

R.Ə.ƏLİYEVƏ, F.M.ÇİRAQOV, A.M.PAŞACANOV

# ATOM-ABSORBSİYA SPEKTROSKOPİYA

Bakı – “Elm” – 2010

Elmi redaktor:

*k.e.d., prof. Hacıyeva S.R.*

Rəyçilər:

*dosent Nağıyev X.C.,*

*b.e.n. Yusifov Y.H.*

544  
+ 264

243350

R.Ə.Əliyeva, F.M.Çıraqov, A.M.Paşacanov. "Atom-absorbsiya spektroskopiyası". Bakı, "Elm", 2010. 136 səh.

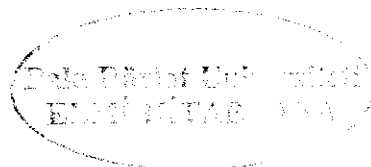
ISBN 978 – 9952 – 453 – 42 – 3

*Kitabda «Fiziki-kimyəvi analiz» metodlarının ən böyük bölmələrindən biri olan «Atom-absorbsiya spektroskopiyası» haqqında ətraflı məlumat verilmiş, göstərilən metodların nəzəri əsasları ilə yanaşı, habelə tədris və sənaye laboratoriyaları üçün nəzərdə tutulmuş təcrübi işlərdə öz əksini tapmışdır.*

*Kitab universitetlərin kimya, biologiya, geologiya, aqrokimya fakültələrinin magistr və aspirantları üçün nəzərdə tutulmuşdur.*

*Dərslərdən kimya ixtisaslı bakalavrları, elmi-tədqiqat laboratoriyasının əməkdaşları, həmçinin analiz laboratoriyalarında işləyən mütəxəssislər də istifadə edə bilər.*

1706000000  
655(07) – 2010



© "Elm" – 2010

## Ön söz

Hal-hazırda atom-absorbsiya spektroskopiya üsulu analitik kimyada ən geniş yayılmış fiziki-kimyəvi üsullardan biridir. Son illərdə başqa üsullara nisbətən atom-absorbsiya spektroskopiya (AAS) üsulu kimyaçı-analitiklərin böyük marağına səbəb olmuşdur. Bunun əsas səbəblərindən biri bu üsulun geniş tətbiq sahəsi tapmasıdır. Atom-absorbsiya spektroskopiya üsulu vasitəsi ilə dövri sistemdə olan elementlərin əksəriyyətini təyin etmək mümkündür. AAS – üsulunun seçiciliyinin, həssaslığının yüksək olması, dəqiqliyi, ölçmələrin sürətliliyi, analiz prosesinin avtomatlaşdırılması bu üsulun metallurgiya, geologiya, dağ-mədən və kimya sənayesində, tibbi, biologiya, ekologiya, yeyinti və xalq təsərrüfatı sahəsində geniş tətbiq sahəsi tapmasına səbəb olmuşdur.

AAS – üsuluna aid başqa dildə çoxlu kitablar nəşr olunub, lakin azərbaycan dilində heç bir kitab olmadığı üçün, belə bir kitabın çap olunması kimyaçı-analitiklərin böyük marağına səbəb ola bilər.

Kitab universitet tələbləri və kimyaçı-analitiklər üçün nəzərdə tutulmuşdur.

## Giriş

Vollaston 1802-ci ildə günəş işığının spektrində tünd xəttlərin olmasını müşahidə etmişdir. Fraunqofer 1814-cü ildə o dövr üçün yeni olan spektroskop düzəldərək, onun köməyi ilə günəş spektrində onlarla tünd xəttlərin dalğa uzunluqlarının kataloqunu düzəltdi. Bunzen rəngsiz alov verən odluq yaradaraq onun köməyi ilə günəş spektrində tünd xəttlərin yaranma səbəbini aydınlaşdırdı. Müəyyən etdi ki, hər bir element atomu eyni dalğa uzunluğunda həm işığı udur, həm də süalandırır. Kirxov belə udma qanunlarını müəyyənləşdirərək, işığın udma əmsalı ilə udan atomların qatılığı arasında xətti asılılığın olduğunu müəyyən etdi.

Analitik kimyada AAS üsulu lazım olan işıq mənbələrinin olmadığı üçün uzun müddət öz tətbiqini tapmamışdır. Həmin dövrdə yeganə yararlı işıq mənbəyi civə qazboşaldıcı lampası idi. Civə buxarının hətta otaq temperaturunda atom vəziyyətində olmasına əsaslanaraq, Vudson 1935-ci ildə civənin təyini üçün ilk AAS yaratdı. Avstraliya fiziki Uolş 1953 – 1955-ci illərdə yarım katod lampalarından istifadə edərək, AAS üsulu ilə ölçmələr apardı. Yarım katod lampaları olduqca uyğun monoxromatik şüalamna mənbəyidir. Uolş bu tədqiqatlar və alovlu fotometriya sınaqları əsasında 1957-ci ildə ilk alovlu atom-absorbsiya spektrometri quraşdırdı. Sonrakı illərdə Uolşun əməkdaşları Devid və Allan bu spektrometrdə alınan ilk təcrübi nəticələri çap etdirdilər. Nəzəri cəhətdən ehtimal olduğu kimi eksperimentlər də

AAS-ya Cihazları – analiz üsulunun yüksək seçiciliyə malik olduğunu təsdiq etdi.

1961-ci ildə «Hilger və Uolts» şirkəti tərəfindən atom-absorbsiya spektrometrlərinin istehsalına başlandı. Bu da öz növbəsində AAS – üsulunun kütləvi tətbiqinin inkişaf, yolunda ilk təkən oldu.

Hal-hazırda AAS-ya cihazları 30-dan çox şirkət tərəfindən istehsal olunur, onların konstruksiyası isə dayanmadan təkmirləşir.

# I FƏSİL

## ATOM-ABSORBSİYA METODUNUN ƏSASLARI

### 1.1 Atom-absorbsiya spektroskopiya üsulunun nəzəri əsasları

Atom-absorbsiya spektroskopiya üsulu təyin edilən elementin atomunun rezonans analitik xəttlərinin atom buxarı halına keçmiş nümunədən keçən şüanı udmasına əsaslanır. Sərbəst atomlar işıq enerjisini udaraq, həyəcanlanmış hala keçirlər, atomların həyəcanlanmış halı çox davam etmir, onlar  $\approx 10^{-7}$  saniyədən sonra yenidən əvvəlki vəziyyətlərinə qayıdırlar.

Sərbəst atomlar həyəcanlanmamış halda (stabil vəziyyətdə) işıq enerjisini udmaq qabiliyyətinə malikdirlər. Həyəcanlanmamış atomun enerjisi  $E_0$  işıq enerjisinin kvantlarla  $h\nu$  udulması hesabına artaraq,  $E_j$  -yə qədər yüksəlir. Rezonans şüalanmasının udma tezliyi  $\nu$  və onun dalğa uzunluğu  $\lambda$  aşağıdakı ifadə ilə təyin olunur.

$$E_j - E_0 = h\nu = hc/\lambda = \Delta E$$

Buada  $h$  – Plank sabitidir,  $C$  – işıq sürətidir.

İşıq enerjisi elektronları yaxın həyəcanlanmış energetik səviyyələrə keçirmə qabiliyyətinə malikdir. Ona görə də, atom buxarlarının işıqla şüalandırılması zamanı çox az miqdar udma xətləri meydana çıxır. Bu rezonans xətlə-

rindən atom-absorbsiya spektroskoplarda analitik xətlər kimi istifadə olunur.

Sərbəst atomların müəyyən dalğa uzunluğunda işıq enerjisini  $\Delta E$  udma qabiliyyəti metodun əsasını təşkil edir və metodun yüksək seçiciliyi bununla əlaqədardır.

Götürülən nümunənin AAS – üsulu ilə analizini həyata keçirmək üçün nümunəni atom buxarı halına gətirmək lazımdır, bu zaman müəyyən miqdar istilik enerjisi sərf olunur və atomun müəyyən hissəsi həyəcanlanmış hala keçə bilər.

Nümunənin atom buxarı temperaturuna qədər tarazlıq halında atomların həyəcanlanma dərəcəsinə görə paylanması Boltsman qanunu ilə müəyyən olunur.

$$N_j = N_0 \cdot \frac{P_j}{P_0} e^{-\frac{E_j}{kT}}$$

burada  $N_0$  və  $N_j$  – həyəcanlanmamış və həyəcanlanmış  $E_j$  – j eneretik səviyyənin həyəcanlanma enerjisi;  $P_j$  və  $P_0$  – həyəcanlanmış və həyəcanlanmamış atomların statistik çəkiləridir.

A.Uolşun hesablamalarına görə  $T=2000^\circ\text{K}$  sinkin həyəcanlanmış atomlarının sayı  $7,3 \cdot 10^{-15}\%$ -ə bərabərdir,  $T=5000^\circ\text{K}$  isə  $4,3 \cdot 10^{-6}\%$ -ə qədər artır. Hətta ən asan həyəcanlanan Na atomunun  $2000-5000^\circ\text{K}$  temperaturunda həyəcanlanmış atomlarının sayı çox az olduğuna görə onlar işıq enerjisini udmaq qabiliyyətinə malik deyildirlər. Onların ümumi miqdarı çox az olduğuna görə nəzərə alınmır. Bu hal AA üsulunun yüksək həssaslığa malik olduğunu sübut edən amillərdən biridir.

Absorbsiya prosesi zamanı elektron foton həyəcanlanması, yəni  $E-E_0=h\nu$  şərtinə cavab verən müəyyən tezlikli işığın şüalanması nəticəsində, əsas energetik səviyyədən daha yüksək səviyyəyə keçir. Bu zaman verilmiş tezlikli həyəcanlandıran işığın intensivliyi azalır.

Molekulyar absorbsiya spektroskopiyada olduğu kimi AAS – da Buger-Lambert-Ber qanunu qüvvədədir.

$$A = \lg (J_0 / J) = Rbc \quad (I)$$

burada  $A$  – optiki sıxlıq,  $J_0$  – şüalanmanın başlanğıc intensivliyi,  $J$  – keçən işığın intensivliyi,  $R$  – udma koefisenti,  $b$  – udma qatının qalınlığı,  $c$  – təyin olunan elementin qatılığıdır.

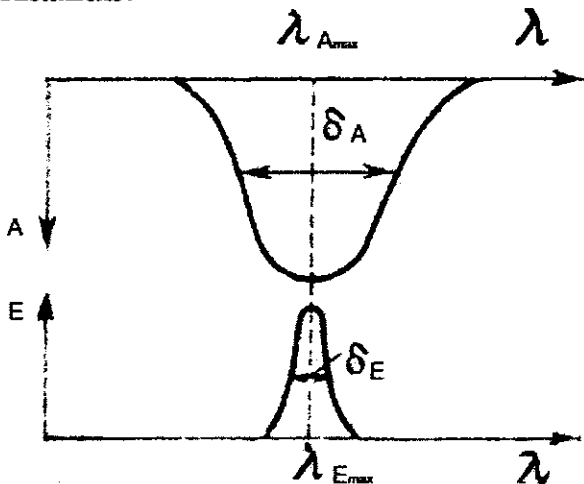
(I) ifadəsindən görünür ki, işıqudma ilə qatılıq arasında asılılıq xəttidir, atomlaşdırıcının temperaturu isə işıqudmaya təsir etmir. Udma koefisenti  $R$  verilmiş keçidin ehtimalına proporsionaldır. Adətən,  $R$  – in daha yüksək qiyməti elektronun əsas vəziyyətdən ona ən yaxın olan səviyyəyə keçidinə uyğun gəlir (rezonanas xətt adlanan). Natrium üçün bu  $3s \rightarrow 3p$  (589 nm) keçididir, növbəti keçid  $3s \rightarrow 3p$  (330 nm) – bu keçid isə artıq 100 dəfə az ehtimallıdır, ona görə də natriumun 330 nm-də minimum təyinetmə həddi 589 nm-dən 100 dəfə çoxdur. Əgər qatılıq  $C$  q/atom/l ifadə olunarsa, onda bütün elementər üçün molyar udma kəmiyyəti (koefisenti)  $R = 10^7 - 10^9$  olar. Molyar udma kəmiyyətinin qiyməti göstərir ki, AAS – üsulunun həssaslığı daha yüksəkdir. Nümunənin atomlaşması üçün lazım olan temperatur 2000-3000°C olmalıdır. Bu temperatur arasında atomların 90%-i həyəcanlanmamış vəziyyətdədir və onları əhatə



edən atom və molekullar onu dəyişə bilmirlər, deməli atomun udma miqdarına da təsir edə bilmirlər.

Bu fakt udma xəttlərinin az miqdarı ilə yanaşı atom-absorbsiya üsulunun daha yüksək seçiciliyə malik olduğunu göstərir.

Atomun udma səviyyəsini ölçmək üçün Uolş tərəfindən qanunlaşdırılmış iki şərtin yerinə yetirilməsinə nail olunmalıdır.



Şəkil 1. Uolş şəraiti

I – şərt:  $\lambda_{Emax} = \lambda_{Amax}$ , yəni atom buxarının maksimal udmasına uyğun olan dalğa uzunluğu  $\lambda_{Amax}$  şüalanma mənbəyinin maksimal intensivliyinin dalğa uzunluğuna  $\lambda_{Emax}$  bərabər olmalıdır.

II – şərt:  $\Delta A \geq 2\Delta E$ , yəni atom buxarının udma yarım xətti  $\Delta A$  mənbənin işıq buraxma xəttinin yarım enindən  $\Delta E$  heç olmasa iki dəfə çox olmalıdır. Əgər birinci şərt yerinə

yetirilmirsə, atom-absorbsiya baş vermir, ikinci şərt yerinə yetirilmirsə, onda atomlar şüalanmanın çox az hissəsini udurlar. Bu atom-absorbsiyon təyininin pisləşməsinə gətirib çıxarır. Atomun udma xəttinin yarımını 0,01 nm-dən azdır, ona görə də uyğun olan buraxma zolağının eni 0,005 nm-dən az olmalıdır.

İşığın məlum olan monoxromatlaşdırma üsulları bu qədər dar zolaqlılığı təmin edə bilmirlər. Ona görə atom-absorbsiyon analizdə "lentə oxşar", yəni spektrin dar zolağını buraxan mənbələrdən istifadə etmək lazım gəlir. Belə mənbələrə qazboşaldıcı (yəni yarım katod) və yüksək tezlikli elektrodsuz lampaları göstərmək olar.

## 1.2 Atom-emission spektroskopiya

Atom-emission spektroskopiya üsulu sərbəst atomların termiki həyəcanlanmasına (alov, elektrik qövsü, elektrik qılgıncı, induktiv əlaqələnmiş plazma) və həyəcanlanmış atomların  $v$  tezliyi ilə şüa buraxaraq ( $E - E_0 = h\nu$  ifadəsinə əsasən) öz əsas vəziyyətinə qayıtmasına əsaslanır.

Elektronun  $m$  vəziyyətindən əsas vəziyyətə keçidi zamanı buraxılan işığın intensivliyi  $I$  aşağıdakı düsturla ifadə olunur.

$$J_m = BN_0 \exp(-E_m/RT)$$

Burada,  $B$  – sabit kəmiyyətdir,  $N_0$  – həyəcanlanmamış atomların sayı,  $E_m$  – həyəcanlanmış səviyyənin enerjisi,  $R$  – Boltsman sabiti,  $T$  – mütləq temperaturdur.

Temperaturun yüksəlməsi şüalanmanın intensivliyinin eksponensial artmasına gətirib çıxarır. Bu üsulun analitik məqsədlər üçün istifadəsi mənbəyin temperaturunu nisbətən sabit saxlamağı tələb edir, bunu isə təcrübədə reallaşdırmaq çətindir. Ona görə də, atom-emission spektroskopiya üsulları (alovlu fotometriya, emission spektral analiz) nisbi standart əyilmənin 5%-dən az olmayan nəticələrini çox nadir hallarda verir.

Analitik siqnal, atomların ümumi qatılığına nisbətən az olan həyəcanlanmış atomların qatılığından asılıdır. Bundan başqa həyəcanlanmış atomların enerjisinin bir hissəsi ətraf mühit hissəcikləri ilə toqquşma nəticəsində istiliyin ayrılması ilə gedən proseslərdə itir. Bu hal buraxma intensivliyinin qatılıqdan xətti asılılığın pozulmasına gətirib çıxarır.

Emission spektrlər çoxxətliidlər, bu ayrı-ayrı atomların xətlərinin üst-üstə düşməsi qorxusunu yaradır.

### 1.3 Atom-flüoresent spektroskopiya

Atom flüoresent üsulu elektronların foton həyəcanlanmasına əsaslanır. Flüoresensiya  $F$ , yəni həyəcanlanmış elektronların əsas vəziyyətinə qayıtması ilə gedən şüalanmadır. Flüoresent şüalanmanın intensivliyi uyğun olan elementin qatılığına proporsionaldır.

$$J_F = J_{mənba} RC \quad (I)$$

Burada  $J_{mənba}$  – müəyyən dalğa uzunluğunda şüalanma mənbəyinin intensivliyi,  $R$  – verilmiş elementə və verilmiş

keçidə xarakterik proporsional sabitdir. (I) ifadəsi göstərir ki, atom-flüoressent üsulunun həssaslığı həyəcanlandıran şüalanmanın intensivliyindən asılıdır. Əgər həyəcanlandıran işıq mənbələri zəif olarsa, onda AFS – üsulunun həssaslığı başqa üsulların həssaslığından az olar.

Elektron keçidləri sxemindən aydın olur ki, həyəcanlanmış atomların ətrafındakı hissəciklərlə toqquşması nəticəsində şüalanmasız keçidlər yaranır, bu da lazımı siqnalların azalmasına gətirib çıxarır.

#### **1.4 Atom-absorbsiya üsulunda işlədilən ümumi terminlər**

Hal-hazırda atom-absorbsiya üsulunda işlədilən ümumi terminlər bir sıra beynəlxalq elmi təşkilatlar tərəfindən razılaşdırılmış terminlərdir. Burada göstərilən terminlər 1969-cu ildə Şeffildə atom-absorbsiya spektroskopiyaya həsr olunmuş analitik-kimya cəmiyyətinin beynəlxalq konfransında qəbul olunmuşdur.

**Atom-absorbsiya spektroskopiyası** – elementlərin təyininin analitik metodudur, sərbəst atomların işıq udmasına və şüalandırmasına əsaslanır.

**Rezonans xətlər** – atomun həyəcanlı haldan əsas (normal) hala keçdiyi zaman əmələ gələn xətlər.

**Atom buxarı** – təyin edilən elementin və onun birləşməsinin atom buxarı halına keçməsi prosesi.

*Atomlaşma* – analiz edilən elementin və onun birləşməsinin atom buxarı halına keçməsi prosesi.

*İşıq mənbəyi* – xarakterli udulan şüanı almaq üçün cihaz. Bu cihaz lampadan və qidalanma mənbəyindən ibarətdir.

*Yarımörtülü katod lampaları* – udulan şüanı almaq üçün lampa.

*Elektrodsuz qazboşaldıcı lampa* – elektrodsuz lampaların içərisində üzərindən yüksək tezlikli cərəyan keçən dolaqların (çarx) köməyi ilə güclü elektromaqnit sahəsi yaranır. Bu sahə də içərisində 10 mq təyin edilən elementin uçucu birləşməsi olan kvars ampula yerləşdirilir.

*Atomlaşdırıcı* – təyin edilən elementi atom buxarına çevirən sistem (alov və odluqlar).

*Üfürmə* – analiz edilən məhlulların aerozola çevrilməsi prosesi.

*Üfürücü* – məhlulu üfürən sistem.

