



جمهوری اسلامی ایران



وزارت جهاد کشاورزی

سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی

موسسه تحقیقات خاک و آب



# دستورالعمل دستگاه طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی

## مدل PinAAcle 900Z

نگارندگان

کبریا سادات هاشمی نسب و کریم شهبازی

اعضای هیات علمی موسسه تحقیقات خاک و آب

نشریه فنی: ۵۹۳

۱۳۹۹

---

مشخصات اثر

عنوان: دستورالعمل دستگاه طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی مدل PinAAcle 900Z

نگارندگان: کبرا سادات هاشمی نسب و کریم شهبازی

ناشر: موسسه تحقیقات خاک و آب

لیتوگرافی، چاپ و صحافی: انتشارات سنا

کارشناس انتشارات: زهرا محمدی

ویراستار: زهرا محمدی

صفحه آرا: سمانه پورمنصور

طراح جلد: هرمز سجادی

سال انتشار: ۱۳۹۹

---

نشانی: کرج، میدان استانداری، جاده مشکین دشت، بعد از رزکان نو، بلوار امام خمینی (ره)، موسسه تحقیقات خاک و آب

کد پستی: ۳۱۷۷۹۹۳۵۴۵ - صندوق پستی: ۳۱۱-۳۱۷۸۵

تلفن: ۰۲۶-۳۶۲۰۱۹۰۰      دورنگار: ۰۲۶-۳۶۲۱۰۱۲۱

Website: [www.swri.ir](http://www.swri.ir)

Email: [info@swri.ir](mailto:info@swri.ir)

حق چاپ برای ناشر محفوظ است.

این اثر با شماره ۵۷۶۶۶ در تاریخ ۹۹/۳/۲۰ در مرکز اطلاعات و مدارک علمی کشاورزی به ثبت رسیده است.

نقل مطالب با ذکر منبع بلامانع است.

---

مسئولیت صحت مطالب به عهده نگارندگان است.

## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱	بخش اول: مقدمه .....
۱-۱-۱	اصول فن جذب اتمی .....
۲	بخش دوم: معرفی دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی .....
۱-۲	دستگاه‌وری جذب اتمی کوره گرافیتی .....
۲-۲	اتمساز کوره گرافیتی .....
۳-۲	مقایسه روش جذب اتمی کوره گرافیتی با روش جذب اتمی شعله .....
۴-۲	مراحل برنامه ریزی دمایی در کوره جذب اتمی .....
۵-۲	کاربرد اصلاحگرها در جذب اتمی کوره گرافیتی .....
۶-۲	تصحیح زمینه زیمان .....
۷	بخش سوم: چگونگی کار با دستگاه جذب اتمی کوره .....
۱-۳	منبع تابش دستگاه .....
۲-۳	تنظیم فشار گاز .....
۳-۳	نرم‌افزار دستگاه .....
۴-۳	تنظیم تیپ اتوسمپلر .....
۵-۳	پاکسازی لوله گرافیتی .....
۶-۳	قراردادن لوله گرافیتی داخل جایگاه آن .....
۷-۳	باز کردن و تمیز کردن پنجره‌های ورودی دو سمت لوله گرافیتی .....
۸-۳	ایجاد روش جدید .....
۹-۳	واسنجی .....
۱۰-۳	ثبت اطلاعات نمونه‌ها .....
۱۱-۳	روشن کردن لامپ (منبع تابش) .....
۱۲-۳	بررسی حساسیت دستگاه .....
۱۳-۳	آنالیز .....
۱۴-۳	خاموش کردن دستگاه .....
۱۵-۳	پردازش دوباره نتایج .....
۱۶-۳	مراحل انجام آنالیز با دستگاه جذب اتمی کوره .....

بخش چهارم: موارد ایمنی کار با دستگاه جذب اتمی کوره ..... ۳۲

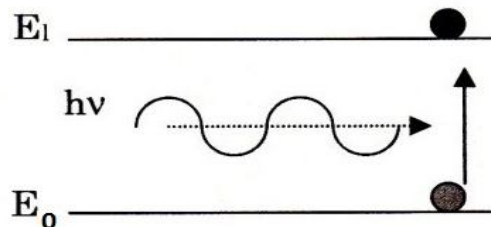
۴-۱- نکات ایمنی ..... ۳۲

منابع ..... ۳۳

## بخش اول: مقدمه

### ۱-۱- اصول فن جذب اتمی

در فن طیف‌سنجی جذب اتمی<sup>۱</sup> (AAS)، برهم‌کنش نور با اتم‌های آزاد در فاز گازی مطالعه می‌شود و این روش یکی از شاخه‌های طیف‌سنجی اتمی به شمار می‌رود. الکترون در حالت‌های انرژی کوانتیده، با انرژی تعیین شده به دور هسته می‌چرخد. الکترون‌ها می‌توانند بین این حالت‌ها یا مدارها با نشر یا جذب فوتون‌ها در فرکانس‌های خاص، انتقال یابند. لازمه انتقال الکترون از لایه‌های پایین به لایه‌های بالا، جذب فوتون و فرکانس یا فرکانس‌های جذبی برای هر عنصر اختصاصی است. با جذب نور توسط اتم‌ها، الکترون‌های حالت پایه آن‌ها به سطح انرژی بالاتر منتقل می‌شود (شکل ۱). اتم‌های آزاد طیف خطی دارند. این بدان معناست که آن‌ها می‌توانند انرژی نور را در سطحی از انرژی یا طول‌موج همسان آن که با انرژی لازم برای برانگیختن الکترون از عنصر موردنظر یکسان است، جذب کنند. این جذب برای گستره‌ای از طول‌موج‌ها اتفاق نمی‌افتد و از این‌رو سبب یک طیف پهن نمی‌شود. برای هر فلز، طول‌موج مشخصی وجود دارد که توسط آن فلز جذب می‌شود. برای هر فلز خاص نور با طول‌موج معین از منبع تابش اختصاصی تابیده و به آشکارساز می‌رسد. طیف‌سنجی جذب اتمی، به‌عنوان یک روش قوی در تجزیه بر اساس جذب فوتون در طول‌موج مربوط استوار است. از آنجایی که برانگیختن غیرفلزات به انرژی بسیار بالایی نیاز دارد، فم جذب اتمی بیشتر برای فلزات بکار می‌رود. گونه‌های فلزی آسان‌تر و با تابش در فرکانس‌های تا اندازه‌ای پایین ماوراءبنفش یا مرئی برانگیخته می‌شوند. در اسپکترومتری جذب اتمی، هدف تجزیه کمی و کیفی غلظت عناصر است.

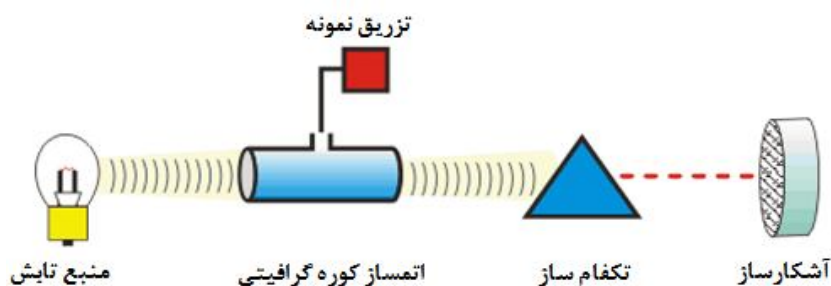


شکل ۱- جذب فوتون در لایه‌های الکترونی

## بخش دوم: معرفی دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی

### ۱-۲- دستگاه‌وری جذب اتمی کوره گرافیتی

اجزای مختلف دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی در شکل دو نشان داده شده است.



شکل ۲- شمای کلی یک دستگاه جذب اتمی مجهز به اتم‌ساز کوره گرافیتی

هر دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی دربرگیرنده قسمت‌های زیر است:

- منبع تابش: طیف خطی باریک مخصوص عنصر گونه تجزیه‌ای را نشر می‌کند. برای طیف‌سنجی جذب اتمی، لامپ‌های هالو کاتد و یا لامپ‌های تخلیه بدون الکتروود به‌عنوان منابع معمول تابش استفاده می‌شوند.
- چاپر<sup>۱</sup> یا مدوله‌کننده مکانیکی یا الکتریکی: این قسمت بین منبع تابش و اتم‌ساز قرار گرفته و تابش حاصل از منبع را مدوله می‌کند. آشکارساز فقط تابش مدوله را تشخیص می‌دهد. از این‌رو مزاحمت نورهای نشر شده از اتم‌ساز در طول‌موج 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 (اتم‌سازی) گویند. این فرآیند توسط اتم‌ساز انجام می‌شود. در اتم‌سازی کوره گرافیتی، به‌جای نیولایزر، محفظه اسپری و مشعل از یک کوره گرافیتی که توسط برق داغ شده استفاده می‌شود. نمونه به‌طور مجزا در اتم‌ساز گذاشته و اتم‌ساز به‌صورت الکتریکی و با یک برنامه‌ریزی دمایی کنترل‌شده گرم می‌شود تا ابری گذرا از بخار اتمی آنالیت تولید شود.
- تکفام‌ساز<sup>۲</sup>: طول‌موج موردنظر را به آشکارساز هدایت کرده و با جلوگیری از عبور طول‌موج‌های دیگر، مزاحمت ناشی از آن‌ها را رفع می‌کند.
- آشکارساز<sup>۳</sup>: 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.

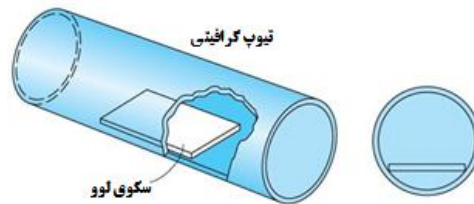
1-Chopper

2-Monochromator

3-Detector

## ۲-۲- اتم ساز کوره گرافیتی

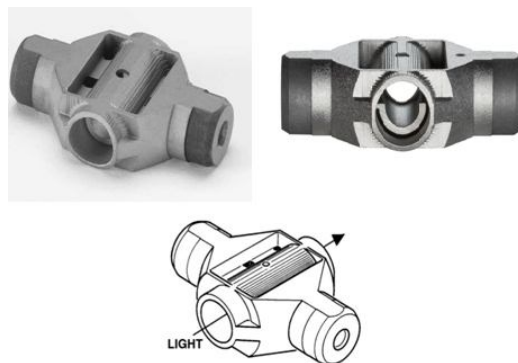
اتم‌سازهای کوره گرافیتی تجاری لوله‌های گرافیتی کوچکی به طول ۱-۳ سانتی‌متر و قطر ۳ تا ۸ میلی‌متر هستند (شکل ۳). لوله روی پایه و جایگاه خود قرار گرفته و مجموعه جایگزین مشعل می‌شود. نمونه از راه یک میکروپیپت یا وسایل مشابه در حجم‌های کم به لوله تزریق می‌شود. معمولاً برای محافظت از اکسیده شدن لوله گرافیتی، در هنگام کار از گاز آرگون یا نیتروژن استفاده می‌شود.



شکل ۳- لوله گرافیتی دارای سکوی لئو

لوله گرافیتی به‌عنوان قلب دستگاه، نقش مهمی را در ثبات یک اندازه‌گیری 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 اندازه‌گیری پایدار از یک مرحله متمیزه شدن به مرحله بعد و از یک لوله گرافیتی به لوله گرافیتی دیگر، تمام قطعات گرافیتی-اتصال‌ها، لوله‌ها و صفحه لئو - باید تحت کنترل دقیق کیفی توسط سازنده دستگاه قرار گیرند. شرکت پرکین المر<sup>۱</sup> یک لوله گرافیتی متخلخل منحصر به فرد شامل (دارای) یک صفحه لئو یکپارچه دارد (شکل ۴). توزیع دمای فوق‌العاده یکنواخت به دست آمده با گرمایش عرضی به‌طور قابل توجهی باعث کاهش تراکم اجزای ماتریس نمونه و اثرات حافظه و بهبود کارایی اتمیزاسیون برای عناصر مقاوم در برابر حرارت می‌شود.

**نکته:** لوله‌های گرافیتی را هرگز با انگشت لمس نکنید. تعریق باعث آلودگی و آسیب رساندن به سطح گرافیت شده و روی نتایج اندازه‌گیری تأثیر می‌گذارد و سرانجام طول عمر لوله را کاهش می‌دهد.



شکل ۴- لوله گرافیتی

### ۲-۳- مقایسه فن جذب اتمی کوره گرافیتی با فن جذب اتمی شعله

به‌طور کلی فن جذب اتمی کوره گرافیتی حساسیت بیشتر و دقت کمتری (انحراف استاندارد بزرگ‌تر) نسبت به فن جذب شعله دارد.

علت تشخیص بهتر جذب اتمی کوره گرافیتی نسبت به جذب اتمی شعله:

- در جذب اتمی شعله، در مرحله ورود نمونه و در مه‌پاش بخش زیادی از نمونه (به‌صورت قطرات درشت) هدر می‌رود.
- بخار اتمی تولید شده از نمونه در روش شعله با گازهای داغ شعله رقیق می‌شود.
- در اتم‌ساز کوره گرافیتی، نمونه به‌طور مستقیم می‌تواند در اتم‌ساز قرار گیرد و با تنظیم مناسب برنامه دمایی، نمونه به‌صورت توپی از بخار درمی‌آید.
- 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 نیولایزر- مشعل ۱۰ درصد و کوره گرافیتی ۹۰ درصد است).
- مصرف نمونه بسیار کم در جذب اتمی کوره گرافیتی: برای اندازه‌گیری مقادیر بسیار کم نمونه مناسب است.
- قابلیت برنامه‌ریزی دمایی برای اتم‌سازی در کوره گرافیتی وجود دارد.

