

## دراسة إمكانية استخدام حمض الآزوت وحمض الكبريت كقالبى تعديل لعنصر الكادميوم فى وسط من 0.5M NaCl فى مطيافية الامتصاص الذرى وفق تقانة التذرية الكهر حرارية

الدكتور عصام محمد\*

الدكتور محمد شحنة\*\*

الدكتور نور الدين يوسف\*\*\*

(تاريخ الإيداع 20 / 9 / 2007. قُبِلَ للنشر فى 17/1/2008)

### □ الملخص □

تتضمن هذه الدراسة محاولة تخفيض التداخلات التى يحدثها ملح كلوريد الصوديوم على إشارة الامتصاص الذرى لنزى عنصر الكادميوم فى الأوساط المائية، عبر استخدام حمض الآزوت وحمض الكبريت كقالبى تعديل (Matrix Modifiers)، وذلك من خلال دراسة تأثير سلسلة من التراكيز المتعددة لهذين الحمضين على إشارة الامتصاص الذرى للكادميوم بتركيز 1ppb فى وسط من ملح كلوريد الصوديوم بتركيز 0.5M، وذلك باستخدام أنبوب الغرافيت المظلى (Coated-GF)، وأنبوب الغرافيت ذى الصفيحة (PFT-GF)، ومصححى الديتريوم (Deuterium Corrector) والعكس الذاتى (Self-Reversal Corrector)، وقد بينت النتائج أن تركيز حمض الآزوت المناسب كقالب للتعديل هو 1.25M، و لحمض الكبريت 0.30M. حُضِرَ فيما بعد محلول من Cd بتركيز 1ppb فى وسط من 0.5M NaCl بوجود إما قالب تعديل من حمض الآزوت 1.25M، أو قالب تعديل من حمض الكبريت 0.30M، وأجريت الدراسة اللازمة لتثبيت الشروط الحرارية المثلى باستخدام الأنبوب المظلى، والأنبوب ذى الصفيحة. كلمات مفتاحية:

مطيافية الامتصاص الذرى- عنصر الكادميوم- أنبوب غرافيت مظلى- أنبوب غرافيت ذو صفيحة- مصحح الديتريوم- مصحح العكس الذاتى- كلوريد الصوديوم - حمض الآزوت - حمض الكبريت - قوالب تعديل.

\*أستاذ - قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة تشرين - اللاذقية - سورية.

\*\*أستاذ - قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة تشرين - اللاذقية - سورية.

\*\*\*طالب دكتوراه - قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة تشرين - اللاذقية - سورية.

## **A Study of the Possibility of Using Nitric Acid and Sulfuric Acid as Matrix Modifiers for Lead Element in 0.5NaCl in Atomic Absorption Spectrometry with Electrothermal Atomization (ETA-AAS)**

**Dr. Issam Mohamad\***  
**Dr. Mohammad Al Shahneh\*\***  
**Nour Al deen Youssef\*\*\***

(Received 20 / 9 / 2007. Accepted 17/1/2008)

### **□ ABSTRACT □**

This study deals with the possibility of decreasing the NaCl interferences on the atomic absorption signal of trace Lead element in aqueous solution, using HNO<sub>3</sub> and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> as matrix modifiers. A series of concentrations of these acids was used to study the effect of the two studied acids mentioned above on the atomic absorption signal of 20ppb Pb in 0.5 NaCl, using both coated graphite tube and platform tube in the presence of deuterium and self-reversal correctors. Results show that the suitable concentration of nitric acid as matrix modifier is 1.25M, where as H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> is not suitable to us as a matrix modifier for lead in NaCl medium 0.5M.

Later, a solution of 20ppb Pb in 0.5M NaCl with presence of 1.25M HNO<sub>3</sub> as matrix modifier was prepared. The study was accomplished in order to fix the optimal thermal conditions using both coated tube and platform tube. We also tried to use 0.30M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> as matrix modifier.

#### **Key Words:**

Atomic absorption spectrometry, Lead element, Coated graphite tube, Platform graphite tube, Deuterium corrector, Self-Reversal Corrector, Sodium chloride, Nitric aside, Sulforic aside, Matrix modifiers.

\* Professor, Department of Chemistry, Faculty of Science, Tishreen University, Lattakia, Syria.

\*\* Professor, Department of Chemistry, Faculty of Science, Tishreen University, Syria.

\*\*\* Postgraduate Student, Department of Chemistry, Faculty of Sciences, Tishreen University, Syria

**مقدمة:**

تتميز تقانة التذرية الكهرحرارية بحساسية تحليل مرتفعة، بالإضافة إلى كونها غير معقدة نسبياً، وهذا ما ساهم في اتساع استخداماتها [1-4]، وترافق هذا الاتساع مع التطورات التي لاقتها، مثل استخدام الحاقنات الآلية، أنابيب الغرافيت المتنوعة (مطلي، عالي الكثافة، ذو صفيحة) ومصححات أرضية الإشارة (مصحح الديتريوم، مصحح زمن، مصحح العكس الذاتي) [5]، وتم ربطها حديثاً بتقانات أخرى مثل استخدام تقانة الليزر وتقانة مطيافية الكتلة [6-8]، ناهيك عن التطور المطرد لطرائق التحضير المتعددة للعينات المدروسة (تهضيم، استخلاص.. الخ) [9-11].

تتصدر الحساسية العالية لهذه التقانة في إمكانية تذير كامل العينة المحقونة من جهة، وفي زمن بقاء الذرات الحرة الطويل نسبياً ضمن خلية التحليل (أنبوب الغرافيت) من جهة أخرى [12]، أدى ذلك إلى نشوء تداخلات تمثلت في: تداخلات طيفية (Spectrometric Interferences)، تداخلات الركازة (Matrix Interferences)، وتداخلات الذاكرة (Memory Interferences) [4,13]، والتي أمكن التغلب عليها باستخدام مصححات أرضية الإشارة (Background Correctors) والصفائح الغرافيتية الثابتة حرارياً (Stable Temperature Platforms) وخلايا التعديل (Matrixes Modification).

يتم استخدام خلايا التعديل الكيميائية بغية الحد من التداخلات التي تواجه المحلل وفق تقانة التذرية الكهرحرارية، وتلعب خلايا التعديل الكيميائي دورها إما في تغيير درجة حرارة تطاير الركازة المحيطة بالعنصر المدروس بغية جعلها أكثر تطايراً (مثل إضافة  $NH_4NO_3$  إلى العينات الحاوية على NaCl بتراكيز عالية مما يساهم في تطاير الكلوريد على هيئة  $NH_4Cl$ )، أو بجعل العنصر المدروس أكثر ثباتاً، فنتمكن من رفع درجة حرارة الترميد وبالتالي التخلص من أكبر جزء ممكن من الركازة (مثل إضافة النيكل عند تحديد الزرنيخ حيث يرتبط النيكل مع الزرنيخ ويشكل مركب صعب التطاير، مما يسمح برفع درجة حرارة الترميد للتخلص من الركازة مع بقاء الزرنيخ دون تطاير) [12].

توجد أنواع عدة من قوالب التعديل المستخدمة في تقانة التذرية الكهر حرارية، والتي تتعلق بنوع العنصر المدروس ونوع الركازة المرافقة له [14]، كما توجد طرائق جديدة يتم وفقها طلي الجدران الداخلية لأنبوب الغرافيت بقوالب تعديل مناسبة أو بمزيج منها [15].

تم إجراء هذا البحث في مخابر قسم مراقبة نوعية المياه - مديرية الموارد المائية باللاذقية، ومخابر كلية العلوم - جامعة تشرين، خلال الفترة الواقعة ما بين 1/6/2006 و 1/6/2007.

**أهمية البحث وأهدافه:**

- محاولة البحث عن إمكانية استخدام حمض الآزوت وحمض الكبريت كقالب تعديل منفصلين لعنصر الكاديوم في وسط من 0.5M NaCl.
- تحديد تركيزي حمض الآزوت وحمض الكبريت المناسبين للاستخدام كقالب تعديل في تحديد نزر عنصر الكاديوم في وسط من 0.5M NaCl وذلك باستخدام أنبوب الغرافيت المطلي وأنبوب الغرافيت ذي الصفيحة مع مصححي الديتريوم والعكس الذاتي.
- إجراء دراسة حرارية لعنصر الكاديوم ضمن وسط من 0.5M NaCl باستخدام قالب تعديل من  $HNO_3$  أو  $H_2SO_4$  مع الأنبوب المطلي والأنبوب ذي صفيحة، بغية تحديد درجات حرارة الترميد والتذير المثلى.

- إجراء مقارنة بين قدرة مصحح الديتريوم (Deuterium Corrector) ومصحح العكس الذاتي (Self-Reversal Corrector) SR على إجراء التصحيح.

الأجهزة والمواد المستخدمة:

أ. جهاز امتصاص ذري SHIMADZU موديل AA-6800 مزود بالملحقات الآتية:

- تقانة التذرية الكهحرارية نموذج GFA-EX7، مع مبرد لحلقات التبريد نموذج EYELA CA-1111.
- مصححين لأرضية الإشارة (مصحح الديتريوم ومصحح العكس الذاتي)، حاقن آلي نموذج ASC-6100، مصابيح (Hallow Cathode) نموذج (SR Self-Reversal)، أنابيب غرافيت مطلية وأنابيب غرافيت مزودة بصفائح، طول الموجة 228.8nm وعرض الشق 1.0nm.
- ب. تتمتع جميع المحاليل الكيميائية المستخدمة بدرجة تحليلية عالية النقاوة.

## النتائج والمناقشة:

1. استخدام حمض الآزوت كقالب تعديل:

1.1. تأثير تركيز حمض الآزوت كقالب تعديل على إشارة الامتصاصية النوعية و اللانوعية:

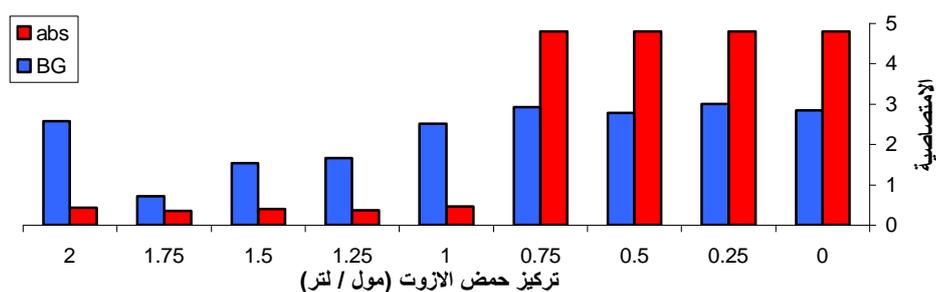
تم تحضير محلول للكاديوم بتركيز 1ppb ضمن وسط من 0.5M NaCl وسلسلة من التراكيز المتعددة لحمض الآزوت (0.0 , 0.25 , 0.5 , 0.75 , 1.0 , 1.25 , 1.5 , 1.75 , 2.0M)، وتم بادئ ذي بدء استخدام درجات الترميد والتذير (Coat: 250°C, 1300°C. PFT: 550°C, 1800°C) التي حصلنا عليها من خلال دراسة سابقة [16]، وفق البرنامج الحراري المبين في الجدول (1).

(الجدول 1): البرنامج الحراري المستخدم عند دراسة تأثير تراكيز حمضي الآزوت والكبريت كقالب تعديل على إشارة الامتصاص الذري لعنصر الكاديوم بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl باستخدام الأنبوب المطلي والأنبوب ذي صفيحة.