*Üfürmənin effektivliyi* – atomlaşdırıcıya çatan nümunənin (məhlul) miqdarının üfürücüyə daxil olan nisbəti.

*Oksidləşdirici* – yanacağı alovda oksidləşdirmək üçün istifadə olunan adi qaz.

*Yanıcı qaz* – alovda yanan zaman təyin edilən elementin atomlaşmasını təmin edən yanıcı qazlar.

*Qaz-daşıyıcı* – analiz edilən maddənin aerozollarını atomlaşdırıcıya aparan qaz.

*Üfürmə kamerası* – atomizatora daxil olmamışdan qabaq maddəni aerozola çevirən sistem.

**İmpaktor** – iri damlları aerosola çevirən üfürmə kamerasında daxil olan məhlulun qarşısına qoyulmuş quraşdırıcı.

**Əlavə qarışdırma sistemi** – yanıcı qaz və oksidləşdirici aerosol əlavə daxil olmaşından əvvəl üfürmə kamerasında qarışdırılır. Belə sistemlə alınan alovlar laminar alov adlanır.

**Minimum görmə (təyinetmə) həddi** – verilmiş statistik etibarlıqla təyin oluna bilən elementin minimal qatılığına deyilir.

**Xarakteristik qatılıq** – elementin məhlulda  $A=0,0044$  udma əmsalına uyğun olan qatılığıdır.

**Matrisa** – təyin edilən elementə kənar komponentlərin birgə maneçilikəri.

## **1.5 Atom-absorbsiya üsulunun başqa analitik üsullarla müqaisəsi**

Atom-absorbsiya spektroskopiya üsulunu başqa spektroskopiya üsulları ilə müqaisə etdikdə, əsas beş faktora diqqət yetirmək lazımdır. Bunlara – üsulun tətbiq sahəsinin geniş dairəsi, nümunənin analizə hazırlanmasının sadəliyi, həssaslığı, seçiciliyi və minimum təyin etmə həddi.

AAS – üsulunda analiz edilən nümunələr maye halında şəffaf olmalıdır. Digər fiziki üsullarda isə nümunələr bərk halda da ola bilər.

Bütün fiziki üsullarda dərəcəli əyri qurmaq xüsusi uyğun standartlar tələb olunur. AAS – üsulunda isə

tərkibində başqa komponentlər olan standartlardan istifadə etmək olar. AAS – üsulunda çox az nümunə sərfi ilə eyni bir nümunədə bir neçə elementi birbaşa təyin etmək mümkündür. Bu metod kriminalistikada və ilan zəhərində çox az miqdar nümunədə elementlərin təyini üçün çox yararlıdır. AAS – üsulunda xəta başqa üsullarla müqaisədə çox az olur (0,1 – 1,0%). Bu üsulda bütün proseslər avtomatlaşdırılmışdır. AAS – üsulunun ən mühim üstünlüklərindən biri də yüksək həssaslıqla, seçiciliklə, az vaxt sərf etməklə eyni bir məhlulda bir neçə elementi təyin etməkdir.

## II FƏSİL.

### UDMA MÜHİTİ, ONUN XASSƏLƏRİ VƏ ALINMASI

#### 2.1 Alov. Alovların xarakteristikaları. Alovun quruluşu

Atomlaşdırıcı, nümunəni atom buxarı halına çevirən qurğudur. Müxtəlif atomlaşma üsulları mövcuddur: qızdırma, yüksək sürətli hissəciklərlə bombardman, güclü elektromaqnit şüası ilə təsir və s. Atom-absorbsiya üsulunda atomlaşma nümunəni 2000–3000°C-dək qızdırdıqda baş verir.

AAS üsulunda atomlaşdırıcı kimi alovdan istifadə edirlər. Alovda sərbəst atomların əmələ gəlməsində təkcə alovun temperaturu rol oynamır, eyni zamanda alovda əmələ gələn radikallar da atomlaşma prosesində iştirak edirlər.

Alov: Tərkibində temperatur balansını saxlayan, kimyəvi reaksiyalar gedən aşağı temperaturlu plazmadır. AAS üsulunda əsasən yanıcı qazların oksidləşdiricilərlə qarışığından istifadə olunur. Yanıcı qaz kimi propan, propan-butan qarışığı, asetilen və hidrogendən, oksidləşdirici kimi hava və azot I oksiddən istifadə edilir. Hal-hazırda oksidləşdirici kimi təmiz oksigendən çox nadir hallarda istifadə edirlər. Yanıcı qazların oksigenlə



qarışıqı yüksək yanma sürətinə malik olur, ona görə də belə alovlara nəzarət etmək çox çətinidir. Alovların aşağıdakı şərtləri ödəməsi vacibdir:

1. Alov yüksək şəffaflığa malik olmalıdır.
2. Alovun özünün şüalanması zəif olmalıdır; çünki modulyator bu şüalanmanın müəyyən dərəcədə qarşısını alır.
3. Alovda atomlaşmanın effektivliyi kifayət qədər çox olmalıdır. Buna adətən alovun temperaturunu artıran və atomlaşma dərəcəsini yüksəldən yanma məhsullarının karbohidrogen radikalları səbəb olur.
4. İonlaşma dərəcəsi aşağı olmalıdır. Sax tənliyinə əsasən temperatur yüksəldikcə ionlaşma artır.



$$\lg K = \frac{-5050 E_i}{T} + \frac{5}{2} \lg T - 6,50 + \lg \frac{g_{m^+} g_{e^-}}{g_m}$$

burada K – reaksiyanın tarazlıq sabitidir,  $E_i$  – ionlaşma enerjisi, T – mütləq temperatur,  $g_{m^+}$ ,  $g_{e^-}$ ,  $g_m$  – ion, elektron və atomların statistik çəkisidir.

Bu dörd tələb tez-tez bir-birinə zidd olur. Yüksək temperaturlu alovlar nümunənin yüksək atomlaşma dərəcəsini təmin edir, lakin özünün güclü emissiyası olduğundan təyin olunan elementin atomlarının müəyyən hissəsinin ionlaşmasına səbəb olur.

### Alovların xarakteristikaları.

*Propan – hava alovu:* AAS üsulunda ən aşağı temperaturlu alov ~~propan – hava~~ alovudur, onun

maksimal temperaturu  $\approx 1920^{\circ}\text{C}$ -dir. Alov 220 nm sahəsində yüksək ötürücülüyə və zəif emissiyaya malikdir. Bu alov az davamlıdır, ətraf mühitin havası ilə asan qarışa bilir. Çoxyarıqlı odluqlardan istifadə edərkən bu qaz qarışığının alovu stabil və davamlı olur. Oksidləşdirici alov stabildir, onda yalnız qələvi metallar, mis, qızıl, gümüş, sink, kadmium, maqnezium və dəmir yaxşı atomlaşır.

Bu alovda yalnız sezium nəzərə çarpacaq dərəcədə ionlaşır. Belə aşağı temperaturlu alovlarda güclü maneəçilik olur. Təmiz propan olmadıqda, bəzi hallarda propan – butan qarışığından istifadə edilir. Belə qaz qarışığından istifadə edən zamanı əvvəlcə propan çıxır (onun buxarları daha yüksək təzyiqə malikdir), sonra isə butan yanmağa başlayır. Ona görə də belə alovların xarakteristikaları tez-tez dəyişir.

*Asetilen – hava alovu:* Asetilen – hava alovu AAS üsulunda ən geniş istifadə olunan alovdur. Bu alovun maksimal temperaturu  $2300 - 2400^{\circ}\text{C}$  arasındadır. Alovlar içərisində ən stabil alovdur. Asetilen – hava alovunda demək olar ki, əksər elementləri – qələvi, qələvi-torpaq, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Zn, Ga, Mo, Pd, Ag, Cd, In, Pb, Bi, Hg, Au, Pt və s. metalları təyin etmək olar. Bu alov elementlərin yüksək effektivliklə atomlaşmasını təmin edir. Asetilen – hava alovunda yalnız qələvi metallar ionlaşırlar. Litiumun ionlaşma dərəcəsi 1%, natriumun  $\approx 4\%$ , kaliumun  $\approx 30\%$ , ribidiumun  $\approx 41\%$  və seziumunki isə  $\approx 65\%$ -dir.

*Asetilen – azot 1-oksidi alovu:* 1966-cı ildə Villison və Amos tərəfindən asetilen – azot 1-oksidi alovu təklif edildi. Bu alov kəşf edildikdən sonra demək olar ki, bütün elementləri atom-absorbsiya spektroskopiyaya üsulu ilə təyin etmək mümkün oldu. Müəyyən edilmişdir ki, ionlaşma potensialı 6,5 eV keçməyən bütün elementlərin birləşmələri asetilen – azot 1-oksidi alovunda təmənilə atomlaşır. Bu alov özünün yüksək atomlaşma xüsusiyyətilə başqa alovlardan fərqlənir. Analitik məqsəd üçün yalnız reduksiyaedici asetilen – azot 1-oksidi alovundan istifadə edilir. Bir çox elementlər yalnız daxili konusun qırmızı rəngə boyanmış zonasında (bu rəng sian radikallarının 650 nm-də emissiyasından alınır) atomlaşırlar. Asetilen – azot 1-oksidi tipik yüksək temperaturlu alovdur (maksimal temperatur  $\approx 2950^{\circ}\text{C}$ ); onun temperaturu və atomlaşdırma qabiliyyəti alovun stexiometriyasından və işçi hündürlüyündən asılıdır. Asetilen – azot 1-oksidi alovu 190 – 850 nm arasında yüksək şüalanmaya malikdir. Bu alovun çatışmazlığı onun özünün güclü emissiyasıdır və ionlaşma potensialı 5 eV-dan az olan elementlərin yüksək ionlaşma dərəcəsidir.

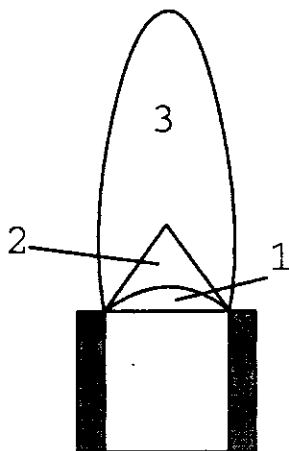
Asetilen – hava və asetilen – azot 1-oksidi alovlarının imkanları bir-birini tamamlayır. Bu alovların köməyi ilə 70-ə yaxın elementi AAS üsulu ilə təyin etmək olar.

*Propan – azot 1-oksidi alovu:* Bu alov hal-hazırda AAS üsulu üçün vacib olan alovlardan sayılmır, lakin bu alovun da bir sıra lazımi xüsusiyyətləri vardır. Asetilen – hava alovunda təyin edilən elementlərin birləşmələri bu

alovda yaxşı atomlaşır. Propan – azot 1-oksidi alovu 200 nm-də yüksək şəffaflığa malik olmasına baxmayaraq, özünün güclü şüalanması vardır. Təcrübələr göstərir ki, qələvi-torpaq metallarının təyində bu alov daha yaxşı nəticələr verir.

### Alovun quruluşu.

Atom-absorbsiya spektroskopiyada istifadə olunan alovların hamısı laminar alovlardır. Laminar alovunda turbulent alovundan fərqli olaraq, yanıcı qazla oksidləşdirici paralel qarışdırılır.



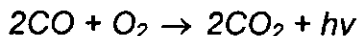
Şəkil 2. Laminar alovun zonaları.

Laminar alov üç zonadan ibarətdir (şəkil 2): daxili zona, bu zona 1-ci reaksiya zonası adlanır. Bu zona üçün yanacağın pirolizinin radikal reaksiyaları xarakterikdir, zonanın eni 1 mm-dən böyük olmur, temperaturu isə  $1000^{\circ}\text{C}$ -dən aşağı olur. Birinci reaksiya zonasında termiki

tarazlıq alınmır. Bu zonada təyin olunan elementlərin atomlaşması demək olar ki, getmir, ona görə də bu zonadan atom-absorbsiya üsulunda istifadə edilmir.

Orta zona – ikinci daxili konus zonası adlanır. Bu zonada həmişə yanacağı artığı olur, ona görə də burada reduksiyaedici mənfi yüklənmiş radikallar və molekullar ( $C_2^*$ ,  $CN^*$ ,  $CO$ ,  $CH^*$ ,  $H_2^*$ ,  $NH^*$ ) üstünlük təşkil edirlər. Bu zonanın alovunun sarı-yaşıl rəngə boyanması sərbəst  $C_2^*$  radikalların 516,5 nm-də şüalanması ilə əlaqədardır.

Laminar alovun xarici zonası (3) ikinci reaksiya zonası adlanır. Burada oksidləşmə reaksiyaları axıra kimi, yəni karbohidrogenin tam yanmasına ( $CO_2$  və  $H_2O$ ) qədər gedir. Bu zonada oksidləşdirici təsirli radikallar üstünlük təşkil edir ( $H_2O^*$ ,  $CO^*$ ,  $O^*$ ,  $OH^*$ ,  $NO^*$ ,  $HCO^*$ ). Bu zonanın bənövşəyi-göy rəngi hemilüminisent reaksiyalar ilə əlaqədardır.



Bu zonaya ətraf havanın oksigenin diffuziyası burada olan məhsulların təmamilə oksidləşməsinə səbəb olur. İkinci zona ən stabildir, baxmayaraq ki, hissəciklərin alovda olma müddəti  $10^{-3}$  saniyədən azdır. Buna baxmayaraq (II) və (III) zonada tarazlıq prosesi gedir. Bu zonaların mərkəzi hissəsində temperatur, götürülmüş qaz qarışığının maksimal temperaturuna yaxındır.

Nümunələrin alovda atomlaşması aşağıdakı iki mexanizmdən biri ilə gedir: yüksək temperaturun təsiri ilə termiki və ya sərbəst radikalların təsiri ilə radikal mexanizmi. Bu mexanizmlərin hər-hansı birinin üstünlüyü elementlərin və onların birləşmələrinin təbiəti

ilə əlaqədardır. Bu proses zamanı alınan atomlar dərhal onları əhatə edən radikalla və birləşmələrlə reaksiyaya daxil olurlar. Əgər təyin olunan element temperatura davamlı oksidlər, hidrokksidlər və karbidlər əmələ gətirirsə atomlaşma dərəcəsi kəskin aşağı düşür, buna uyğun olaraq, atom-absorbsiya siqnalı da azalır. Analiz zamanı belə reaksiyalar arzuolunmazdır. Belə olan halda istiliyə davamlı oksidlər, hidrokksidlər əmələ gətirən elementləri (alüminium və molibden) alovun daxili reduksiyaedici zonasında təyin etmək lazımdır. Karbid əmələ gətirən elementlər (silisium, volfram, vanadium) həmişə istiliyə davamlı oksidlər əmələ gətirilər. Belə elementlərin birləşmələri daxili konusun yuxarı hissəsində yaxşı atomlaşırlar. Alovun bu hissəsində oksid əmələ gəlməyə mane olan, reduksiyaedici təsir göstərən maddələr olur. Bu zonada karbid əmələgəlmə demək olar ki, baş vermir.

İstiyə davamlı birləşmə əmələ gətirməyən (mis, sink, manqan, gümüş, qızıl, qələvi metallar) elementləri stabilliyi yaxşı olan ikinci reaksiya zonasında təyin etmək məqsədəuyğundur.

## **2.2 Alovda aerosolun alınması və damcılarının buxarlanması**

Müasir spekrofotometrik cihazların əksəriyyətində aerosol almaq üçün pnevmatik püskürücülərdən istifadə edilir. Bu prosesin əsas qanunauyğunluqları yapon tədqiqatçıları Nukiyama və Tanasova tərəfindən çoxdan öyrənilmişdir. Müəyyən edilmişdir ki, aerosol hissəcik-

lərinin ölçülərinə görə paylanması üfürücünün konstruksiyasından və həndəsi parametrlərindən az asılıdır. Aerosol hissəciklərinin ölçüləri əsasən üfürücünün ucundan çıxan hava axınının sürətindən, sərf olunan maye və qazın nisbətindən asılıdır. Damcıların orta ölçülərini aşağıdakı empirik formulla hesablamaq olar:

$$d_{orta} = a/i + v (Q_m/O_q)^{1.5}$$

burada  $i$  – mayeyə nisbətən qazın sürəti;  $a$  və  $v$  püskürülən mayenin özlülüyündən, sıxlığından və səthi gərilməsindən asılı olan kəmiyyətlərdir.

Püskürücünün ucundan çıxan mayenin sürəti, çıxan qazın sürətindən xeyli azdır. Püskürülən havanın təzyiqinin aşağı düşməsi ilə damcıların orta ölçüləri də azalır. Tənlikdən görünür və təcrübi yolla (Britski M.E) göstərilmişdir ki, təzyiqin bir neçə həddi var (300kPa ətrafında) hansı ki, bu həddən yuxarı təzyiqin artırılması lazımı effekt vermir. Dəqiq nəticə verən üsullardan biri kaskad impaktorların tətbiqidir. Kaskad impaktorlar eyni tipli konstruksiyaya malik kameralardan ibarətdir. Kaskad impaktorlardan buraxılmış aerosol axınının hissəcikləri növbə ilə çökür. İmpaktorun konstruksiyası elə hesablanıb ki, hər mərhələdə çökən aerosol hissəciklərinin ölçüləri hər sonrakı mərhələdə çökənlərdən az olur. Müəyyən edilmişdir ki, analizin həssaslığının artırılmasının əsas səbəblərindən biri alova verilən aerosolun dispersliyinin artırılmasıdır. Bəzi hallarda suyun üzvi həlledicilərlə əvəz olunması zamanı analzin həssaslığının

artması aerosolun dispersliyinin artması ilə əlaqədardır. Məhlulda su olduqda aerosolun hissəciklərinin 35%-i alova daxil olduğu halda, məhlulda metilizobutylketon olduqda aerosol hissəciklərinin 65%-i alova daxil olur. İri damcıların kondensləşmə kamerasında çökməsi azalır. Kondensasiya kamerasından keçən aerosolun disperslik tərkibinin dəyişmə xarakteri göstərir ki, məhlulda su olduqda diametri 40 mkm olan damlaların – aerosollarının 30%-i kameraya daxil olur, cəmi 6%-i kameradan keçir. Aerosolun dispersliyinin artırılması zamanı həssaslığın yüksəlməsinin əsas səbəbi aerosol damlalarının alovda buxarlanma mexanizmidir. Bu proses Sreznevski qanununa tabedir.

$$d_t^2 = d_0^2 - kt \quad (1)$$

Burada  $d_0$  və  $d_t$  – damlaların ilkin diametridir;  $t$  – temperatur;  $k$  – buxarlanma sürətini xarakterizə edən sabitdir. Damlaların buxarlanma vaxtı  $d_t = 0$  şəraiti ilə müəyyən olunur.

$$t = d_0^2/R \quad (2)$$

Damlaların tam buxar halına keçmə vaxtı onun diametrinin kvadratı ilə əlaqədardır.

Damlaların buxarlanma prosesini iki mərhələyə ayırmaq olar: 1) Maye fazanın buxarlanması və kristallaşma suyunun çıxarılması; 2) bərk qalığın buxarlanması (ərintinin damcıları). Hesablamalar göstərir ki, başlanğıcda diametri 10 mkm olan damlalar  $10^{-4}$  san ərzində buxarlanır. Damlaların buxarlanmasından sonra



hissəciklərin həcmi damlaların ilk həcminə nisbətən iki dəfə kiçik olmalıdır. Bərk hissəciklərin sonrakı buxarlanma prosesi onların tərkibindən asılıdır. Bununla əlaqədar iki halı qeyd etmək olar: əgər alovda əmələ gələn birləşmələrin ərimə temperaturları alovun temperaturundan aşağı olarsa, bu birləşmələr tam qaz halına keçə bilirlər. Alova daxil olan hissəciklərin ərimə temperaturları alovun temperaturundan yüksək olarsa, onda hissəciklərin buxarlanması zəif gedir.