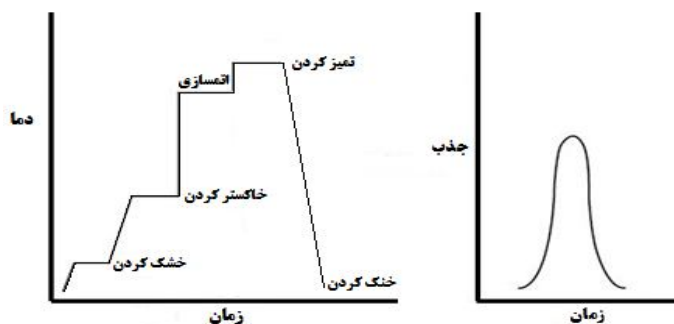
در مجموع، در فن جذب اتمی شعله نمونه با ضریب در حدود ۱۰۰۰ در مقایسه با روش کوره رقیق می‌شود. البته این غلظت ۱۰۰۰ برابر در کوره، با مشکل همراه است، زیرا غلظت دیگر اجزای گازی حاصل از ماتریس نمونه نیز به نسبت زیاد است. از این‌رو اثرات مزاحمت در کوره در مقایسه با شعله جدی‌تر است.

### ۲-۴- مراحل برنامه‌ریزی دمایی در کوره جذب اتمی

فرایند اتمی شدن عنصر در کوره گرافیتی، دارای چند مرحله در برنامه‌ریزی دمایی است که برای هر عنصر متفاوت بوده و به دست آوردن شرایط بهینه برای اندازه‌گیری عناصر در نمونه‌های مختلف، از موارد مهم این روش است (شکل ۵).

- خشک کردن<sup>۱</sup>: در این مرحله با قرار دادن دمای کوره در اندکی بالاتر از نقطه‌جوش 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 درمی‌آید تا به  $\text{CO}_2$  و  $\text{H}_2\text{O}$  تبدیل شود. در این حالت ترکیبات فرار معدنی به شکل بخار درمی‌آیند.
- اتم‌سازی: در این مرحله دما تا اندازه‌ای افزایش می‌یابد که اتم‌های آزاد (گازی) تشکیل شده و در مسیر نوری قرار می‌گیرند و جذب نمونه اندازه‌گیری می‌شود. در مرحله اتم‌سازی جریان گاز درونی (آرگون یا نیتروژن) قطع می‌شود.
- تمیز کردن: مدت‌زمانی که برای پاک‌سازی و رفع آلودگی‌ها به لوله در دمای بالا اعمال می‌شود.
- سرد کردن: مدت‌زمانی که صرف می‌شود تا کوره گرافیتی توسط خنک‌کننده، خنک شود.





شکل ۵- مراحل برنامه دمایی کوره جذب اتمی

## ۲-۵- کاربرد اصلاح‌گرها در جذب اتمی کوره گرافیتی

در روش جذب اتمی کوره گرافیتی، اصلاح ماتریکس روشی برای کاهش یا حذف مزاحمت‌های تبخیر و فاز گازی است. با اصلاح ماتریکس، عنصر اندازه‌گیری شونده، به شکل پایدارتر درمی‌آید یا ماتریکس فرارتر از آنالیت می‌شود. در این فن معمولاً نمک‌های معدنی به محلول‌های نمونه و استاندارد اضافه می‌شوند.

برای اصلاح ماتریکس، اصلاح‌گر<sup>۱</sup> به یکی از دو شکل زیر می‌تواند عمل کند:

۱. با تبخیر سریع مواد مزاحم باعث حذف آن‌ها پیش از اتم‌سازی عنصر مورد اندازه‌گیری شود.
۲. با تشکیل نمک‌ها، اکسیدها یا ترکیبات فلزی پایدار حرارتی عنصر اندازه‌گیری شونده را به شکل کم فرار تبدیل کند.

این امر استفاده از دماهای پیش عمل حرارتی و اتم‌سازی بالاتر را انجام پذیر می‌سازد. برای نمونه در اندازه‌گیری آرسنیک و سلنیم معمولاً از نیکل به‌عنوان اصلاح‌گر ماتریکس استفاده می‌شود. نیکل آرسنیک را تا حدود  $k 1700$  و سلنیم را تا  $k 1500$  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 اتم‌سازی بالاتر استفاده نمود.

## ۲-۶- تصحیح زمینه زیمان

مزاحمت‌های طیفی و شیمیایی دو نوع مزاحمت اجتناب‌ناپذیر در طیف‌سنجی جذب اتمی هستند. مزاحمت‌های طیفی مربوط به گونه‌هایی است که خط طیفی نزدیک به عنصر اندازه‌گیری شونده را دارند و تفکیک آن‌ها با تکفام‌ساز امکان‌پذیر نیست. مزاحمت‌های شیمیایی نیز در نتیجه فرایندهای پیچیده‌ای است که در مرحله‌ی اتمی شدن اتفاق می‌افتند و ویژگی جذبی مانند شکل طیف جذبی و بیشترین مقدار جذب عنصر اندازه‌گیری شونده را تغییر می‌دهند. در هر دو مزاحمت، چون جذب مزاحم همراه جذب اتمی عنصر اندازه‌گیری شونده صورت می‌گیرد، نامطلوب بوده و باید حذف شوند. این مزاحمت جذبی را مزاحمت زمینه می‌نامند و روش‌های حذف آن به نام تصحیح زمینه<sup>۲</sup> شناخته می‌شوند.

1- Modifier

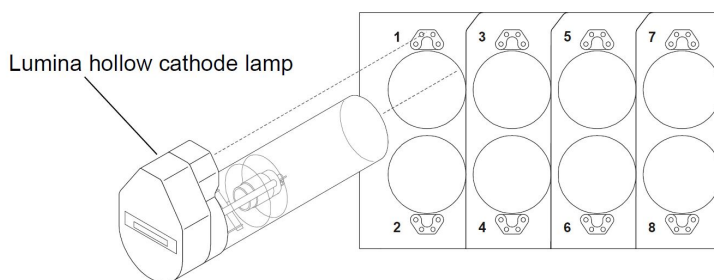
2- Background Correction

تصحیح پس‌زمینه با اندازه‌گیری نوسانات سیگنال شاهد<sup>۱</sup> و کم کردن آن از متوسط نوسانات نمونه انجام می‌شود. دستگاه جذب اتمی کوره گرافیتی PinAAcle مجهز به سیستم تصحیح زمینه زیمن است. در سیستم تصحیح زمینه زیمن نورتابشی منبع، از لوله گرافیتی که توسط یک آهن‌ریا (میدان مغناطیسی) احاطه شده عبور می‌کند. در نتیجه عبور نور از میدان مغناطیسی، امواج پلاریزه  $\pi$  و  $\delta$  ایجاد می‌شوند. امواج موازی هم توسط اتم‌ها و هم زمینه جذب می‌شود. در صورتی که جذب نورهای عمودی  $\delta$  تنها توسط زمینه صورت می‌گیرد. با کم کردن این دو می‌توان سیگنال جذب اتمی خالص عنصر اندازه‌گیری شونده را به دست آورد.

## بخش سوم: چگونگی کار با دستگاه جذب اتمی کوره

### ۳-۱- منبع تابش دستگاه

توجه: پیش از روشن کردن دستگاه، باید حداقل یک لامپ هالوکاتد (HCL<sup>۱</sup>) در یکی از جایگاه‌های لامپ، نصب شود. شیوه قرار گرفتن لامپ هالو کاتد در شکل شش نشان داده شده است. هرگز لامپ را درحالی‌که روشن است از دستگاه خارج نکنید. پیش از برداشتن لامپ از راه نرم‌افزار آن را خاموش نموده و صبر کنید تا لامپ سرد شود.



شکل ۶- شیوه قرار دادن لامپ هالو کاتد در جایگاه

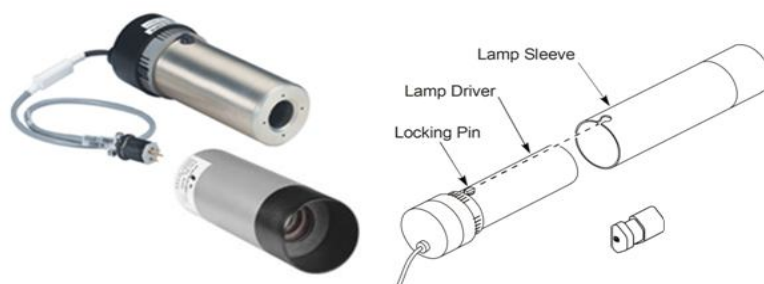
تصویری از یک لامپ هالو کاتد را در شکل هفت مشاهده می‌نمایید. هرگز پنجره جلو لامپ را لمس نکنید. عرق و یا دیگر آلودگی‌ها می‌تواند شدت تابش لامپ را کاهش دهد. پیش از استفاده سطح لامپ را چک کنید تا اثرانگشتی روی آن وجود نداشته باشد. هرگونه لکه یا باقیمانده ترکیبات شیمیایی بر روی پنجره‌ها و یا لامپ باعث کاهش شدت انرژی لامپ شده و نویز را افزایش می‌دهد. برای تمیز کردن پنجره‌ها از دستمال نرم مخصوص تمیز کردن عینک استفاده کنید و در صورت نیاز می‌توانید دستمال را با کمی اتانول مرطوب کنید.



شکل ۷- لامپ هالو کاتد

برای برخی از عناصر لامپ‌های تخلیه بدون الکتروود<sup>۲</sup> (EDLs) به خاطر شدت بالاتر به‌عنوان منبع تابش توصیه شده‌اند. تصویری از یک لامپ تخلیه بدون الکتروود را در شکل هشت مشاهده می‌نمایید. لامپ تخلیه بدون الکتروود داخل استوانه سرامیکی قرار گرفته و سپس داخل دستگاه قرار داده و فیش مخصوص و کابل آن به دستگاه متصل می‌شود.

1-Hollow Cathode Lamp  
2- Electrodeless Discharge Lamps

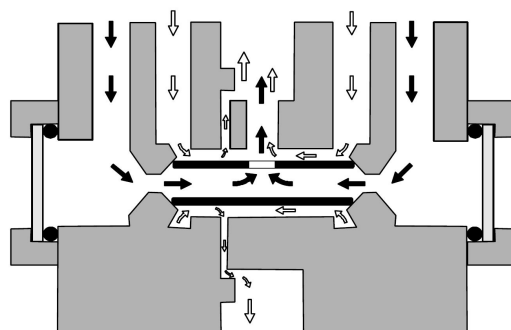


شکل ۸- لامپ تخلیه بدون الکتروود

این مدل دستگاه اسپکتروسکوپی جذب اتمی مجهز به سیستم اپتیکی فیبر نوری فوق پیشرفته برای افزایش شدت نور است.

### ۳-۲- تنظیم فشار گاز

برای محافظت از اکسیده شدن لوله گرافیتی، در هنگام کار از گاز بی‌اثر (آرگون، هلیوم یا نیتروژن) استفاده می‌شود. چگونگی جریان گاز در داخل و اطراف لوله گرافیتی را در شکل نه مشاهده می‌نمایید. در مرحله اتم سازی و خوانش جریان گاز قطع شده و دوباره جریان ادامه پیدا می‌کند.



شکل ۹- شمایی از جریان گاز بی‌اثر در دستگاه جذب اتمی کوره

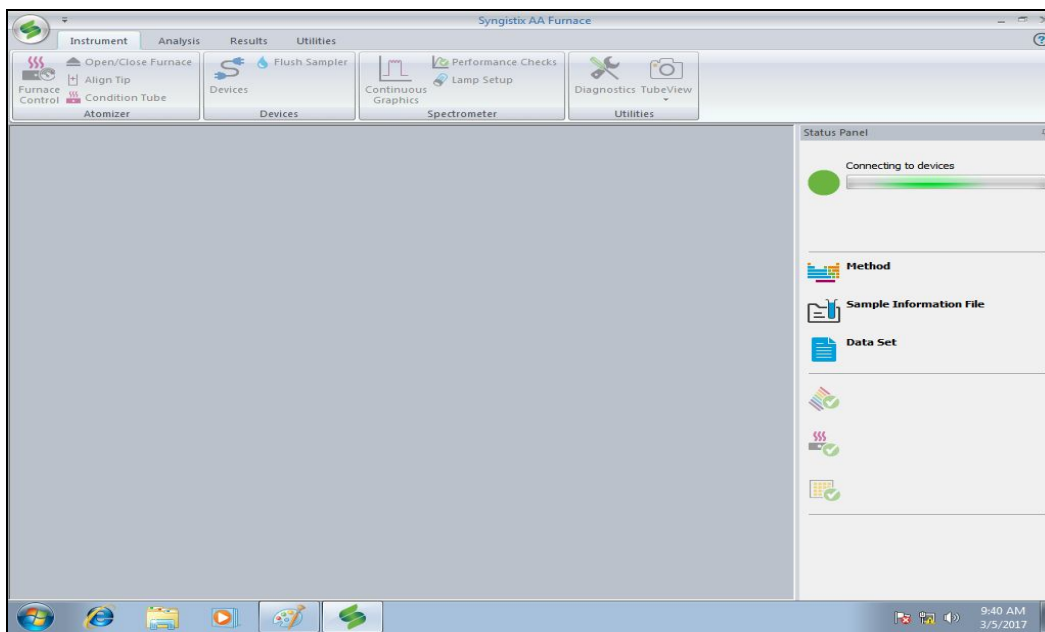
برای کار با دستگاه جذب اتمی نخست کپسول گاز را باز کنید. فشار ورودی که برای دستگاه لازم است را طبق جدول یک تنظیم نمایید. پس از باز کردن کپسول دستگاه، فن را روشن کنید.