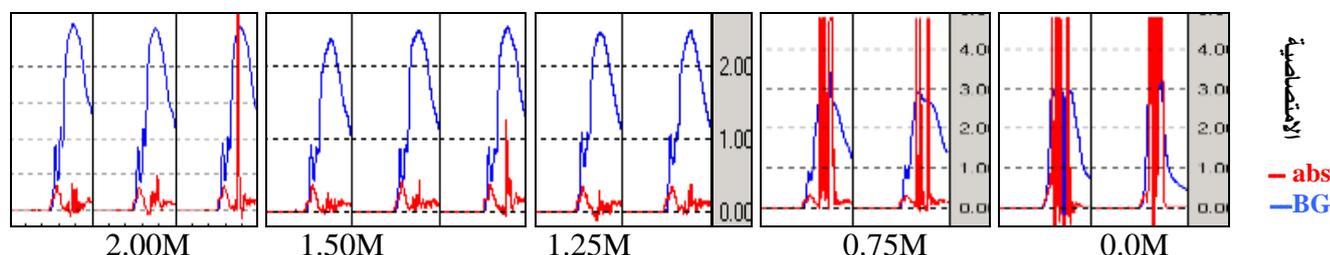
Flow Rate (l/min)	Heat Mode	HNO3				H2SO4			
		Time(sec)		Temp(°C)		Time(sec)		Temp(°C)	
		PFT	Coated	PFT	Coated	PFT	Coated	PFT	Coated
0.10	RAMP	10	10	85	85	5	5	90	90
1.00	RAMP	-	-	-	-	20	20	100	100
1.00	RAMP	20	20	120	120	10	10	130	130
0.10	RAMP	15	10	550	250	15	10	500	350
0.00	SET	5	5	550	250	5	5	500	350
0.00	SET	3	3	1800	1300	3	3	1500	1200
1.00	SET	2	2	2600	2400	2	2	2600	2400

1.1.1. استخدام أنبوب مطلي ومصحح الديتريوم:

يبين الشكل (1) قيم الامتصاصية النوعية واللانوعية المرتفعة جداً حتى التركيز 0.75M من حمض الآزوت، في حين تأخذ الامتصاصية النوعية قيمةً متقاربة فيما بينها بعد التركيز 0.75M وحتى 2M، يرافقها انخفاض ملحوظ في قيم الامتصاصية اللانوعية حتى التركيز 1.75M لتأخذ بعدها قيمةً مرتفعة عند التركيز 2M.



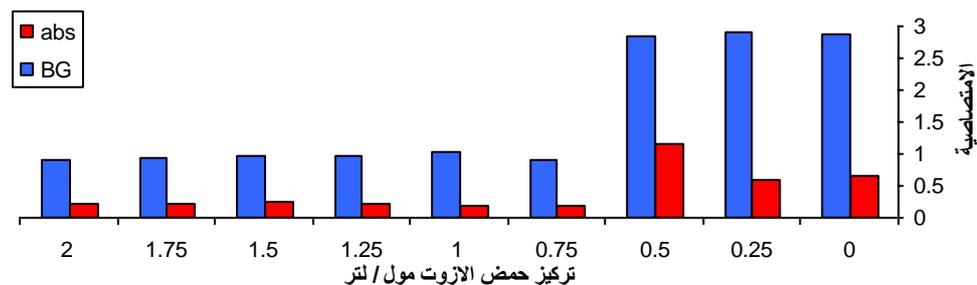
**الشكل 1:** تأثير  $HNO_3$  كقالب تعديل لـ  $1ppbCd$  في وسط من  $0.5M NaCl$  باستخدام أنبوب مطلي ومصحح الديتريوم. يظهر الشكل (2) التأثير الناتج عن التداخلات الشديدة التي تحدثها الركازة في إشارة الامتصاص الذري حيث لم يقدر مصحح الديتريوم على إجراء التصحيح حتى التراكيز  $0.75M$  من  $HNO_3$ ، في حين أصبح قادراً على إجراء التصحيح بعد إضافة  $HNO_3$  بتراكيز أكبر من  $0.75M$ ، حيث تظهر قمة الامتصاصية النوعية صغيرة في البداية، تليها قمة الامتصاصية اللانوعية الكبيرة، وتأخذ قمم الامتصاصية اللانوعية قيمةً متقاربة فيما بينها. يعزى الشذوذ الحاصل في قيمة الامتصاصية اللانوعية عند التركيز  $2M$  المبينة في الشكل (1) إلى ظهور إشارة تشويش أكبر من قمة الامتصاصية النوعية، ينتج عنها قيمة وهمية للامتصاصية النوعية، وبالتالي الحصول على قيمة للامتصاصية اللانوعية لحظة ظهور التشويش بدلاً من لحظة ظهور قمة الامتصاصية النوعية. يبدو أن السمة العامة لهذه الدراسة هي التشويش الكبير الظاهر بعد قمة الامتصاصية النوعية، مما يجعل عملية تحديد الكاديوم باستخدام مصحح الديتريوم ضمن وسط من  $0.5M NaCl$  غير ممكن وفق هذه الشروط.



**الشكل 2:** قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند استخدام حمض الازوت كقالب للتعديل ضمن مجال تراكيز  $0.0 - 2.0M$

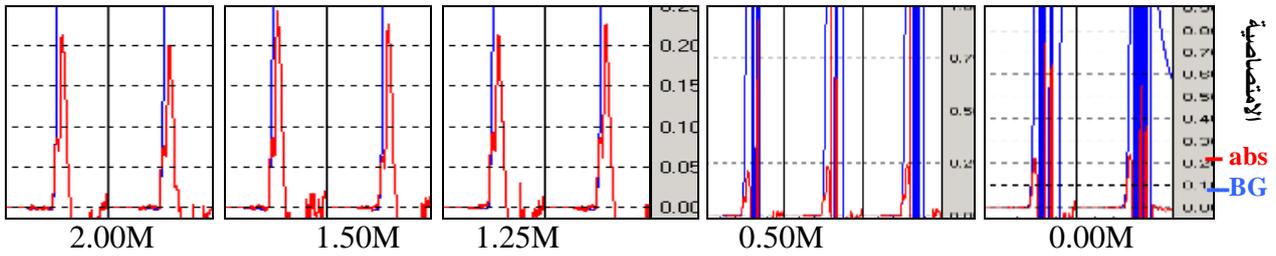
2.1.1. استخدام أنبوب مطلي ومصحح SR:

يبين الشكل (3) أن فعالية مصحح الـ SR في إجراء عمليات التصحيح تبدأ بعد إضافة  $HNO_3$  بتركيز  $0.5M$ ، وتأخذ الامتصاصية النوعية و اللانوعية قيمةً متقاربة ضمن مجال للتركيز يقع بين  $0.75 - 2M$ .



**الشكل 3:** دراسة تأثير  $HNO_3$  كقالب تعديل لـ  $1ppbCd$  في وسط من  $0.5M NaCl$  باستخدام أنبوب مطلي ومصحح الـ SR.

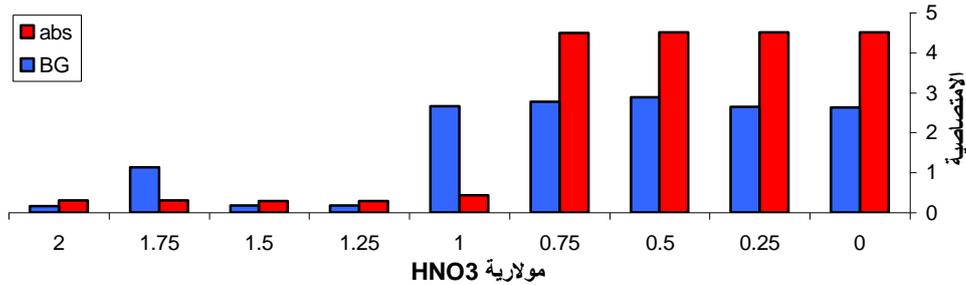
يظهر الشكل (4) تراكب إشارتي الامتصاصية النوعية واللانوعية حتى التركيز 0.5M من  $HNO_3$ ، وعدم قدرة مصحح الـ SR على إجراء التصحيح، حيث تظهر إشارة تشويش شديدة في منتصف قمة الامتصاصية اللانوعية، في حين تمكن مصحح الـ SR من إجراء التصحيح عند استخدام  $HNO_3$  ضمن مجال التراكيز 0.75 – 2.0M. ونجد بمقارنة النتائج التي حصلنا عليها عند استخدام مصحح الديتريوم ومصحح الـ SR أن مصحح الـ SR أكثر فعالية لسببين، تمكنه من إجراء التصحيح ضمن مجال أوسع من تراكيز حمض الآزوت (0.75 – 2.00M) في حالة مصحح الـ SR، (1.0 – 1.75M، في حالة مصحح الديتريوم)، وخفضه للتشويش ما أدى إلى تكرارية جيدة وعدم ظهور حالات شاذة.



الشكل 4: قمم الامتصاصية النوعية عند استخدام حمض الآزوت كقالب تعديل ضمن مجال تراكيز 0.0 – 2.00M

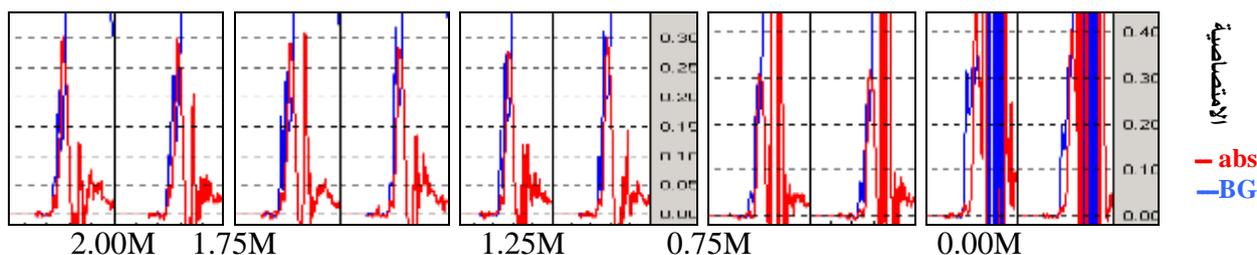
### 3.1.1. استخدام أنبوب غرافيت ذي صفيحة ومصحح الديتريوم:

يظهر الشكل (5) عدم قدرة مصحح الديتريوم على إجراء التصحيح للتداخلات الناتجة عن وجود NaCl بتركيز 0.5M عند استخدام حمض الآزوت كقالب تعديل ضمن مجال التراكيز 0.00 – 0.75M، في حين تلعب فعاليته التصحيحية دورها بدءاً من التركيز 1.0M وحتى 2.0M، وقد لخص ظهور شذوذ في قيمة الامتصاصية اللانوعية عند التركيزين 1.0M و 1.75M.



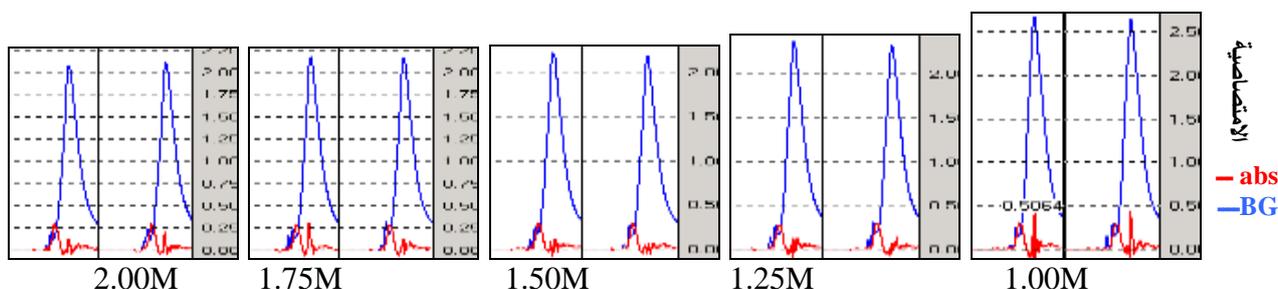
الشكل 5: دراسة تأثير حمض الآزوت كقالب تعديل لـ Cd بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl باستخدام أنبوب ذي صفيحة ومصحح الديتريوم.

يظهر الشكل (6) قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية الناجمة عن استخدام حمض الآزوت كقالب تعديل، حيث تظهر ضخامة التشويش الحاصل ضمن قمة الامتصاصية اللانوعية ضمن مجال التراكيز 0.00 – 1.00M نظراً لعدم قدرة مصحح الديتريوم على إجراء التصحيح ضمن هذا المجال من التراكيز، وبعد التركيز 1.0M يصبح المصحح فعالاً ولكن يبقى التشويش الذي يأخذ قيماً أعلى من قمة الامتصاصية النوعية في بعض الحالات، وهذا يفسر الشذوذ الحاصل في قيمة الامتصاصية اللانوعية عند التركيز 1.75M في الشكل (5).