### **2.3. Alovda dissosiasiya və ionlaşma prosesləri**

Qaz formasında kimyəvi proseslərin nəzəri əsasları kimyanın termodinamika bölməsində geniş verilmişdir. Nəzəriyyəyə görə yüksək temperaturlu alovlarda çoxatomlu molekullar davamsız olurlar. Alovda əmələ gələn qaz qarışığı əsasən ikiatomlu molekullardan, sərbəst atomlardan və ionlardan ibarət olur. Alova daxil olan təyin edilən elementlərin birləşmələrinin parsial təzyiqi az olur. Alovda olan qaz qarışığı əsasən yanma reaksiyası zamanı əmələ gələn birləşmələrdən və suyun dissosiasiya məhsullarından ibarət olur. Atom-absorbsiya üsulunda tez-tez istifadə olunan qaz qarışığının alovunun əsas tərkibi cədvəldə verilmişdir.

*Alovun temperaturunun və tərkibinin yanıcı qaz və oksidləşdiricinin nisbatından asılılığı ( $\alpha$  – parametr).  
Asetilen – hava alovu*

$\alpha$	$T, K$	O	NO	OH	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	H	H <sub>2</sub>
0.60	2421	$7.2 \cdot 10^{-5}$	0.00030	0.00142	0.0529	0.0969	0.00389	0.0518
0.55	2374	$2.9 \cdot 10^{-5}$	0.00014	0.00082	0.0410	0.0855	0.00368	0.0691
0.50	2317	$9.5 \cdot 10^{-6}$	–	0.00041	0.0298	0.0701	0.00319	0.0911
0.45	2250	$2.4 \cdot 10^{-6}$	–	0.00017	0.0192	0.0502	0.00256	0.118
0.40	2170	$3.4 \cdot 10^{-7}$	–	–	0.0089	0.0254	0.00184	0.151
0.35	2076	$2.4 \cdot 10^{-11}$	–	–	–	–	0.00114	0.184
0.30	2117	$2.3 \cdot 10^{-11}$	–	–	–	–	0.00155	0.201
0.25	2180	$4.0 \cdot 10^{-11}$	–	–	–	–	0.00237	0.226
0.20	2253	$7.4 \cdot 10^{-11}$	–	–	–	–	0.00384	0.260

$\alpha$	$T, K$	N <sub>2</sub>	CO	HCN	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	CN	C <sub>bark</sub>
0.60	2421	$7.2 \cdot 10^{-5}$	0.171	–	–	–	–
0.55	2374	$2.9 \cdot 10^{-5}$	0.196	–	–	–	–
0.50	2317	$9.5 \cdot 10^{-6}$	0.222	–	–	–	–
0.45	2250	$2.4 \cdot 10^{-6}$	0.249	–	–	–	–
0.40	2170	$3.4 \cdot 10^{-7}$	0.279	–	–	–	–
0.35	2076	$2.4 \cdot 10^{-5}$	0.305	0.0061	0.00013	–	–
0.30	2117	$2.3 \cdot 10^{-5}$	0.297	0.0114	0.00047	–	0.0134
0.25	2180	$4.0 \cdot 10^{-5}$	0.287	0.0145	0.00076	0.00016	0.106
0.20	2253	$7.4 \cdot 10^{-5}$	0.273	0.0188	0.00130	0.00028	0.196

Asetilen – azot 1-oksidi alovu

$\alpha$	$T, K$	O	O <sub>2</sub>	NO	OH	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O
0.60	3199	0.0189	0.00790	0.00890	0.0282	0.0360	0.0642
0.55	3200	0.0142	0.00441	0.00656	0.0232	0.0292	0.0580
0.50	3191	0.0091	0.00191	0.00419	0.0169	0.0215	0.0486
0.45	3165	0.0043	0.00049	0.00203	0.0096	0.0130	0.0340
0.40	3113	0.00078	–	0.00040	0.0023	0.0036	0.0114
0.35	3004	$5.9 \cdot 10^{-8}$	–	–	–	–	–
0.30	2876	$8.3 \cdot 10^{-9}$	–	–	–	–	–
0.25	2862	$7.4 \cdot 10^{-9}$	–	–	–	–	–
0.20	2849	$6.5 \cdot 10^{-9}$	–	–	–	–	–

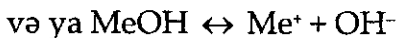
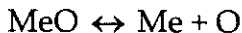
$\alpha$	T, K	H	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	CO	HCN	CN
0.60	3199	0.0681	0.0597	0.455	0.263	–	–
0.55	3200	0.0751	0.0722	0.431	0.286	–	–
0.50	3191	0.0817	0.0896	0.415	0.312	–	–
0.45	3165	0.0860	0.114	0.396	0.340	–	–
0.40	3113	0.0852	0.151	0.374	0.371	–	–
0.35	3004	0.0673	0.187	0.345	0.378	0.0204	0.0091
0.30	2876	0.0457	0.217	0.315	0.367	0.0546	0.0155
0.25	2862	0.0469	0.257	0.298	0.350	0.0567	0.0143
0.20	2849	0.0489	0.257	0.277	0.328	0.0581	0.0128

$\alpha$	T, K	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H	CH <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> N <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> örk
0.60	3199	–	–	–	–	–
0.55	3200	–	–	–	–	–
0.50	3191	–	–	–	–	–
0.45	3165	–	–	–	–	–
0.40	3113	–	–	–	–	–
0.35	3004	0.0014	0.00047	–	–	–
0.30	2876	0.0118	0.00239	0.00017	0.00015	–
0.25	2862	0.0135	0.00242	0.00019	0.00014	0.0809
0.20	2849	0.0154	0.0241	0.00022	0.00012	0.189

*Cədvəldə Lvov tərəfindən qazın tərkibi və asetilen – hava, asetilen – azot 1-oksidi alovlarının tərkibində asetilenin və oksidləşdiricilərin nisbətləri, alovların temperaturu haqqında aparılmış hesablamaların nəticələri verilmişdir. Nəticə alovun temperaturunun və tərkibinin  $\alpha$  parametrindən asılılığı şəklində verilmişdir.  $\alpha$  – yanıcı qaz və oksidləşdiricinin mol nisbətini xarakterizə edir. Stexiometrik proses üçün  $\alpha = 1$ . Beləliklə  $\alpha < 1$  zənginləşdirilmiş qarışığa uyğundur. Asetilen – havanın və asetilen – azot 1-oksidi  $\alpha$  görə hesablamaları 0,20 – 0.60 arasında aparılmışdır.*

Cədvəldən göründüyü kimi, alov yanma məhsulları olan CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CO və suyun dissosiasiya məhsullarından OH, O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, O, H, eləcə də N<sub>2</sub>-dən (hansı

ki, alovda praktiki olaraq dissosiasiya etmir) ibarətdir. Alovda əmələ gələn birləşmələr içərisində temperatura ən davamlı birləşmələr metalların monooksidləri MeO, bəzi hallarda MeOH tipli molekullardır. Təyin edilən elementlərin sərbəst atomlarının qatılığı birləşmənin dissosiasiya prosesinin gedişindən asılıdır.



Onu tarazlıq tənliyindən istifadə etməklə hesablamaq olar. Birinci reaksiya üçün:

$$P_{\text{Me}}P_{\text{O}}/P_{\text{MeO}} = K[T] \quad (3)$$

Burada  $P_{\text{Me}}$ ,  $P_{\text{O}}$ ,  $P_{\text{MeO}}$  – metalların sərbəst atomlarının, oksigenin və monooksidlərin parsial təzyiqləri;  $K[T]$  tarazlıq sabitidir. Oxşar mütənəsibliyi II reaksiya üçün də yazmaq olar. Ümumiyyətlə dissosiasiya prosesini sərbəst atomların parsial təzyiqlərinin ümumi təzyiqlə nisbəti kimi xarakterizə etmək olar.

$$P = P_{\text{Me}} + P_{\text{O}}$$

Onda (3) nəzərə almaqla yazmaq olar :

$$\alpha_{\text{dis}} = 1/[1 + P_{\text{O}}/K(T)] \quad (4)$$

Verilmiş bu nisbətdən (4) görünür ki, dissosiasiya dərəcəsinin artırılmasının iki yolu vardır:

- oksigenin və ya hidrosilin parsial təzyiqinin azaldılması və dissosiasiya sabitinin artırılması.
- İkinci hal temperaturun artırılması ilə artır, yüksək temperaturda isə bütün əmələ gələn molekulların tam parçalanması gedir. Bu proses termiki dissosiasiya adlanır.

Əgər molekulda atomların əlaqə enerjiləri alovun temperaturundan aşağı olarsa, belə birləşmələr tam dissosiasiya edirlər. Əks halda isə dissosiasiya prosesi tam getmir. Təcrübi yolla sübut olunmuşdur ki, hidrogen – hava və asetilen – hava alovlarında monooksidləri az davamlı olan Zn, Cd, Ag, Bi və başqa elementlərin (bu elementlərin dissosiasiya enerjiləri 400 KC/mol-dan yüksək olmur) monooksidləri dissosiasiya edir. Davamlı monooksid əmələ gətirən sirkoniumun, lantanın, volframın, niobiumun və silisiumun (dissosiasiya enerjiləri 580 KC/mol-dan yüksək olan) monooksidləri göstərilən alovlarda praktiki olaraq dissosiasiya etmirlər. Yüksək temperaturlu (3000°C) asetilen – azot 1-oksidi alovunda əksər elementlərin birləşmələri (dissosiasiya enerjisi 750 KC/mol-dan yüksək olanlardan başqa) dissosiasiya edirlər. Temperaturdan əlavə monooksidlərin dissosiasiya dərəcəsini yüksəltmək üçün sərbəst oksigenin və hidrosidlərin parsial təzyiqlərini aşağı salmaq lazımdır. Asetilənlə zənginləşdirilmiş yanıcı qaz qarışığı olan alovun mərkəzi zonasında sərbəst oksigen atomunun parsial təzyiqi aşağı olur və alov reduksiyaedici xarakter daşıyır. Reduksiyaedici alovun xarakterik cəhəti alovun açıq-sarı rəngə boyanmasıdır. Yanıcı qaz qarışığında asetilenin qatılığının artırılması alovun bütün həcmində sərbəst karbonun əmələ gəlməsinə səbəb olur və alovun parlaqlığının artması ilə maneçiliklər də artır. Eyni zamanda qeyri-selektiv udmalar da yüksəlir. Ona görə də asetilenin qatılığının artırılması məqsədəuyğun sayılmır.

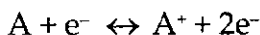
Reduksiyaedici alovlarda, xüsusən də asetilen – azot-1-oksidi alovunda lazımı həssaslıqla davamlı monooksid əmələ gətirən elementləri (Mo, Al, Re, Ti, La və s.) təyin etmək olar. Sərbəst atomların reduksiyaedici alovlarda əmələgəlmə mexanizmi aydındır. Belə ki, sərbəst karbon atomunun iştirakı ilə reduksiyaedici reaksiya belə gedir:



Lakin 3000°C-də qaz halında sərbəst karbon atomlarının miqdarı az olur. Ona görə də reduksiya reaksiyaları qaz fazasında yox ərimiş karbonla qaz şəklində olan oksidlər arasında baş verir. Alovda sərbəst karbonun çox olması karbidlərin əmələ gəlməsinə səbəb ola bilər. Bu hal karbid əmələ gətirən (volfram, tantal, niobium) elementlərin həssaslığının azalmasına səbəb olur.

Yüksək temperaturlu alovlarda xüsusən də asetilen – azot 1-oksidi alovunda atomların ionlaşması mühim rol oynaya bilər. Belə alovlarda qələvi metallar tam, qələvi-torpaq metalların çox hissəsi, bəzi nadir torpaq elementləri və III qrup elementləri ionlaşırlar. Soyuq alovlarda (propan-butan – hava) yalnız ribidium, sezium və kalium ionlaşır.

İonlaşma elementar prosesdir, aşağıdakı sxem üzrə baş verir.



Burada A – neytral atom, A<sup>+</sup> – ion, e<sup>-</sup> – elektrondur. İonların effektiv axınlığı elektronla qarşılıqlı təsir zamanı yüksək olur. İonlaşma dərəcəsini hesablamaq üçün

ionlaşmanın effektiv axın kəmiyyətini bilmək lazımdır. Kvazitarazlıq şəraitində ionlaşmaya adi kimyəvi reaksiya kimi baxmaq olar.



Neytral atomları və ionların sayını göstərməklə tənliyi belə yazmaq olar.

$$N_0 = N_a + N_i$$

Tarazlıq şəraitində dissosiasiya prosesini də ionlaşma üçün belə yazmaq olar:

$$N_i N_{el}/N_a = R_i(T)$$

Qeyd etmək olar ki, əlavə bir metal verildisə  $N_i = N_{el}$  və ionlaşma dərəcəsini  $\alpha_{ion}$  ( $\alpha_{ion} = N_i/N_0$ ) göstərməklə aşağıdakı tənlik alınır.

$$N_0 \alpha_{ion}^2 = K_i(1 - \alpha_{ion})$$

Bu nisbətənin analizi göstərir ki, ionlaşma dərəcəsi plazmada elementin qatılığını artırmaqla yüksəlir. Doğrudan da  $\alpha_{ion}$  kəmiyyəti  $\alpha_{ion} \leq 1$ ,  $N_0 \rightarrow 0$  olduqda tənliyin sol tərəfi  $N_0 \alpha_{ion}^2 \rightarrow 0$ , onda birinci hissədə sıfıra yaxınlaşmağa çalışır, bu  $\alpha_{ion} \rightarrow 1$  olduqda mümkün olur (temperatur sabit olduqda  $K_i = const$ ).

Bu halda ionlaşma konstantının temperaturdan asılılığını hesablamaq üçün statistik fizikanın nəzəri metodundan istifadə etmək olar. İlk dəfə belə hesablamaları İndus fiziki Saxa aparmışdır. Tənlik belədir:

$$\frac{\alpha_{ion}^2 P}{1 - \alpha_{ion}^2} = (2\pi m_e)^{3/2} (kT)^{5/2} \exp(-eU_i/kT)$$

Burada  $U_i$  – ionlaşma potensialı;  $P$  – təzyiqdır.

Əgər əlavə bir yox, iki və ya daha çox asan ionlaşan element daxil edilərsə, bunlardan birinin ionlaşma

dərəcəsi başqasının qatılığından asılı olacaqdır. Bu şərait öz növbəsində sərbəst atomların qatılığını azaldacaq, ola bilsin ki, ionlaşdırıcı maneə meydana çıxsın. Bu isə analizin sistematik xətasının əmələ gəlməsinə səbəb olur. İonlaşdırıcı maneəni alova çox qatı asan ionlaşan element (sezium və ya kalium) daxil etməklə aradan qaldırmaq olar.

## **2.4 Alovda maneçilik və onun aradan qaldırılması**

Tətqiq edilən elementin hər hansı bir nümunədə analizi zamanı, həmin nümunədə müxtəlif kənar komponentlər iştirak edərsə bu nümunədə elementin həssaslığı ilə standart məhluldakı həssaslığı arasında fərq olacaqdır. Bu hal atom-absorbsiya üsulunda maneçilik adlanır. Nümunədə kənar ionların olması təkcə təyin edilən elementin həssaslığına deyil, analizin düzgünlüyünə, təkrarlanmasına və təyin edilən elementin minimum təyin olunma həddinə də təsir göstərir.

Atom-absorbsiya üsulunda maneçilik aşağıda göstərilən proseslər zamanı yarana bilər:

- Nümunənin alova aerosol şəklində verilməsi
- Analiz edilən elementin aerosol hissəciklərindən buraxılması



- Sərbəst atomların alovda əmələ gələn molekul və radikallarla qarşılıqlı təsiri
- İonlaşma
- Spektral xəttlərin üst-üstə düşməsi

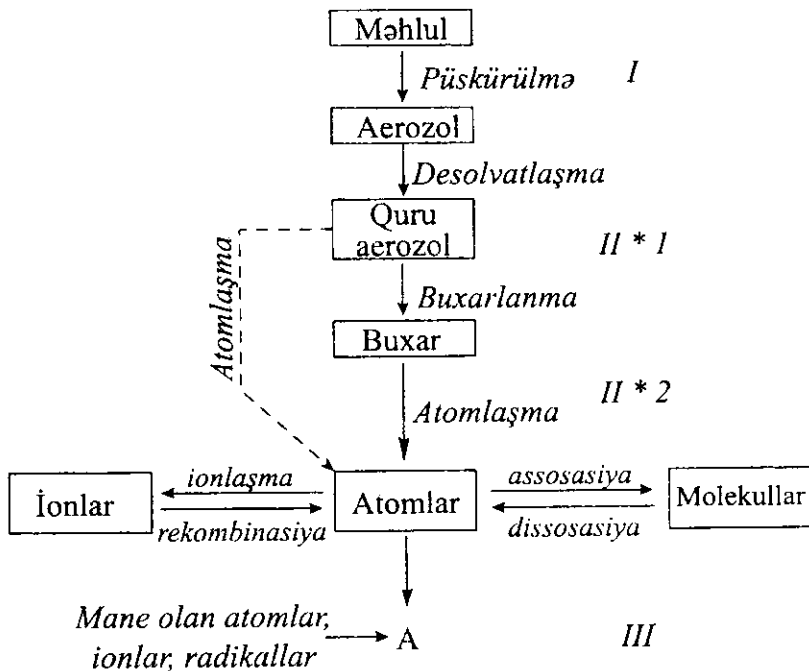
Atomlaşmanın mexanizmi haqqında kifayət qədər biliklərin olmaması maneçiliklərin yüksək klassifikasiyasının yaradılmasında çətinliklər törədir. Maneçiliklərin tətqiqi və onların lazımı dərəcədə aradan qaldırılması empirik formada aparılır. Belə bölgü maneçilik törədən eyni komponentin müxtəlif təsir mexanizmi göstərdiyi zamanı özünü doğrultmur.

### **Aovlu atom-absorbsiya üsulunda analitik siqnalın formalaşmasını təyin edən prosesin sxemi**

Sxemə görə maneçiliklərin klassifikasiyasını bir neçə əsas hissəyə bölmək daha məqsədəuyğundur.

1. Aerezolun alınması və ötürülməsi zamanı baş verən təsirlər;
2. Alovun özünün maneçiliyi;
3. Kondensasiya olunmuş fazada maneçilik;
4. Qaz fazasında maneçilik;
5. Spektral maneçilik;
6. Kimyəvi maneçilik

Qaz fazasındakı təsirlərə ayrıca baxılır, çünki buradakı proseslər tarazlıq xarakterini daşıyır (Sxem 1);



**Sxem 1** Analitik siqnalı (A) formalaşdırın proseslər.

### Aerozolların alınmasında və ötürülməsində yaranan maneçiliklər.

Atom-absorbsiya üsulu ilə təyin edilən elementin həssaslığına pnevmatik püskürücülər vasitəsilə verilən məhlulun miqdarı və alınan aerosolun dispersliyi təsir edir. Ona görə də analiz edilən məhlulla standart

məhlulun fiziki xassələri bir-birinə yaxın olmalıdır, əks halda məhlulların özlülükləri və səthi gərilmələri arasındakı fərq nəzərə alınmalıdır.

Puazeyl qanununa görə ( $F=\pi Pr^4/8\eta L$ ) məhlulun alova daxil olma sürəti məhlulun özlülüyündən, damlaların radiusundan, uzunluğundan və püskürülən qazın təzyiqindən asılıdır. Məhlulun özlülüyü təyin edilən elementin həssaslığına az təsir göstərir. Məhlulun səthigərilməsi nə qədər kiçik olarsa, aerosolun dispersliyi yüksələr, və atomlaşma prosesi tam gedər. Bu zaman kondensləşmiş fazada bəzi maneçiliklər aradan qalxır.