جدول ۱- میزان فشار ورودی گاز

حد اقل میزان فشار	حداکثر میزان فشار	واحد فشار
۳۵۰	۴۰۰	kPa
۳/۵	۴	bar
۵۰/۸	۵۸	psig

### ۳-۳- نرم‌افزار دستگاه

برای برقراری اتصال دستگاه با کامپیوتر همیشه نخست دستگاه و سپس کامپیوتر را روشن کنید تا در برقراری اتصال دستگاه به کامپیوتر با مشکلی روبرو نشوید. در برنامه نرم‌افزاری دستگاه (Syngistix for AA) روی حالت Online کلیک کرده و اجازه دهید تا دستگاه به‌طور خودکار برنامه را اجرا کرده و اتصال کامپیوتر و دستگاه برقرار شود (شکل ۱۰).



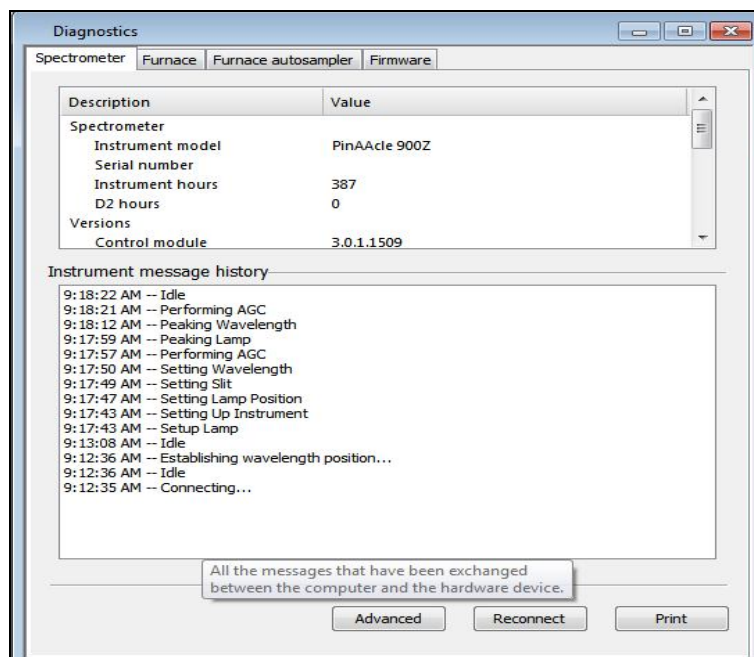
شکل ۱۰- دستگاه و نرم‌افزار در حال اتصال

**توجه:** چنانچه اتصال برقرار نشود سمت راست محیط نرم‌افزار، روی آیکون‌ها، جای تیک سبز رنگ، علامت ضربه‌در می‌خورد و آیکون به شکل ۱۱ نمایش داده می‌شود.



شکل ۱۱- آیکون نشان‌دهنده برقرار نبودن اتصال

برای برقراری اتصال، همانند با شکل ۱۲ از پنجره Diagnostics روی گزینه Reconnect کلیک کنید تا اتصال برقرار شود.



شکل ۱۲- برقراری اتصال دستگاه و نرم‌افزار

### ۳-۴- تنظیم تیپ اتوسمپلر

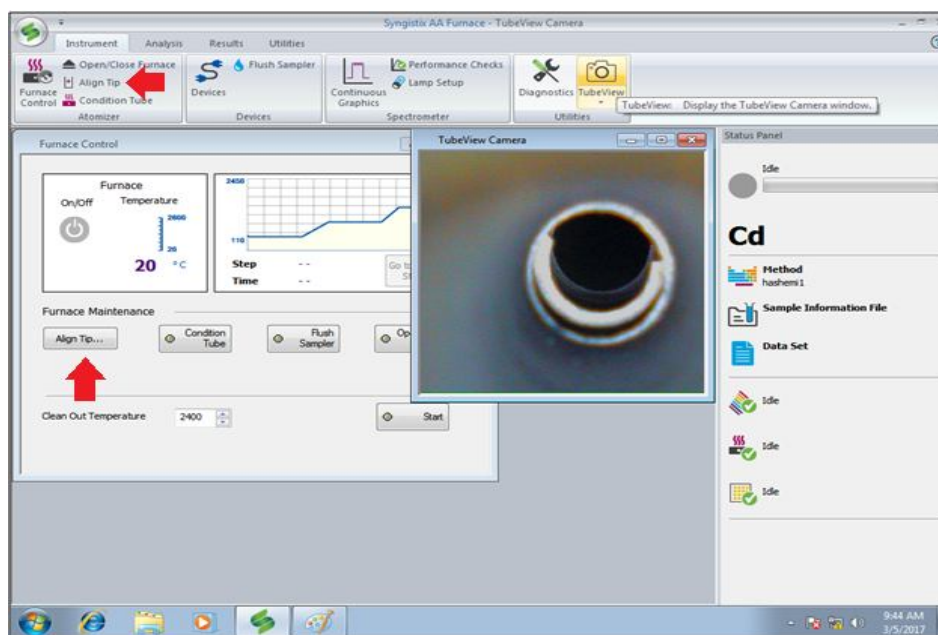
پیش از تنظیم تیپ اتوسمپلر، سر تیپ را چک نمایید. چنانچه سر تیپ آسیب دیده باشد، چند میلی‌متر از سر تیپ را با تیغ تیز ببرید. سپس طول تیپ را ۷ میلی‌متر تنظیم نمایید (شکل ۱۳). برای تعمیر سر تیپ لازم است تیپ را از بازوی آن باز کنید. برای این کار باید پیش از باز کردن تیپ گزینه معلق نگه‌داشتن تیپ بالای ویال شستشو را انتخاب نمایید.



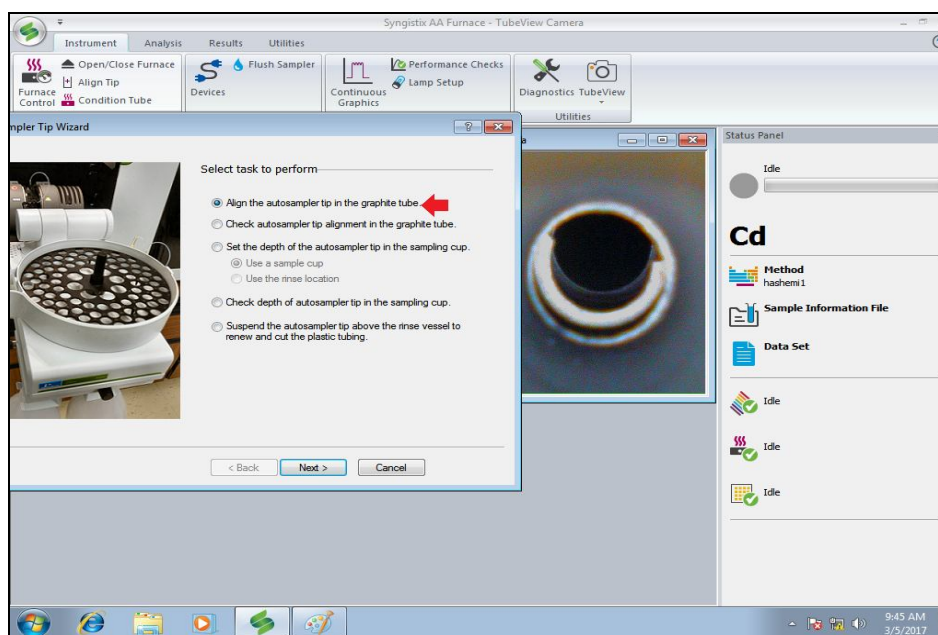
شکل ۱۳- تنظیم طول تیپ اتوسمپلر

دوربین حرارتی استفاده شده در این مدل دستگاه جذب اتمی کوره، برای تنظیم کردن اتوسمپلر به هنگام تزریق نمونه و نمایش خشک شدن در طول آنالیز به کار می‌آید. برای تنظیم تیپ اتوسمپلر از پنجره Instrument به قسمت Align tip وارد شوید (شکل ۱۴ و ۱۵) و برای تنظیم تیپ در قسمت تزریق نمونه به لوله گرافیتی گزینه اول را انتخاب نمایید. سپس به کمک پیچ‌های تنظیم و دوربین دستگاه، موقعیت تیپ را به‌دقت تنظیم نمایید (شکل ۱۶). برای تنظیم دقیق تیپ از چراغ قوه‌ای که در جعبه‌ابزار دستگاه قرار دارد استفاده نمایید. پورت USB چراغ‌قوه را به دستگاه متصل کرده و چراغ‌قوه را روشن نمایید. موقعیت تیپ تزریق را به کمک پیچ‌های تنظیم نشان داده شده در شکل ۱۶،

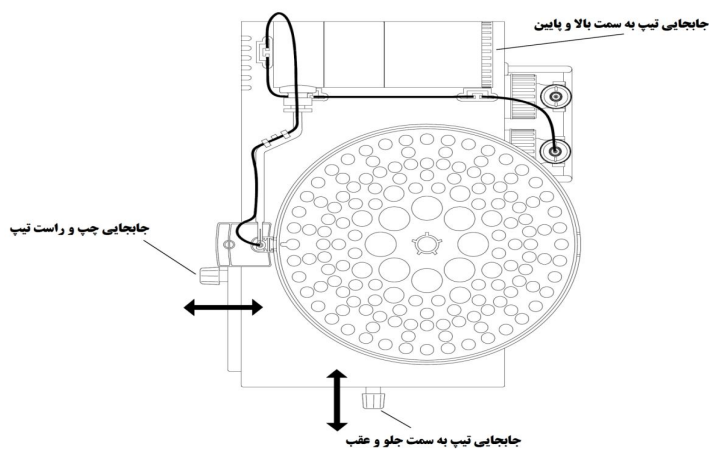
تنظیم نمایید. تیپ را به گونه‌ای تنظیم نمایید که هنگام ورود به روزنه تزریق لوله گرافیتی به دیواره‌ها گرفته نشود و مستقیم به داخل لوله هدایت شود. در مرحله بعد ارتفاع تیپ اتوسمپلر را در قسمت‌های ویال نمونه و ویال شستشو تنظیم نمایید. ارتفاع تیپ در ویال‌ها به گونه‌ای باشد که سر تیپ به طول کامل وارد ویال شود. هنگام تنظیم تیپ تزریق داخل لوله با کلیک بر روی گزینه Tube View از قسمت Instrument، دوربین دستگاه را روشن نموده و ارتفاع مناسب تیپ را تنظیم نمایید.



شکل ۱۴- باز کردن پنجره تنظیم تیپ اتوسمپلر

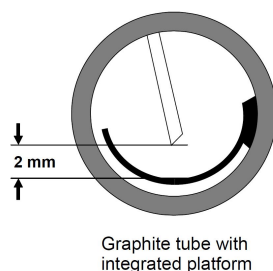


شکل ۱۵- تنظیم تیپ اتوسمپلر برای تزریق به لوله گرافیتی

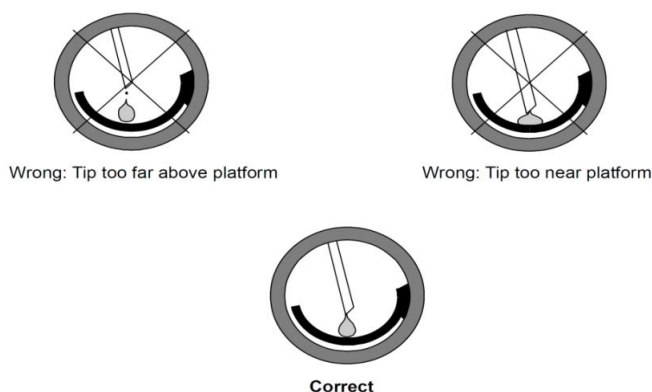


شکل ۱۶- پیچ‌های تنظیم موقعیت تیپ اتوسمپلر

شکل صحیح تزریق و ارتفاع تیپ از سطح داخلی لوله گرافیتی (سکوی لوو) را در شکل‌های ۱۷ و ۱۸ مشاهده می‌نمایید. بهترین فاصله تیپ از سکوی لوو دو میلی‌متر است.



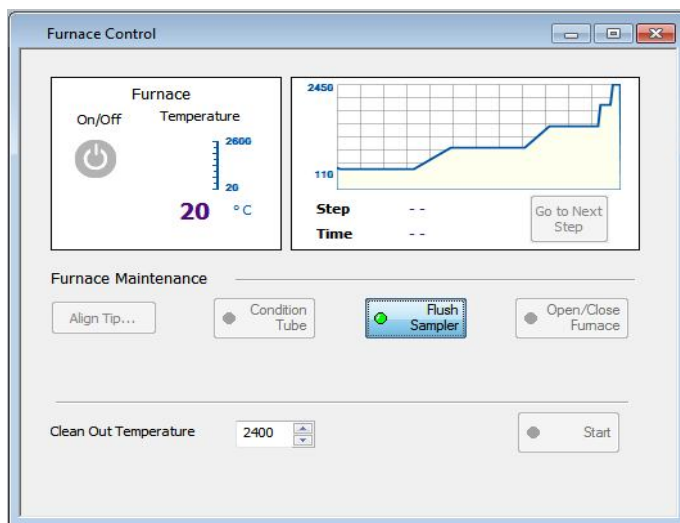
شکل ۱۷- فاصله مناسب سر تیپ اتوسمپلر از سکوی لوو



شکل ۱۸- نحوه صحیح تزریق نمونه توسط تیپ اتوسمپلر

برای شستشوی تیپ اتوسمپلر مانند شکل ۱۹ روی گزینه Flush Sampler کلیک نمایید. تیپ اتوسمپلر شستشو داده می‌شود.