الشكل 6: قمم الامتصاصية النوعية عند استخدام حمض الآزوت كقالب تعديل ضمن مجال تراكيز 0.0 - 2.0M

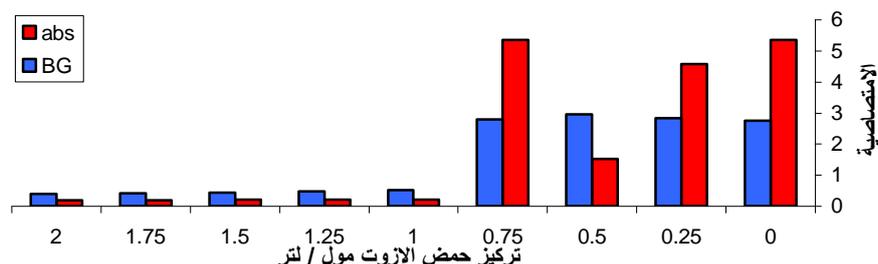
وجد بمقارنة النتائج المترتبة عن استخدام أنبوب الغرافيت ذي الصفيحة من جهة والأنبوب المطلي من جهة ثانية، مع مصحح الديتريوم أن الامتصاصية اللانوعية تأخذ قيمة أصغر عند استخدام أنبوب الغرافيت ذي الصفيحة، ومرد ذلك إلى حدوث فصل جزئي بين قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية، إلا أن التشويش يبقى ظاهراً في كلا الحالتين. ويبين الشكل (7) انخفاض قمة الامتصاصية اللانوعية مع ارتفاع تركيز حمض الآزوت المستخدم حتى التركيز 1.5M من  $HNO_3$ ، مما يدل على مساهمة حمض الآزوت في التخلص من الركازة في طور الترميد.



الشكل 7: قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند استخدام حمض الآزوت كقالب تعديل ضمن مجال تراكيز 1.0 - 2.0M

#### 4.1.1. استخدام أنبوب الغرافيت ذي الصفيحة ومصحح الـ SR:

يظهر الشكل (8) قدرة مصحح الـ SR مع أنبوب الغرافيت ذي الصفيحة على إجراء التصحيح عند اعتماد حمض الآزوت كقالب للتعديل بتركيز أكبر من 0.75M.

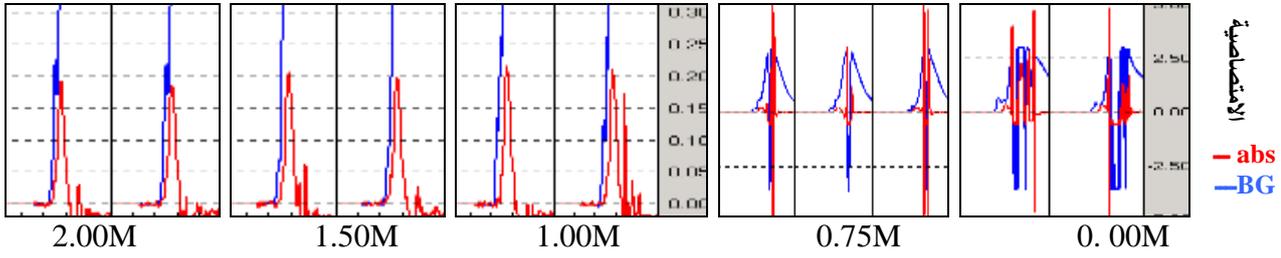


الشكل 8: دراسة تأثير حمض الآزوت كقالب تعديل لـ Cd بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl باستخدام

أنبوب ذي صفيحة ومصحح الـ SR.

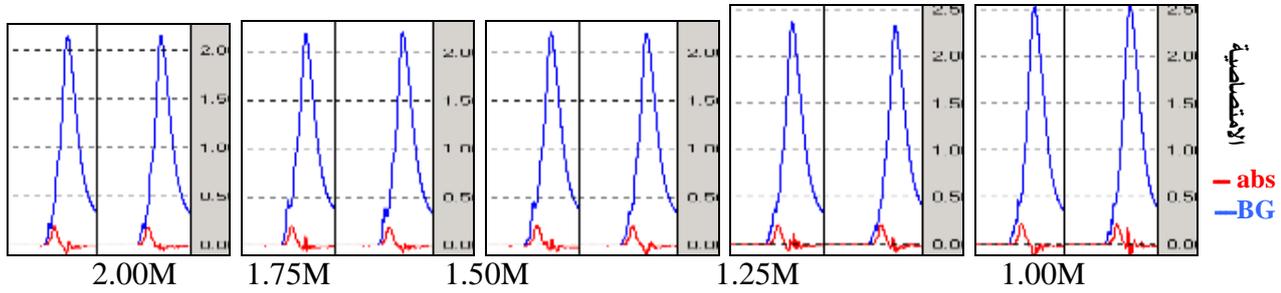
يبين الشكل (9) أن تطاير دقائق ملح كلوريد الصوديوم في مرحلة التذير تؤدي إلى ظهور تداخلات شديدة تعطل عمل مصحح أرضية الإشارة، عند استخدام حمض الآزوت كقالب للتعديل ضمن المجال 0.00- 0.75M، في حين تظهر فعالية مصحح الـ SR في إجراء عمليات التصحيح بعد التركيز 0.75M من  $HNO_3$ ، حيث يبدو انخفاض

حدة التشويش الحاصل بعد قمة الامتصاصية النوعية في مجال التراكيز العالية من حمض الآزوت.



الشكل 9: قمم الامتصاصية النوعية واللا نوعية عند استخدام حمض الآزوت كقالب تعديل ضمن مجال تراكيز 2.00 – 0.00

يبين الشكل (10) انخفاض قمم الامتصاصية اللا نوعية مع ازدياد تركيز حمض الآزوت المستخدم كقالب تعديل حتى التركيز 1.50M لتأخذ بعد ذلك قيمةً مقاربة (وهي النتيجة نفسها التي حصلنا عليها عند استخدام مصحح الديتريوم)، مما يشير إلى مساهمة  $HNO_3$  في التخلص من الركازة (ملح كلوريد الصوديوم) في مرحلة الترميد. يظهر الجدول (2) الامتصاصية النوعية واللا نوعية والانحراف النسبي المئوي لقراءتين أو ثلاث قراءات متتالية للامتصاصية النوعية (قراءتين في حال الـ RSD% أقل من 7 وثلاث قراءات في حال RSD% أكبر من 7)، عند دراسة إشارة الامتصاص الذري لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl وبوجود سلسلة من التراكيز المتعددة لحمض الآزوت كقالب تعديل، باستخدام أنبوبي الغرافيت المطلي وذوي صفيحة، مع مصححي الديتريوم والعكس الذاتي.



الشكل 10: قمم الامتصاصية النوعية واللا نوعية عند استخدام حمض الآزوت كقالب تعديل ضمن مجال تراكيز 2.00 – 1.0

(الجدول 2): الامتصاصية النوعية واللا نوعية والانحراف المعياري النسبي المئوي لـ 1ppb Cd ضمن وسط من 0.5M NaCl بوجود

سلسلة من التراكيز المتعددة لحمض الآزوت كقالب تعديل، باستخدام

أنبوبي الغرافيت المطلي وذوي صفيحة مع مصححي الديتريوم والـ SR.

		تركيز $HNO_3$ (مول/لتر) →	0.00	0.25	0.50	0.75	1.00	1.25	1.5	1.75	2.00
Coated	D	Specific	4.79	4.79	4.79	4.79	0.45	0.363	0.398	0.346	0.432
		nonspecific	2.83	3.00	2.77	2.92	2.50	1.650	1.532	0.710	2.565
		RSD%	0.021	0.000	0.024	0.040	14.982	4.690	14.329	0.367	19.020
	SR	Specific	0.65	0.60	1.157	0.175	0.190	0.220	0.234	0.210	0.207
		nonspecific	2.890	2.89	2.83	0.909	1.040	0.966	0.963	0.946	0.892
		RSD%	20.720	52.087	27.318	2.987	5.615	4.184	4.916	2.558	4.346
PFT	D	Specific	4.50	4.50	4.50	4.49	0.428	0.290	0.291	0.297	0.301
		nonspecific	2.62	2.64	2.88	2.76	2.655	0.181	0.173	1.126	0.152
		RSD%	0.004	0.067	0.107	0.053	2.742	5.735	0.170	5.981	0.798
	SR	Specific	5.34	4.56	1.52	5.34	0.214	0.205	0.202	0.191	0.189
		nonspecific	2.74	2.82	2.95	2.79	0.519	0.478	0.432	0.409	0.396

	RSD%	0.011	24.18	30.526	0.025	1.192	1.660	3.081	1.482	2.246
--	------	-------	-------	--------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

الخط المائل يمثل قيم وهمية للامتصاصية النوعية بسبب التشويش.

### 2.1. دراسة المنحنيات الحرارية لعنصر الكاديوم بوجود حمض الآزوت كقالب تعديل:

تبين وفقاً لما سبق وجود تحسين في إشارة الامتصاصية النوعية عند دراسة إشارات الامتصاصية النوعية واللانوعية لنزر عنصر الكاديوم بتركيز 1ppb ضمن ركازة من ملح كلوريد الصوديوم 0.5M وباستخدام حمض الآزوت كقالب تعديل (الفقرة 1.1)، وبناءً عليه تم اختيار التركيز 1.25M من HNO<sub>3</sub> كقالب تعديل مناسب، وأجريت دراسة حرارية جديدة لطوري الترميد والتذير وفق البرنامج الحراري الموضح في الجدول (3).

(الجدول 3): البرنامج الحراري المستخدم عند دراسة المنحنيات الحرارية لـ Cd بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl بوجود

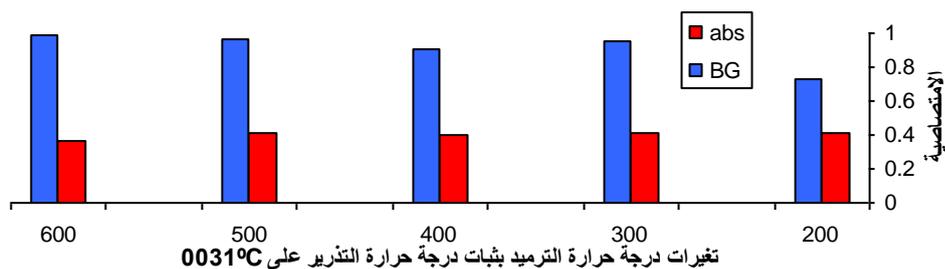
قالب تعديل 1.25M HNO<sub>3</sub> و 0.30M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>، باستخدام الأنبوب المطلي والأنبوب ذي صفيحة.

Flow Rate (l/min)	Heat Mode	HNO <sub>3</sub>				H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			
		Time(sec)		Temp(°C)		Time(sec)		Temp(°C)	
		PFT	Coated	PFT	Coated	PFT	Coated	PFT	Coated
0.10	RAMP	10	10	85	85	5	5	90	90
1.00	RAMP	-	-	-	-	20	20	100	100
1.00	RAMP	20	20	120	120	10	10	130	130
0.10	RAMP	15	10	450-1050	200-600	15	10	500-1000	200-800
0.00	SET	5	5	1600-2000	1000-1500	5	5	1200-1800	900-1600
0.00	SET	3	3	1800	1300	3	3	1500	1200
1.00	SET	2	2	2600	2400	2	2	2600	2400

### 1.2.1. حالة الأنبوب المطلي ومصحح الديتريوم:

#### 1.1.2.1. دراسة درجة حرارة طور الترميد:

تظهر الدراسة أن الامتصاصية النوعية تأخذ قيمةً متقاربة حتى 500°C، ليبدأ بعدها تطاير مبكر لنزر عنصر الكاديوم في مرحلة الترميد (يبدأ تطاير نزر عنصر الكاديوم بعد 400°C في وسط من HNO<sub>3</sub>) [16]، أما قيم الامتصاصية اللانوعية (BG) فببت مرتفعة ومتقاربة عند كل درجات حرارة الترميد المدروسة. الشكل (11).

