جزئي الرأس بوساطة ضغط من تيار غاز الأرغون وبعد ضبط الضغط المحدد من تيار الغاز ضمن المجال (Torr 30 – 10) وتفريغ الرأس من الهواء بوساطة مضخة فراغية يتم إشعال المنبع الضوئي بين القطبين (أنبوب الفحم وخاتم

التنغستن) بعدها تنقل الهيدريدات المتشكلة إلى الرأس بوساطة المصيدة الحارة.

الشروط المثلى لقياس عنصر البزموت بجهاز الهدرجة والفانس وضعت في الجدول (5).



الشكل (3): مخطط رأس الفانس.

1) غطاء الإغلاق، 2) أنبوب غرافيت، 3) مكان حقن العينة، 4) نوافذ من الكوارتز، 5) قطب سالب بشكل حلقي، 6) مكان تطبيق الجهد، 7) إلكترودات من الغرافيت، 8) مكان وصل المضخة الفراغية، 9) حلقات بلاستيكية للإغلاق المحكم، 10) أقنية تيار الماء البارد، 11) أنبوب تغذية، 12) مخروط من التيفلون.

الجدول (5):

شروط قياس عنصر البزموت بطريقة الامتصاص الذري بالهدرجة وباستخدام أنابيب الكوارتز والغرافيت وبطريقة الإصدار الذري باستخدام جهاز الفانس بالجرف الحار (Hydride - FANES with hot trapping).

	Hydride-AAS بأنبوب الكوراتز	Hydride-AAS بأنبوب الغرافيت	FANES-AES بالجرف الحار
طول الموجة (nm) لعنصر البزموت	223.1	223.1	223.1
الشق الطيفي (mm) لجهاز AAS3	0.2	0.2	0.3
درجة الحرارة (C°)	800	2120	–
جهد التفكك (V)	–	–	70
جهد التبخر (V)	–	–	130
شدة تيار (mA) المنبع الضوئي	7	7	40
كمية الوسط المرجع (µl)	800	800	800
كمية العنصر (ng) المدروس	10	50	50
حجم العينة (µl)	200	200	200

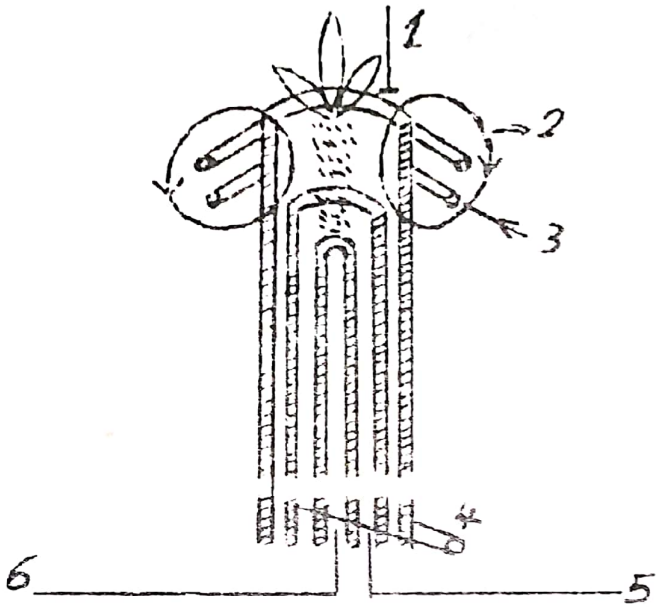
2 . 7ـ جهاز الاصدار الذري باستخدام البلازما الموصولة تحريضياً:(ICP - AES)

لقد حققت طيوف البلازما المحرضة تطوراً ملحوظاً. فتبوأت مكاناً مرموقاً في مجال التحليل الأثري للعناصر بعد الإقتراحات المستقلة لكل من غرين فيلد(Greenfield) وفيندت (Wendt) وفاسيل(Fassel) [12] [13].

والمطياف المستخدم هو جهاز الاصدار الذري (Spectroflame) ويعمل هذا الجهاز بتردد عالٍ يصل إلى 2.5 Kw ويستخدم مولداً حرَّ الجريان ترددهf = 27.12 MHz ويُمكن بوساطته قياس (64) عنصر دفعة

واحدة في عينة واحدة وذلك لاحتوائه على أربع محلات طيفية يحتوي كل منها (16) قناة.