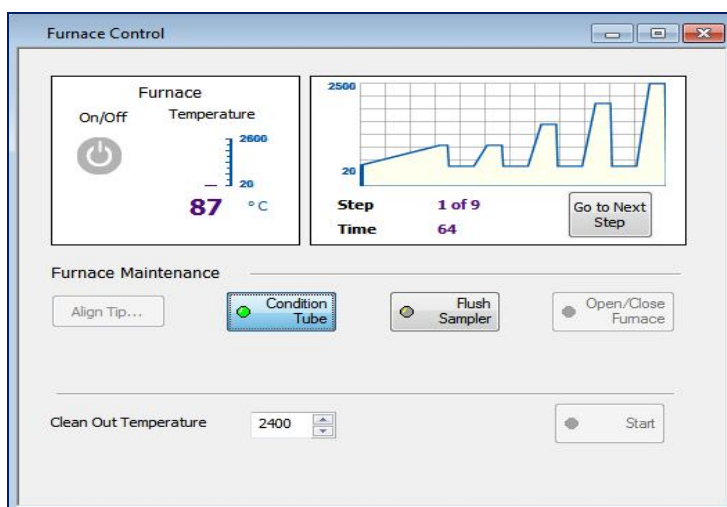




شکل ۱۹- شستشوی تیپ اتوسمپلر

### ۳-۵- پاک‌سازی<sup>۱</sup> لوله گرافیتی

هنگام نصب لوله گرافیتی جدید یا پس از آنالیز نمونه‌های آلوده، به‌منظور رفع آلودگی لوله گرافیتی، پیش از آنالیز باید آن را پاک‌سازی نمایید. برنامه دمایی که هنگام پاک‌سازی به لوله اعمال می‌شود همان برنامه‌ای است که در هنگام ایجاد روش (Method) در قسمت Sampler وارد شده و توضیح آن در قسمت‌های بعد آمده است. در قسمت Instruments روی گزینه Furnace Control کلیک نمایید. با کلیک بر روی گزینه Condition برنامه دمایی پاک‌سازی لوله اجرا می‌شود (شکل ۲۰). پس از تزریق نمونه‌های آلوده لازم است لوله گرافیتی برای تمیز سازی به مدت زمان ۲۰ ثانیه در دمای بالای ۲۰۰۰ درجه سانتی‌گراد نگه داشته شود. برای این کار از گزینه Clean out Temperature استفاده نمایید. پس از وارد کردن دمای مورد نظر، روی گزینه Start کلیک نمایید تا این دما به مدت ۲۰ ثانیه اعمال شود.

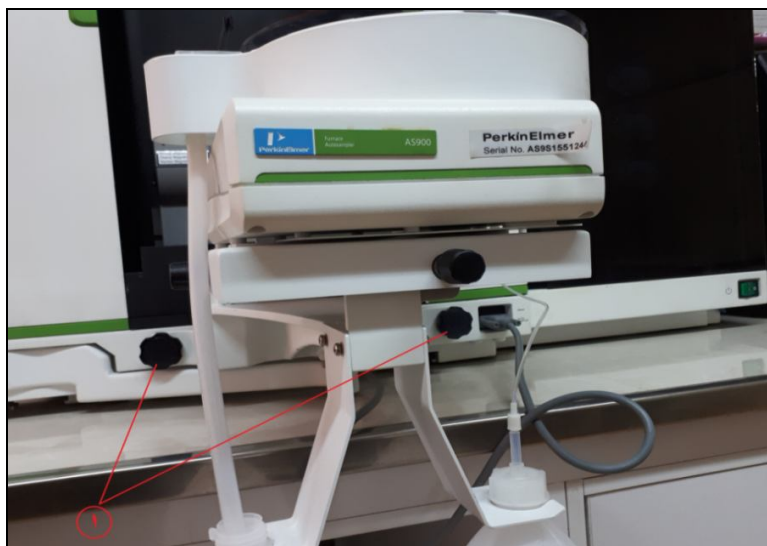


شکل ۲۰- پنجره کاندیشن لوله گرافیتی

1- Condition

### ۳-۶- قرار دادن لوله گرافیتی داخل جایگاه آن

برای قرار دادن یا تعویض لوله نخست پیچ‌های اتصال اتوسمپلر به دستگاه (شکل ۲۱) را باز کرده و مانند شکل ۲۲ اتوسمپلر را به سمت چپ دستگاه ببرید.

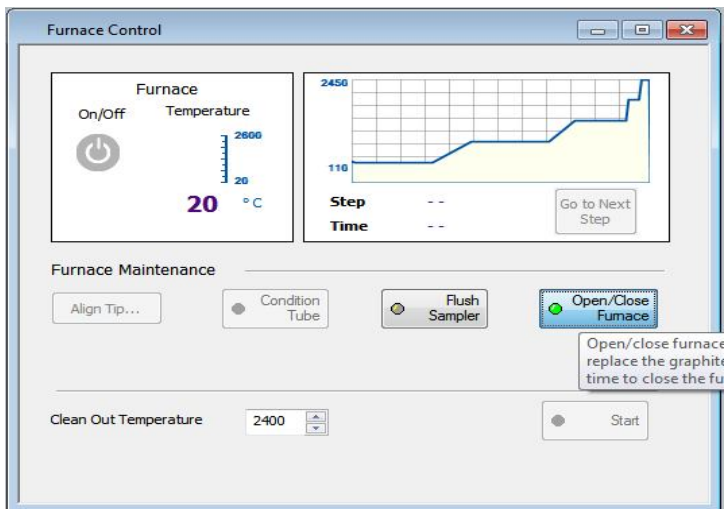


شکل ۲۱- پیچ‌های اتصال اتوسمپلر به دستگاه



شکل ۲۲- باز کردن اتصال اتوسمپلر

برای خارج کردن یا قرار دادن لوله در جایگاه آن سپس از پنجره Instrument وارد قسمت Open/Close Furnace شده و مانند شکل ۲۳ روی گزینه مورد نظر کلیک کنید تا بازوی نگه‌دارنده لوله آزاد و یا قفل شود (شکل ۲۴ و ۲۵).



شکل ۲۳- باز کردن و قفل کردن بازوی نگهدارنده لوله گرافیتی



شکل ۲۴- بازوی نگهدارنده لوله گرافیتی در حالت قفل



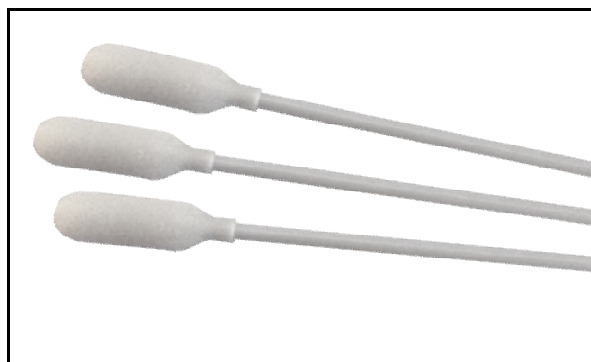
شکل ۲۵- آزاد شدن بازوی نگهدارنده لوله گرافیتی

همانند با شکل ۲۶ بازوی نگه‌دارنده لوله را به سمت پایین فشار دهید تا لوله آزادشده و سپس با گیره مخصوص از جایگاه خارج نمایید.



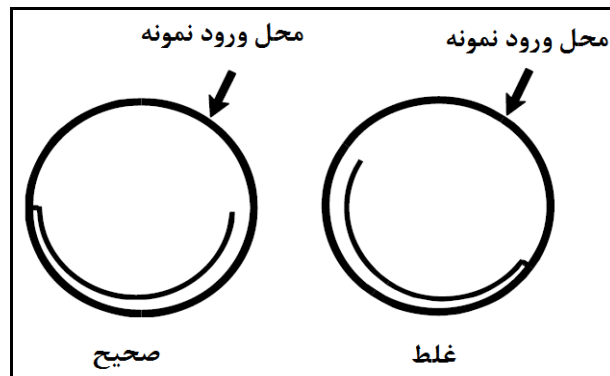
شکل ۲۶- خارج کردن لوله از جایگاه آن

چنانچه در هنگام اندازه‌گیری لوله گرافیتی آسیب دید یا شکست برای تعویض آن دست به کار شوید. پس از خارج کردن لوله گرافیتی آسیب‌دیده، باید بقایا و تکه‌های خردشده آن را خارج نمایید و جایگاه نگه‌دارنده لوله را با برس مخصوص (شبه گوش پاک‌کن) که در لوازم جانبی دستگاه موجود است (شکل ۲۷) و محل‌های اتصال لوله گرافیتی را به درستی تمیز نمایید.



شکل ۲۷- وسیله مخصوص تمیز کردن جایگاه نگه‌دارنده لوله

به‌منظور قرار دادن لوله جدید داخل دستگاه به شکل ۲۷ و شیوه صحیح قرار دادن آن دقت فرمایید. لوله را به شکلی در جایگاه قرار دهید که در دوربین سکوی لوو<sup>۱</sup> متمایل به راست بوده و محل اتصال سکو لوو به دیوار لوله در سمت چپ تصویر باشد.

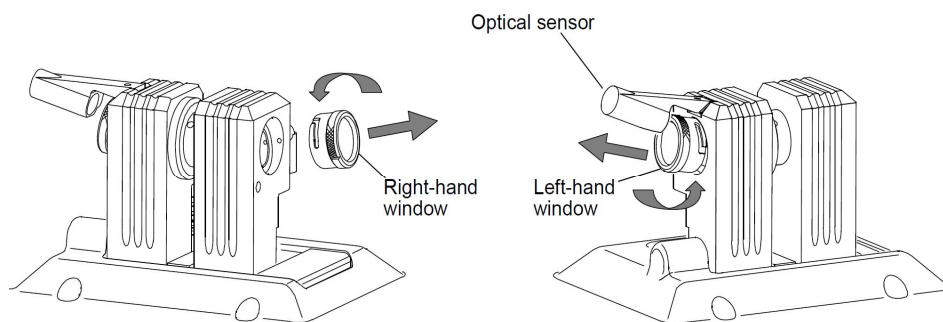


شکل ۲۸- نمای داخل لوله گرافیتی از انتهای سمت چپ آن

### ۳-۷- باز کردن و تمیز کردن پنجره‌های ورودی دو سمت لوله گرافیتی

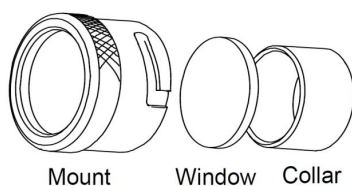
پنجره‌های کوارتز در مسیر ورود و خروج پرتو نوری در دو سمت لوله مهروموم شده‌اند. در طی یک دوره زمانی، اجزای نمونه می‌توانند بر روی پنجره‌ها جمع شوند. این باعث کاهش شدت تابش و حساسیت و دقت نتایج اندازه‌گیری می‌شود. پنجره‌ها را باز کرده (شکل ۲۹) و به‌طور مرتب تمیز کنید. اجزای نگه‌دارنده پنجره در شکل ۳۰ نشان داده شده‌اند.

فاصله زمانی تمیز کردن پنجره‌ها به نوع نمونه‌هایی که تجزیه و آنالیز می‌شوند بستگی دارد. اگر نمونه‌هایی که دارای ماتریکس‌های کثیف مانند خون، قند و روغن هستند را تجزیه و اندازه‌گیری کنید، چه بسا مجبور خواهید بود پنجره‌های کوره را بیشتر از نمونه‌هایی مانند آب آشامیدنی باز و تمیز کنید.



شکل ۲۹- باز کردن پنجره‌های کوره جذب اتمی

- پنجره‌های کوارتز اجزای نوری دقیق هستند؛ برای جلوگیری از خش، اثر انگشت یا آلودگی دیگر، آن‌ها را با دقت کنترل کنید.
- هنگام برداشتن یا تعمیر پنجره‌ها، مراقب صدمه به حسگر نوری باشید.