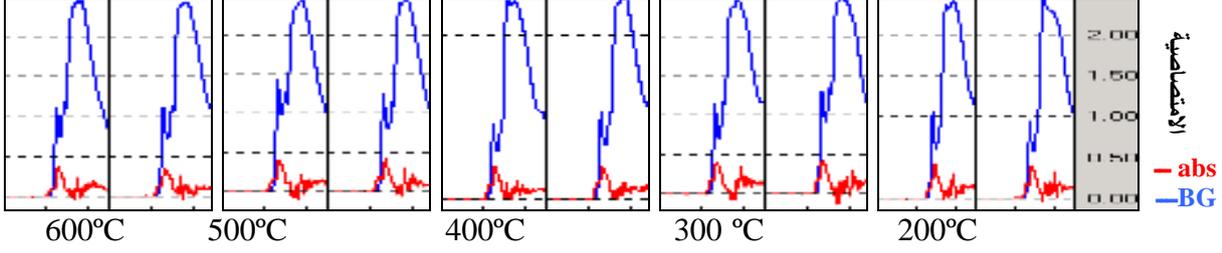


الشكل 11: دراسة درجة حرارة الترميد لـ Cd بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl و 1.25M HNO<sub>3</sub> باستخدام

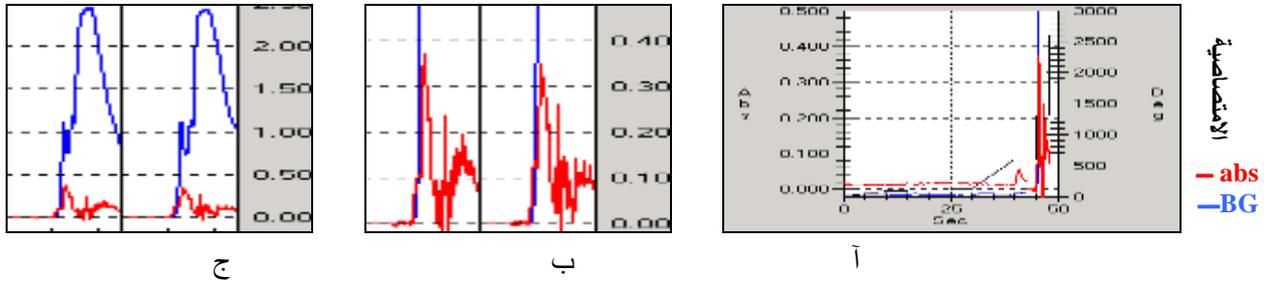
الأنبوب المطلي ومصحح الديتريوم.

نلاحظ من الشكل (12) التقارب الحاصل في قيم الامتصاصية اللانوعية مع ارتفاع درجة حرارة الترميد التي لم تساعد في التخلص من ركازة ملح كلوريد الصوديوم الثابت حرارياً. ويوضح الشكل (13) وفق المخطط الحراري

المستخدم التطاير المبكر لنزر عنصر الكاديوم خلال مرحلة الترميد عند 600°C، ويظهر التشويش الشديد الحاصل بعد قمة الامتصاصية النوعية والمتزامن مع قمة الامتصاصية اللانوعية.



الشكل 12: قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند تغيير درجة حرارة الترميد مع ثبات درجة حرارة التذرية عند 1300°C

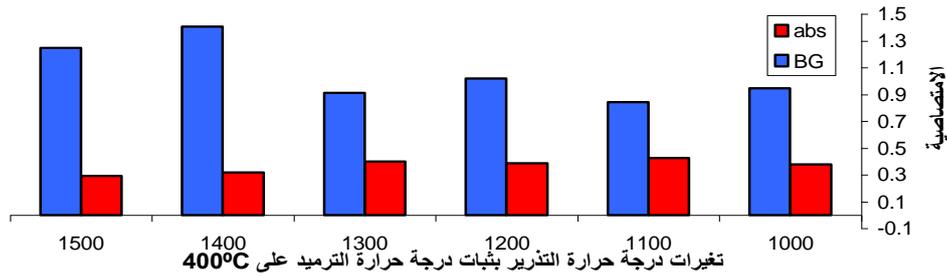


الشكل 13: مخطط البرنامج الحراري المستخدم ويلاحظ التطاير المبكر للكاديوم في مرحلة الترميد.

ب- تشويش شديد بعد قمة الامتصاصية النوعية في مرحلة التذرية. ج- تراكب قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية في مرحلة التذرية.

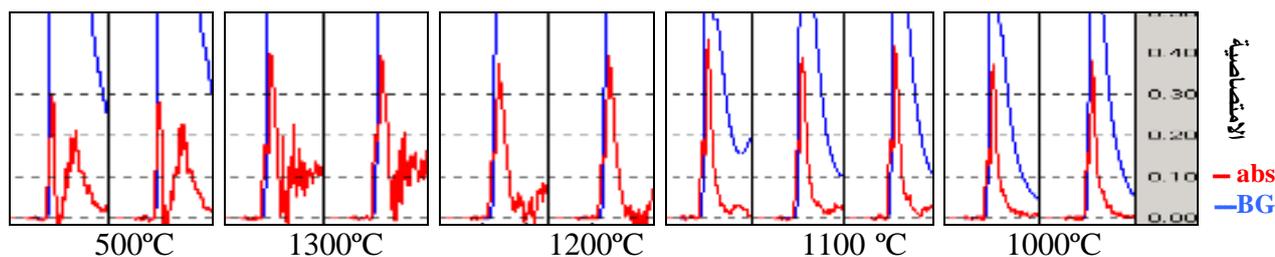
### 2.1.2.1. دراسة درجة حرارة طور التذرية:

يبين الشكل (14) وجود تقارب في قيم الامتصاصية النوعية حتى 1300°C لتأخذ بالانخفاض بعد هذه الدرجة من الحرارة، كما لوحظ ازدياد قيم الامتصاصية اللانوعية بعد 1300°C.



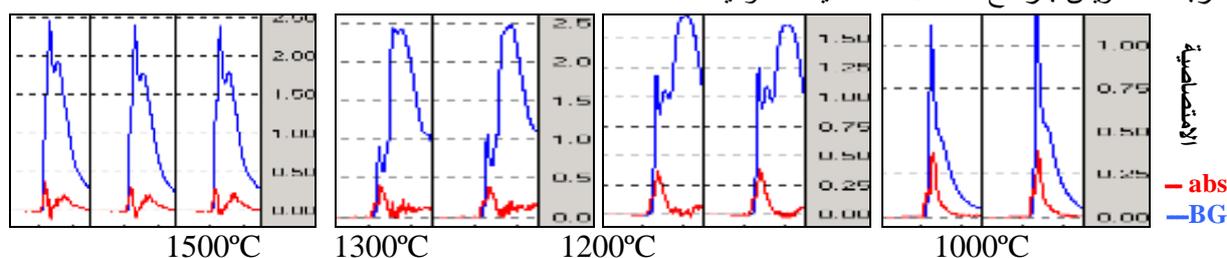
الشكل 14: دراسة درجة حرارة التذرية لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl و 1.25M HNO<sub>3</sub> باستخدام الأنبوب المظلي ومصحح الديتريوم

يلحظ من الشكل (15) انخفاض إلى انعدام التشويش الحاصل بعد قمة الامتصاصية النوعية، عند درجتى حرارة التذرية 1000°C و 1100°C على التوالي، ليأخذ بعد ذلك في الازدياد مع ارتفاع درجة حرارة التذرية.



الشكل 15: قيم الامتصاصية النوعية عند تغيير درجة الحرارة التذير مع ثبات درجة حرارة الترميد عند 400°C

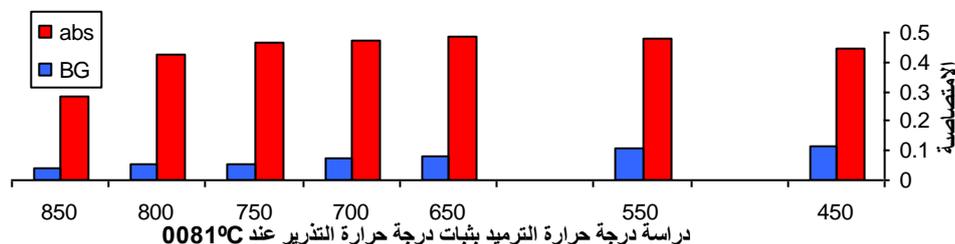
يمكن من خلال الشكل (16) تفسير سبب انخفاض قيمة الامتصاصية النوعية بعد درجة حرارة التذير 1300°C، حيث يلحظ ازدياد تداخلها مع قمة الامتصاصية اللانوعية مع ارتفاع درجة حرارة طور التذير، ففي درجات حرارة التذير المرتفعة يحدث في اللحظة نفسها تذير للكاديوم وتطاير لملاح كلوريد الصوديوم، وهذا يؤدي بدوره إلى تراكم قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية. أما في درجات حرارة التذير المنخفضة (1100°C و 1000°C) فيحدث تذير عنصر الكاديوم مع تطاير كمية قليلة من NaCl، ويتم التخلص من الجزء المتبقي من الركازة في مرحلة التنظيف، مما يساهم في الفصل فصلاً نسبياً بين قمة الامتصاصية النوعية و قمة الامتصاصية اللانوعية. ويلحظ أيضاً ارتباط التشويش بارتفاع قمة الامتصاصية اللانوعية.



الشكل 16: قيم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند تغيير درجة الحرارة التذير مع ثبات درجة حرارة الترميد عند 400°C

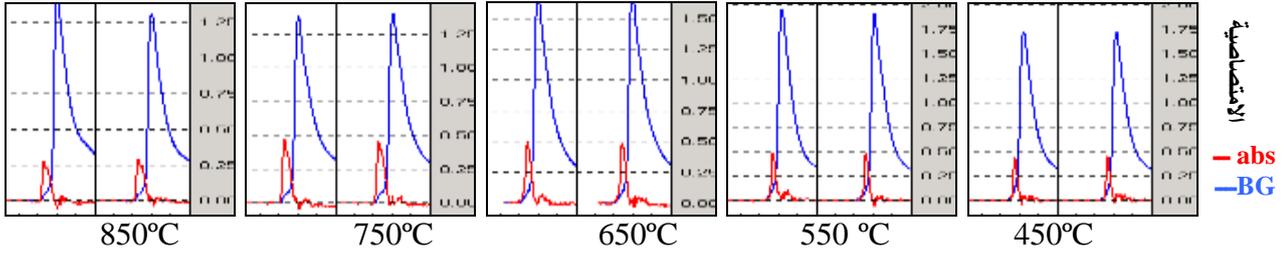
### 2.2.1. حالة أنبوب الغرافيت ذي الصفحة ومصحح الديتريوم:

1.2.2.1. دراسة درجة حرارة طور الترميد: يلحظ من الشكل (17) أن الامتصاصية النوعية تأخذ قيمةً متقاربة حتى 750°C، ليبدأ بعدها تطاير نزر عنصر الكاديوم في مرحلة الترميد، أما قيم الامتصاصية اللانوعية فبذت منخفضة نسبياً، وتجدر الإشارة إلى أن ارتفاع درجة حرارة الترميد يقود إلى خفض في قيمة الامتصاصية اللانوعية.



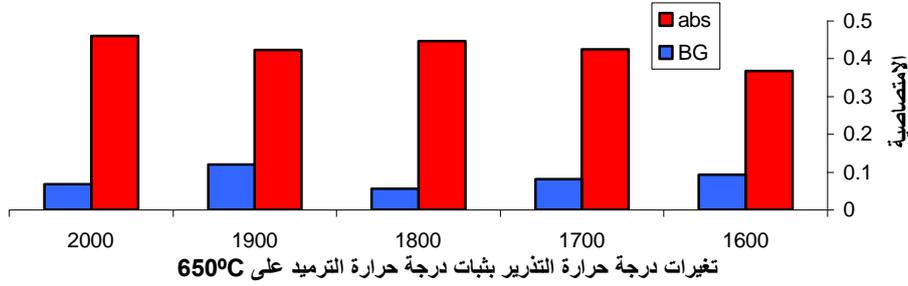
الشكل 17: دراسة درجة حرارة الترميد لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl و 1.25M HNO<sub>3</sub> باستخدام أنبوب ذي صفحة ومصحح الديتريوم.