Aerosolun ötürülməsi zamanı yaranan maneçiliklər asan aradan qaldırılır. Analiz edilən nümunədə kənar komponentlər vardırırsa, onların maneçiliklərini aradan qaldırmaq üçün standart məhlula nümunədə olan kənar qarışıqların qatılığına uyğun kənar qarışıqlar əlavə edilir. Bioloji məhlulların analizi zamanı nümunəni o dərəcədə durulaşdırmaq lazımdır ki, onun özlülüyü və səthi gərilməsi standart məhlula əlavə edilən özlü məhlula bərabər olsun. Nümunələrin sayı az olduqda bu problemi əlavə etmə metodu ilə də aradan qaldırmaq olur.

### **Alovda aerosolun qeyri-bərabər paylanması**

Uolşun nəzəri baxışlarına görə atom udma mühitində aerosollar bərabər paylanır. Lakin nəzəri və praktiki cəhətdən sübut olunmuşdur ki, asetilen – azot-1 oksid alovunda aerosollar bərabər paylanmırlar. Makrokomponentlər xüsusuilə duzların və uçucu olmayan turşular olduqda aerosol damlaları təsirsiz olurlar, onların

alova diffuziyası zəifləyir. Nəticədə alovun nazik mərkəzi zonasında aerosolun qatılığı artır. Alüminiumun sulfat turşusunun iştirakı ilə həssaslığının artması bu mexanizm ilə izah olunur. Belə maneçiliyi əlavə etmə metodu ilə və ya nümunə və standart məhlullarda makrokomponentlərin qatılığını bərabərləşdirməklə aradan qaldırmaq olar.

### **Kondensləşmiş fazada maneçiliklər**

Kondensləşmiş fazada olan maneçiliklər atom-absorbsiya analizi üçün çox mühümdür. Aerosol hissəciklərinin odluqdan optiki oxun kəsiyinə qədər getmə vaxtı çox azdır ( $10^{-3}$ s). Mane olan komponentin təyin edilən elementin buxarları ilə kimyəvi əlaqəyə daxil olma və onu fiziki blokadaya alma vaxtı atomlaşma prosesi üçün tam kifayət etmir. Bu cür maneələrin mövcudluğunu iki müxtəlif püskürücü ilə aşkar etmək olar.

Təyin edilən elementin və maneedici komponentin müxtəlif püskürüclərlə verilməsi kondensləşmiş fazada onların qarşılıqlı təsirlərinin qarşısını alır. Belə maneələrin mexanizmi, bir qədər çətin izah olunur. Aşağıda göstərilən iki hal yaxşı öyrənilib:

- Blokada – öz təbiətinə görə fiziki maneçilik olan bu təsir matrisanın artıq miqdarında təyin edilən elementin buxarlanma sürətinin dəyişməsilə əlaqədardır.
- Kimyəvi maneçilik isə təyin edilən elementin atom udma qabiliyyətinin monoton azalmasına səbəb olur.

Alovda təyin edilən elementlə maneəedici komponentin çətin uçucu birləşmə əmələ gətirməsi qələvi torpaq metalları üçün xarakterikdir. Bəzi hallarda təyin edilən elementin oksidləşmə dərəcəsi onun metala qədər reduksiya olunma sürətinə təsir edir. Belə maneələr o vaxt mümkün olur ki, nümunə və standart məhlullar hazırlanarkən təyin edilən elementin valent halına nəzarət etmək mümkün olmur. Belə maneçilik xrom və civənin təyini zamanı baş verə bilər. Civənin atom-absorbsiya üsulu ilə təyini zamanı onun  $Hg^0$ ,  $Hg(I)$ ,  $Hg(II)$  valent halında olması onun həssaslığı arasında fərq yaradır. Eləcə də xromun  $Cr(III)$  və  $Cr(VI)$  valent hallarında olması onun atom-absorbsiya üsulu ilə təyini zamanı həssaslığına təsir göstərir. Manqanın  $Mn(II)$  və  $Mn(VII)$  valent halları reduksiyaedici alovlarda onların həssaslığına az təsir göstərir.

Maneçiliyin aradan qaldırılmasının ən əsas üsulu spektrokimyəvi buferlərdən istifadə etməkdir. Cədvəl 4-də bir sıra azadedici, buxarlandırıcı və qoruyucu əlavələrin siyahısı verilmişdir.

Tipik azadedic, buxarlandırıcı və qoruyucu əlavələrin  
nümunələri

Təyin edilən elementlər	Mənə olan komponentlər	Əlavələr	Əlavənin təsir mexanizmi
Mg, Ca, Sr, Ba	$PO_4^{3-}$ , Al, Si	1 – 2% $LaCl_3$	Xilasətmə
Fe, Mn	Si	0.2% $CaCl_2$ və ya $BaCl_2$	« ---- »
Mo, V	Ca	0.2% $AlCl_3$	« ---- »
Ca	$PO_4^{3-}$	$SO_4^{2-}$	« ---- »
Fe	Çitrat – ion	$H_3PO_4$	« ---- »
Cr, Mo	Ca, Fe	1 – 2% $NH_4Cl$	Buxarlandırıcı
Cr, Mo, W	Çoxlu elementlər	1 – 2% $Na_2SO_4$	« ---- »
Os, Pt, Ru	Nəcib metallar	0.5% $Na_2SO_4$ + 0.5% $CdSO_4$	« ---- »
Ca	$PO_4^{3-}$	2% qliserin	Müdafiə
Mg, Ca, Sr, Ba	$SO_4^{2-}$ , $PO_4^{3-}$ , Si, Al, Ti	0.1 M $HClO_4$ + 10% qliserin	« ---- »
Mg, Al	Si	$HBF_4$	Buxarlandırıcı + xilasedic
Mo	$Ca + PO_4^{3-} + SO_4^{2-}$	2% $NH_4Cl$ + 0.5% $AlCl_3$	« ---- »
Mg, Ca, Sr, Ba	$PO_4^{3-}$ , Si, Al	0.2% $LaCl_3$ + 1% EDTA	Xilasedic + müdafiə
Cr	Çoxlu elementlər	1% $NH_4F$ + 0.2% $Na_2SO_4$	Buxarlandırıcı + müdafiə
Nadir torpaq elementləri	Qarşılıqlı maneə	$NH_4ClO_4$	« ---- »

Oksidləşdirici alovda, alov yüksək temperatura malik olduğuna görə maneələr azalır və bütövlükdə aradan qalxır. Reduksiyaedic asetilen – hava alovunda hətta valent halına nəzarət etmək olmur. Belə maneçilik Xrom və Civənin təyini zamanı baş verə bilər. Civənin atom-absorbsiya üsulu ilə təyini zamanı onun  $Hg^0$ ,  $Hg(I)$ ,  $Hg(II)$  valent halında olması onun həssaslığı arasında fərq yaradır. Eləcə də xromun  $Cr(III)$  və  $Cr(VI)$  valent hal-

larında olması onun atom-absorbsiya üsulu ilə təyini zamanı həssaslığa təsir göstərir.

Aerozolun dispersliyini artırmaqla, temperaturu yüksəltməklə və xüsusi seçilmiş spektrokimyəvi buferlərdən istifadə etməklə kondensləşmiş fazada olan maneçilikləri azaltmaq və tamamilə aradan qaldırmaq olar.

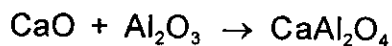
Atom-absorbsiya üsulunda tez-tez tərkibində təyin edilən element olan nümunənin qatı məhlulundan və qatı (0.1 – 0.4 M) mineral turşulardan istifadə edilir. Belə məhlullardan istifadə edərkən, bir sıra fiziki maneçiliklər meydana çıxır. Belə ki, məhlulun özlülüyü, səthi gərilməsi və məhlulun alova daxil olma sürətləri dəyişir. Bu isə təyin edilən elementin həssaslığına mənfi təsir edir. Belə məhlulların 10 – 200 dəfə durulaşdırılması da təyin edilən elementlərin minimum təyinetmə həddinə mənfi təsir göstərir. Mis, kadmium, gümüş, qurğuşun, qalay, qızılın təyini zamanı məhlulda 2 – 3%  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  iştirak edərsə, məhlulda çətin uçucu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  əmələ gəlir. Bu isə təyin edilən elementlərin aerosol hissəciklərindən buxarlanmasını çətinləşdirir. Bu zaman təyin edilən elementlə məhlul arasında heç bir kimyəvi qarşılıqlı təsir baş vermir, bu maneçilik xaraktercə fiziki maneçilikdir.

### **Kimyəvi maneçilik**

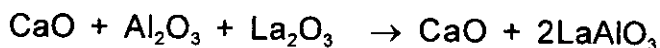
Kimyəvi maneçilik öz xarakterinə görə digər maneçiliklərdən fərqlənir. Belə ki, kimyəvi maneçilik zamanı təyin edilən elementlə maneedici komponent arasında çətin uçucu kimyəvi birləşmələr əmələ gəlir. Bir sıra analiz

üsulları ilə (izomolyar seriya, rentgen quruluş) müəyyən edilmişdir ki, alovda  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{MgZrO}_3$ ,  $\text{AlLaO}_3$ ,  $\text{AlV}_2\text{O}_4$ ,  $\text{CaO}\cdot 2\text{MoO}_3$ ,  $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_6$  kimi çətin uçucu birləşmələr əmələ gələ bilər. Kimyəvi maneçiliklər əsasən Mg, Ca, Sr, Ba, Al, Fe, Co, Ni və s. elementlərin təyini zamanı baş verir. Kimyəvi maneçilikləri Al, Si, Ti, B, Zr, P, V, Mo, W kimi elementlər yaradır. Kimyəvi maneçilikləri aradan qaldırmaq üçün spektrokimyəvi xilasedici buferlərdən istifadə edirlər (Cədvəl 4). Məlumdur ki, qanda kalsiumu təyin edərkən, kalsium asetilen – hava alovunda proteinlə davamlı birləşmə əmələ gətirir, bu maneçiliyin qarşısını almaq üçün məhlula lantan-xlorid əvəzinə etilendiamin sirkə turşusu (EDST) əlavə edirlər. Bu zaman kalsium proteinə nisbətən EDST ilə daha tez davamlı kompleks birləşmə əmələ gətirərək onu proteinin maneçiliyindən xilas edir. Əmələ gələn EDST kalsiumla kompleksi alovda asan dissosiasiya edir. Alüminatların və fosfatların iştirakı ilə asetilen – hava alovunda qələvitorpaq metalları təyin edən zaman çətin uçucu davamlı oksidlərin əmələ gəlməsi qələvi torpaq metalların atom udmaq qabiliyyətini aşağı salır. Belə maneçilikləri aradan qaldırmaq üçün xilasedici reagentlərdən istifadə edilir. Misal: Nümunədə kalsiumun, stronsiumun, bariiumun, təyini zamanı alüminium iştirak edirsə, onun bu elementlərə maneedici təsirini aradan qaldırmaq üçün lantan – xloriddən istifadə edilir. Lantan – kalsium, stronsium və bariuma nisbətən alüminiumla daha tez birləşərək qələvitorpaq metalları alüminiumun maneedici təsirindən azad edir.



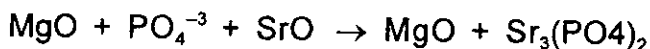


Ca – təyin edilən komponent;  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – maneedici komponent;  
CaAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> – çətin uçucu birləşmə.



Ca – təyin edilən komponent;  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – maneedici komponent;  
La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – xilasedici əlavə.

Nümunədə maqneziumu təyin edərkən, fosfat ionu iştirak edirsə, fosfat ionu (PO<sub>4</sub><sup>-3</sup>) maqneziumla çətin dissosiasiya edən birləşmə əmələ gətirir. Fosfat ionunun maneedici təsirini aradan qaldırmaq üçün məhlulə stronsium duzu əlavə edilir. Stronsium maqneziuma nisbətən fosfat ionu ilə daha tez birləşərək maqneziumu maneçilikdən azad edir.



MgO – təyin edilən komponent;  
PO<sub>4</sub><sup>-3</sup> – maneedici ion;  
SrO – xilasedici əlavə.

Maneedici komponentlərin maneciliyini aradan qaldırmaq üçün əlavə edilmiş xilasedicilərin miqdarı çox olmamalıdır. Əks halda onların özləri də təyin edilən elementlərin təyini üçün müəyyən problemlər yarada bilərlər.

## İonlaşdırıcı maneələr

Təyin edilən elementin maksimal həssaslığına, analizin dəqiqliyinə nail olmaq, üçün nümunə və standart məhlullarda təyin edilən elementin ionlaşmasının qarşısını almaq lazımdır. İonlaşma dərəcəsi alovun temperaturundan, ionlaşma potensialından, təyin edilən elementin və elektronun qatılığından asılıdır. İonlaşma prosesi tarazlıq xarakteri daşıyır. Onun miqdarı interpretasiyası və praktiki aradan qaldırılması çox sadədir.

Elektronların qatılığı isə öz növbəsində kənar komponentlərin alınmasından, alovun işçi hündürlüyündən və stexiometriyasından asılıdır.

İonlaşdırıcı maneələr aşağıdakı hallarda mümkündür:

- Propan – hava alovunda sezium və ribidiumun təyini zamanı;
- Asetilen – hava alovunda qələvi metalların və bariumla stronsiumun təyini zamanı;
- Asetilen – azot-1 – oksid alovunda demək olar ki, bütün elementlərin təyini zamanı.

Asetilen – azot-1 – oksid alovunda qələvi, qələvi torpaq metalları tamamilə, Al, Ga, İn, Tl və nadir torpaq metalların bir hissəsi, Pb, V, Cr, Mo, Mn, Cu, Mg, U, Si və Ti-nin 10 – 15% ionlaşır.

Oksidləşdirici alovlarda elektronların qatılığı reduksiyaedici alovlara nisbətən yüksəkdir. Stronsiumun oksidləşdirici alovda 20%-i, reduksiyaedici alovda isə 7%-i ionlaşır. İonlaşmanı analiz olunan və standart məhlullara

ionlaşdırıcı bufer əlavə etməklə azaltmaq olar. Bu məqsəd üçün kalium, seziyum, litium və lantanın 0.1 – 1%-li xlorid duzlarının məhlullarından istifadə edilir.

Cədvəl 5-də bir sıra elementlərin asetilen – azot-1 oksid alovunda ionlaşma dərəcələri göstərilmişdir.

**Cədvəl 5**

*Bir sıra elementlərin asetilen – azot-1 oksid alovunda ionlaşma dərəcələri*

<i>Element</i>	<i>İonlaşma potensialı (eV)</i>	<i>C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>O alovunda ionlaşma dərəcələri</i>
<i>Be</i>	9.3	0
<i>Mg</i>	7.6	6
<i>Cu</i>	6.1	43
<i>Al</i>	6.0	10
<i>Sr</i>	5.7	84
<i>Ba</i>	5.2	88

Lantanın ionlaşma potensialı (5.61 eV) Litiumun ionlaşma potensialına (5.39 eV) çox yaxındır. Lantanı bir sıra elementlərin o cümlədən maqnezium, kalsium, alüminium və silisiumun təyində ən effektiv xilasedici ionlaşdırıcı bufer saymaq olar.

Alovsuz atom-absorbsiya üsulunda temperatur tarazlığı olmadığından ionlaşma yoxdur.

### **Spektral maneələr**

*Spektral xətlərin üst-üstə düşməsi.* Dalğa intervalı eninin kiçikliyi, udma xətlərinin miqdarının az olması, udma xətlərinin bir-birinin üstünə düşmə ehtimalını azaldır. Lakin bunlara baxmayaraq, udma xətləri bir-

birinə yaxın olan xəttlərin üst-üstə düşmə ehtimalı vardır. Misal olaraq dalğa uzunluqları bir-birinə yaxın olan Au 242.79 nm – Fe 242.82 nm; Hg 253.62 – Co 253.65 nm; Cu 324.75 nm – Eu 324.75 nm elementləri göstərmək olar. Spektral maneçiliyi başqa dalğa uzunluğuna keçirməklə aradan qaldırmaq olar. Bəzi çoxelementli lampalardan, enli yarıqlı monoxromatorlardan və katodu təmiz olmayan metaldan hazırlanmış lampalardan istifadə etdikdə spektral maneələr meydana çıxa bilər. Gümüşü təyin edən zaman katodu yarımörtülü lampanın katodunda mis qarışığı olarsa, onda lampanın emissiya spektrində gümüşün Ag 328.1 nm dalğa uzunluğu yaxınlığında misin həssas dalğa uzunluğu (327.4 nm) görünə bilər. Tərkibində çox miqdar mis qarışığı olan nümunədə gümüşü təyin edərkən misin udma xətti gümüşün udma xəttinin üstünə düşür və nəticələr bir qədər yüksəlir. Spektral lampaların istehsalçıları belə təsirləri nəzərə almalıdırlar.

### Şüanın qeyri-selektiv udulması

Qeyri-selektiv udulma atom-absorbsiya analiz üsulunda əsas spektral maneədir. Verilmiş halda, qeyri-selektiv udma dedikdə atomsuz, fon udulması başa düşülür, onu dalğa uzunluğundan asılı olmayan udma kimi izah etmək lazım deyil, əksinə bəzi hallarda qeyri-selektiv udma dalğa uzunluğundan çox güclü asılı olur. Bu udma işığın səpələnməsi və molekulyar absorbsiya ilə əlaqədardır. Matrisanın buxarlanmış hissəcikləri ilə işığın

səpələnməsi qeyri-selektiv udmada ikinci dərəcəli rol oynayır. Uillis aşağı temperaturlu təbii qaz – hava alovunun aşağı işçi hündürlüyündə releyev səpələnməsini müşahidə etmişdir. Bu səpələnmə ölçüləri  $d < 0.1\lambda$ , şərtinə cavab verən hissəciklərə aiddir ( $d$ -hissəciyin diametri,  $\lambda$ -ışığın dalğa uzunluğu). Releyev udmanı uçucu olmayan duzların qatı məhlullarını asetilen – hava alovuna püskürdükdə də müşahidə etmək olar.  $d < 0.1 \lambda$  olan daha böyük hissəciklərdə dalğa uzunluğundan asılı olmayan işıq səpələnməsi müşahidə olunur. Bu hadisə Maem tərəfindən öyrənilmişdir. Bu tərkibində həll olunmuş bərk maddənin 2 – 10% məhlulunun püskürülməsi zamanı müşahidə olunur.

Molekulyar qeyri-selektiv udma matrisanın piroliz məhsullarından olan SO, SO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>, PO, NO, CaO, CaOH, MgOH, NaCl, KBr, KJ molekul və radikallarda gedən elektron keçidləri ilə əlaqədardır. Molekulyar absorbsiyadan doğuran qeyri-selektiv udma dalğa uzunluğundan çox asılıdır. Daha güclü molekulyar udma bioloji və geoloji obyektlərin əsas komponenti olan NaCl, CaO və CaOH birləşmələrində müşahidə olunur.

Qeyri-selektiv udmanın təsirinin atom-absorbsiya analizinin bütün hallarında nəzərə almaq lazımdır. Belə maneələr dalğa uzunluqları bir-birinə yaxın olan elementlərin təyini zamanı meydana çıxır.

Qeyri-selektiv udmalar üsulun təkə dəqiqliyini, düzgünlüyünü pisləşdirmir, eyni zamanda minimum təyinetmə həddinə də pis təsir göstərir. Ona görə də qeyri selektiv udmaları minimum həddə endirmək lazım gəlir.