إنَّ الشكل (4) يوضح مخططاً تفصيلياً للبلازما المحرضة.



الشكل (4): مخطط البلازما المحرضة.(ICP)

1) مناطق مراقبة لهب البلازما، 2) حقل مغناطيسي، 3) تيار تردد عالي، 4) تيار الغاز الخارجي (غاز التبريد أو غاز البلازما)، 5) تيار الغاز المتوسط (غاز البلازما أو الغاز المساعد).

وشروط القياس المثلى لُخصت في الجدول (6).

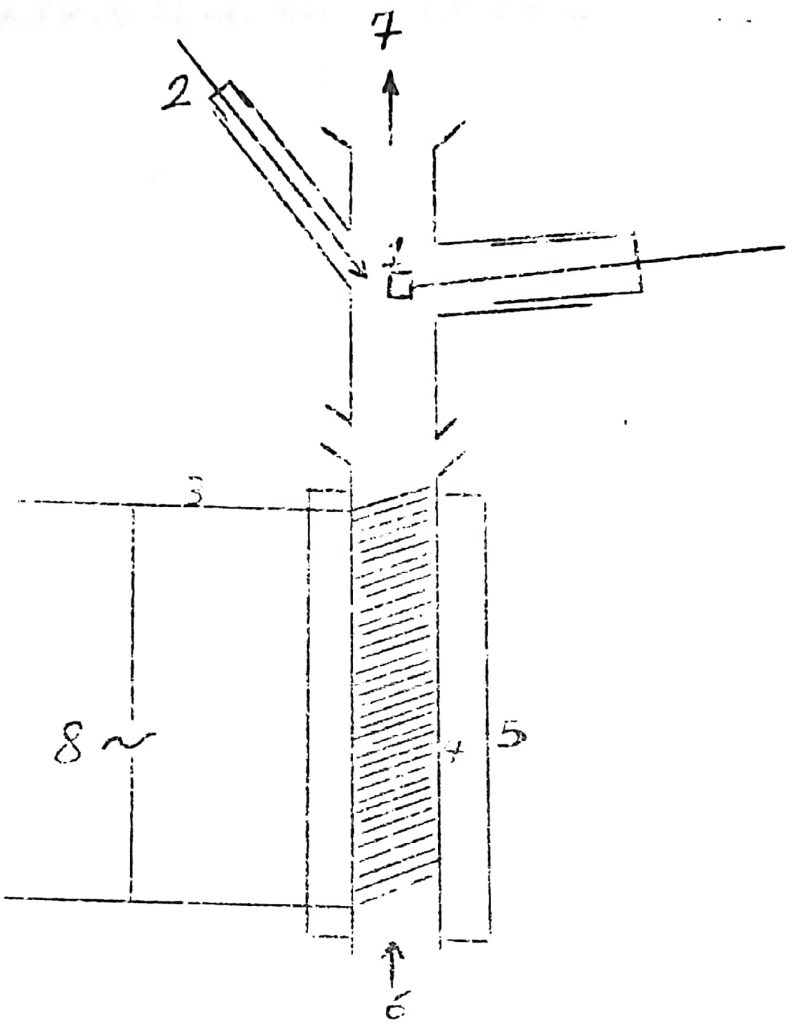
الشروط المثلى لقياس عنصر البزموت باستخدام البلازما المحرضة (ICP) و (ETV - ICP)

الجدول (6):

نوع الطريقة	الاستطاعة	غاز البلازما آرغون l/min	الغاز الإضافي آرغون l/min	الغاز الناقل l/min	الزمن التكاملي (S)
(ICP-AES)	المرحلة 2	15	0.5	Ar=0.65	10
-(ETV-ICP AES)	المرحلة 3	15	0.5	$Ar+H_2$ $Ar=0.8$ $H_2=0.02$	1

2 . 8ـ جهاز الاصدار الذري باستخدام المبخر الكهروحراري مع البلازما الموصولة تحريضياً:

يتكون هذا الجهاز من مطياف الإصدار الذري (Spectroflame) ومبخر من التنغستن طوله 6.5 mm وإرتفاعه 1.4 mmوعرضه 5.7 mm وعدد لفات وشيعته (15)لفة ومن سلك مقاومة تسخين طوله 90 mm وقطره الداخلي 0.3 cm ومخطط هذا الجهاز موضح في الشكل (5).