يبين الشكل (18) التحسن الذي طرأ على عملية الفصل بين قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية مع ارتفاع درجة حرارة الترميد، كما يلحظ عموماً انخفاض قمة الامتصاصية اللانوعية مع ارتفاع درجة حرارة الترميد.



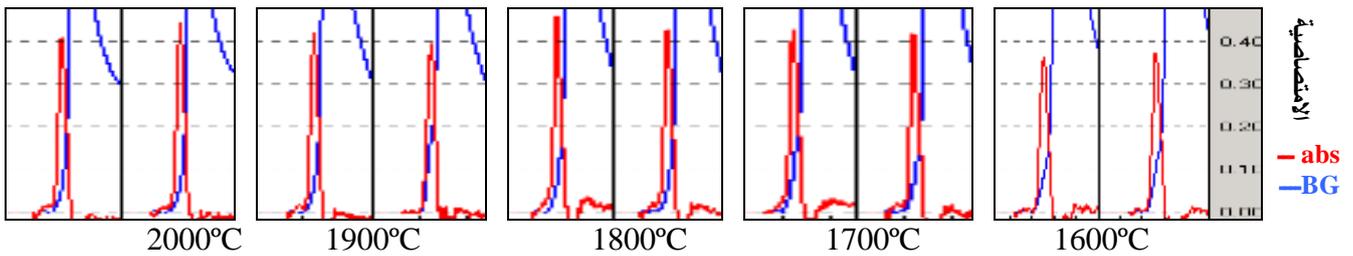
الشكل 18: قمم الامتصاصية النوعية واللا النوعية عند تغيير درجة حرارة الترميد مع ثبات درجة حرارة التذير عند 1800°C

2.2.2.1. دراسة درجة حرارة طور التذير: يبين الشكل (19) أن الامتصاصية اللا النوعية منخفضة بشكل عام، في حين تأخذ الامتصاصية النوعية قيمةً متقاربة عند درجات حرارة طور التذير من 1700°C وحتى 2000°C.



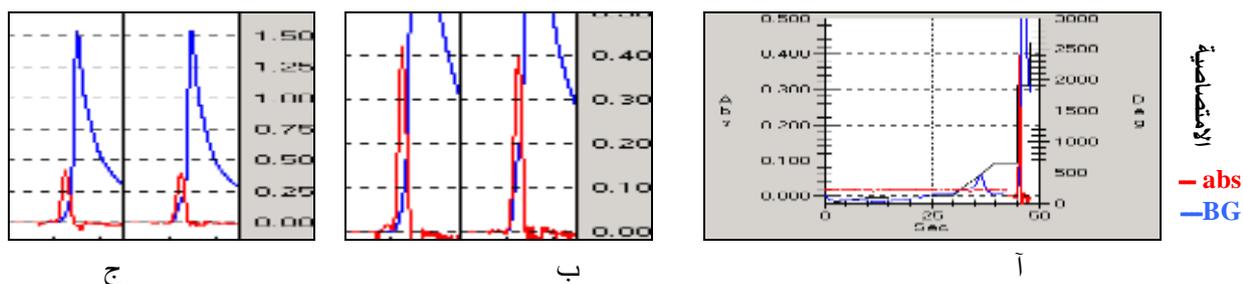
الشكل 19: دراسة درجة حرارة التذير لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl و 1.25M HNO<sub>3</sub> باستخدام أنبوب ذي صفيحة ومصحح الديتريوم.

يظهر الشكل (20) الفصل الجيد بين إشارة الامتصاصية النوعية واللا النوعية، ويكون التشويش أخفض ما يمكن عند درجتى حرارة التذير 1900°C و 2000°C.



الشكل 20: قمم الامتصاصية النوعية عند تغيير درجة حرارة التذير مع ثبات درجة حرارة الترميد عند 650°C

يبين الشكل (21) قمتي الامتصاصية النوعية واللا النوعية عند استخدام درجة حرارة طور التذير 1900°C، حيث يلحظ الفصل الجيد بين قمتي الامتصاصية النوعية و اللا النوعية، واختفاء التشويش.



الشكل 21: آ- مخطط البرنامج الحراري المستخدم. ب- قمم الامتصاص النوعي. ج- قمم الامتصاص النوعي واللا نوعي.

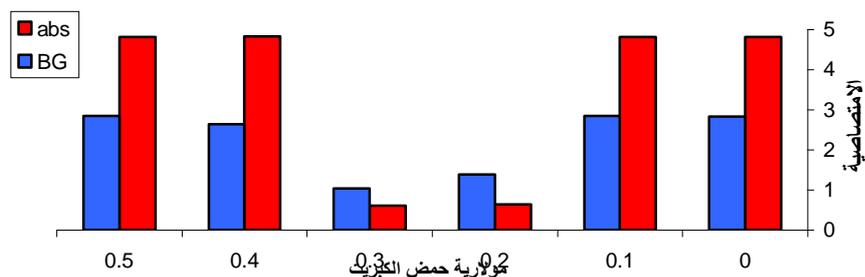
2. استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل:

1.2. تأثير تركيز حمض الكبريت كقالب تعديل على إشارة الامتصاصية النوعية و اللانوعية:

تم تحضير محلول لعنصر الكاديوم بتركيز 1ppb ضمن وسط من ملح كلوريد الصوديوم 0.5M وسلسلة من التراكيز المتعددة لحمض الكبريت (0.1 , 0.2 , 0.3 , 0.4 , 0.5M)، وتم بادئ ذي بدء استخدام درجات الترميد والتدوير (Coat: 350°C, 1200°C. PFT: 500°C, 1500°C) التي حصلنا عليها من خلال دراسة سابقة [16]، وفق البرنامج الحراري المبين في الجدول (1).

1.1.2. استخدام أنبوب مطلي ومصحح الديتريوم:

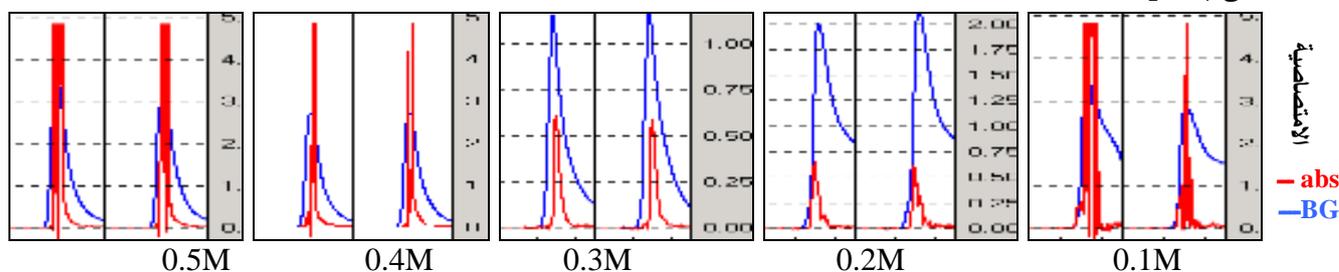
يبين الشكل (22) أن حمض الكبريت يساهم في تحسين إشارة الامتصاصية النوعية عند التركيزين 0.2M و 0.3M، كما تأخذ الامتصاصية اللانوعية قيمةً منخفضة بالمقارنة مع بقية التراكيز.



الشكل 22: دراسة حمض الكبريت كقالب تعديل لـ Cd بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl باستخدام

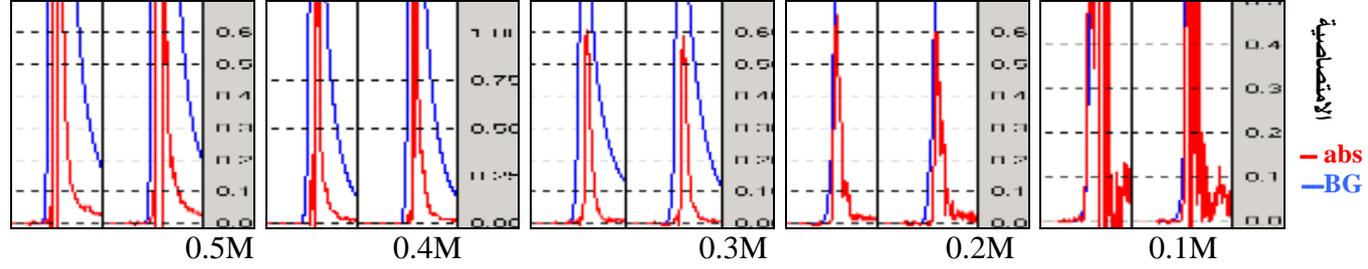
أنبوب مطلي ومصحح الديتريوم.

يلحظ من الشكل (23) أن قمم الامتصاصية اللانوعية تأخذ أخفض قيم لها عند التركيز 0.3M من  $H_2SO_4$ ، ويبدو وجود تراكب بين قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية، كما تظهر قمة امتصاصية لا نوعية كبيرة عند التركيز 0.2M من  $H_2SO_4$ .



الشكل 23: قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب للتعديل ضمن مجال التراكيز 0.1 – 0.5M.

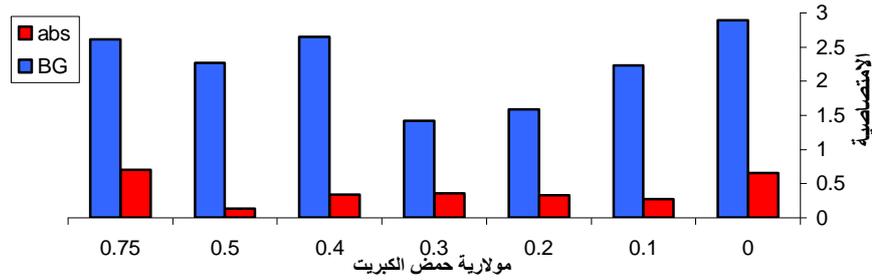
يبدو من الشكل (24) انخفاض التشويش الحاصل بعد قمة الامتصاصية النوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل بتركيز 0.2M و 0.3M.



الشكل 24: قيم الامتصاصية النوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل ضمن مجال التركيز 0.0 – 0.5M.

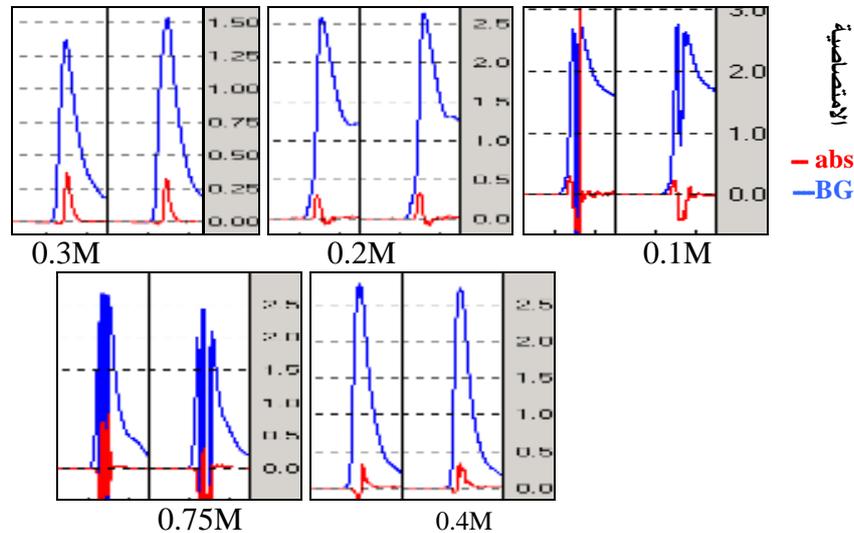
### 2.1.2. استخدام أنبوب مطلي ومصحح الـ SR:

يبين الشكل (25) أن استخدام مصحح الـ SR أفضل من مصحح الديتريوم من ناحية القدرة التصحيحية، حيث يمتد مجال التصحيح من 0.1M حتى 0.4M من  $H_2SO_4$ ، في حين يلحظ وجود قيمة شاذة عند التركيز 0.5M.