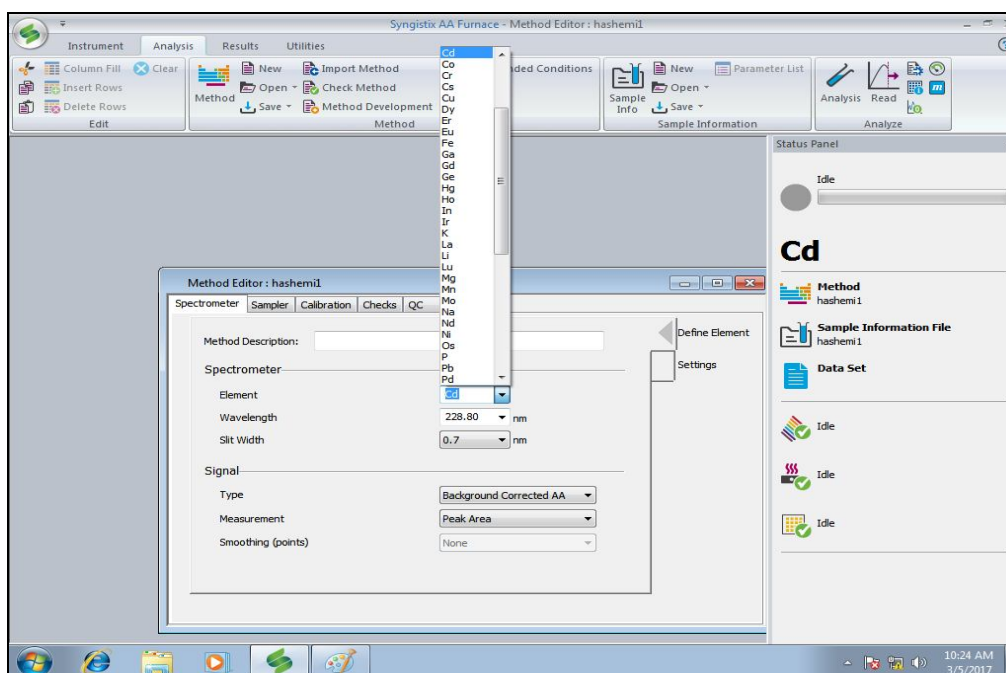


شکل ۳۰- اجزای نگه‌دارنده پنجره

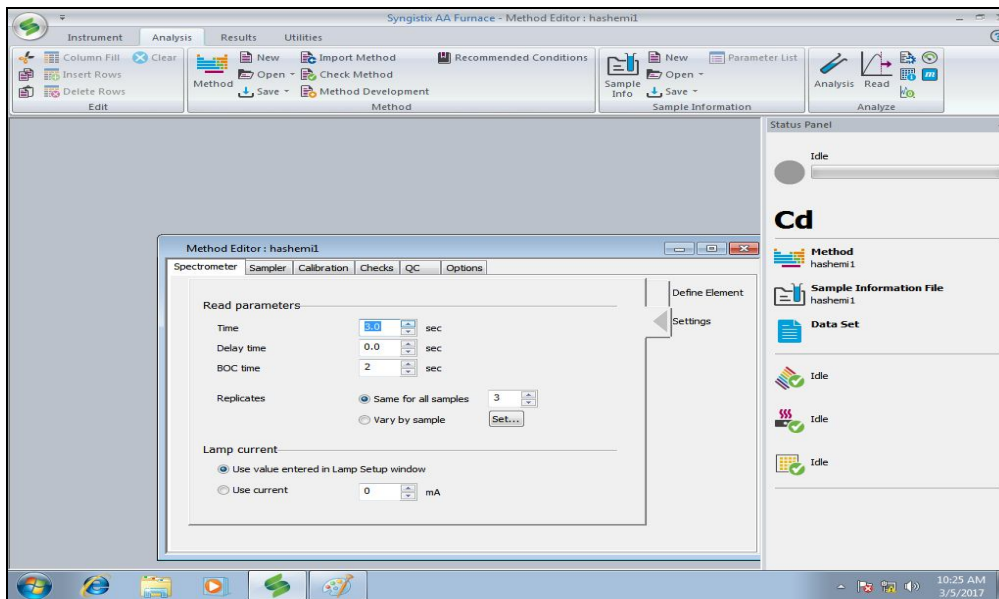
بعد از باز کردن پنجره‌ها آن‌ها را با دقت با پارچه پنبه‌ای آغشته با یک محلول رقیق از مواد شوینده آزمایشگاهی خنک، تمیز کنید. سپس چندین بار با آب دیونیزه شستشو دهید. اگر بعد از این روش پنجره‌ها تمیز نشدند، آن‌ها را با یک پارچه ای مرطوب با الکل گرید اسپکتروسکوپی تمیز کنید.

### ۳-۸- ایجاد روش جدید

برای ایجاد روش جدید، وارد قسمت Analysis نرم‌افزار شده و در قسمت روش پس از کلیک بر روی گزینه New روش جدید را ایجاد می‌کنیم (شکل ۳۱). پنجره Method Editor که باز شد، عنصر مورد نظر و طول موج آن را انتخاب کرده و نوع سیگنال را در قسمت Signal مشخص می‌کنیم که ارتفاع پیک، سطح زیر پیک و ... است. تعداد تکرار اندازه‌گیری و تنظیمات دیگر را در قسمت Setting مشخص می‌نماییم (شکل ۳۲).

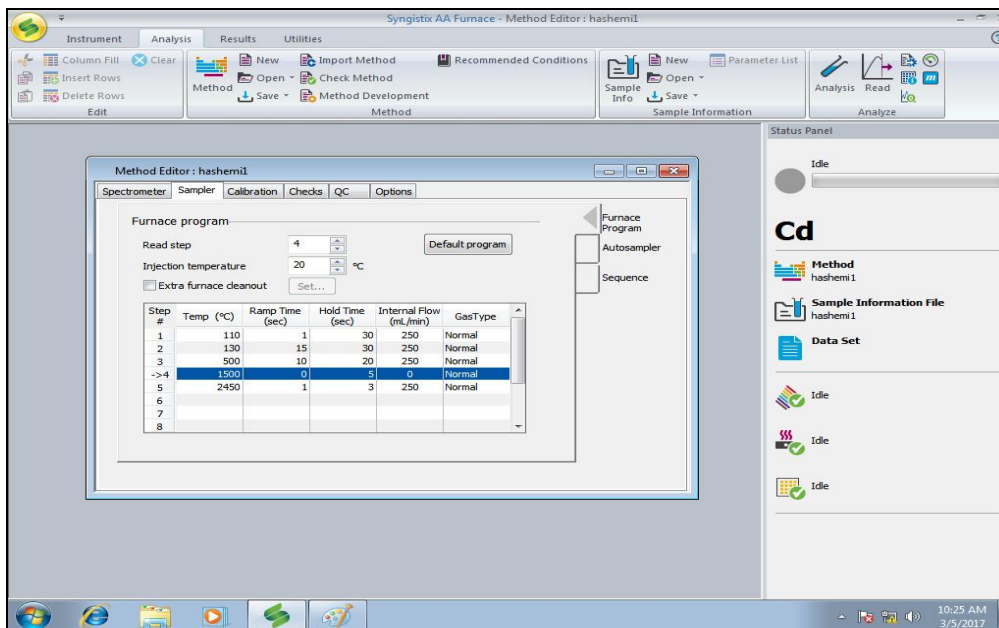


شکل ۳۱- ایجاد روش جدید



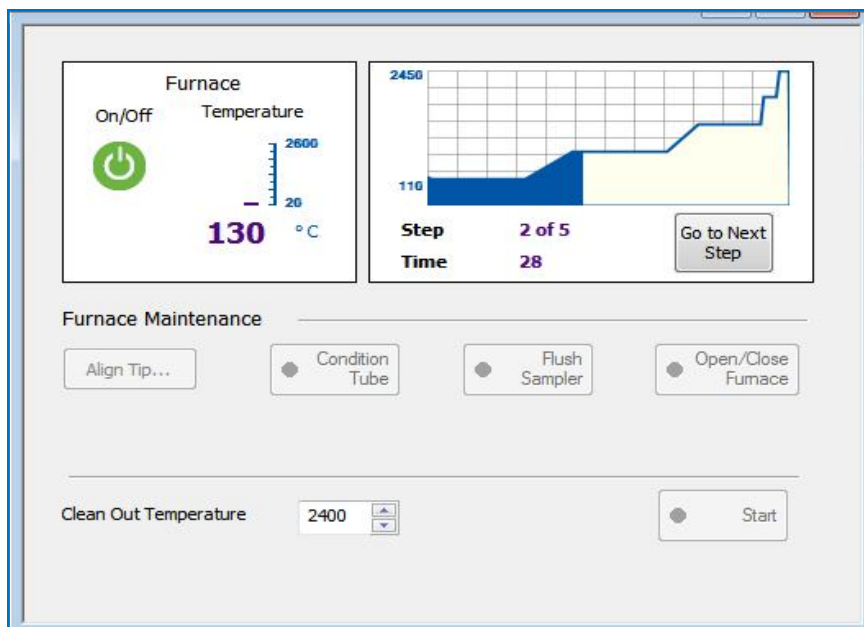
شکل ۳۲- پنجره تنظیمات روش

با کلیک بر روی گزینه Sampler، در بخش Furnace program، برنامه دمایی پیشنهاد شده را می‌توانید در این قسمت مشاهده نمایید (شکل ۳۳). بسته به اندازه‌گیری برنامه دمایی اجرا شده به لوله را می‌توانید در این قسمت تغییر دهید. همچنین در این پنجره مرحله خوانش و دمای تزریق را می‌توانید تغییر دهید. در برخی مواقع بدون استفاده از اصلاحگر، با تغییر دمای خاکسترسازی و اتم‌سازی در این پنجره، می‌توان مزاحمت‌های بافت زمینه را کاهش داد.



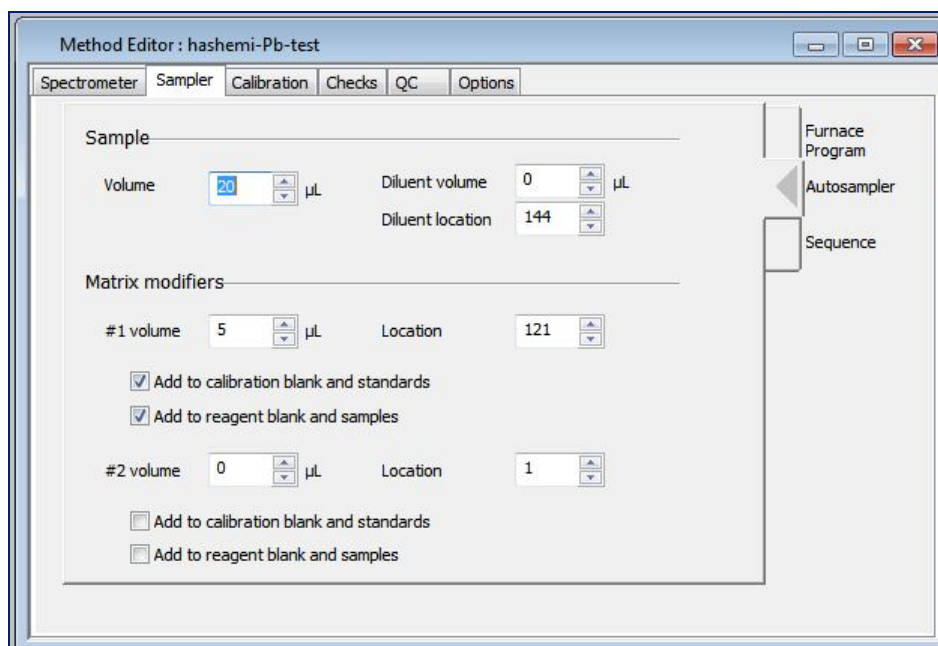
شکل ۳۳- تنظیمات برنامه دمایی کوره جذب اتمی

هنگامی که برنامه دمایی اجرا می‌شود در پنجره Furnace می‌توانید آن را مشاهده نمایید (شکل ۳۴).



شکل ۳۴- برنامه دمایی اعمال شده به لوله گرافیتی

برای تغییرات در حجم تزریق اتوسمپلر، همانند شکل ۳۵ روی گزینه Auto sampler کلیک نمایید.



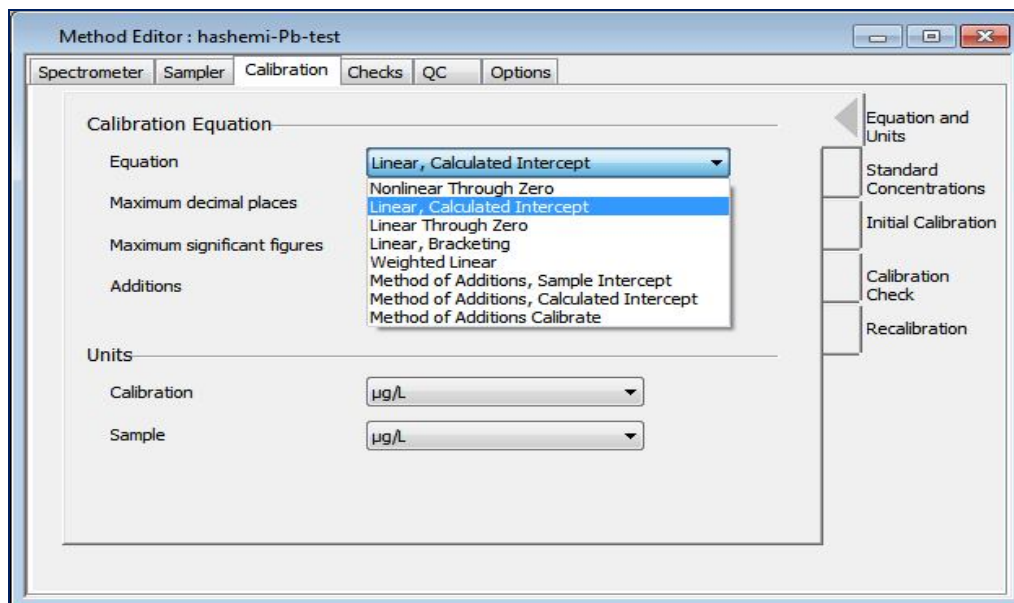
شکل ۳۵- تنظیمات حجم تزریقی توسط اتوسمپلر



چنانچه برای اندازه‌گیری نیاز به رقیق‌سازی محلول‌ها باشد، در این قسمت جایگاه محلول رقیق‌کننده (مانند آب یا اسید نیتریک ۰/۲ درصد) و حجم لازم که از آن برای رقیق‌سازی محلول‌ها باید برداشته شود را وارد نمایید. با توجه به نوع آنالیز، چنانچه نیاز به استفاده از اصلاحگر به‌منظور کاهش مزاحمت بافت زمینه است، در این قسمت جایگاه ویال اصلاحگر و مقدار حجمی که هنگام تزریق باید از آن برداشته شود را وارد نمایید. دو نوع اصلاحگر را نیز می‌توانید هم‌زمان استفاده نمایید. تنها باید در این قسمت موارد خواسته شده را تعیین نمایید. چنانچه از اصلاحگر برای واسنجی و اندازه‌گیری استفاده می‌شود، مربع کنار هر دو گزینه Add to.... را تیک بزنید. در غیر این صورت فقط گزینه مورد نظرتان را انتخاب نمایید.