Bunu məhlulları durulaşdırmaqla, cihazların optimal parametrlərini müəyyən etməklə aradan qaldırmaq olar. Qeyri-selektiv udma cihazların bir sıra parametrlərindən: alovun hündürlüyündən, stexiometrindən və temperaturundan asılıdır.

### **Matrisa effekti**

Matrisa – bu termin məhlulun əsasının analiz edilən elementin absorbsiya siqnalına təsiri kimi başa düşülür.

Matrisa effekti – öz təbiətinə görə bir neçə müxtəlif effektlərin birləşməsidir. Bu effektlər maddələrin məhlula çevrilməsi, ionlaşma, kimyəvi maneçilik və s. ibarətdir. Misal: 2–5%-li duz məhlullarını alova püskürərkən spektral maneələrin əmələ gəlməsi təhlükəsi yaranır. Bunlardan asılı olmayaraq, alovda blakirovka effekti, kimyəvi maneçilik və ionlaşma reaksiyalarının tarazlıq sürüşməsi baş verə bilər.

Məhlulların əsası üzvi birləşmələrdən ibarət olan üzvi matrisaların xüsusi əhəmiyyəti vardır. Atom-absorbsiya üsulunda istifadə olunan üzvi maddələr aerosolun alınmasında, keçirilməsində və alovda gedən atomlaşma prosesində müsbət rol oynayırlar. Belə üzvi maddələrə misal olaraq, asetonu, butilasetatı, metilizo-butilketonu, ksilolu, toluolu, butanolu, izopropil spirti, amil asetatı, asetil asetonu, tsikloheksanonu, heptanı, izooktanı və s. göstərmək olar. Əsası üzvi maddələr olan

matrisalardan istifadə edərkən məhlulun alova daxil olma sürəti, məhlulun dispersliyi, reduksiyaediciliyi yüksəlir, bu da öz növbəsində çətin atomlaşan elementlərin həssaslığının yüksəlməsinə səbəb olur. Atom-absorbsiya üsulunda üzvi həlledicilərdən başqa təyin edilən elementlərlə kompleks birləşmə əmələ gətirən üzvi liqandlardan da geniş istifadə edilir. Çətin atomlaşan elementlərin kompleks birləşmələr şəklində alova verilməsi təyin edilən elementlərin atom-absorbsiya signalının yüksəlməsinə səbəb olur. Çətin dissosiasiya edən elementlərin tərkibində azot, oksigen olan liqandlarla əmələ gətirdiyi kompleks birləşmə şəklində alova verilməsi təyin edilən elementlərin minimum təyin etmə həddinin 3 – 4 dəfə aşağı düşməsinə səbəb olur. Çətin atomlaşan elementlərin (Ti, Zn, Mo) kompleks birləşmələr şəklində alova verilməsi onların minimum təyin etmə həddinin 6 – 8 dəfə aşağı düşməsinə səbəb olur. Müsbət matrisa effektindən bir sıra maneçiliklərin aradan qaldırılmasında geniş istifadə edilir. Bu üsulla asan atomlaşan elementlərin həssaslıqlarının 3 – 5 dəfə, çətin atomlaşan elementlərin həssaslıqlarının isə 10 – 20 dəfə yüksəlməsinə nail olmaq olar. Çox nadir hallarda üzvi matrisalar elementlərin həssaslığına mənfi təsir göstərir. Buna misal olaraq qanda kalsiumun təyini zamanı zülalların kalsiumun atom-absorbsiyasına təsirini göstərmək olar. Üzvi matrisalardan istifadə edərkən alovun reduksiyaedici xassəsinin yüksəlməsi bəzi elementlərin (qalay, germanium və xrom) təyininə

maneçiliyi atırır. Bu maneçilik alovda karbidlərin və stabil komplekslərin əmələ gəlməsilə əlaqədardır.

### **Alovlu atom-absorbsiya üsulunda maneçiliklərin aradan qaldırılması üsulları**

Alovlu atom-absorbsiya üsulunda olan maneçiliklər aşağıdakı üsullarla aradan qaldırılır.

- Məhlulları durulaşdırmaqla. Məhlulların durulaşdırılması ionlaşdırıcı manelərdən başqa digər maneçilikləri azaldır. Qüvvətli kimyəvi maneçilik zamanı analiz edilən məhlulların durulaşdırılması lazımı effekti vermir.
- Analiz edilən məhlulların qatılığı ilə standart məhlulun qatılığını bərabərləşdirmək. Bu üsul matrisa effektini nəzərə alarkən geniş istifadə edilir. Üzvi həlledicilərdən və spektrokimyəvi buferlərdən istifadə etdikdə də bu üsuldan istifadə edilir. Nümunə hansı turşularda həll edilibsə standart məhlulların hazırlanmasında da həmin turşulardan istifadə etmək lazımdır.
- Cihaz şəraitinin optimallaşdırılması. Buraya yanıcı qazların, oksidləşdiricinin sərfi, alovun işçi hündürlüyü, lampanın enerjisi və s. aiddir.
- Yüksək temperaturlu asetilen – azot-1 oksid alovundan istifadə etmək. Bu üsul asetilen – hava alovunda aşağı həssaslıqla təyin edilən və yüksək maneçilik olan elementlər (Ca, Sr, Ba, Cr, Mo, Sn), eləcə də aşağı temperaturlu alovda təyin olunan



qüvvətli maneçiliklər olan elementlər (platin qrupu elementləri, Mg, As, Se) üçün tətbiq edilir.

- Əlavə etmə metodu.
- Üzvi həlledicilərin əlavə edilməsi. Üzvi həlledicilərdən istifadə etdikdə məhlulların dispersliyi, alovə daxil olma sürətləri yüksəlir. Bu məqsəd üçün 50 – 60% asetondan, 50 – 80%-li etil spirtindən, etilasetat, metilizo-butilketon efirindən, butanol və izopropil spirtindən istifadə edilir.
- Buferləşdirmə: ionlaşdırıcı buferlərdən asetilen – azot – 1 oksid alovunda atomlaşma zamanı istifadə edilir.
- Kimyəvi ayrılma. Bu üsullara ekstraksiya, çökdürmə, elektrokimyəvi iondəyişdirici xromotoqrafiya və sorbsiya aiddir.

# III FƏSİL.

## CİHAZ

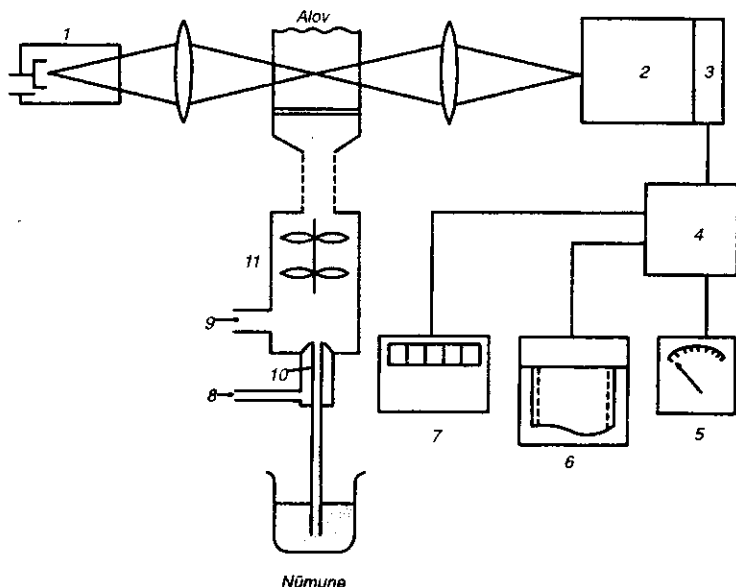
### 3.1 Atom-absorbsiya spektroskopunun prinsipiial sxemi

Atom-absorbsiya spektrometrində ölçmələr aparmaq üçün cihazın iş prinsipini bilmək vacibdir. AAS-nin əsas elementləri aşağıdakılardır: *ışığı mənbəyi, modulyator, atomizator, monoxromator, detektor və hesablama qurğusu.*

İşıq mənbəyi təyin edilən elementin lazımı xətti olan xətti spektr şüalandırır. Alovda nümunə müəyyən dalğa uzunluğunun işığını udan atom buxarı halına keçir. Monoxromator, təyin edilən elementin ölçülən spektral xəttinin yerləşdiyi ensiz spektral sahəni ayırır. Modulyator mexaniki və ya elektrik üsulu ilə işıq dəstəsini mənbədən ayırır. Detektor işıq dəstəsini elektrik siqnalına çevirir, o da hesablama qurğusunda hesablanır. Hesablama qurğusu modulyatorla sinxronlaşdırılır, yalnız mənbənin kəsilməli siqnalına reaksiya verir. Rezonans şüalanmanın intensivliyi iki dəfə ölçülür – analiz edilən mahlulun alova püskürdülməsinə qədər və püskürülən zaman. İki nəticənin fərqi görə təyin edilən elementin absorbsiya ölçüsü müəyyən edilir.

Beləliklə, atom-spektroskopiya, emission, atom-absorbsiya, flüoresensiya cihazları müxtəlif funksiyaları

yerinə yetirən əsas iki hissədən ibarətdir. Birinci analiz edilən nümunəni təyin edilən elementin sərbəst atomları olan atom buxarına çevirən hissə, ikincisi optiki sistemdir. Optiki sistem rezonans şüalanmanın mənbəyindən və spektrofotometrədən ibarətdir. AAS-in prinsiplial sxemi şəkil 3-də göstərilmişdir.

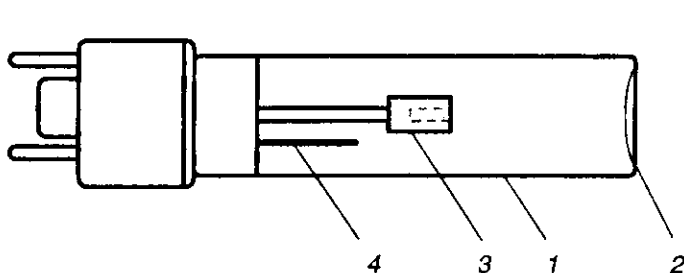


**Şəkil 3.** Atom-absorbsiya spektrometrinin prinsiplial sxemi

- 1 – Rezonans şüalanmanın xətti mənbəyi; 2 – monoxromator; 3 – detektor; 4 – gücləndirici; 5 – strelkalı cihaz; 6 – özüyazan; 7 – rəqəmyazan qurğu;  
 8, 9 – oksidləşdirici və yanan qazın daxil olması;  
 10 – püskürdücü,  
 11 – püskürdücü kamera.

### 3.2 Şüa mənbələri

Müasir AAS-də şüa mənbəyi olaraq katodu yarım örtülü lampalardan və köməkçi mənbə olaraq deuteriumla doldurulmuş qazboşaldıcı lampalardan istifadə edilir. Katodu yarım örtülü lampanın sxemi şəkil 4-də göstərilmişdir.



Şəkil 4. Katodu yarım örtülü lampanın sxemi.

Lampa molibden şüşədən hazırlanmış silindirik balondan (1), ultrabənövşəyi şüaları buraxan kvarts pəncərədən (2), ibarətdir. Lampanın daxilində yarım silindir formasında yarığın eni 2–3 mm olan katod (3) yerləşmişdir. Katod təyinat üçün nəzərdə tutulmuş spektral təmiz metaldan və ya onun xəlitəsindən hazırlanır. Anod isə molibden telindən ibarətdir (4). Lampa 1 – 3 mm c. st. təzyiq altında təsirsiz qazla (arqon və ya neonla) doldurulmuşdur. Katodla anod arasında 400–600 V gərginlikdə sabit cərəyan keçdikdə təsirsiz qaz ionlaşır. Qazın müsbət yüklənmiş ionları katoda böyük sürətlə çarpılıb, təyin olunan elementin atomlarını termiki olaraq,

yüksək energetik səviyyəyədək həyəcanlandırır. Həyəcanlanmış atomlar  $10^{-7}$  saniyədən sonra müəyyən dalğa uzunluqlu işıq buraxaraq normal vəziyyətə qayıdırlar. Belə həyəcanlanma şəraitində qövsi xətlər adlanan süalanma baş verir. Katodu yarım örtülü lampalar üçün Uolşun I şərti yerinə yetirilir, çünki katod nümunədə təyin olunan elementin özündən ibarətdir. Nəticədə atomlaşdırıcıda təyin olunan elementin atomları lazım olan dalğa uzunluğunda işıq buraxır. Katodu yarı örtülü (KYÖ) lampanın konstruksiyası Uolşun II şərtinin yerinə yetirilməsini təmin edir, çünki buraxılan emission xətt verilən elementin atomunun udma xəttindən xeyli ensizdir.

Dopler enlənməsi  $500^{\circ}\text{C}$ -də təxminən  $1 \cdot 10^{-3}$  nm-dir, udma xətti üçün isə atomlaşdırıcının temperaturu təxminən  $3000^{\circ}\text{C}$  olduqda isə  $- 1 \cdot 10^{-2}$  nm-ə qədər artır. Belə vəziyyət Lorents enlənməsində də müşahidə olunur.

Yüksək intensivli KYÖ lampalar bir çox firmalar tərəfindən hazırlanır. Hal-hazırda 70-dən çox element üçün belə lampalar buraxılır. Ən böyük dalğa uzunluğu Cs xətti ilə  $- 852$  nm, ən aşağı dalğa uzunluğu isə As xətti ilə  $193,7$  nm-dir.

KYÖ lampalar başlanğıc gərginliyi  $600$  V-dək təmin edən düzləndirilmiş cərəyandan qidalanır. Lampada cərəyan şiddəti  $3 - 40$  mA arasında olur. Mənbə lampada cərəyan şiddətinin  $\pm 0,1\%$ -dən pis olmayaraq, stabilliyini təmin etməlidir. KYÖ lampalarının üzərində ona verilə biləcək maksimal cərəyan şiddətinin qiyməti qeyd olunur. KYÖ lampalarının orta davamlılığı  $2000 - 5000$  işçi saatıdır. Katodları uçucu elementlərdən (Hg, As, Bi, Se,

Te) ibarət olan lampaların işləmə müddəti xeyli qısadır, təxminən 500 saatdır. KYÖ lampalarının iş prosesində nəcib qazın təzyiqi katodun materialı tərəfindən sorbsiya olunduğundan bir qədər aşağı düşür. Buna görə də boşalma daha az stabildir, səslər artır və xəttin intensivliyi azalır. Bu proseslər lampanı uzun müddət saxladıqda baş verir. Ona görə də KYÖ lampalarını heç olmasa ayda bir dəfə bir saat nominal cərəyanda qızdırmaq lazımdır. Mənbənin polyarlığını 5 dəqiqəlik dəyişdikdə qazın bir hissəsinin desorbsiyasına nail olmaq olar; lakin bu üsulu çətin uçucu elementlərdən hazırlanan KYÖ lampalar üçün tətbiq etmək olar.

Müxtəlif şirkətlər tərəfindən buraxılan KYÖ lampaları müəyyən ölçülərə və boşalma üsullarına malikdirlər. Mənbə atom-absorbsiya spektrometrinin işıqlandırıcı sistemi ilə fokuslaşdırılır. Buna görə də müxtəlif istehsalçı şirkətlərin lampaları konkret olaraq, spektrometrin optik sxemində analizin nəticələrinin təkrarlanması və düzgünlüyünü təmin etmir.

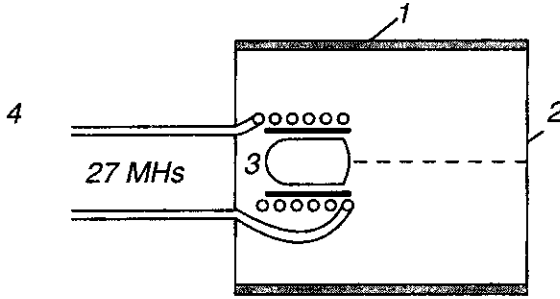
Son vaxtlar KYÖ lampalarının qidalanması üçün pulsasiya edən cərəyan əvəzinə düzbucaqlı impulsu cərəyandan istifadə edirlər. Pulsasiya edən cərəyanla qidalanma olduqca ucuzdur, ancaq bu cərəyandan istifadə zamanı lampanın cərəyanı tez-tez dəyişir, bu da spektrin emissiyasının müntəzəm dəyişməsinə səbəb olur. İmpulsları düzbucaqlı formasında olan cərəyanla qidalanma texniki cəhətdən çətin və bahalıdır. Ancaq bu, lampanın işinin stabilliyini təmin etməklə yanaşı şüalanmanın intensivliyini 3 - 10 dəfə artırır. Mənbənin şüalanma

intensivliyinin artması detektorun siqnal / səs nisbətinin xeyli çoxalmasına və elementin aşkarlanma həddinin azalmasına gətirib çıxarır. Atom-absorbsiya spektromet-rinin kənar səslərdən müdafiəsi KYÖ lampanın tezliyi 50 Hs-dən fərqlənən pulsasiyaedici cərəyanla qidalandır-dıqda xeyli yaxşılaşır.

Bir çox şirkətlər çoxelementli lampalar istehsal edirlər. Onların tətbiqi bir elementdən o biri elementə keçid zamanı lampanı qızdırmağa və fokuslaşdırmağa sərf olunan vaxta qənaət edir. Ancaq bu üstünlük aşağıda göstərilən çatışmazlığın əvəzini vermir. Birincisi, çoxelementli lampaların şua buraxma intensivliyi uyğun olan bir elementli lampanın şua buraxma intensivliyindən həmişə azdır, bu da siqnal / səs nisbətinin pisləşməsinə səbəb olur. İkincisi, atom-absorbsiyon analizdə elementlər bir-birinin ardıcılığı ilə təyin olunur. Bu zaman çoxelementli lampaların imkanlarından faktiki olaraq istifadə olunmur. Üçüncüsü də, çoxelementli lampalar daha mürəkkəb spektrə malikdirlər, bu da spektrlərin üst-üstə düşməsi qorxusunu yaradır.

### **Elektrodsuz qazboşaldıcı lampası**

Elektrodsuz lampanın içərisində (şəkil 5) üzərindən yüksək tezlikli cərəyan keçən çarxın köməyi ilə güclü elektromaqnit sahə yaranır. Bu sahədə içərisində 10 mq təyin olunan elementin uçucu birləşməsi olan kvarts ampula yerləşdirilir. Çarx yüksək tezlikli generatordan qidalanır.



**Şəkil 5** Elektrodsuz qazboşaldıcı lampa  
 1 – ekran; 2 – kvars pəncərə; 3 – uçucu maddə olan ampula;  
 4 – elektromaqnit çarx.

Elektrodsuz lampanın iş prinsipi KYÖ lamparın iş prinsipinə oxşardır. Lampa 2 – 3 mm civə st. təzyiq altında təsirsiz qazla doldurulub. Yüksək tezlikli sahə təsirsiz qazı ionlaşdırır. Elektromaqnit sahəsinin təsiri ilə ionlaşan arqon uçucu birləşməni atomlaşdırır və təyin olunan elementin atomlarını həyəcanlandırır. Hal-hazırda bütün elementlər üçün yüksək tezlikli elektrodsuz lampalar yaradılıb. Bu lampalar uçucu elementlər üçün daha yüksək xarakteristikalara (stabilitet, şüalanma intensivliyi) malikdir. Uçucu elementlər (As, Hg) üçün KYÖ lampalar az davamlıdırlar və aşağı şüalanma intensivliyinə malikdirlər. Elektrodsuz qazboşaldıcı lampaların ömrü 2000 – 3000 saatdır.

Elektrodsuz lampalarda qaz boşalması kvars ampulanın divarı ətrafında ən nazik təbəqədə baş verir. Bu özünü udmanı azaldır (maddənin öz atomlarını



udması hesabına xəttlərin genişlənməsi), bu da öz növbəsində bəzi elementlərin həssaslığını KYÖ lampalarla müqayisədə 1,5 – 3 dəfə yaxşılaşdırır.