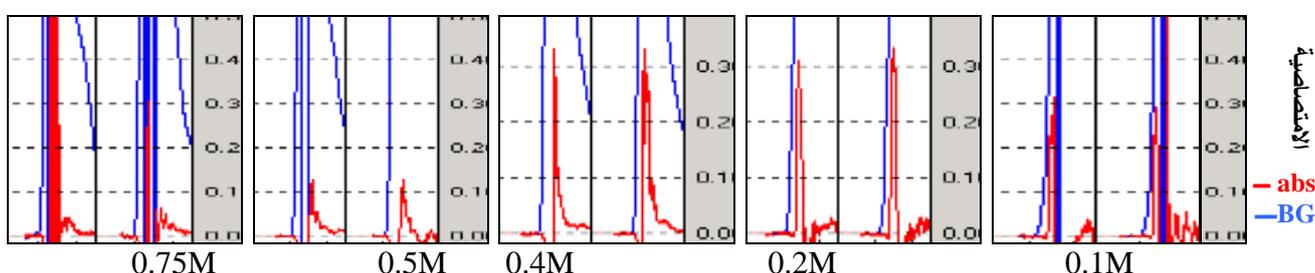
الشكل 25: دراسة استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل لـ Cd بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl باستخدام أنبوب مطلي ومصحح الـ SR

يبدو من الشكل (26) تناقص قمة الامتصاصية اللانوعية حتى الوصول إلى أصغر قيمة لها عند التركيز 0.3M، لتعود وترتفع من جديد بعد هذا التركيز.



الشكل 26: قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل ضمن مجال التراكيز 0.1 – 0.4M و 0.75M.

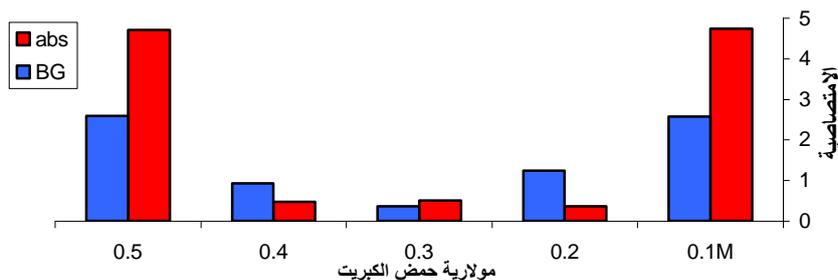
يظهر الشكل (27) توضع قمة الامتصاصية النوعية على طرف قمة الامتصاصية اللانوعية عند التراكيز 0.1M , 0.2M من  $H_2SO_4$ ، بالإضافة إلى وجود تشويش بعد قمة الامتصاصية النوعية. تنتقل قمة الامتصاصية النوعية بعد التركيز 0.2M تدريجياً إلى داخل قمة الامتصاصية اللانوعية مع ازدياد تركيز حمض الكبريت، وربما هذا ما يفسر انخفاض قيمة الامتصاصية النوعية عند التركيز 0.5M. ويبدو أن تطاير الركازة في طور التذير يكون الأقل عند التركيز 0.3M من  $H_2SO_4$ ، وهذا يساهم في جعل قمة الامتصاصية اللانوعية الأخفض عند هذا التركيز بالمقارنة مع بقية التراكيز، كما يلحظ انعدام التشويش بعد قمة الامتصاصية النوعية عند التركيز 0.3M.



الشكل 27: قمم الامتصاصية النوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل ضمن مجال التراكيز 0.1 – 0.4M و 0.75M .

### 3.1.2. استخدام أنبوب غرافيت ذي صفيحة ومصحح الديتريوم:

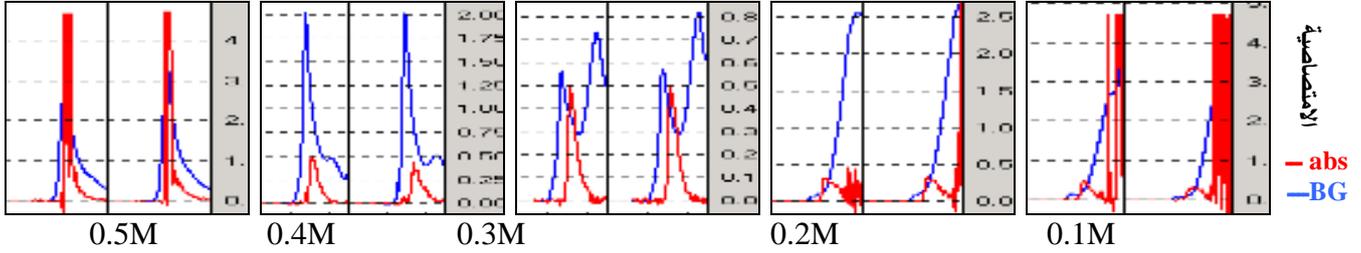
جرى وفق هذه الدراسة اعتماد البرنامج الحراري المبين في الجدول (1)، ويبين الشكل (28) قدرة مصحح الديتريوم على التصحيح عند استخدام حمض الكبريت ضمن المجال 0.2-0.4M ويلحظ أن أصغر قيمة للامتصاصية اللانوعية هي عند التركيز 0.3M.



الشكل 28: تأثير  $H_2SO_4$  كقالب لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl باستخدام أنبوب ذي صفيحة ومصحح الديتريوم.

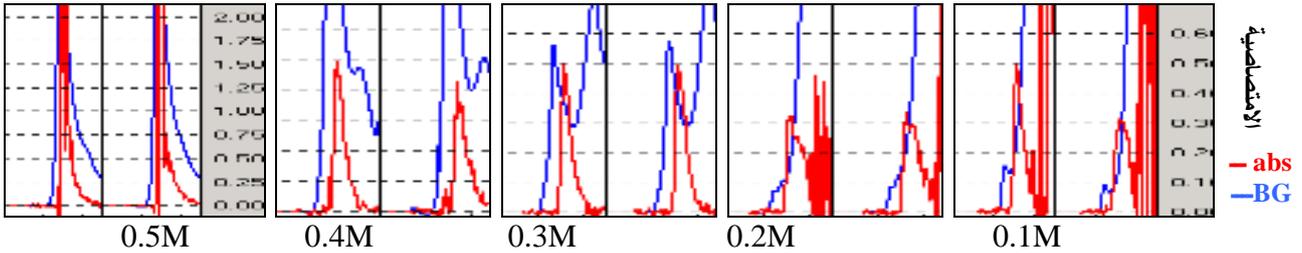
يبين الشكل (29) وجود قمتين للامتصاصية اللانوعية عند التركيزين 0.3M و 0.4M، فعند التركيز 0.3M توجد قمة صغيرة تظهر أولاً ثم تبدأ قمة أخرى أكبر بقليل بالظهور، وعند التركيز 0.4M تصبح الحالة مقلوبة حيث تظهر قمة أولى كبيرة، وقبل الوصول إلى خط القاعدة تظهر قمة ثانية صغيرة، كما يلحظ أن قمة الامتصاصية اللانوعية تظهر عند التركيز 0.1M و 0.2M بعد قمة الامتصاصية النوعية، في حين تظهر عن التركيز 0.5M مترابكة مع قمة الامتصاصية النوعية. يمكن أن نستنتج وجود نوعين من الركائز، تظهر الأولى عند التراكيز

الصغيرة من حمض الكبريت، وتظهر الثانية عند استخدام التراكيز العالية من حمض الكبريت، وتظهر كلا الركازتين في التراكيز التي يلعب فيها حمض الكبريت دور المعدل، حيث يوجد قمتان صغيرتان للامتصاصية اللانوعية.



الشكل 29: قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل ضمن مجال التراكيز 0.1 – 0.5M.

يبين الشكل (30) قمم الامتصاصية النوعية عند استخدام سلسلة تراكيز من حمض الكبريت 0.1 – 0.5M كقالب تعديل، ويلحظ التشويش الكبير الحاصل بعد قمة الامتصاصية النوعية عند التركيزين 0.1M , 0.2M، كما يلحظ التعريض الحاصل في قمة الامتصاصية النوعية، وبالتالي التحسين مازال ممكناً عن طريق دراسة حرارية تفصيلية.

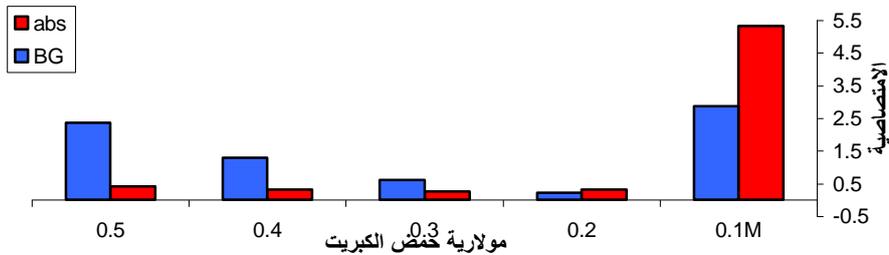


الشكل 30: قمم الامتصاصية النوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل ضمن مجال التراكيز 0.1 – 0.5M.

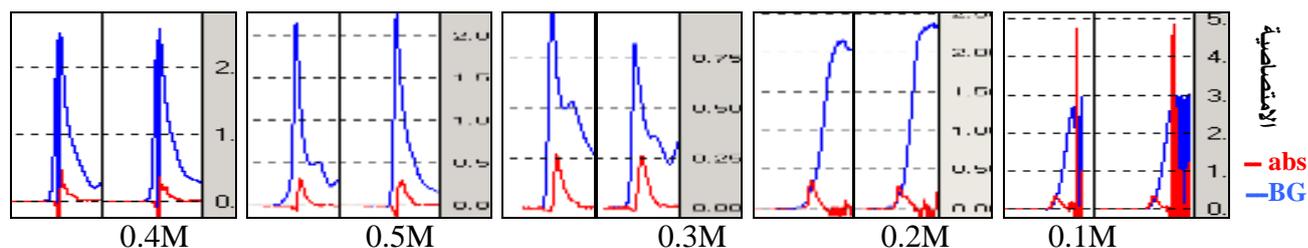
#### 4.1.2. استخدام أنبوب غرافيت ذي صفيحة ومصحح SR:

يبدو من الشكل (31) أن مصحح الـ SR أكثر فعالية من مصحح الديتريوم، حيث لحظت قدرته على التصحيح بدءاً من التركيز 0.2M وحتى 0.5M من حمض الكبريت المستخدم كقالب تعديل.

يظهر الشكل (32) تشابهاً كبيراً بين حالة التصحيح وفق مصحح الـ SR ومثيلته وفق مصباح الديتريوم (الشكل 28) مع الانخفاض الواضح في ارتفاع قمم الامتصاصية النوعية.



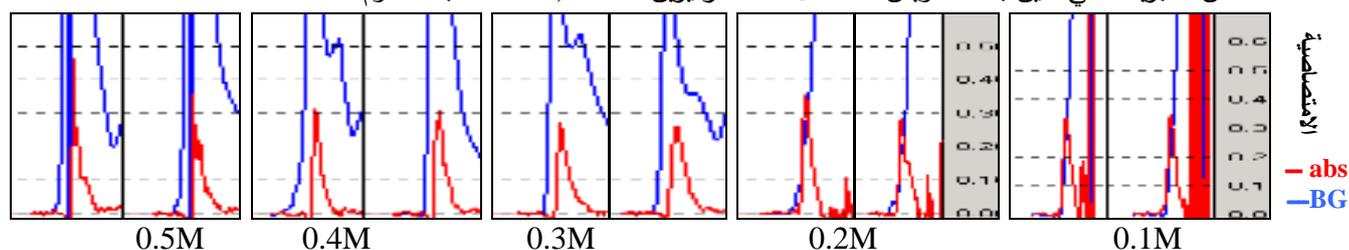
الشكل 31: استخدام H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> كقالب تعديل لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl وباستخدام أنبوب غرافيت ذي صفيحة ومصحح الـ SR.



الشكل 32: قمم الامتصاصية النوعية واللاانوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب للتعديل ضمن مجال التراكيز 0.1 – 0.5M.

يبين الشكل (33) التشويش الكبير الحاصل بعد قمة الامتصاصية النوعية عند التركيزين 0.1M , 0.2M من

حمض الكبريت، في حين بدا التشويش الحاصل عند التركيزين 0.3M , 0.4M شبه معدوم.