الشكل (5):مخطط جهاز(ETV - ICP - AES)

1) وشيعة تنغستن، 2) ثقب لحقن العينة (نصف القطر الداخلي 7mm)، 3) سلك مقاومة التسخين، 4) قضيب كوارتز لتسخين الغاز (طوله = 400 mm ونصف قطره الداخلي = 5mm)، 5) عازل يحتوي وشيعة التسخين، 6) مجرى الغاز الناقل $(Ar + H_2)$.7) مكان وصل نظام الـ ETVمع البلازما (ICP - AES) نصف قطر الكرة المصقولة = 6.2mm ،

8) جهد مقاومة =V 180.

ويجري طور التجفيف عند جهد قدره V 0.15 وبزمن قدره S 80 وطور الترميد يجري عند جهد حتى V 0.15 وبزمن قدره S 45 و 4 أما طور التبخير والتنظيف فيجري بزمن قدره على التوالي 4 وS15 وعند جهد قدره V18 ، وكمية العينة المدروسة تساوي .20µl.

3ـ المواد الكيميائية المستخدمة:

ـ يحوي الميليـتر الواحـد مـن المحلـول الأصلي للـبزموت علـى (1mg) بزمـوت $\left(1mgBi^{3+}/ml\right)$ محضـر مـن نـترات الـبزموت المائيـة $Bi(NO_3)_3.5H_2O$ في $1M\ HNO_3$.

ـ محلول حمض الآزوت تركيزه .M , 0.1M

- رباعي هيدريـدات بـورات الصوديـوم ($NaBH_4$)تركيزه 3.%

ـ ماءات الصوديوم (NaOH) تركيزها 1.%

- ثنـائي هيدريدفوسـفات الصوديـوم (NaH_2PO_4) 4 تركيزه.0.1M .

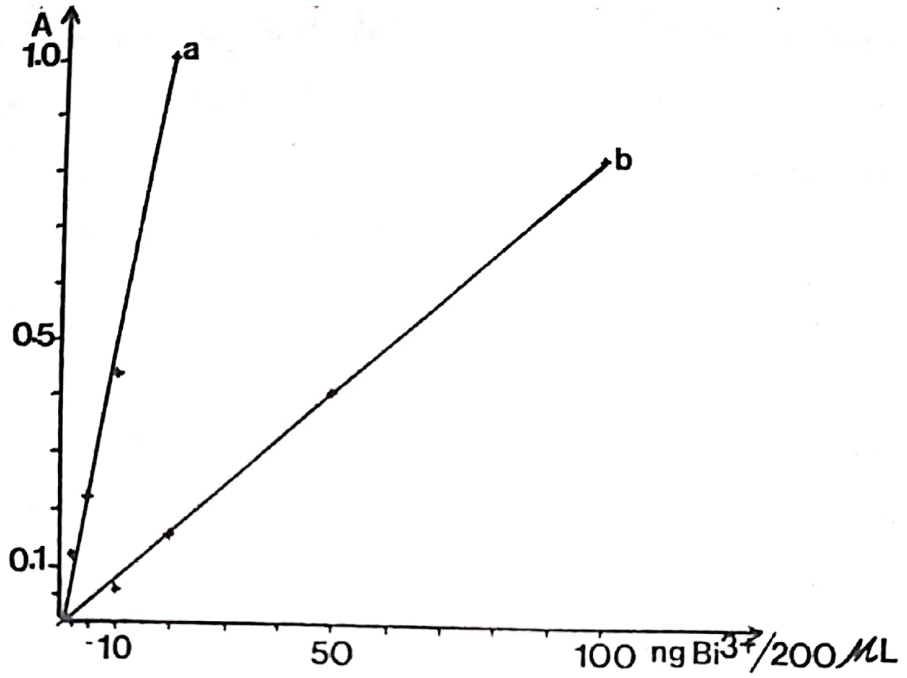
4ـ النتائج التحليلية:

إنَّ نتـائج قيـاس عنصـر الـبزموت بـالطرق المذكـورة سـابقاً وعنـد الشـروط التحليليـة الـتي تمَّ الحصـول عليهـا وضعـت في الجدول (7):

الجدول (7):

مقارنة عتبـات الكشـف المترتبـة عـن دراسـة عنصـر الـبزموت بطـرق الامتصـاص الذري (ETA - AAS) و (PFT - ETA - AAS) و (Hydride - AAS) والاصـدار الذري (ICP - AES) و- ICP - ETV) (Hydride - FANES - AES).وAES)

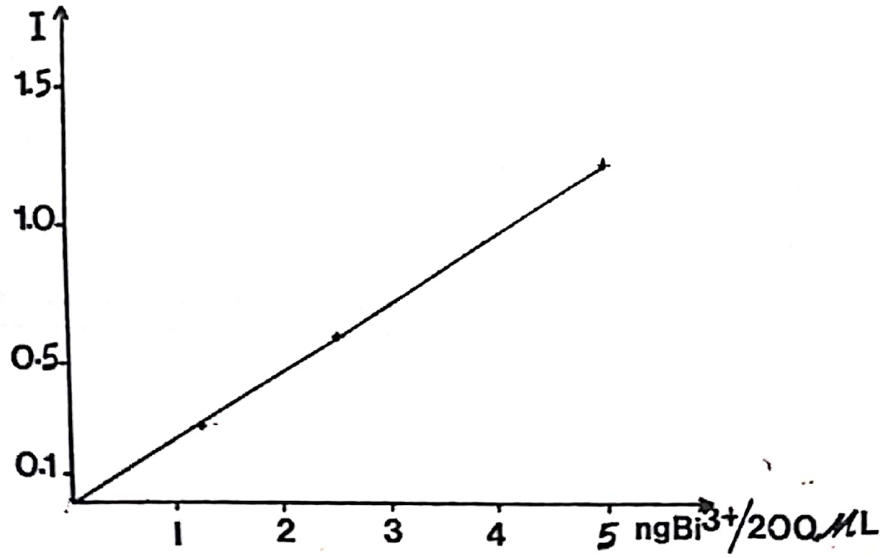
الطريقة	الحساسية المتبادلة		حجم العينة
	مطلقة pg/1 % A	نسبية ng/ml	µl
1- ETA-AAS in (Beckmann- 1268)	34	3.4	10
2- ET-AAS in (EA3)	9	0.9	10
3- PFT-ETA-AAS in (EA3)	8	0.8	10
4- PFT-ETA-AAS in (EA3)+Matrix modifyer	6	0.6	10
5- Hydrid-ETA-AAS with Quartztube	95	0.475	200
6- Hydride-ETA-AAS with graphite tube	540	2.7	200
7- ICP-AES	445000	445	1000
8- ETV-ICP-AES	940	47	20
9- Hydride FANES-AES with Hot trapping	40	0.2	200



الشكل (6): المنحنيات العيارية لتحديد عنصر البزموت بطريقة الامتصاص الذري، حيث:

a) باستخدام أنبوب الكوارتز.

b) باستخدام أنبوب الغرافيت.



الشكل (7): المنحنى العياري لتحديد عنصر البزموت بطريقة الهيدريد ـ فانس بوساطة الجرف الحار.

5ـ الاستنتاجات والمناقشة:

يهتم هـذا البحـث بالدراسـة التحليليـة المتعلقة بتحديد آثـار البزموت كعنصر سـهل التطاير وذلك مـن أجـل مقارنـة طـرق طيفيـة ذرية متعددة والهدف هو تحقيق حساسية عالية ودقـة كبـيرة في القياسـات المتعلقـة بالعنـاصر سهلة التطاير. لذلك وجب عنـد كـل طريقـة مـن الطـرق تحديـد النقـاط المثلى التاليـة: ـــ الشروط الهندسية لخلايا التحليـل المستخدمة. ـ الشروط الغازيـة ـــ الشـروط الحراريـة. ـــ الشروط الكيميائية.

إنَّ تعيـين الشـروط المثلى الـواردة في هذا البحث تخدم بشكل عام فعالية التحليل في الأجهزة التجارية السابقة الذكر.