Elektrodsuz lampaların istifadəsinin çətinliyi onların əlavə olaraq, yüksək tezlikli generatorlardan qidalanmasıdır. Bundan əlavə bu lampalar, sabit cərəyanla 30 – 40 dəqiqə qızdırıldıqdan sonra işləyir. Ona görə də yüksək tezlikli elektrodsuz lampaları ikişüalı atom-absorbsiya spektrometrlərdə tətbiq etmək daha məqsədə uyğundur.

Atom-absorbsiyon spektroskopları üçün 1974-cü ildən işıq mənbəyi kimi köklənən lazerlər təklif olunur. Köklənən lazerin təklifi üsulu lampa yığınından azad edir, çünki bir köklənən lazeri bütün elementlər üçün istifadə etmək olar. Belə lazerlərdən alınan spektral zolağın yarım eni  $10^{-3}$  nm-dən azdır, bu da atom-absorbsiyon üsulunun maksimal həssaslığını təmin edir.

Müasir köklənən lazerlərin şüalanma intensivliyi elektrodsuz və KYÖ lampalarından  $10^3$ – $10^7$  dəfə yüksəkdir. Belə mənbələrdə səslərin dərəcəsi detektorla birgə spektrometrin sxemində başqa düyünlərdəki səslərlə müqayisədə çox azdır. Buna görə də köklənən lazerlərin tətbiqi siqnal / səs nisbətini yaxşılaşdırır. Köklənən lazerlərin çox baha olması onların geniş istifadəsinə mane olur.

### 3.3. Odluqlar

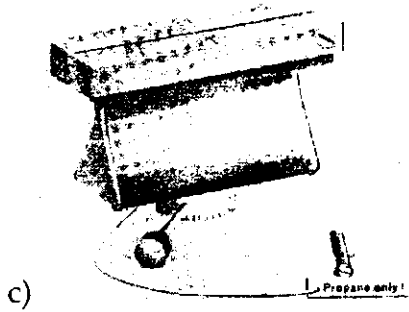
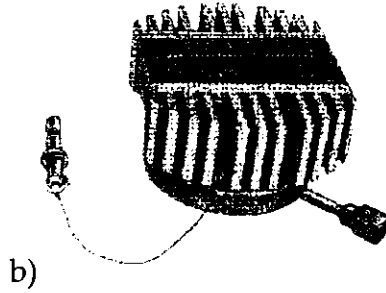
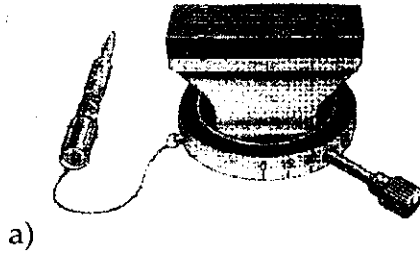
Müxtəlif qaz qarışıqları üçün xüsusi konstruksiyaya malik odluqlardan istifadə edilir. Odluqların konstruksiyasına qoyulan əsas tələblərdən biri – alovun

yayılma sürətinin odluğun yarığından çıxan qazın çıxma sürətindən böyük olmamasıdır. Atom-absorbsiya üsulunda laminar axıcı qazlardan istifadə edirlər. Odluqların konstruksiyaları aşağıda göstərilən şərtləri ödəməlidir:

- təyin edilən elementin atom-absorbsiyon siqnalının yenidən təkrarlanması;
- alovun maksimal stabilliyi;
- odluq üzərində alovun minimal öz emissiyası;
- odluqların aerosolun təsirindən karroziyaya uğramayan materialdan hazırlanması.

Odluqların qaz qarışıqları çıxan yarığında temperatur 300–400°C olur, belə şəraitdə hətta yüksək aşkarlanmış poladlar da korroziyaya uğrayır, bu da analizin nəticələrinə mənfi təsir göstərir. Ona görə də hal-hazırda bütün odluqlar yüksək termiki və kimyəvi davamlılığa malik titandan hazırlanır.

Davamlı stabil alov almaq üçün elə olmalıdır ki, qazın odluğun yarığından çıxma sürəti alovun yayılma sürətindən 2–3 dəfə çox olsun. Əgər qaz qarışığının odluğun yarığından çıxma sürəti alovun yayılma sürətindən 3 dəfədən çox olarsa, bu halda alov qeyri-stabil olur, bəzi hallarda isə sönür. Alovun yayılma sürəti qaz qarışığının odluqdan çıxma sürətindən böyükdürsə partlayış baş verə bilər. Ona görə də hər qaz qarışığı üçün xüsusi odluq hazırlanır.



**Şəkil 6.**

- a) asetilen – hava alovu üçün odluq (3- yarıqlı)  
b) asetilen – azot-1 oksid üçün odluq  
c) propan-butan və asetilen – hava alovları  
üçün odluq (1-yarıqlı).*

Atom-absorbsiya üsulunda qaz qarışıqları üçün ölçüləri aşağıda cədvəl 6-da verilən odluqlardan istifadə edilir.

**Cədvəl 6.**

*AA üsulunda istifadə olunan odluqların tipləri.*

Odluqların tipləri	Alovun yayılma sürəti (m/san)	Yanılma dərəcəsi		Qaz qarışıqları
		Eni (mm)	Uzunluğu (sm)	
Propan – hava	80	0,8	10	Hava – propan, hava – butan
Asetilen – hava	160	0,42	10	Asetilen – hava, hidrogen – hava
Asetilen – azot 1-oksidi	180	0,42	5	Azot 1-oksidi – asetilen

Əgər oksidləşdirici havadırsa, alovun yayılma sürəti yanıcı qazın oksidləşdiriciyə olan nisbətindən asılı deyildir. Oksidləşdirici azot 1-oksidi olduqda isə iş bir qədər çətinləşir. Burada alovun yayılma sürəti alovun stexiometriyasından asılıdır, bu hal oksidləşdirici alov üçün minimum dərəcədədir. Bu fakt alovun aşağıdakı ardıcılıqla yandırmağı tələb edir: əvvəlcə asetilen – hava alovunu yandırır, yanacağın sərfini qurğuya xarakterik olan lazimi qiymətə qaldıraraq elektromaqnit vintilin köməyi ilə havanı azot 1-oksidi ilə əvəz edirlər. Alovu söndürdükdə yenidən azot 1-oksidi hava ilə əvəz edilib alov söndürülür. Bu prosesin düzgün yerinə yetirilməməsi qurğunun kamerasında güclü partlayışın olmasına səbəb ola bilər. 1977-ci ildən atom-absorbsiya spektroskopunu istehsal edən şirkətlər alovu yandırıb söndürmək və qaz qarışığını tənzimləmək üçün avtomatik qurğu

təklif edirlər. Bu qurğu alovu avtomatik olaraq, yandırır və söndürür, qazın tərkibini tənzimləyir, həmçinin cərəyan kəsildikdə alovu avtomatik söndürür. Atom-absorbsiyon təyinin həssaslığını bəzən odluğu çevirərək udma qatının uzunluğunu dəyişməklə tənzimləyirlər.

Atom-absorbsiya spektroskopunda əsasən biryarıqlı və üçyarıqlı odluqlardan istifadə edilir. Bir yarıqlı odluqlardan istifadə edərkən analiz edilən məhlulun qatılığı 5%-ə qədər olmalıdır. İlk dəfə 1966-cı ildə Bolinq üç yarıqlı odluq təklif etdi. Bu odluqlardan istifadə zamanı analiz edilən məhlulun qatılığı 10%-ə qədər ola bilər. Üçyarıqlı odluqlardan istifadə edərkən bəzi elementlərin həssaslığı artır. Bir yarıqlı odluqlardan istifadə zamanı tam atomlaşması təmin olunmayan elementlər üçyarıqlı odluqlarda onların tam atomlaşması təmin olunur.

### **3.4 Püskürücülər və püskürücü kameralar**

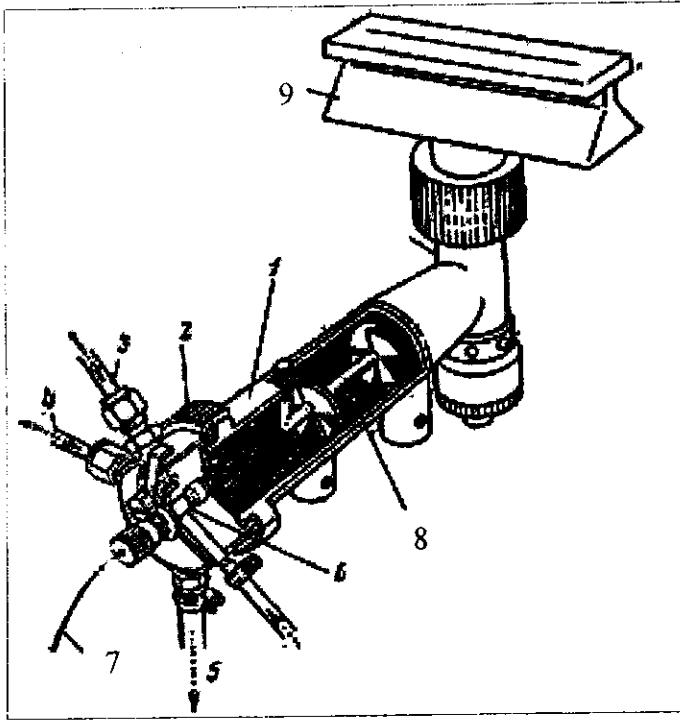
Atom-absorbsiya spektroskopiyada püskürücülər və püskürücü kamera vasitəsilə analiz edilən nümunə aerosol halına çevrilir. Nümunəni aerosola çevirmək üçün pnevmatik püskürücülərdən istifadə edilir. Pnevmatik püskürücülər əsasən iki kapilyardan ibarətdir. Kapilyarlardan biri ilə məhlul sorulur, digəri ilə isə üfürülən qaz verilir. Hazırlanmış nümunənin məhlulu nazik kapilyar vasitəsilə sorulur, kapilyara perpendikulyar istiqamətdə səs sürətindən yüksək sürətlə oksidləşdirici qaz daxil olur. Mərkəzi kapilyardan çıxan məhlul sıxılmış

qaz dəstəsilə tutularaq kiçik damcılara, sonra isə aerozola çevrilir. Sorulan məhlulun sürəti Puazeyl tənliyinə uyğun olaraq  $F = 3 - 4 \text{ ml/s}$  təşkil edir.

$$F = \pi P r^4 / 8 H \eta$$

Burada  $P$  – püskürücü kapilyar boyu təzyiqin aşağı düşməsi (oksidləşdiricinin proporsional təzyiqi)  $r$  – kapilyarın radiusu,  $\eta$  – püskürülən məhlulun özlülüyü,  $L$  – kapilyarın uzunluğu. Püskürücünün effektivliyi kapilyarın parametrlərindən (uzunluğu və diametrindən) çox asılıdır. Bəzi hallarda püskürücünün çıxışına nümunənin oksidləşdirici ilə qarışığının çox böyük sürətlə axının çırpıldığı "İmpaktor" adlanan şüşə kürəcik birləşdirirlər. Bu da aerozolun iri hissəciklərinin böyük sürətlə bu kürəyə çırpılaraq xırdalanmasını təmin edir. Hissəciklərin alova daxil olma müddəti bir neçə ml/s-dir. Atom-absorbsiya siqnalı almaq üçün, yəni zəncirvari prosesin yerinə yetirilməsi üçün aerozolun hissəciklərinin diametri 10 mkm-dən çox olmamalıdır. Böyük hissəciklər üçün bu proseslər tam getmir, bu da həssaslığın azalmasına, atomlaşdırıcıda səslərin çoxalmasına səbəb olur.

Püskürücü kamera (şəkil 7) həm aerozolun iri hissəciklərini ayırmaq üçün, həm də aerozolun oksidləşdirici və yanıcı qazla homogen qarışığını almaq üçün nəzərdə tutulur.



**Şəkil 7. Püskürücü sistem**

Şəkildə nümunə üçün Prekin – Elmar firmasının istehsal etdiyi püskürücü sistemi verilmişdir. 1 – leqirlənmiş poladdan düzəldilmiş içərisi isə korroziyaya davamlı plasmala örtülmüş kameradan, 2 – kameranın arxa qapağı, 3 – yanıcı qazlar daxil olan hissə, 4 – oksidləşdirici qaz daxil olan hissə, 5 – kondensantın tökülməsi, 6 – püskürücü, 7 – məhlul sorulan kapilyar, 8 – komponentləri qarışdırmaq üçün qarışdırıcı, 9 – odluq. Bu konstruksiya universaldır, püskürücü kamera ilə nümunə

daimi əlaqədardır, ona görə də bunlar davamlı inert materiallardan hazırlanmalıdır. Adətən püskürücü paslanmayan poladdan hazırlanır, mərkəzi kapilyar isə platin və ya iridium ərintisindən hazırlanır. Təsirsiz püskürücülərin konstruksiyası nümunənin sorulma sürətini dəyişməyə imkan verir.

Müasir cihazlarda püskürücü kamera teflonla örtülmüş poladdan hazırlanır. Teflon nümunə ilə islanmır, bu da yoluxma ehtimalını azaldır.

Maye nümunənin aerosol üsulu ilə alova verilməsi ən çox yayılmış üsul hesab olunur və özünün sadəliyi və yenidən təkrarlanması ilə fərqlənir. Bu üsulun çatışmazlığı nümunənin tam alova daxil olmamasıdır.

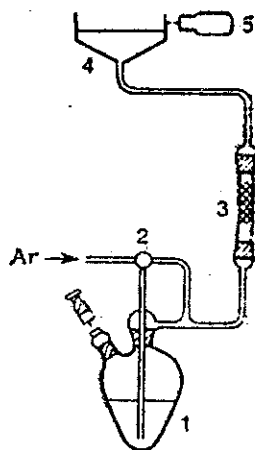
### **3.5 Nümunənin alova qaz halında verilməsi**

Bu üsulla nümunənin alova verilməsi püskürücü kamerada olan bəzi itkilərin qarşısını alır. Bu üsul nümunənin alova maye halında verilməsinə nisbətən qaz halında verilməsi zamanı atom-absorbsiya signalının ən azı 10 dəfə artmasına səbəb olur. Bu proses zamanı nümunədə elementin atomlaşması prosesi tam gedir, qaz halında nümunənin alova verilməsi bir sıra məsələləri (hidratlaşma, dehidratlaşma və buxarlanma) aradan qaldırır. Məlumdur ki, tətqiq edilən nümunə çox nadir



hallarda qaz halında ola bilər, nümunədə təyin edilən elementi əsasən kimyəvi yolla qaz halına çevirirlər. Son illərə qədər bu məqsədlə hidridləşmə üsulundan istifadə edilib. Bu üsul qaz halında hidrid əmələ gətirən elementlər (qurğuşun, qalay, arsen, stibium, bismut, selen, tellur) üçün tətbiq olunur. Göstərilən elementlər turş mühitdə qüvvətli reduksiyaediciyə təsiri ilə hidrid halına çevrilir, alınmış qaz halında hidridlər təsirsiz qazlarla qarışdırılır, bu qarışıq püskürücü kamerada yanıcı qazlarla (hidrogen, asetilen, propan) qarışdırılaraq, alınan homogen qarışıq alova verilir. Bu üsulla nümunənin alova verilməsi təyin edilən elementin həssaslığının 10 – 30 dəfə artmasına səbəb olur. Hal-hazırda silisiumu təyin etmək üçün onu silisium flüoridə ( $\text{SiF}_4$ ) çevirir, bu şəkildə silisiumun alova verilməsi onun həssaslığının 10 – 15 dəfə artmasına səbəb olur.

Şəkil 8-da hidridləşmə prosesinin sxemi verilmişdir.



**Şəkil 8. Hidridləşmə sxemi.**

1 – reaksiya aparılan qab; 2 – sorucu (ventil);  
3 – quruducu kalonka; 4 – odluq; 5 – lampa.

### 3.6 Optiki sistemlər

#### Monoxromatorlar

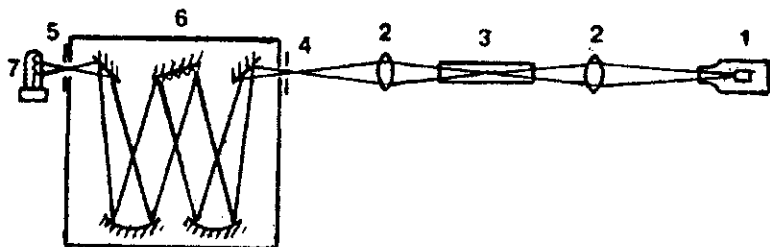
Monoxromatorlar spektrin ensiz sahəsinin ayrılmasına xidmət edir. Onun əsas hissəsi yarıqdan, linzalardan, gücləndiricilərdən və dispersiyaedici elementdən ibarətdir. Dispersiyaedici element kimi prizmalardan və difraksiya qəfəsindən istifadə edilir.

Məlumdur ki, müxtəlif dalğa uzunluqlu işıq dəstəsi üçün sınma əmsalı müxtəlifdir. Dalğa uzunluğu azaldıqca sınma əmsalı da artır. Ona görə də paralel polixrom işıq dəstəsi prizmaya düşərək sınır, prizmanın çıxışında

monoxromatik tərkiblərə ayrılır. Son illərdə buraxılan cihazlarda dispersiyaedici element kimi əksedici difraksiya qəfəsindən istifadə edilir.

### İşıqlandırıcı sistem

Atom-absorbsiya spektrofotometrinin işıqlandırıcı sistemi (katodu yarım örtülü və ya elektrodsuz lampalar) işığı monoxromatorun giriş yarığına fokuslaşdırır. İtkiləri maksimum azaltmaq üçün işıq dəstəsinin kəsiyi az olmalıdır. Yarıqda işıq ləkəsinin diametri az olduqda atomlaşdırıcının ensiz sahəsində lokallaşmış elementlər daha yaxşı təyin olunurlar. Bir sıra cihazlarda atomlaşdırıcıdan keçən işıq dəstəsi ikili konus formasında olur (Şəkil 9).



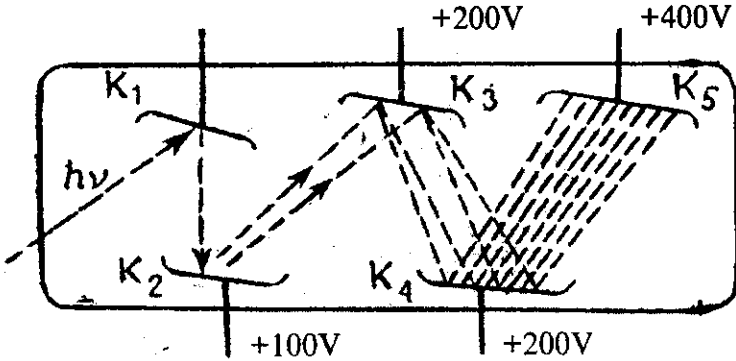
Şəkil 9 Atom-absorbsiya spektrometrin işıqlandırıcı sistemi  
1 – katodu yarımörtülü lampası;  
2 – işıqlandırıcı linza; 3 – atomlaşdırıcı;  
4 və 5 – monoxromatorun giriş və çıxış yarığı; 6 – monoxromator; 7 – hesablayıcı qurğu.

Silindirik formada işıq dəstəsi olan cihazlar da məlumdur.

## Detektor

Detektor ona düşən işıq enerjisini elektrik siqnalına çevirir. Atom-absorbsiya spektrometrində bu məqsəd üçün işıq gücləndiricidən istifadə edilir (Şəkil 9). Işıqgücləndiricinin kvars pəncərəsindən işıq tərkibində asan ionlaşan elementlər (Cs, Rb, Li) olan nazik təbəqəli maddə ilə örtülmüş katod  $K_1$ -ə düşür. Işıq kvantı katoddan yüksək sürətlə növbəti katoda  $K_2$  istiqamətlənən elektron qoparır. Axırncı yeni elektron qopararaq növbəti katod  $K_3$  elektroduna yaxınlaşır (Şəkil 9). Atom-absorbsiya spektrometrində 9 – 13 elektrodu olan işıqgücləndiricidən istifadə edilir.