الشكل 33: قمم الامتصاصية النوعية عند استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل ضمن مجال التراكيز 0.1 – 0.5M.

يظهر الجدول (4) الامتصاصية النوعية واللاانوعية والانحراف النسبي المنوي لقراءتين أو ثلاث قراءات متتالية للامتصاصية النوعية (قراءتين في حال الـ RSD% أقل من 7 وثلاث قراءات في حال RSD% أكبر من 7)، عند دراسة إشارة الامتصاص الذري لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl وبوجود سلسلة من التراكيز المتعددة لحمض الكبريت، باستخدام أنبوبي الغرافيت المطلي وذوي صفيحة، مع مصححي الديتريوم والعكس الذاتي.

الجدول (4) الامتصاصية النوعية واللاانوعية والانحراف المعياري النسبي المنوي لـ 1ppb Cd ضمن

وسط من 0.5M NaCl وبوجود سلسلة من التراكيز المتعددة لحمض الكبريت كقالب تعديل،

باستخدام أنبوبي الغرافيت المطلي وذوي صفيحة مع مصححي الديتريوم والـ SR.

		تركيز H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (مول/لتر) →	0.00	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.75
Coated	D	Specific	4.81	4.82	0.629	0.598	4.82	4.82	*
		nonspecific	2.83	2.85	1.380	1.039	2.63	2.84	*
		RSD%	0.026	0.026	5.847	2.032	0.009	0.020	*
	SR	Specific	0.649	0.273	0.323	0.351	0.331	0.129	0.700
		nonspecific	2.89	2.224	1.581	1.413	2.648	2.267	2.606
		RSD%	12.652	22.209	4.689	9.940	0.385	1.317	25.438
PFT	D	Specific	*	4.73	0.355	0.496	0.466	4.69	*
		nonspecific	*	2.57	1.231	0.368	0.919	2.58	*
		RSD%	*	0.039	42.436	0.585	10.346	0.530	*
	SR	Specific	*	5.32	0.321	0.267	0.311	0.412	*
		nonspecific	*	2.87	0.217	0.609	1.289	2.361	*
		RSD%	*	0.068	15.174	3.550	0.999	17.748	*

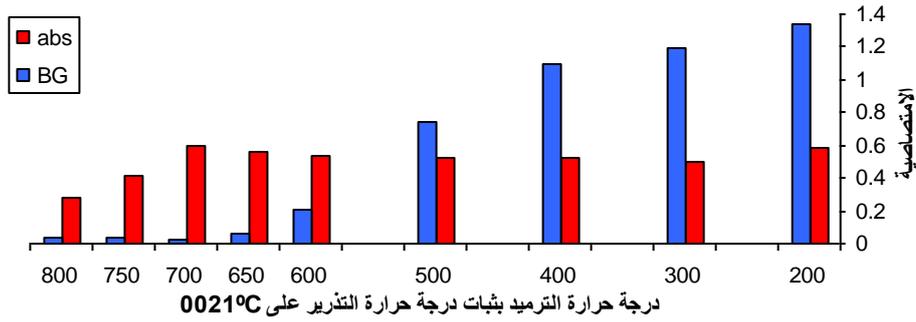
الخط المائل يمثل قيمة وهمية للامتصاصية النوعية بسبب التشويش.

2.2. دراسة المنحنيات الحرارية لعنصر الكاديوم بوجود حمض الكبريت كقالب تعديل:

قمنا بإجراء دراسة حرارية لطوري الترميد والتذير عند استخدام حمض الكبريت بتركيز 0.3M كقالب تعديل باستخدام البرنامج الحراري المبين في الجدول (3).

1.2.2. حالة الأنبوب المطلي ومصحح الديتريوم:

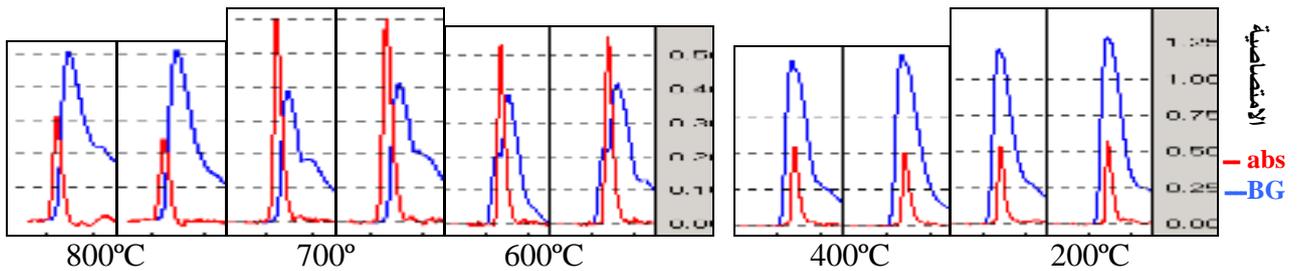
1.1.2.2. دراسة درجة حرارة طور الترميد: يبين الشكل (34) أن قيم الامتصاصية النوعية متقاربة حتى درجة حرارة الترميد 700°C، يبدأ بعدها تطاير الكاديوم في مرحلة الترميد، نستنتج من ذلك أن استخدام حمض الكبريت كقالب تعديل يعطي ثباتية حرارية جيدة لنزر عنصر الكاديوم (تطاير الكاديوم يبدأ بعد 400°C بدون استخدام حمض الكبريت) [16]، كما يلحظ انخفاض قيم الامتصاصية اللانوعية مع ارتفاع درجة حرارة هذا الطور.



الشكل 34: دراسة درجة حرارة الترميد لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl و 0.3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> باستخدام الأنبوب المطلي ومصحح الديتريوم.

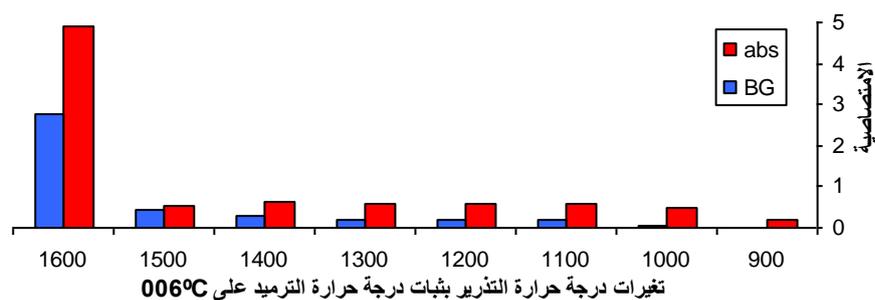
نجد باستعراض قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية الناتجة عن الدراسة الحرارية لطور الترميد والمبينة في الشكل (35)، ظهور تحسن في نقاط عدة هي:

1. تم طرد نسبة كبيرة من الركازة في مرحلة الترميد، ونستدل على ذلك من انخفاض قيم الامتصاصية اللانوعية.
2. ظهور فصل نسبي بين قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية بعد درجة حرارة الترميد 500°C، وهذا يفسر انخفاض قيمة الامتصاصية اللانوعية بعد درجة حرارة الترميد 500°C كما هو موضح في الشكل (34).
3. ظهور تكرارية جيدة نسبياً لإشارة الامتصاصية النوعية.



الشكل 35: قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند تغيير درجة حرارة طور الترميد مع ثبات درجة حرارة التذير عند 1200°C

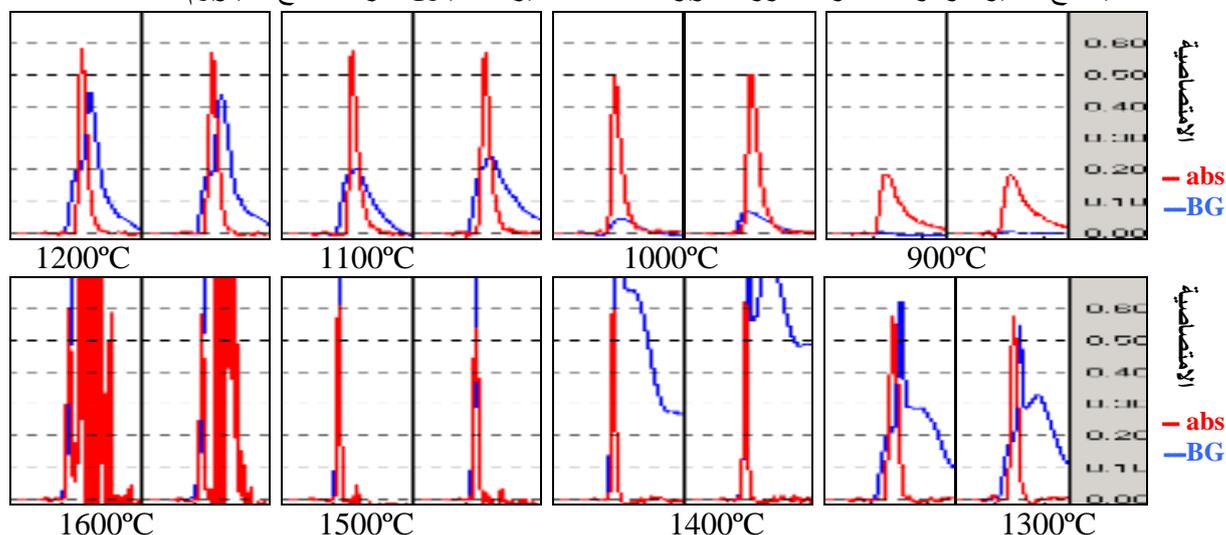
2.1.2.2. دراسة درجة حرارة طور التذير: يبين الشكل (36) وجود تقارب في قيم الامتصاصية النوعية من 1000°C حتى 1500°C، كما يبين أن قيم الامتصاصية اللانوعية تزداد بازدياد درجة حرارة طور التذير، ليصبح تطاير الركازة عند درجة حرارة التذير 1600°C أكبر من قدرة مصحح الديتريوم.



الشكل 36: دراسة درجة حرارة التذير لـ 1ppb Cd في وسط من 0.5M NaCl و 0.3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> باستخدام الأنبوب المطلي ومصحح الديتريوم.

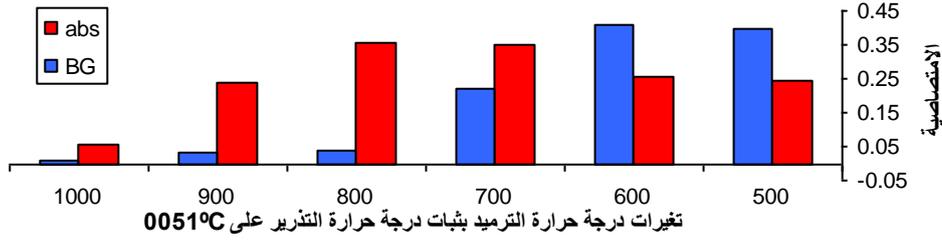
يمكن من خلال دراسة أشكال قمم الامتصاصية النوعية المبينة بالشكل (37) استنتاج الآتي:

1. عدم قدرة درجتي حرارة التذير 900°C و 1000°C على تذير نزر عنصر الكاديوم بشكل كامل.
2. تطاير منخفض للركازة في مرحلة التذير عند درجات حرارة التذير 1100 – 1300°C، مع ثبات نسبي لقيمة الامتصاصية النوعية، تعزى هذه النتيجة إلى قدرة هذا المجال من درجات الحرارة على تذير الكاديوم تذكيراً كاملاً وعدم قدرته على تبخير كامل الركازة المتبقية من مرحلة الترميد، حيث يتم تبخيرها وطردها في مرحلة التنظيف.
3. يلحظ فصل جيد نسبياً بين قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية عند درجتي حرارة التذير 1200°C و 1300°C.
4. تتطاير الركازة بشكل كثيف في مرحلة التذير عند درجتي حرارة التذير 1400°C و 1500°C مع وجود فصل جزئي بين قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية (وهذا يفسر انخفاض قيمة الامتصاصية اللانوعية في الشكل 36)، بالإضافة لبدء تشكل التشويش بعد قمة الامتصاصية النوعية.
5. يصبح تطاير الركازة عند درجة حرارة التذير 1600°C كبير لحد يفوق قدرة مصحح الديتريوم.