من خـلال إلقـاء نظـرو سـريعة على الجدول رقم (7) نلاحظ أنَّ النتائج المترتبة عن خلية EA3 هي أكثر حساسية من تلك الناتجة عن خلية Beckmann 1268 وسبب ذلـك هو صغر القطر الداخلي للأنبوب الفحمـي (6 mmمقابل 10 mm) ممـا يقـود إلى سـرعة تسخين مرتفعـة مـن خـلال صغـر كتلـة هـذا الأنبـوب، إلى جـانب ذلـك يُمكـن عنـد الـ EA3وقـف عمليـة ضـخ الغـاز أثنـاء مرحلـة التحليل ممـا يوفـر بقـاء أطـول للـذرات الحـرة المتشكلة ضمن غرفـة الامتصـاص. إلى جـانب ذلـك تمَّ اختبـار نمـاذج الصفـائح الفحميـة ـــ الزجاجية (PFT) في خلية EA3 وقـد طـرأ تحسـن واضـح في الشـروط الحراريـة رافقـه إمكانية في رفع درجة حـرارة الـتزميد ـــ هـذا يوفر اسـتقراراً حرارياً للعنصر عنـد درجـات حـرارة مرتفعـة ـــ نتيجـة التسـخين المتـأخر للصفيحة الموضوعة ضمـن الأنبـوب الفحمـي من خلال الإشعاعات الحرارية الـواردة عليهـا من قِبَـلْ هـذا الأنبـوب، كمـا أنـه لا بـد مـن التنويه إلى التحسن الطارئ على فعالية التحليل نتيجة وجود الذرات الحرة في جو من البلازما الغازيـة السـاخنة إلى جـانب التفكـك الكلـي للجزيئات غير المتفككة سابقاً والمتشـكلة عنـد طور التزميد.

مـن الملاحـظ أيضـاً أنـه عنـد مقارنـة طريقة (ICP - AES) مع طريقـة- (ETV (ICP - AESفـإنَّ التحسـن الطـارئ علـى عتبات الكشـف هـي أفضـل بعشـرة أضعـاف عند طريقة الـ (AES - ETV - ICP) وهـذا طبيعي نتيجـة النقـل الفعـال للعينـة إلى جـانب فعالية التبخير الممتـازة الـتي تتمتـع بهـا وشـيعة التنغستن. من ناحية أخرى نلاحـظ أنَّ إشـارة البزموت بطريقـة الهيدريـد ـــ فـانس بـالجرف الحارأفضل بثلاث عشرة مـرة منهـا في طريقـة الهدرجـة بالتذريـة الكهروحراريـة باسـتخدام أنبوب الغرافيت وأفضل مرتين عنـد استخدام أنبوب الكوارتز ويُمكـن الاسـتنتاج أنَّ إشـارة الإمتصـاص هـذه متعلقـة بطـول المـذرر المستخدم.

إنَّ طريقة الامتصاص الذريـة بالتذريـة الكهروحرارية وبـالحقن المباشـر تُعطـي أفضـل

عتبة كشف لعنصر البزموت وتتحسن أكثر فأكثر عند استخدام نماذج الصفائح وبوجود فوسفات الصوديوم الهيدروجينية ويعود ذلك إلى الأسباب السابقة الذكر (انظر في الأعلى). كما أنَّ طريقة الهيدريد ـــ فانس التي تمت عملية تطويرها من قبلنا ثمَّ أُجريت عملية المعايرة وتحديد الشروط المثلى يدوياً أعطت نتائج مقبولة بالمقارنة مع طرق الاصدار الذرية الأخرى، ومن المؤكد إمكانية رفع حساسية هذه الطريقة عندما يتم تطوير هذه الطريقة آلياً ومع ذلك فإنَّ عتبة كشفها جيدة ويُمكن أن تتحسن باستخدام عينات ذات حجوم أكبر من (4ml).