Mütləq qələvi katodlu işıqgücləndiricilər atom-absorbsiya spektrofotometrik analizdə istifadə olunan spektrin bütün sahələrində (190–850 nm) yüksək həssaslığı təmin edir.

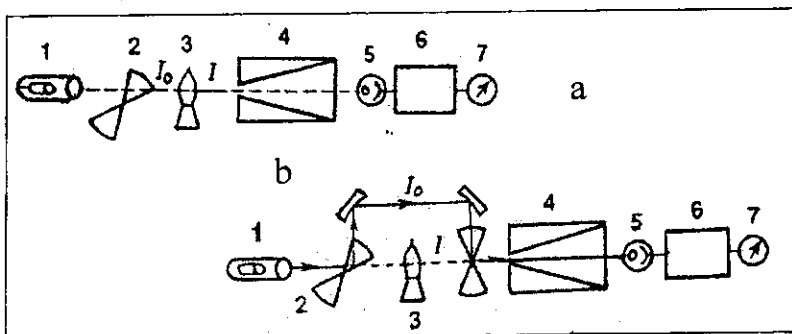


Şəkil 10 Işıqgücləndiricinin sxemi

## Spektrofotometrin optiki sxemi

Eyni zamanda təyin edilən elementlərin sayından asılı olaraq, atom-absorbsiya spektrofotometri birkanallı və çoxkanallı, optiki sxemlərdən asılı olaraq birşüalı və ikişüalı olurlar.

Birşüalı və ikişüalı spektrofotometrlərin prinsiplial sxemləri (şəkil 11 a və b) verilmişdir.



**Şəkil 11** Birşüalı (a) və ikişüalı (b) AAS-nin optiki sxemləri

- 1 – işıq mənbəyi; 2 – modulyator;
- 3 – atomlaşdırıcı; 4 – monoxromator;
- 5 – detektor; 6 – gücləndirici;
- 7 – hesablama qurğusu.

Bu cihazların hər birinin öz üstünlükləri vardır.

Birşüalı cihazlarda yalnız atomlaşdırıcılardan çıxan işıq intensivliyi ölçülür. Ona görə də udma kəmiyyətini  $A = \lg(I_0/I)$  ölçmək üçün, həyəcanlandırıcı şüanın intensivliyini  $I_0$  ölçmələr zamanı sabit saxlamaq lazımdır. Bu işıq mənbəyinin, detektorun və gücləndiricinin yüksək sabitliliyini tələb edir. Ona görə də bir şüalı cihazlarda

ölçmələri cihazı işə saldıqdan 15–20 dəqiqə sonra aparmaq olar. Bu vaxt ərzində cihazın elektron sxemlərinin parametrləri stabilləşir. İkişüalı cihazlarda eyni zamanda atomlaşdırıcıdan çıxan işıq dəstəsi  $I$  ilə bərabər müqayisə üçün atomlaşdırıcıya qədər olan işıq axınının intensivliyi də  $I_0$  ölçülür.

Ona görə də ikişüalı cihazlar atom-absorbsiya siqnalının təkrarlanmasını yüksək səviyyədə təmin edirlər. İkişüalı cihazların daha bir üstünlüyü ondan ibarətdir ki, cihazı qoşandan bir neçə dəqiqə sonra işləmək mümkündür.

İkişüalı cihazların çatışmayan cəhəti detektora düşən işıq enerjisini 3-5 dəfə artırmasıdır. Buna görə də siqnal/səs nisbəti birşüalı cihazlarla müqayisədə pisləşir.

Bunlara baxmayaraq ikişüalı cihazlar daha stabil iş təmin edir. Bəzi ikişüalı spektrometrləri birşüalı sistemə keçirmək mümkündür.

Birkanallı atom-absorbsiya spektrometri iki variantda buraxılır: bir bloklu və modul sistemli. Bir bloklu cihaz ucuzdur və bəzi elementlərin asan təyin olunmasını təmin edir. Modul sistem isə ayrı ayrı bloklardan (ışıq mənbəyindən, atomlaşdırıcıdan, monoxromatordan və hesablayıcı qurğudan) ibarətdir. Bu sistem elmi tədqiqat işlərini aparmaq üçün böyük imkanlara malikdir, lakin çox bahadır və onunla işləmək bir qədər mürəkkəbdir.

Çoxkanallı spektrometrlər çox az tətbiq olunur. Hal-hazırda əsasən ikikanallı spektrometrlər istehsal olunur və onun tətbiq sahəsi daha genişdir.

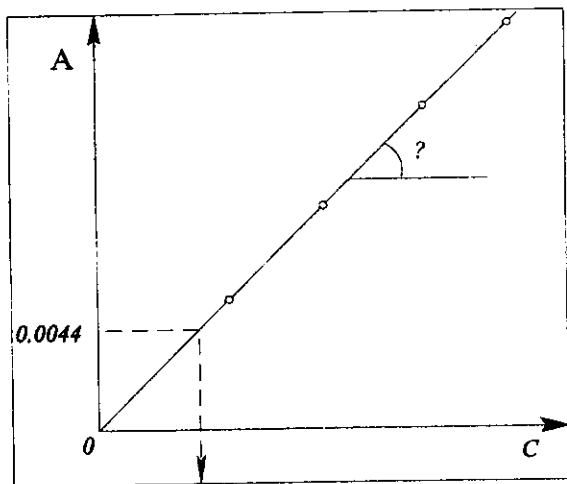
## IV FƏSİL. METODİKİ SUALLAR

Atom absorbsiya analiz üsulu təyin olunan elementin qatılığının standart məhlullar əsasında qurulmuş dərəcəli əyri ilə qiymətləndirilən nisbi üsullar sırasına aiddir. Udma əmsali elementin atom buxarında qatılığının  $C$  xətti funksiyasıdır  $A = KC$  (Buger – Lambert – Ber qanunu). Bir çox səbəbdən dərəcəli qrafik xətti gedişdən əyilə bilər. Analitik siqnalın qatılığa ənənəvi dərəcəli qrafik qurmadan elektron qurğunun köməyi ilə keçmək olar. Bu və ya digər halda atom-absorbsiya spektrofotometriyası Buger – Lambert – Ber qanuna əsaslanır. Analitiklər unutmamalıdırlarki, xətti asılılıqdan kənara çıxmalar mümkündür.

### 4.1. Metodun həssaslığı və xarakteristik qatılıq

Həssaslıq dərəcəli qrafikin xətti hissəsinin əyilməsi ilə təyin olunur (Şəkil 12)

$$K = \operatorname{tg} \alpha = dA/dC$$



**Şəkil 12** Dərəcəli əyri

Dərəcəli qrafikin gedişi nə qədər şaquli olarsa həssaslıq bir o qədər yüksək olar. Xarakteristik qatılıq  $C_x$  (atom-absorbsiya analizdə həssaslığı xarakterizə edən termin) elementin məhlulda 0,0044 udma əmsalına uyğun olan qatılığı ilə təyin olunur. Alovlu atom-absorbsiya üsulunda müxtəlif elementlərin xarakteristik qatılıqları 0,01-dən 10 mq /ml-dək dəyişir; alovuz AA üsulunda bu rəqəm 2 – 3 dəfə az olur (0,0001 – 0,1 mq/ml).

Təyin edilən elementlərin həssaslığı verilmiş elektron keçidlərindən, atomlaşdırıcının növündən, atomlaşdırıcının effektivliyindən asılıdır. Elementlərin həssaslığının artırılmasına təsir edən amillər aşağıdakılardır.



- Analitik rezonans xəttinin dalğa uzunluqları yaxın olan başqa xəttlərdən asan ayrılması .
- Atomlaşdırıcıya vahid zamanda daxil olan aerosolun miqdarını və parçalanmasını çoxaltmaq (məsələn, üzvi həlledicilərin əlavə edilməsi, məhlulun qızdırılması)
- Atomlaşma şərtlərinin optimallaşması – yanacaq-oksidləçdirici nisbəti, alovun işçi hündürlüyü, xüsusi əlavələrin daxil edilməsi.
- Daha dar zolaqlı mənbələrin istifadə edilməsi və yaxud qazboşaldıcı lampalarla işlədikdə aşağı cərəyanın tətbiq olunması.

Asetilen hava – alovunda çətin atomlaşan bəzi elementlərin həssaslığının üç yarıqlı odluqlar və daha dar işıq dəstəsi tətbiq etməklə artırmaq olar. Yüksək qatılıqlı məhlullarda elementlər təyin edən zamanı kobud səhvlərə yol verilir, bunun qarşısını məhlulu durulaşdırmaqla və ya odluğu  $90^\circ$  fırlatmaqla almaq olar. Sonuncu halda dərəcəli qrafikin xətti xarakteri bir qayda olaraq yaxşılaşır, lakin matrisa effekti artır və təkrarlanma pisləşir. Aloysuz AA üsulunun həssaslığı bir neçə amillərdən asılıdır:

- Sobanın konstruksiyasından (pirolitik örtüyün həcmi, qızdırma sürəti);
- Təsirsiz qazın təbiətindən, sərf olunmasından və hərəkətindən;
- Temperatur proqramı;
- Daxil edilən əlavələrin və təyin olunan elementin kimyəvi birləşmələrinin formaları;
- Nümunənin həcmi;

## 4.2. Minimum təyinetmə həddi (Görmə həddi)

Az miqdar elementlərin təkcə analitik siqnalın əmsalı ilə yox həm də səsələrin səviyyəsi ilə hansı ki, o fonda siqnal ölçülür, təyin etmək mümkündür.

Verilmiş statistik etibarlıqla təyin oluna bilən elementin minimal qatılığına ( $C_{g\ddot{ö}r}$ ) elementin görmə həddi deyilir. Adətən "üç siqma meyyarından" istifadə edirlər. Yəni görmə həddi elementin qatılığını təyin edən zaman analitik siqnalın standart əyilmənin üçlü qiymətinə bərabər olması hesab olunur. Üç siqmalı meyar görmənin statistik etibarlığını 0,997 qədər təmin edir. Təcrübədə isə görmə həddini kor (0) məhlulun atom-absorbsiya siqnalının bir neçə dəfə ölçülməsi ilə təyin edirlər. Az miqdarı təyin etdikdə görmə həddi olduqca aşağı olmalıdır. Bunun üçün şəraitin tam optimallaşdırılması vacibdir. Birinci növbədə səsələrin səviyyəsini aşağı salmaq lazımdır. Görmə həddini azaltmağın ən əsas üsulları aşağıdakılardır:

- Siqnal/səs nisbətinin ümumi optimallaşması;
- Mənbənin yüksək işıq saçmasından maksimal istifadə olunması;
- Yüksək işıq saçan mənbələrdən istifadə etmə;
- Yarığın mümkün qədər maksimal eni;
- Qeyri-selektiv udmanın və onun fluktasiyalarının minimallaşdırılması;
- Siqnalın ümumiləşdirilməsi və səsələrin azaldılması.

Xətləri spektrin qısa dalğalı sahəsində və alovun özünün udma qabiliyyəti böyük olan sahədə yerləşən selen və arsen kimi elementlərin görmə həddini qeyri- selektiv udmanın avtomatik koppeksiyası ilə aşağı endirmək olar. Böyük işıq itkisi olan spektrometriyada görmə həddini birşüalı rejimə keçməklə aşağı endirmək olar.

## Yenidən təkrarlanma

Analitik üsulun nəticələrinin yenidən təkrarlanması analitik prosesin bütün mərhələlərində analizin təsadüfi əmələ gələn xətası ilə təyin olunur. Analitik siqnal qısa zamanlı fluktasiyalara (səslər) və yavaş, lakin hiss olunan titrəyişlərə məruz qalır (vaxt dreyfi). Buna görə də təkrar ölçmələrin nəticələrini məlum olan həddə bir-birindən fərqləndirirlər.

$A_i$ -nin vahid təyininin statistik işlənməsi aşağıdakıları almağa imkan verir:

$$\text{Orta qiyməti} \quad A = \left( \sum_{i=1}^n A_i \right) / n$$

$$\text{Standart əyilmə} \quad S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A - A_i)^2}{n - 1}}$$

$n$  – təkrar təyinin sayı,  $i=1 \dots n$

Təkrarlanma faizlə ifadə olunan mütləq standart əyilmə  $S$  və ya variasiya əmsalı ilə xarakterizə edilir.

$$S_r = S/A \cdot 100\%$$

Atom-absorbsiya analizi zamanı təkrarlanmanın cəmini belə ifadə etmək olar.

$$S = \sqrt{S_u^2 + S_a^2 + S_e^2}$$

Burada  $S_u$ ,  $S_a$  və  $S_e$  – mənbənin, atomlaşdırıcının və elektron qeydedici qurğunun fluktasiyalarının standart qiymətləridir.

Mənbənin fluktasiyaları ( $S_u$ ) lampanın qidalandırıcı cərəyanından və konstruksiyasından asılıdır. Asan uçucu (As, Bi, Se, Te) elementlərdən ibarət olan yarım katod lampalar nisbətən aşağı stabillikdə işləyirlər. Analitikin yeganə idarə edəcək parametri lampanın cərəyan şiddətidir. Daha yüksək cərəyanda təkrarlanma yaxşılaşır, lakin bu lampanın işləmə müddətini qısaldır, həssaslıq və dərəcəli qrafikin xətti hissəsi isə aşağı enir. Sinyalın fluktasiyaları kor (sıfır) məhlulu alov püskürdükdə güclü və təyin olunan elementin məhlulunu alov püskürdükdə isə zəif olur. Elektron sxeminin ( $S_e$ ) qeyri stabilliyi ilə bağlı olan səslər aşağı olur. Işıq axının intensivliyinin kökaltı qiymətinə proporsional olan işıq gücləndiricinin foton səsi daha böyük rol oynayır. Ona görə də işıq gücləndiricinin fon emissiyasının səsi alovda güclü şüalanan elementlərin təyində (Ba, Ca, Cs, K, Li, Na, Rb) xeyli çox olur. Kalsium və lantanın çox olduğu məhlullarda asetilen – hava reduksiyaedici alovunda bariumu təyin edən zaman absorbsiya signalı stabil olur.

Mənbə ilə elektron qeydedici qurğunun yaratdığı səsin cəmini alov söndürdükdən sonra qiymətləndirmək olar. Adətən  $S = \sqrt{S_u^2 + S_e^2} < S_u^2$  bərabərsizliyi düzgündür, yəni səslərin əsas mənbəyi atomlaşdırıcıdır. Alov həndəsəsi və stexiometriyası məlum hədlərdə dəyişən və

lokal temperatur dəyişmələri xarakterik olan dinamik sistemdir. Ona görə də alovun özünün udması, udan atom buludunun ölçüsü və sərbəst atomların ani sürətlə qatılığını dəyişir.

Alovun özünün udması zamanı əmələ gələn səsler alovun absorbsiya əmsalına proporsionaldır. Alovun özünün fluktasiyasının daha oksidləşdirici alovdan istifadə etməklə, alovun optimal hündürlüyünü və uyğun olan həlledicini seçməklə, məhlulda nümunənin əsas komponentlərinin qatılığını azaltmaqla aşağı salmaq olar. Atomlaşmanın stabilliyi odluğun konstruksiyasından, yanma rejimindən, püskürücü – odluq sisteminin stabilliyindən və təyin olunan elementin atomlaşma prosesindən asılıdır. Eyni şəraitdə “çətin atomlaşan” elementlər alovun fluktasiyasına daha həssasdır və pis təkrarlanma ilə təyin olunurlar. Üçyarıqlı odluqdan və alovun müdafiəsi üçün təsirsiz qazdan istifadə etdikdə təkrarlanma və görmə həddi yaxşılaşır. Qeyd etdiyimiz kimi, sistemin stabil işləməsi onun konstruksiyasından asılıdır, lakin oksidləşdiricinin və nümunənin sərf olunmasını optimallaşdırmaq da lazım gəlir. Optimal şərait və analitik siqnalın qiymətinin ümumiləşdirilməsi ölçmənin yüksək gedişinin və analiz olunan məhlulun sərfinin hesabına təkrarlanmanı yaxşılaşdırır.

## 4.4 Düzgünlük

Analitik üsulun düzgünlüyü elementin təyinin orta qiymətinin elementin nümunədəki əsl miqdarından fərqlənməsi ilə xarakterizə olunur.

Atom-absorbsiya analiz üçün spesifik olan sistematik səhvlərin əsas səbəbi aşağıdakılardır:

- Sıfır xəttinin müvəqqəti dreyfi (birşüalı spektrofotometrlər üçün dreyf-təsadüfi səhvlərin cəmi kimi başa düşülür);
- Həssaslığın müvəqqəti dreyfi (müasir metallogiyada müvəqqəti dreyfə analizin təsadüfi səhvlərinin cəmi kimi baxılır);
- Nümunənin və standart məhlulların ümumi tərkiblərinin fərqi ilə əmələ gələn təsir.

Atomlaşmanın effektivliyi zaman ərzində tədricən dəyişən bir çox faktorlardan asılıdır. Işıqdəstəsinin intensivliyi, emission xəttin eni, analitik və qonşu xətlərin intensivliklərinin nisbəti, lampanı işə saldıqda 10–30 dəqiqə ərzində hiss olunan dərəcədə tənzimlənir. Qızmadan odluq yarığının odluq ölçüləri və monoxromatorun köklənmiş dalğa uzunluğu tədricən dəyişir. Bu parametrlərin dəyişilməsində kompressorların vibrasiyası da müəyyən rol oynayır. Qatı duz məhlullarını alova uzun müddət pükürdükdə odluğun yarığında duz və karbon yığılır, bu işə üfürülən qazın təzyiqini və sərfini həm də yanıcı qazla oksidləşdiricinin nisbətini dəyişir.

Sistematik səhvləri əmələ gətirən həssaslıq dreyfini imkan daxilində aradan qaldırmaq olar. Buna ölçmənin

rasional üsulları (qısa vaxt ərzində bir neçə ölçmə aparmalı və ya standart məhlulu, nümunəni və həlledicini növbəli ölçməklə) ilə nail olmaq olar.

Alovsuz atomlaşdırıcılarda həssaslıq dreyfi aşağıdakı səbəblərdən ola bilər:

- Piroliz məhsullarının yığılması (karbon və ya çətin uçucu duzlar);
- Yoluxma (çətinuvcucu və karbidəmələgətirici elementlər üçün);
- Qrafit boru ilə cərəyan xətti arasındakı kontaktın pisləşməsi ilə ;
- Sobanın səthinin xassələrinin dəyişməsi ilə (piroliz örtüyü, məsaməlilik), səthin mexaniki zədələnməsi;
- Qrafitin oksidləşməsi və sublimasiya nəticəsində divarların qalınlığının tədricən azalması.

Dreyf həssaslığı ölçmələrə rasional metodika və əlavə etmə üsulu tətbiq etməklə aradan qaldırmaq olar. Analiz olunan məhlullarda kənar komponentlərin olması da sistematik səhvlərin əmələ gəlməsinə gətirib çıxarır.