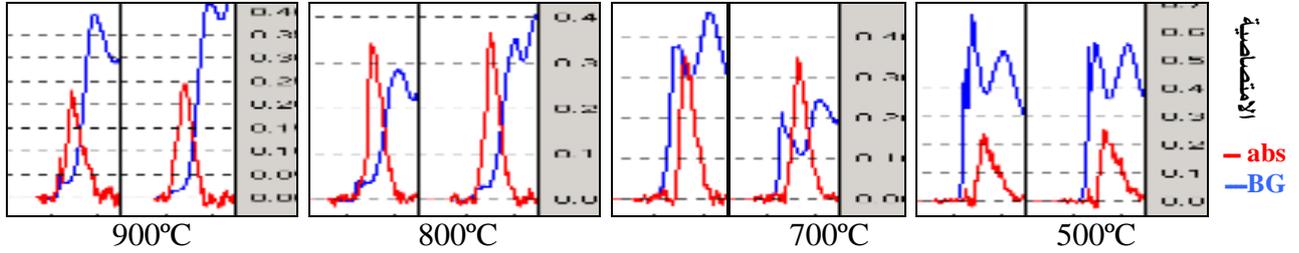
الشكل 37: قمم الامتصاصية النوعية عند تغيير درجة حرارة التذير مع ثبات درجة حرارة الترميد عند 600°C. 2.2.2. حالة أنبوب غرافيت ذي صفيحة ومصحح الديتريوم:

- 1.2.2.2. دراسة درجة حرارة طور الترميد: يلحظ من الشكل (38) تزايد قيم الامتصاصية النوعية مع ازدياد درجة حرارة طور الترميد خصوصاً عند درجتي حرارة الترميد 700°C و 800°C، على عكس الامتصاصية اللانوعية التي تأخذ قيمة مرتفعة عند 500°C و 600°C لتبدأ بالتناقص بعد ذلك، ويلحظ بدء تطاير الكاديوم في مرحلة الترميد بعد الدرجة 800°C (تطاير الكاديوم يبدأ بعد 700°C بدون 0.3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) [16].

الشكل 38: دراسة درجة حرارة الترميد لـ Cd بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl و 0.3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

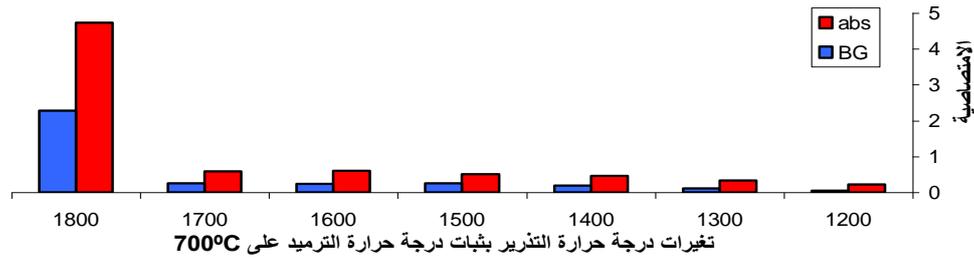
باستخدام أنبوب غرافيت ذي صفيحة ومصحح الديتريوم

يظهر الشكل (39) التراكب الحاصل بين قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية عند درجات حرارة الترميد 500–700°C، مما يعني احتمال وجود قوة ربط بين الكاديوم والركازة المرافقة، وبالتالي تطايرهما المترافق في مرحلة التذرية، بينما يلحظ فصل بين القمم عند درجتي حرارة الترميد 800°C و 900°C وهذا يعني حدوث فصل للكاديوم عن الركازة المرافقة له في مرحلة الترميد، ناجم عن تذرية الكاديوم قبل بدء تطاير الركازة المرافقة.



الشكل 39: قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند تغيير درجة حرارة الترميد مع ثبات درجة حرارة التذرية عند 1500°C

2.2.2.2. دراسة درجة حرارة طور التذرية: يبين الشكل (40) ازدياد قيم الامتصاصية النوعية مع ارتفاع درجة حرارة التذرية من 1200°C حتى 1600°C، لتصبح بعد ذلك القيمة ثابتة عند 1700°C، يتبع ذلك عند 1800°C ظهور تشويش مرتفع، كما يلحظ أن قيم الامتصاصية اللانوعية تزداد بازدياد درجة حرارة طور التذرية إلا أنها تبقى منخفضة عموماً عند كل درجات الحرارة المدروسة باستثناء الـ 1800°C.

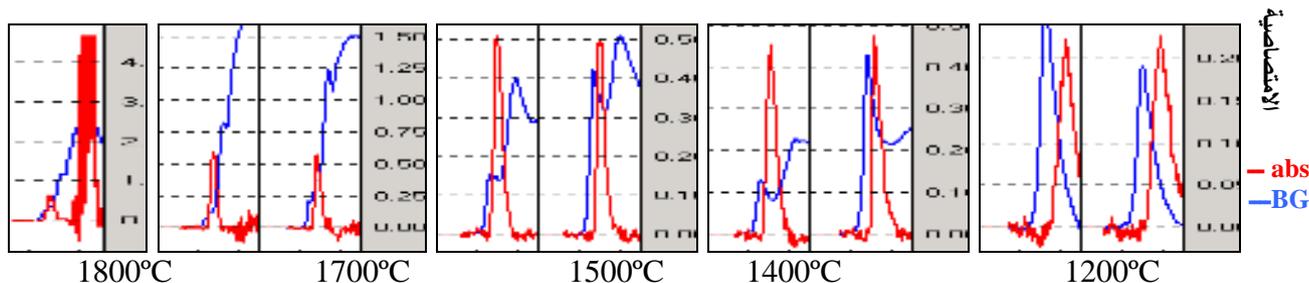
الشكل 40: دراسة درجة حرارة التذرية لـ Cd بتركيز 1ppb في وسط من 0.5M NaCl و 0.3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

باستخدام أنبوب غرافيت ذي صفيحة ومصحح الديتريوم.

يمكن من خلال الشكل (41) استنتاج الآتي:

1. تبين أن درجات حرارة طور التذرية حتى 1500°C غير كافية لتذرية نزر عنصر الكاديوم تذكيراً تاماً وكاملاً، حيث ترتفع إشارة الامتصاصية النوعية مع ارتفاع درجة حرارة التذرية.

2. يحدث تطاير جزئي للركازة المتبقية من مرحلة الترميد على طول المجال الحراري لدرجة حرارة التذير وحتى 1700°C، ويبدو هذا جلياً من خلال ارتفاع قمة الامتصاصية اللانوعية مع ارتفاع درجة حرارة التذير.
3. يوجد فصل جيد بين قمتي الامتصاصية النوعية واللانوعية ضمن مجال حرارة التذير 1500 – 1700°C، وهذا يفسر انخفاض قيم الامتصاصية اللانوعية بالشكل (40). كما يبدو بدء نشوء التشويش.
4. تتطاير الركازة المتبقية من مرحلة الترميد بدرجة كبيرة عند درجة حرارة التذير 1800°C مما يشكل قمة امتصاصية لانوعية كبيرة يرافقها ازدياد التشويش لحد يفوق قدرة مصحح الديتريوم.



الشكل 41: قمم الامتصاصية النوعية واللانوعية عند تغيير درجة حرارة التذير مع ثبات درجة حرارة الترميد عند 1700°C.

### الاستنتاجات:

1. يمكن استخدام كلاً من حمض الآزوت وحمض الكبريت كقوالب تعديل عند تحديد الكاديوم في وسط من 0.5M NaCl نظراً لقدرتهما على تخفيض إشارة الامتصاصية اللانوعية.
2. بينت الدراسة أن تركيز حمض الآزوت المناسب للاستخدام كقالب تعديل عند تحديد الكاديوم في وسط من 0.5M NaCl هو 1.25M، وتركيز حمض الكبريت المناسب هو 0.30M.
3. يساعد أنبوب البلاتفورم في فصل قمم الامتصاصية النوعية عن قمم الامتصاصية اللانوعية وفي التخلص من التشويش، وتظهر قدرته على ذلك، بشكل أوضح، عند استخدام حمض الآزوت كقالب للتعديل.
4. أظهر مصحح الـSR قدرة على التصحيح تفوق قدرة مصحح الديتريوم إلا أن حساسية التحليل باستخدام مصحح الـSR أخفض من حساسية التحليل باستخدام مصحح الديتريوم.

### المراجع:

- [1] HARAGUCHI, H.; FUMA, K. *Marine analysis by Atomic absorption spectrometry*, Atomic absorption spectrometry, 5, 1982, 95-122.
- [2] يوسف، نور الدين؛ محمد، عصام؛ أبظلي، محمد هشام. تحديد آثار بعض العناصر المعدنية الثقيلة في المياه الشاطئية المقابلة لمدينة بانياس بطريقة الامتصاص الذري. "دراسات وبحوث العلوم الأساسية لأسبوع العلم الرابع والثلاثون، الكتاب الثاني، 1994، 45-64.
- [3] DOIDGE, P. *Pyrolytic Graphite Platforms*, AA Instruments at Work, 1982, September, AA 25.
- [4] GREED, J. T.; MARTIN, T. D. *Determination of trace elements in marine waters by Off-Line chelation preconcentration with GF-AAS*, Revision 1.0, 1997, Method 200.13.

- [5] CANTLE, J. E. *Instrument requirements and optimization*, Atomic absorption spectrometry, 1982, 15-36.
- [6] WINEFORDNER, J. D.; GORNUSHKIN, I. B., PAPPAS, D; MATVEEV, O. I; SMITH, B. W, *Novel uses of lasers in atomic spectroscopy*, J. Anal. At. Spectrom, 2000, 15, 1161-118.
- [7] HANSEN, E. H.; WANG, J. *Implementation of suitable flow injection/sequential injection-sample separation/preconcentration schemes of determination of trace metal concentration using detection by electrothermal atomic absorption spectrometry and inductively coupled plasma mass spectrometry*, Anal Chim Acta, 2002, 467, 3-12.
- [8] WÜLLEN, C.; FRENZEL, W; RESSLER, T; MÜLLER, J; MATTUSCH, J. *Development of Hyphenated micro-analytical methods for trace metal fractionation and their application to environmentally relevant solid matrices*. BSc (Hons.) Chem., MSc Chem. Nigeria, Berlin 2006.
- [9] BETTINELLI, M.; BARONI, U.; PASTORELLI, N. *Microwave oven sample dissolution for the analysis of environmental and biological materials*. Anal Chem Acta, 1989, 225, 159-174.
- [10] ASHLEY, K.; ANDREWS, R. N.; CAVAZOS, L.; DEMANGE, M. *Ultrasonic extraction as a sample preparation technique for elemental analysis by atomic spectrometry*, J. Anal. At. Spectrom, 2001, 16, 1147-1153.
- [11] RUIZ-JIMÉNEZ, J.; LUQUE-GARE, J. L.; LUQUE DE CASTRO, M. D. *Dynamic ultrasound-assisted extraction of cadmium and lead from plants prior to electrothermal atomic absorption spectrometry*. Anal Chim Acta, 2003, 480, 231-237.
- [12] VOTH, L. M. *Dealing with Matrix Interferences in the determination of the priority pollutant metals by Furnace AA*, AA Instruments at Work, 1983, September, AA 35.
- [13] GREED, J. T.; MARTIN, T. D. *Determination of trace elements in marine waters by Stabilized Temperature Graphite Furnace atomic absorption*. Revision 1.0, 1997, Method 200.12.
- [14] JOHNSON, D. *Evaluation of three methods of matrix modifier injection in graphite furnace AAS*, AA Instruments At Work, 1990, November, AA-101.
- [15] CHUACHUAD, W.; TYSON, F.T. *Determination of Cadmium by Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry with Flow Injection Chemical Vapor Generation from a Tetrahydroborate-form Anion-exchanger and in-atomizer Trapping*, Canadian Journal of Analytical Sciences and Spectroscopy, 2004, Vol 49, No 6.
- [16] محمد، عصام؛ الشحنة، محمد؛ يوسف، نور الدين. *دراسة تأثير بعض الركائز على إشارة الامتصاص الذري لعنصر الكاديوم*. مجلة جامعة تشرين، 2007، المقالة قيد النشر.