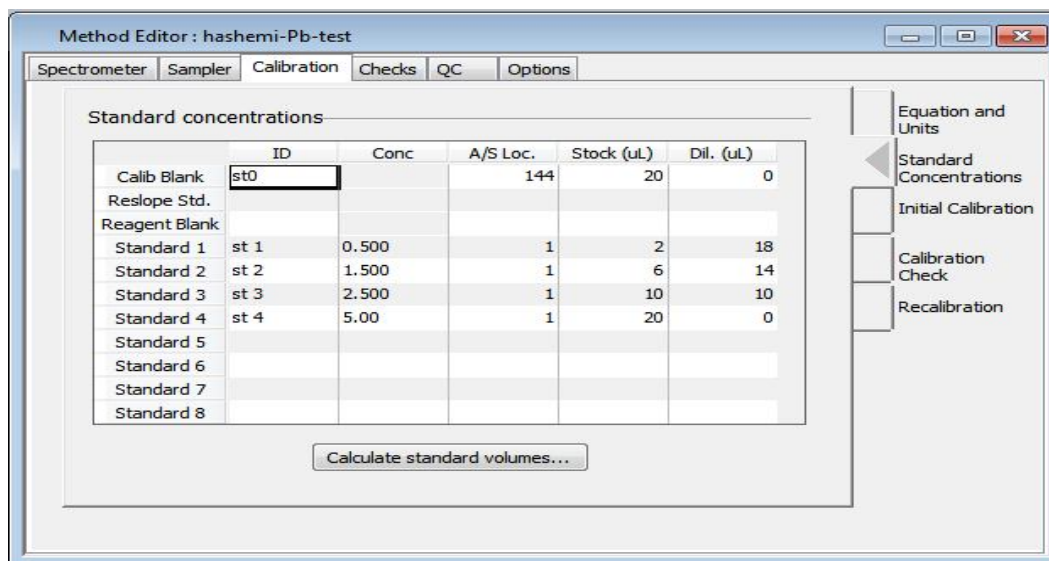
### ۳-۹- واسنجی<sup>۱</sup>

برای تنظیمات مربوط به واسنجی، در پنجره Method Editor با کلیک بر روی گزینه Calibration نوع واسنجی را برای رسم منحنی واسنجی وارد کنید (شکل ۳۶). سپس همانند با شکل ۱۸ در قسمت Units واحد غلظت موردنظرتان را انتخاب نمایید.



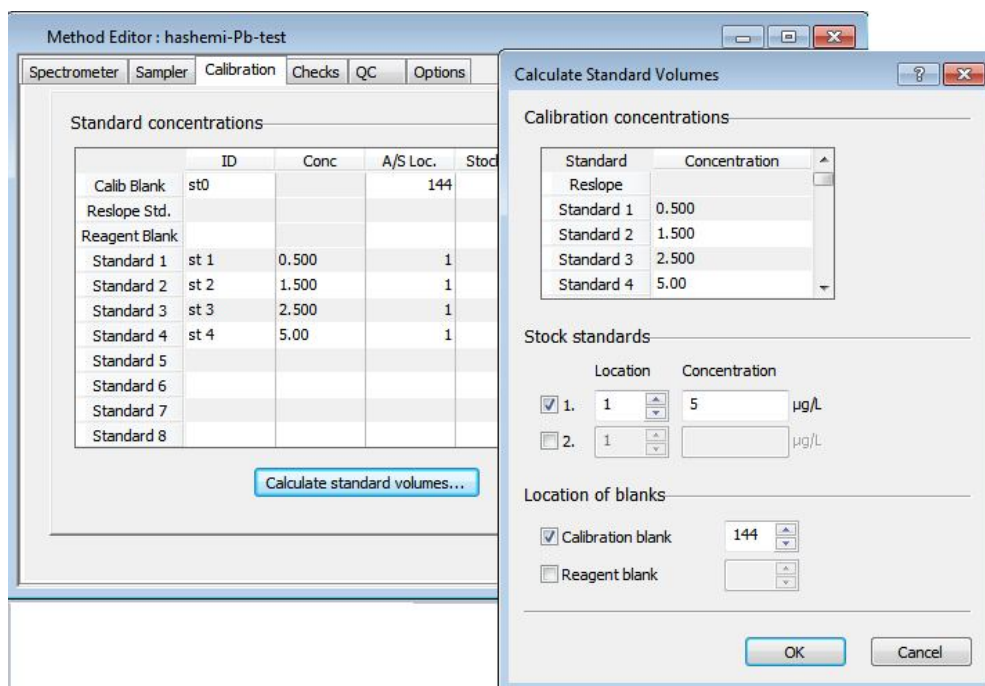
شکل ۳۶- انتخاب نوع منحنی واسنجی

همانند شکل ۳۷، با انتخاب گزینه Standard Concentrations در پنجره واسنجی غلظت محلول‌های استاندارد خود را وارد کنید.



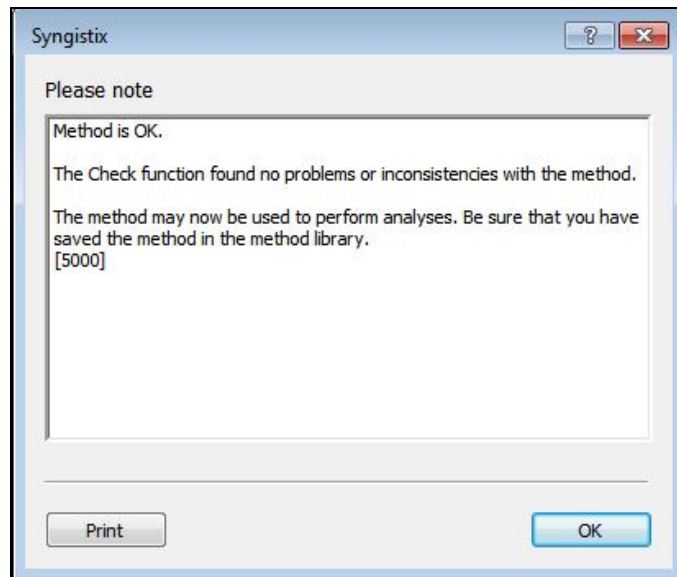
شکل ۳۷- وارد کردن غلظت استانداردهای واسنجی

چنانچه بخواهید محلول‌های استاندارد توسط اتوسمپلر ساخته شوند استاندارد مادر (Stock standard) را برای نرم‌افزار تعریف کنید. با کلیک بر روی گزینه Calculate standard volume غلظت محلول‌های استاندارد را وارد نموده و همانند شکل ۳۸ در قسمت Stock standards غلظت استاندارد مادر و جایگاه آن را مشخص نمایید.



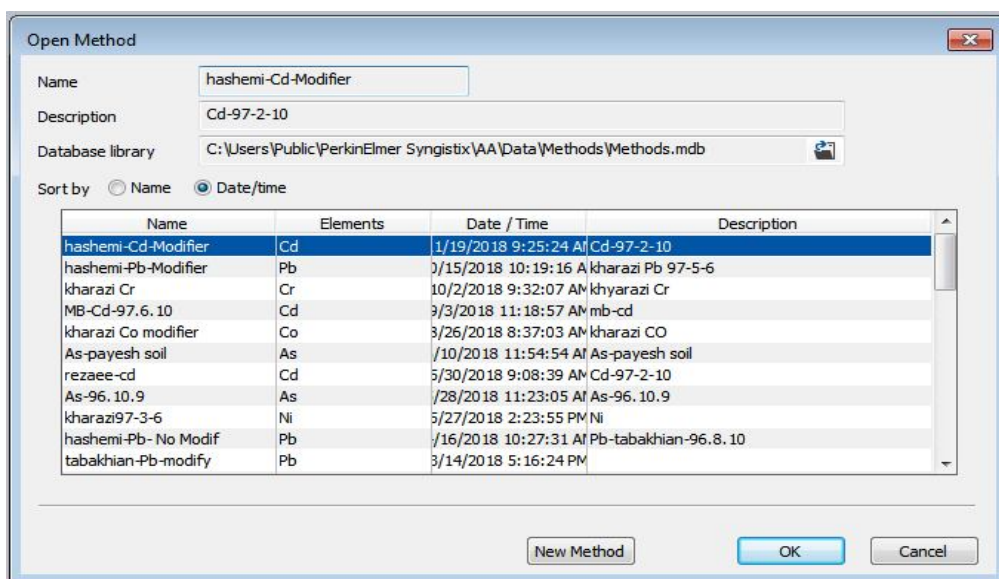
شکل ۳۸- تعیین غلظت و جایگاه استاندارد مادر برای استاندارد سازی توسط اتوسمپلر

سپس با کلیک بر روی گزینه Save در قسمت Method، روش خود را با نام دلخواهتان ذخیره نمایید. سرانجام برای آزمون کردن روش ایجاد شده و رفع اشکال آن، همانند شکل ۳۹ روی گزینه Check Method کلیک نمایید تا روش ایجاد شده را آزمون شود.



شکل ۳۹- چک کردن روش جدید ایجاد شده

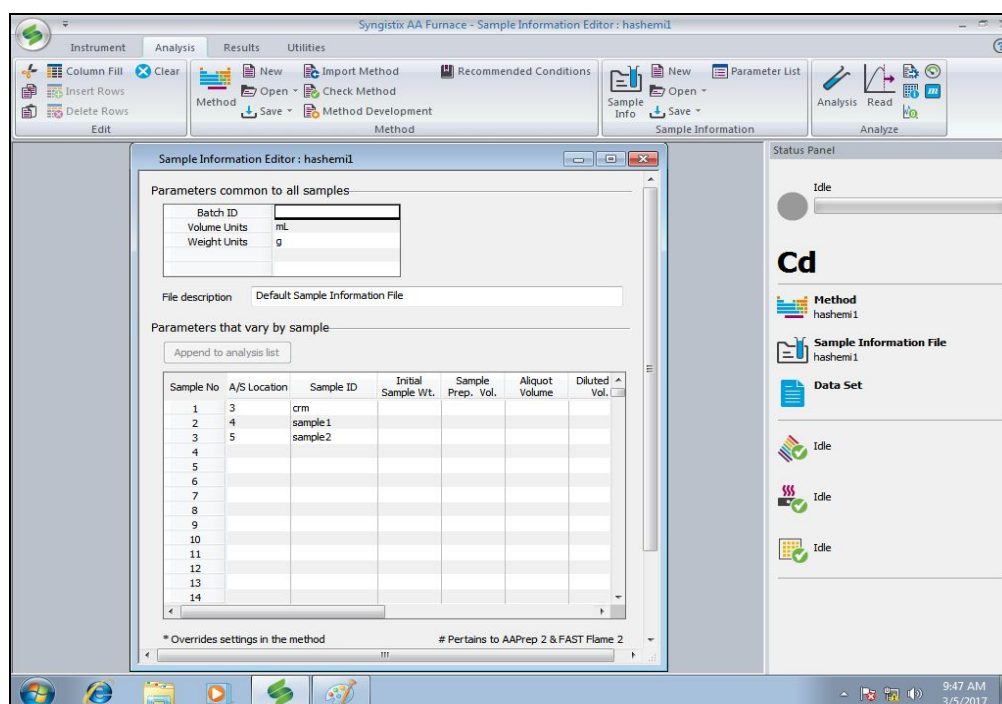
چنانچه روشی که از پیش ذخیره شده را خواستید باز کنید با کلیک بر روی گزینه Open از قسمت Method روش ذخیره شده را انتخاب نمایید (شکل ۴۰).



شکل ۴۰- باز کردن روش از پیش ذخیره شده

### ۳-۱۰- ثبت اطلاعات نمونه‌ها<sup>۱</sup>

در ادامه با کلیک بر روی گزینه Sample Information، اطلاعات نمونه‌های خود را وارد نمایید (شکل ۴۱). اطلاعات نمونه‌ها دارای کد یا نام نمونه‌ها و جایگاه آن‌ها در اتوسمپلر است. سپس با کلیک بر روی گزینه Save اطلاعات وارد شده نمونه‌ها را ذخیره نمایید. چنانچه در این قسمت از نرم‌افزار اطلاعات پارامترهای فرآوری نمونه از جمله وزن نمونه و ضریب رقیق‌سازی وارد شود، ضرایب مورد نظر در فرایند اندازه‌گیری وارد می‌شود و خطای اپراتور در محاسبات کم می‌شود. نتایج اندازه‌گیری در قسمت Results قابل مشاهده هستند. برای اطمینان از نتایج، در بین نمونه‌ها نمونه CRM<sup>۲</sup> نیز اندازه‌گیری شود.