مما سبق يتوضح لنا أن عتبات الكشف المطلقة هي أفضل ما تكون عند الـ ETAنتيجة استخدام عينات ميكروليترية صغيرة في حين أنَّ عتبات الكشف النسبية هي أفضل عند (Hydride - AAS) ضمن أنبوب الكوارتز ويُمكن تحسين هذه العتبة أكثر فأكثر باستخدام طريقة الجرف الحار المذكورة سابقاً والتي يجري فيها تجميع الهيدريدات في حجم غازي صغير ثمَّ يجري تمديد هذه الهيدريدات عند النقل المباشر إلى المذرر بسبب كبر الحجم الغازي المتولد عن غاز الهيدروجين الناتج أثناء تشكل الهيدريدات.

أخيراً نستنتج أنَّ الطريقتان الأكثر ملائمة لدراسة عنصر البزموت هما طريقة الامتصاص الذرية بالتذرية الكهروحرارية وبوجود الصفائح(PFT - ETA - AAS) (6pg)وطريقة الاصدار الذري بالهيدريد ـــ فانس بوساطة الجرف الحار- (Hydride FANES - AES with hot tropping) مما يجعلهما طريقتين مثاليتين لقياس العناصر سهلة التطاير بشكل عام.

Abstract

To know the methods of atomic spectroscopic analysis (ASA) which is sensitive and suitable for its determination. For these ways belong to the atomic absorption spectroscopy (AAS) and the atomic emission (AES) which are different as usual atomizers and the used excitation sources.

The atomic absorption ways with electrothermal vaporisation (ETA - AAS) are using the graphite tubes which we put inside it a sheet graphite (PFT - ETA - AAS), and than directly we inject the sample inside the tube or on the sheet.

In other way named hydride (Hydride - ETA - AAS) we transfer the sample to vaporation hydrids which were transfered to graphite and quartz and which are used as atomizers.

The atomic emission ways use the excitation sources like inductively coupled plasma (ICP - AES), which are developed by connecting it with electrothermal vaporation (ETV - ICP - AES). Then, we evaporate the sample and transfer to plasma, and the nonthermal excitation source which is named Fanes (FANES:furnace nonthermal excitation spectroscopy). It is connected for the first time with hydride way, than we transfer the formed hydrids to the head of Fanes by the hot trapping (Hydride - FANES - AES with hot trapping).

The Bismuth is determind by the previous ways and by the suitable conditions. After comparing the results we see that the graphite sheet (PFT - ETA - AAS), and the atomic emission by the hydride connected with the head of the Fanes by the hot trapping (Hydride _ FANES - AES with hot trapping) are the best sensitive and suitable ways to determine this element and the similar elements to it.

المراجع العلمية:

[1]- Ditrich, K./Mandry, R./ wenrich,R./: Fortschritte in der At. spekt. Spurenanalytik Band 2,5.93.,(1986).

[2]- Holak, w./:Anal. Chem., 41, 1712(1969).

[3]- Braman, R.S./ Justen, L.L./ Foreback,C.C./: Anal. Chem.,44,2195 (1972).

[4]- EDon,L./wilkinson, G.R./Jackson, K.W./: Chim. Acta., 136, 191(1982).

[5]- Yamamoto, M./Urata,K. L Yamamato, Y.L: Anal. Letters., 14,21(1981).

[6]- Akman, S./ Genc, O./ Balkis,T./: Spectrochim. Acta, 37B, 903(1982).

[7]- Shaikh, A.U./Tallman, D.E./: Anal. Chim. Acta, 98,251 (1978).

[8]- Tuni, J./Terada,S./Tamura, H./Ichinose,N./: Fres.Z.Anal Chem. 311, 492(1982).

[9]- Sturgeon, R.E. /Willic, S.N./ Irwrisproule, G. /Berman, S.S./: J.Anal - At. Spectrom., 2,719(1987).

[10]- Dittrich, K./: Flammenles Atomabsorptionspektro - Karl - Marx - Uni _ Leipzig.

[11]- Wu,S./ Chakrabarti, C.L./ Rogers, J.T./: Progerr.Anal. Spectrosc., 10,111(1987).

[12]- Greenfield ,S./Jenes, I.L./ Berry, C.T./: Analyst., 89, 713(1564).

[13]- Fassel, V.A./wendt, R.H./Anal. chem., 37,920(1975).

[14]- Schmertmann, S.M./Long, S.E./ Browner, R.F./J.Anal. Atomspectrom., 2,687(1987).