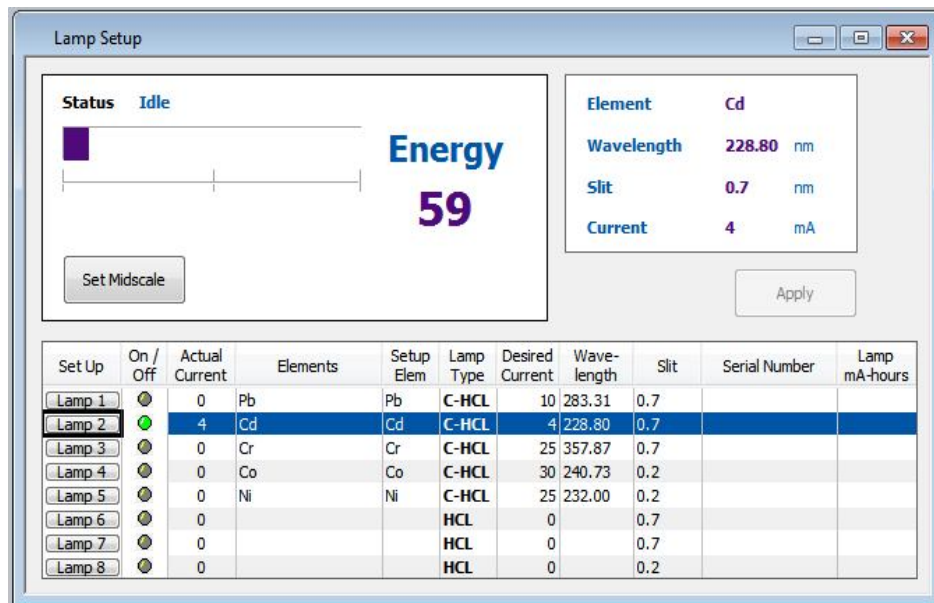


شکل ۴۱- پنجره اطلاعات نمونه‌های آنالیز

### ۳-۱۱- روشن کردن لامپ (منبع تابش)

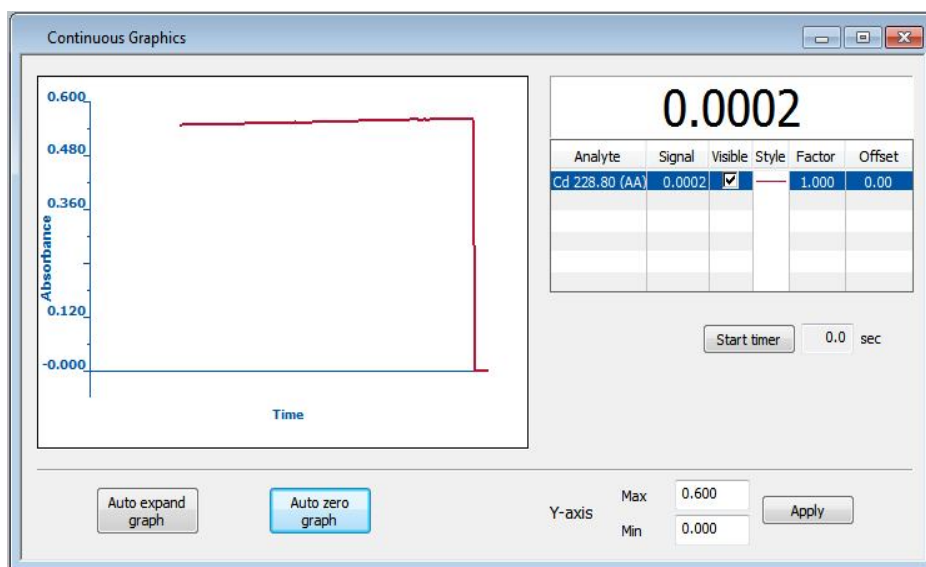
پس از انجام تغییرات لازم و ایجاد Method، برای شروع آنالیز نخست لامپ عنصر انتخاب شده را روشن کنید. برای روشن کردن لامپ، وارد قسمت Instrument دستگاه شده و از گزینه Lamp Setup لامپ عنصر را انتخاب و روشن کنید (شکل ۴۲). روی ردیف لامپ عنصر انتخاب شده کلیک نمایید تا نوار آبی رنگ را روی ردیف لامپ قرار گیرد. چنانچه نیاز به تصحیح زمینه باشد روی گزینه Background Corrector برای روشن نمودن لامپ دوتریم کلیک نمایید. مدت زمان ۱۰ دقیقه برای گرم شدن لامپ هالو کاتد باید صبر کنید. ۴۵ دقیقه برای گرم شدن لامپ EDL نیاز است.

1-Sample Information  
2-Certified Reference Material



شکل ۴۲- پنجره تنظیمات لامپ دستگاه

پس از بستن پنجره Lamp Setup، در همان قسمت Instrument نرم افزار با باز کردن پنجره Continuous Graphics، روی گزینه Auto zero graph کلیک کنید (شکل ۴۳).



شکل ۴۳- پنجره گراف جذب

### ۳-۱۲- بررسی حساسیت دستگاه

پیش از شروع اندازه گیری مقدار جذب دستگاه با یک محلول استاندارد با غلظت مشخص کنترل و حساسیت دستگاه بررسی شود. برای همین منظور از قسمت Analysis وارد پنجره Recommended conditions شوید (شکل ۴۴). پیش

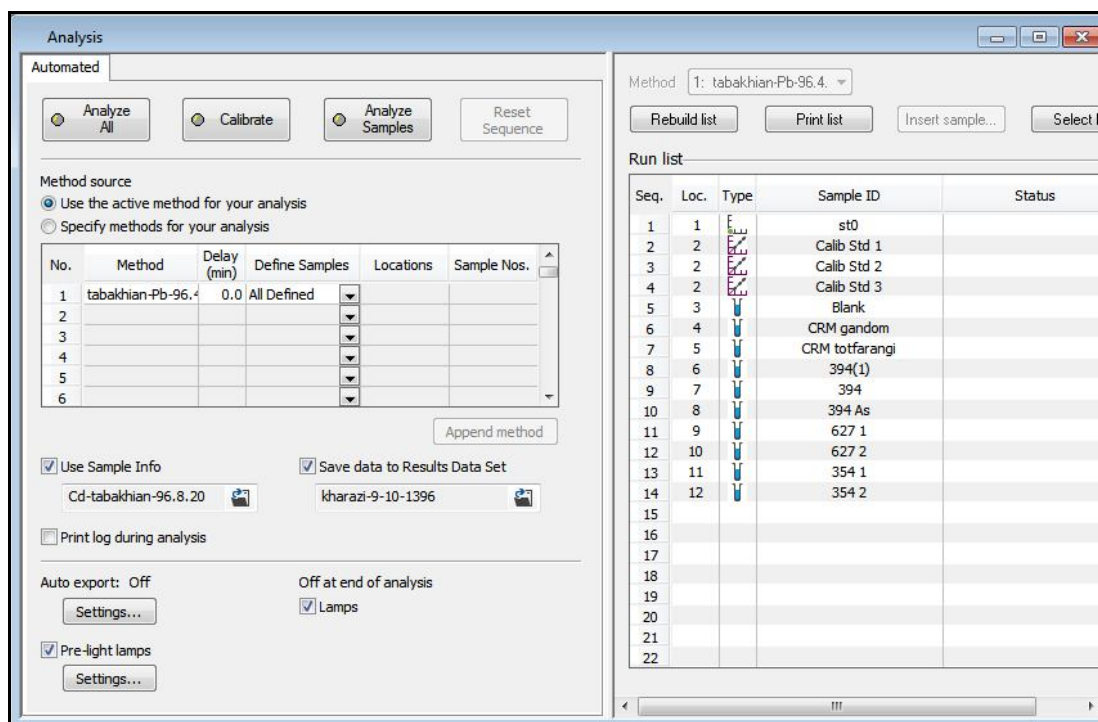
از شروع آنالیز، Sensitivity check را برای غلظت تعیین شده در این قسمت با استاندارد تهیه شده چک نمایید. چنانچه مقدار جذب دستگاه نزدیک مقدار جذب Recommended conditions بود، می‌توانید اندازه‌گیری را شروع کنید. با استفاده از بررسی Sensitivity check، کاربر می‌تواند تعیین کند که پارامترهای موثر بر جذب بهینه شده‌اند یا نه. در پنجره Recommended conditions، با کلیک بر روی گزینه Remarks راهنمایی‌های لازم برای شرایط محلول-سازی و اندازه‌گیری آورده شده است (شکل ۴۵).

شکل ۴۴ - مشاهده مقدار Sensitivity check

شکل ۴۵ - شرایط توصیه شده برای اندازه‌گیری

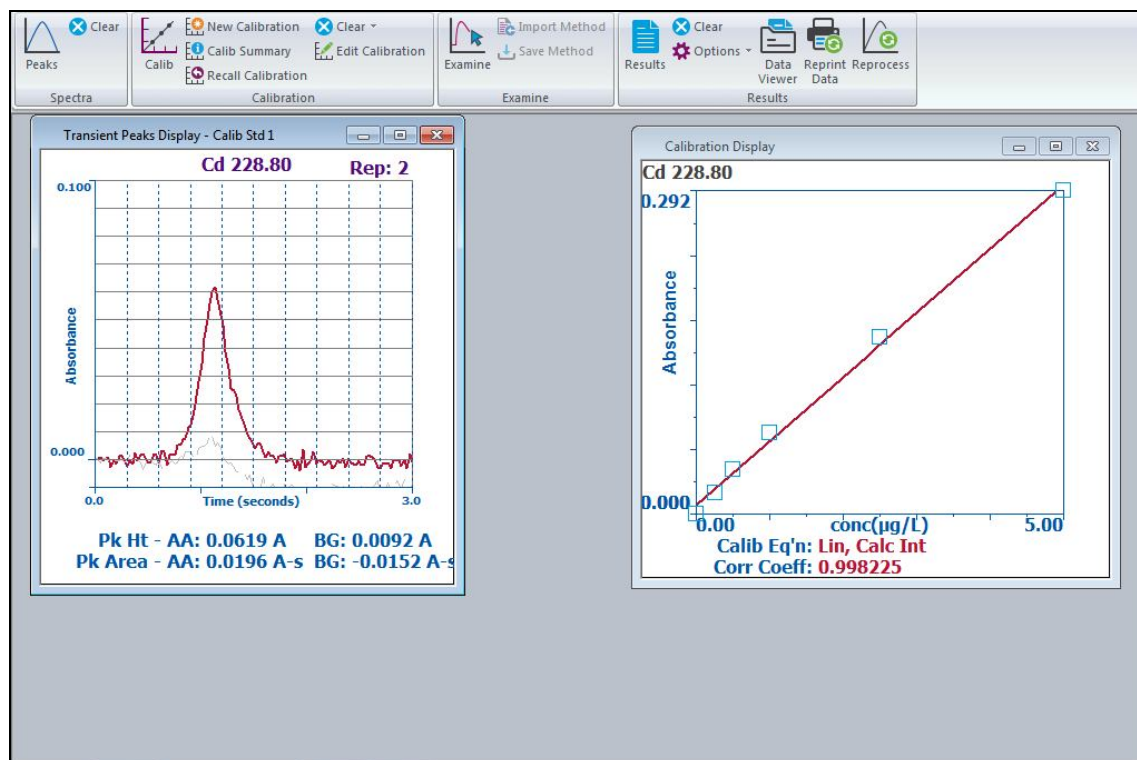
## ۳-۱۳- آنالیز

برای شروع اندازه‌گیری، از قسمت Instrument پنجره Analysis را باز کنید. پنجره آنالیز در شکل ۴۶ نشان داده شده است. برای ذخیره شدن نتایج پس از اندازه‌گیری، داخل مربع گزینه Save data to result... را تیک زده و پرونده عنصر اندازه‌گیری شده را برای ذخیره نتایج مشخص نمایید. چنانچه بخواهید پس از پایان اندازه‌گیری لامپ دستگاه به صورت خودکار خاموش شود گزینه Off at end of analysis را انتخاب نمایید. اگر لازم است پیش از اندازه‌گیری مدت‌زمان لازم برای گرم شدن لامپ سپری شود گزینه Pre-light lamps را انتخاب نمایید. برای اجرای واسنجی روی گزینه Calibrate و برای اندازه‌گیری نمونه‌ها روی گزینه Analyze sample کلیک نمایید. چنانچه بخواهید دو مرحله واسنجی و اندازه‌گیری نمونه بدون وقفه انجام شوند روی گزینه Analyze All کلیک نمایید.



شکل ۴۶- پنجره اجرای واسنجی و اندازه‌گیری نمونه‌ها

نخست برای انجام واسنجی با کلیک بر روی گزینه Calibrate، نمونه‌های استاندارد توسط اتوسمپلر به ترتیب به دستگاه تزریق می‌شوند. بعد از تنظیم جذب صفر توسط محلول استاندارد صفر، جذب محلول‌های استاندارد به ترتیب از رقیق به غلیظ توسط دستگاه خوانده و ثبت می‌شود. نمودار جذب برحسب غلظت، برای محلول‌های استاندارد رسم می‌شود و جذب مربوط به محلول نمونه روی آن مشخص شده و غلظت آن تعیین می‌شود. پس از اتمام کالیبراسیون با انتخاب گزینه Calib در بخش Results منحنی واسنجی رسم شده را مشاهده و بررسی نمایید. برای مشاهده نقطه اوج جذب نمونه روی گزینه Peaks در قسمت Results کلیک نمایید (شکل ۴۷).



شکل ۴۷- مشاهده منحنی واسنجی رسم شده و نقطه اوج جذب نمونه

پس از خواندن استانداردها، منحنی واسنجی را کنترل کنید و پس از آن چنانچه منحنی واسنجی تایید شد، نمونه‌های مورد نظر را به ترتیبی که در قسمت Sample Info وارد کرده‌اید به دستگاه بدهید. برای مشاهده نتایج واسنجی و اندازه‌گیری شده همانند شکل ۴۸ در پنجره Results روی گزینه Results کلیک تا نتایج را مشاهده نمایید.

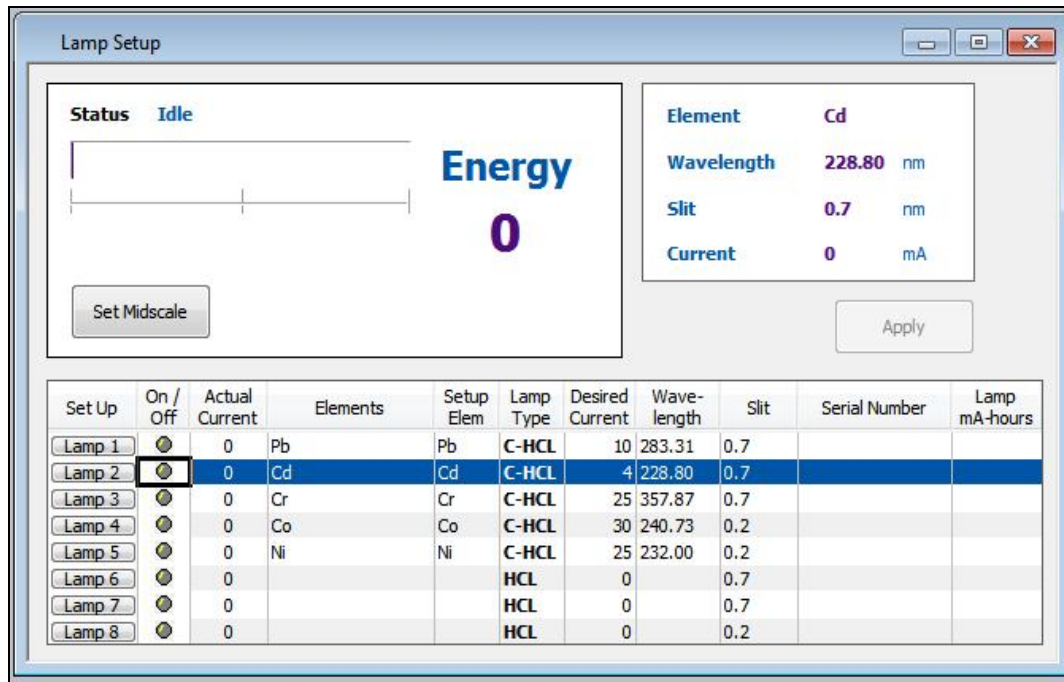
Results									
Results Library (original): C:\Users\Public\PerkinElmer\Syngistix\AA\Data\Results\Results.mdb									
Results Data Set (reprocessed):									
Results Library (reprocessed):									
-----									
Sequence No.: 1					Autosampler Location: 1				
Sample ID: Calib Std 1					Date Collected: 12/11/2018 9:35:24 AM				
Analyst:					Data Type: Reprocessed on 12/15/2018 9:01:10 AM				
Logged In Analyst (Original) : a									
-----									
Replicate Data: Calib Std 1					Analyte: Cd 228.80				
Repl	SampleConc	StndConc	Blncorr	Peak Area	Peak Height	Bkgnd Area	Bkgnd Height	Time	Peak Stored
#	µg/L	µg/L	Signal	Area	Height	Area	Height		
1	[0.25]	0.0179	0.0183	0.0488	-0.0137	0.0097	9:36:23 AM	No	
2	[0.25]	0.0192	0.0196	0.0619	-0.0152	0.0092	9:39:17 AM	No	
Mean:	[0.25]	0.0186							
SD:		0.0000	0.0009						
%RSD:		0.00%	4.96						
Standard number 1 applied, [0.25]									
Correlation Coef.: 0.998225 Slope: 0.05773 Intercept: 0.00809									

شکل ۴۸- مشاهده نتایج اندازه‌گیری



## ۳-۱۴- خاموش کردن دستگاه

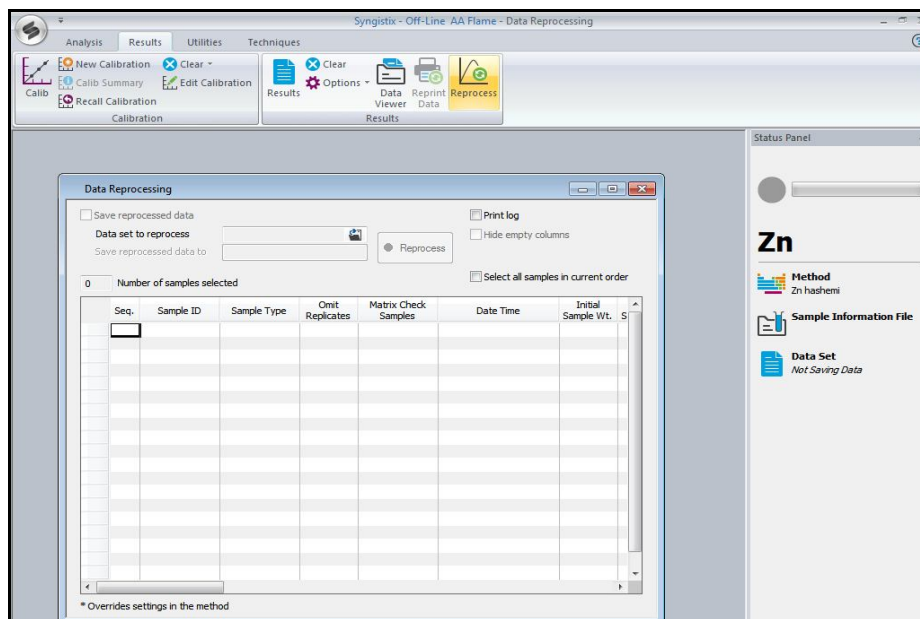
بعد از پایان کار و پیش از خاموش کردن دستگاه جذب اتمی در فن کوره، گرافیتی همانند شکل ۴۹ نخست لامپ را خاموش نموده و سپس نرم‌افزار بسته و دستگاه خاموش شود. در پایان کپسول آرگون را بسته و فن دستگاه خاموش شود.



شکل ۴۹- خاموش کردن لامپ دستگاه

۳-۱۵- پردازش دوباره<sup>۱</sup> نتایج

بخش Offline نرم‌افزار دستگاه برای هنگامی که ما تنها می‌خواهیم روی داده‌ها کار کنیم استفاده می‌شود. برای بازپرداخت نتایج لازم نیست دستگاه را روشن نمایید. بخش Off-line نرم‌افزار روی Desktop کامپیوتر قرار دارد. پس از باز کردن پنجره نرم‌افزار آفلاین، نخست روش مورد نظرتان را از قسمت Method باز کنید. برای پردازش دوباره نتایج، از قسمت Results، گزینه Reprocess را انتخاب نمایید. با کلیک بر روی پرونده، نتایج عنصر اندازه‌گیری شده را باز کنید (شکل ۵۰).



شکل ۵۰- پنجره پردازش دوباره نتایج

با انتخاب استانداردهای مورد نظر، روی گزینه Reprocess کلیک کرده تا منحنی واسنجی رسم شود. سپس نتایج را انتخاب کرده و سپس روی گزینه Reprocess کلیک کنید تا نتایج جدید با واسنجی رسم شده به دست آیند (شکل ۵۱).

Results

Sample ID: 7  
Analyst: I  
Logged In Analyst (Original) : a

Replicate Data: 7

Repl	SampleConc	StndConc	BlnkCorr	Time
#	mg/L	mg/L	Signal	
1	0.266	0.266	0.1135	10:11:37 AM
2	0.262	0.262	0.1120	10:11:41 AM
3	0.262	0.262	0.1117	10:11:44 AM
Mean:	0.263	0.263	0.1124	
SD:	0.0024	0.0024	0.0010	
%RSD:	0.91%	0.91%	0.89	

Sequence No.: 8  
Sample ID: 8  
Analyst: I  
Logged In Analyst (Original) : a

Replicate Data: 8

Repl	SampleConc	StndConc	BlnkCorr	Time
#	mg/L	mg/L	Signal	
1	0.223	0.223	0.0956	10:12:08 AM
2	0.221	0.221	0.0944	10:12:11 AM
3	0.216	0.216	0.0923	10:12:14 AM
Mean:	0.220	0.220	0.0941	
SD:	0.0040	0.0040	0.0017	
%RSD:	1.82%	1.82%	1.80	

Data set to reprocess: mabou96.2.4

Seq.	Sample ID	Sample Type	Omit Replicates	Matrix Check Samples
1	st0	Calib Blank		
2	st1	Calib Std. 1		
3	st2	Calib Std. 2		
4	st3	Calib Std. 3		
5	1	Unknown		
6	2	Unknown		
7	3	Unknown		
8	4	Unknown		
9	5	Unknown		
10	6	Unknown		
11	7	Unknown		
12	8	Unknown		
13	1559	Unknown		
14	1559	Unknown		
15	1563	Unknown		
16	1563	Unknown		
17	1564	Unknown		
18	1564	Unknown		

شکل ۵۱- پردازش دوباره نتایج

## ۳-۱۶- مراحل انجام اندازه‌گیری با دستگاه جذب اتمی کوره

- ۱- پیش از روشن کردن دستگاه، لامپ هالوکاتد (HCL) عنصر هدف اندازه‌گیری را در یکی از جایگاه‌های لامپ، نصب کنید.
- ۲- کپسول آرگون را باز کنید.
- ۳- اگزاست فن را روشن کنید.
- ۴- ابتدا دستگاه و سپس کامپیوتر را روشن کنید.
- ۵- روی آیکن نرم‌افزار دستگاه کلیک کنید تا صفحه نرم‌افزار باز شده و اتصال بین دستگاه و نرم‌افزار برقرار شود.
- ۶- یک روش (Method) برای اندازه‌گیری عنصر هدف ایجاد کنید (توضیح کامل در صفحات پیش).
- ۷- لامپ عنصر هدف اندازه‌گیری را از منو Instrument روشن کنید و صبر کنید تا لامپ گرم شود.
- ۸- تنظیمات مربوط به اتوسمپلر و تیپ آن را چک نموده و در صورت نیاز تنظیم نمایید.
- ۹- محلول استاندارد مادر و رقیق‌ساز و اصلاحگر و نمونه را در جایگاه مورد نظر قرار داده و اطلاعات آن‌ها را در قسمت Sample Information وارد نمایید.
- ۱۰- شرایط اندازه را بهینه کنید. یک محلول مرجع استاندارد را اندازه‌گیری نموده و Sensitivity Check را چک نمایید. با استفاده از بررسی Sensitivity Check، کاربر می‌تواند تعیین کند که پارامترهای موثر بر جذب بهینه شده‌اند یا نه.
- ۱۱- محلول‌های نمونه، نمونه QC و نمونه Check و محلول‌های استاندارد را آماده نمایید.
- ۱۲- از منوی Analysis قسمت Sample Information را تکمیل کنید.
- ۱۳- برای اندازه‌گیری نخست محلول‌های استاندارد را به دستگاه بدهید تا منحنی واسنجی رسم شود. چنانچه واسنجی تایید شود، محلول‌های نمونه را اندازه‌گیری کنید.
- ۱۴- پس از اتمام اندازه‌گیری لامپ دستگاه را خاموش نموده و سپس نرم‌افزار را ببندید.
- ۱۵- دستگاه را خاموش کنید.
- ۱۶- اگزاست فن را خاموش کرده و شیر کپسول آرگون را ببندید.

## بخش چهارم: موارد ایمنی کار با دستگاه جذب اتمی کوره

### ۴-۱- نکات ایمنی

- ۱- هر چند استفاده از گاز  $N_2$  به‌عنوان گاز بی‌اثر در فن کوره گرافیتی استفاده می‌شود، مقرون‌به‌صرفه‌تر از گازهای Ar و He است، ولی به دلیل تولید گاز سمی سیانوژن ( $CN_2$ ) در دمای بالاتر از  $2300^\circ C$ ، بهتر است از آن استفاده نشود. گاز سیانوژن از ترکیب کربن موجود در ساختار کوره گرافیتی و گاز بی‌اثر نیتروژن در دمای بالا به وجود می‌آید.
- ۲- افرادی که دارای دستگاه الکترونیکی تنظیم‌کننده ضربان قلب هستند یا ایمپلنت های فلزی دیگری در هر جای بدنشان دارند، بهتر است با فن کوره گرافیتی کار نکنند یا حداقل فاصله ۶۰ سانتی‌متری را در هر جهتی با دستگاه حفظ کنند.
- ۳- هنگام کار با دستگاه، اگزاست باید با توان ۷ مترمکعب در دقیقه روشن باشد تا محصولات سمی تولید شده هنگام اندازه‌گیری را از آزمایشگاه خارج کند.
- ۴- بطری دور ریز اتوسمپلر<sup>۱</sup> دستگاه را به‌طور مرتب تخلیه نمایید. پیش از آنکه بطری پر شود و محلول دور ریز وارد شلنگ تخلیه شود آن را تخلیه نمایید.
- ۵- هرگز بازوی نگه‌دارنده تیپ اتوسمپلر دستگاه را با فشار دست حرکت ندهید.

**فهرست منابع**

۱. اسگوگ، هالر، نیمن. ۱۳۸۲. اصول تجزیه دستگاهی. ترجمه: عبدالرضا سلاجقه، چاپ اول، تهران، مرکز نشر دانشگاهی، جلد اول.
۲. لاژونن. ۱۳۷۶. تجزیه اسپکتروشیمیائی بوسیله جذب و نشر اتمی. ترجمه: جمشید منظوری لشکر.
3. ANALYTICAL METHODS FOR ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY, Perkin Elmer, Manual
4. HGA GRAPHITE FURNACE INCLUDING THE AS-800 AUTOSAMPLER , Perkin Elmer, Users Guide