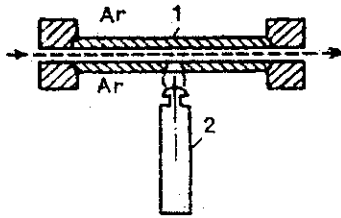
## 4.5 Alovsuz atom-absorbsiya üsulu

Atom-absorbsiya analizinin alovda atomlaşma ilə əlaqədar həssaslığı alovda gedən əlavə reaksiyalarla və hissəciklərin az vaxt ( $10^{-3}$  s)orada qalması ilə məhdudlaşır. Həssaslığı artırmaq üçün bu iki amilin təsirini ya

tamamilə aradan qaldırmaq, ya da azaltmaq lazımdır. Buna atomlaşmanı xüsusi sobada, təsirsiz mühitdə, əlavə reaksiyalar getməyən şəraitdə aparmaqla nail olmaq olar. Belə soba bir-neçə saniyə ərzində lazım olan temperaturadək qızmalıdır ( $50^{\circ}$ -dən  $3000^{\circ}\text{C}$ ) və az kütləyə malik olmalıdır. Atomlaşma aparmaq üçün sobanın izotermik zonası olmalıdır; əks halda nümunə sobanın soyuq divarlarında kondensləşərək itkiyə səbəb ola bilər. Soba yüksək istiliyə, elektrik keçiriciliyinə, mexaniki xassələrə, bütün temperatur intervalında korroziyaya davamlılığa, ərimə temperaturu  $300^{\circ}\text{C}$ -də yuxarı olan və cüzi miqdarda qarışığa malik olmalıdır. Bu tələblərə cavab verən yeganə material qrafitdir.

#### 4.6 Lvovun qrafit küveti

Rus tədqiqatçısı Lvov 1959-cu ildə ilk alovuz atomlaşdırıcı olan qrafit küveti (Şəkil 13) yaratdı və 1961-ci ildə onun imkanlarını dərc etdirdi.



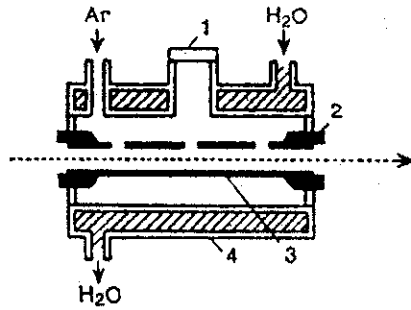
**Şəkil 13** Lvovun qrafit küveti. 1 – qrafit boru; 2 – elektrod.



Qrafit boru (1) gərginliyi az olan güclü elektrik cərəyanı ilə qızdırılır. Nümunə elektrodun (2) qabaq səthinə vurulur. Nümunəli elektrod qrafit küvetin aşağı hissəsindəki pəncərədən peçin içərisinə qoyulur. Əlavə mənbə elektrodla qrafit boru arasında potensial fərqi yaradır. Nümunə impulsiv buxarlanır və qızmış boru atom buxarı ilə dolur. Bütün sistem təsirsiz qazın mühitində yerləşir. Təsirsiz qaz mühitində əlavə reaksiyalar istisna olunur. Fotometrin şüası qrafit borunun mərkəzindən keçir. Qrafit küveti atom-absorbsiya analizinin inkişafında yeni mərhələ açdı. Bu küvetin tətbiqi bütün təyin olunan elementlərin minimum təyinetmə həddini  $10^{-12}$  –  $10^{-15}$  q-dək azaltmışdır. Bu da atom-absorbsiya analiz üsulunun daha həssas analitik üsullardan biri olduğunu təsdiq edir.

## 4.7 Qrafit peçlər

Lvovdan bir neçə il sonra alman alimi Massman qrafit küvetin konstruksiyasını bir qədər sadələşdirmişdir. Onun işləri əsasında 1970-ci ildə qrafit sobanın (Şəkil 14) ilk istehsalı başlandı.



**Şəkil 14** *Massman qrafit sobası.*  
 1 – pəncərə; 2 – elektrik kontakt; 3 – qrafit boru; 4 – metallik örtük.

Şəkilə bu günədək dəyişməyən ilk qrafit sobanın sxemi göstərilib. Elektrik cərəyanı qrafit kontaktlarından (2) nazik divarlı qrafit boruya (3) verilir və onu qızdırır. Gərginlik 0 – 10V arasında tənzimlənilir və bu an qrafit borudan keçən cərəyan şiddəti 0-dan 400A-dək dəyişir. Sobanın temperaturu isə otaq temperaturundan 3100°C-dək qalxır. Qrafit boruya sabit sürətlə təsirsiz qaz verilir, bu da nümunə üçün olan pəncərədən borunun daxili boşluğuna keçir və onun açıq tərəfindən atmosfərə çıxır. Təsirsiz qaz atomlaşdırıcının qızan hissəsini atmosfer oksigenindən qoruyur buxarlanmış və atomlaşmış nümunəni atomlaşdırıcıdan kənarlaşdırmağa kömək edir. Qrafit kontaktları soyutmaq üçün su sirkulyasiya edən metallik örtüklərdən (4) istifadə edilir.

Qrafit soba maye, bərk və qaz halında olan nümunələri analiz etməyə imkan verir. Bu sobalarda əsasən maye nümunələri analiz edirlər. Nümunəni qrafit boru-

nun yuxarı pəncərəsindən xüsusi mikropipet vasitəsilə daxil edirlər. Bərk nümunəni isə qrafit borunun açıq ön hissəsindən xüsusi tantal qaşıqla daxil edirlər.

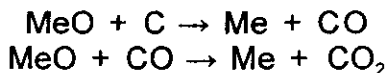
Qrafit sobaları istehsal edən şirkətlər 1977-ci ildən başlayaraq pirolizli qrafitlə örtülmüş qrafit borularını istehsal etməyə başlayırlar. Piroliz qrafiti yüksək korroziyaya, istiliyə davamlılığı və məsamələrin olmaması ilə fərqlənir. Piroliz qrafitlə örtülmüş borular 200-dən 1000-dək nümunənin təyininə davam gətirir. Adi borular isə yalnız 50 – 200 nümunənin təyininə davam gətirə bilər. Bundan başqa atomlaşma temperaturu 2700°C-dən böyük olduqda piroliz örtüklü borular yeganə yararlı atomlaşdırıcı sayılır, qalanları isə 20 nümunənin analizindən sonra dağılır.

Təsirsiz mühit yüksək təmizliyə malik olan arqonla yaradılır. Arqon nisbətən aşağı istilik keçiriciliyinə malikdir. Ona görə də qrafit sobada temperatur tarazlığı yoxdur. Atomlaşmanın qrafit sobalarda aparılması üçün ideal qaz helium hesab olunur, lakin arqondan dəfələrlə bahalı olduğundan onu yalnız xüsusi tədqiqatlar zamanı istifadə edirlər. Bəzən arqonu azotla əvəz edirlər, bu zaman əlavə reaksiyaların olmasını nəzərə almaq lazımdır. Məsələn, elə elementlər vardır ki, (alüminium, sirkonium) azotun özü ilə nitridlər əmələ gətirərək atomlaşma prosesinə mane olur. Azot 2000°C-də qrafitlə reaksiyaya daxil olaraq disian əmələ gətirir, bu da qrafit borunun dağılmasına səbəb olur. Qrafit sobanın temperaturu proqramlaşdırılmış idarəetmə elektron qurğu ilə tənzimlənir. Temperatur proqramını üç mərhələyə bölmək olar:

nümunənin qurudulması (həlledicinin buxarlanması), nümunənin yandırılması (piroliz, matrisa komponentlərinin kənarlaşdırılması), atomlaşma. Bəzən daha bir mərhələ – təmizləmə mərhələsi, yəni sobanın nümunənin uçucu olmayan yanma məhsullarından təmizlənməsi. Ayrı-ayrı mərhələnin temperaturunu sıçrayışla və ya tədricən dəyişmək olar. Sobanın temperaturunu dəyişmə imkanı əsasən mürəkkəb tərkiblərin analizi üçün vacibdir (lakların, bioloji obyektlərin).

Müasir qrafit sobalarının konstruksiyası optiki pirometr və müqavimət termometri ilə təchiz olunub. Pirometr proqram idarəetmə qurğusunun elektron bloku ilə elə əlaqədar olmalıdır ki, müqavimətin dəyişməsi temperatura təsir etməsin. Fotodiod demək olar ki, ətalətsizdir və temperaturun yüksək dəyişmə sürətində əvəz olunmazdır. Fotodiod  $1000^{\circ}\text{C}$ -dən aşağı temperaturlarda çox aşağı həssaslığa malikdir, ona görə də yalnız atomlaşma mərhələsində təsir edir. Müqavimət termometrini  $50^{\circ}\text{C}$ -dən  $3000^{\circ}\text{C}$ -dək temperatur intervalı arasında istifadə etmək olar. Bu əsasən nümunəni qurutma və yandırma mərhələsində temperaturu saxlamaq üçün yararlıdır. Qrafit sobalarda atomlaşma prosesini izah etmək üçün iki mexanizm təklif olunmuşdur. Bəzi hallarda asan uçucu birləşmələrin atomlaşmasını (ərimə temperaturu  $2000^{\circ}\text{C}$ -dən aşağı olan) termiki dissosiasiya ilə izah etmək olar. Nümunə qrafit atomlaşdırıcının qızdırılmış daxili səthindən buxarlanır, sonra isə termiki dissosiasiyaya uğrayır. Qrafit sobada atomlaşmanın başqa mexanizmində isə nümunə termiki

olaraq uyğun oksidlərədək dissosiasiya edir, sonra isə, sobanın divarlarında karbon və karbon – 2 oksidlə metala qədər reduksiya olunur.



Sonuncu mexanizm yüksək termiki davamlılığa malik birləşmələrin atomlaşmasında üstünlük təşkil edir.

Qrafit sobada gedən yeganə əlavə reaksiya karbidlərin əmələ gəlməsidir. Bu proses niobium, tantal, volfram, bor və uran kimi elementlərin minimum təyinetmə həddinə pis təsir göstərir.

Alovsuz atomlaşma üsulları üçün güclü qeyri-selektiv udma xarakterikdir. Bu isə nümunənin tam dissosiasiya etməsi ilə əlaqədardır. Göstərilən qrafit peçlərdən başqa Uest tərəfindən düzəldilmiş kiçik həcmli peçlərdən AA analiz üsulunda geniş istifadə olunur. Uest sobası iki növ atomlaşdırıcılarla komplektləşir – maye nümunələr üçün fincanla, bərk nümunələr üçün isə boru ilə. Kontakt rolunu qrafit çubuqlar oynayır. Uest sobanın atomlaşdırıcısı həcmcə Massman sobasının atomlaşdırıcısından 10 dəfə kiçikdir, ona görə də onların 3000°C-dək qızması üçün 50 – 100 A cərəyan şiddəti lazımdır. Uest sobasının çatışmazlığı nəticələrin təkrarlanmasının nisbətən aşağı olmasıdır. Bu sobanın izotermik zonasının alınması ilə və onun ətrafında güclü konveksion axın ilə əlaqədardır.

Son zamanlar asetilen – hava alovu ilə qızdırılan qrafit peçlər də düzəldilmişdir. Bu peçlər qaz halında hidrid əmələ gətirən elementlərin təyininə daha effektivdir, elementlərin həssaslığının 10 dəfə artmasına

səbəb olur. Alovşuz AA üsulunun geniş tətbiqinə baxmayaraq, alovlu AA üsulundan bəzi xüsusiyyətlərinə görə geri qalır. Alovşuz üsul elementlərin təyininin həssaslığının 2–3 dəfə artırmasına baxmayaraq nəticələrin təkrarlanması bir qədər pisləşir.

### **Civənin soyuq buxar üsulu ilə təyini:**

Civə buxarı otaq temperaturunda atom halındadır, bu onun təyininin sadə və həssas üsulunun işlənilməsinə imkan verir. Civəni ikivalentli hala keçirmək üçün götürülmüş nümunəni oksidləşdiricilərdə həll (xüsusilə də nitrat turşusu və ya kalium-permanqanatla) edirlər. Oksidləşdiricilərin artığını hidrosil-amin xlorid turşusu ilə reduksiya edirlər. Şəkil 6. Tərkibində ikivalentli  $Hg^{+2}$  ionu olan turş məhlulu, içərisində ikivalentli qalayın xlorid duzunun turş məhlulu olan qaba (1) əlavə edirlər, bu zaman ikivalentli civə metala qədər reduksiya olunur. Reaksiya aparılan qabın içərisinə civə buxarlarını çıxarmaq üçün nasosla (2) hava vurulur. Civə buxarı quruducuda (3) qurudulur, sonra kvarts pəncərəsi olan küvetdən keçir. Atom-absorbsiya fotometrik şüası kvarts küvetin mərkəzindən keçir. Ölçmənin sonunda skruberi (5) açıb uducular vasitəsilə civə buxarlarını udurlar. Bu üsul  $10^{-9}$ q-a qədər civənin təyininə imkan verir.

## V FƏSİL. PRAKTİKİ HİSSƏ

### 5.1 Nümunənin analizə hazırlanması

Atom-absorbsiya analiz üsulunda nümunə alova məhlul halında verilir. Nümunənin səmərəli üsulla tez hazırlanması AA-üsulunda ən vacib məsələlərdən biridir. Bu üsulda ölçmələr tez bir zamanda həyata keçirilir.

### Nümunənin məhlula keçirilməsi

Atom-absorbsiya analiz üsulunda yalnız məhlullardan istifadə olunduğuna görə nümunələrin hazırlanmasına bir sıra tələblər qoyulur.

I. Nümunənin həlli zamanı istifadə olunan reaktivlər (turşular, əsaslar) kimyəvi təmiz olmalıdır. Həlledicinin təmizliyi əvvəlcədən yoxlanılmalıdır.

II. Nümunədə təyin olunan elementin tamamilə məhlula keçməsi təmin olmalıdır. Əgər təyin olunan element tam məhlula keçibdirsə, nümunənin həll olmayan hissəsinin həll olmasına ehtiyac qalmır.

III. Götürülən reaktivlərin sayı və miqdarı minimum olmalıdır.

IV. Analiz edilən məhlulların saxlanılmasının davamlılığı.

V. Analiz edilən məhlul duru olmalıdır. Məhlulda asılqanlar və çöküntü olmamalıdır.

Səmərələşdirici analiz üsulu minimal maneçiliyi, mane olan komponentlərin ayrılmasını, yüksək həssaslığı və təkrarlanmanı təmin etməlidir. Aşağıda bir sıra nümunələrin məhlula keçirilməsi üsulları göstərilmişdir.

**Elementlərin təyininin** səmərələşdirici analiz üsulunun seçilməsi minimum maneçiliyin olmasını, mane olan komponentlərin ayrılmasını, yüksək həssaslığı və təkrarlanmanı təmin edir.

**Polad nümunələri** analiz edən zaman nümunəni həll etmək üçün turşuların qarışığından istifadə edilir (sulfat və perxlorat turşuların qarışığı). Bu mühitdə kənar ionların maneçilikləri minimum səviyyədədir. Nümunənin həll olması tez və tam gedir. Başqa turşulara nisbətən perxlorat turşusu çətin uçucudur və 200°C-də qüvvətli oksidləşdirici xassəyə malikdir. Həll olmadan sonra axırda məhlulda yalnız perxlorat turşusu qalır və təyin edilən element ən yüksək oksidləşmə dərəcəsinə malik olur.

Borhidrogenflüorid turşusu ( $\text{HBF}_4$ ) niobium, tantal və hafniumun, qurğuşun-qalay xəlitələrinin boratlarla ərintilərini teflon avtoklavlarda flüorid turşusunda həll edən zaman yaxşı mühit yaradır.

**Keramika və ona uyğun nümunələri** həll edən zaman qatı ortofosfat turşusundan istifadə edilir. Bu turşu tərkibində alüminium və berillium kimi elementlər olan nümunələrin tam və tez həll olmasını təmin edir. Lakin bəzi elementlərin asetilen-hava alovunda təyininə mane olur.



**Maye nümunələrin** analizi zamanı heç bir əlavə hazırlığa ehtiyac yoxdur, bəzi hallarda pərdələyici reagent və ya ionlaşdırıcı bufer məhlulları əlavə etmək lazım gəlir. Homogen olmayan maye məhlulları analizə hazırlamaq üçün onu əvvəlcə filtdən keçirirlər; qazlı mayedirsə qazsızlaşdırırlar. Bioloji məhlulları (qan və qan laxtasını) analiz edən zaman üzvi maddələr arzu olunmayan effekt verə bilər, belə halda zülalları çökdürərək filtratda mikroelementləri təyin edirlər. Özlü üzvi məhlullarda (yağ, neft, piy) bir sıra metalları təyin etmək üçün onları turşularla və ya kompleksmələgətiricinin sulu məhlulu ilə ekstraksiya etdikdən sonra təyin edirlər.

Alovsuz atom-absorbsiya üsulunda nümunələri bərk halda da analiz etmək mümkündür. Əksər hallarda nümunələri mineral turşularda və onların su ilə qarışığında həll etməklə analiz edirlər. Son məhlulda bərk maddənin qatılığı 1-2 % artıq olmamalıdır. Analiz zamanı istifadə olunan reaktivlərin təmizliyi də mühüm rol oynayır.

Bəzi hallarda nümunəni tam həll etməyə ehtiyac olmur. Məsəl üçün tərkibində Na, K, Mg, Ca, Cu, Zn, Mn və Fe olan nümunələr qızdırmaqla 6 M HCl tam həll olur, göstərilən elementlər məhlula tam keçirlər.

**Əsasi üzvi maddələr olan nümunələri** məhlul halına keçirmək üçün **quru külləşdirmə** və **yaş minerallaşdırma** üsullarından istifadə edilir. Quru külləşdirmədə nümunəni (0,5-10 q) farfor, kvarts və ya platin çəşkalarda mufel peçlərinə yerləşdirirlər. Külləşdirmə zamanı temperaturu 400-800°C, əksər hallarda isə 450-500°C interva-

lında 4-15 saat arasında saxlayırlar. Alınmış külü nitrat və xlorid turşusunda həll edərək, məhlulu quru qalıq qalana qədər buxarlandırırlar. Quru qalığı yenidən nitrat və xlorid turşusunun qarışığında həll edirlər.

Quru külləşdirmə üsulu uçucu elementlərin (Hg, As, Sb, Bi, Se) təyininə tətbiq edilə bilməz.

Külləşdirmə zamanı oksidləşdirici mühiti yaratmaq üçün nümunəni qatı ammonium nitrat məhlulu ilə isladıb, üzərinə üzvi əsasları oksidləşdirmək üçün katalizator rolunu oynayan vanadium və molibdenin duzlarını əlavə edirlər. Bu variantla külləşdirmədə arsen və selen kimi elementlərin itkisi olmur.

Üzvi əsaslı maddələri həll etmək üçün yaş mineralaşdırma üsulundan istifadə edirlər. Bu üsulun çatışmayan cəhəti o nümunələrin yüksək siqnal verməsi, təmiz və bahalı turşulardan istifadə, perxlorat və ya hidrogen peroksiddən istifadə zamanı partlayışın olması.

Nümunələrin məhlul halına çevrilməsinin ən effektiv üsulu onların mineral turşuların qarışığında həll edilməsidir. Əksər hallarda nümunələri həll etmək üçün 3:2:1 nisbətində nitrat, perxlorat və sulfat turşularının qarışığından istifadə edilir. 1 q nümunənin həlli üçün 10-15 ml belə qarışıq kifayət edir. Nümunənin oksidləşdirilməsi aşağı temperaturda nitrat turşusu ilə başlayır, sonra temperaturu yavaş-yavaş qaldıraraq, nümunə tam parçalanana qədər o biri turşuları əlavə edirlər. Bəzi hallarda nümunələri həll edərək məhlula keçirmək üçün 2:1 nitrat və perxlorat turşularından, sulfat və hidrogen peroksid qarışıqlarından istifadə edilir. Üzvi

nümunələrin həll etmə və yaş mineralaşdırmanın ən sadə və effektiv müasir üsulu nümunəni bağlı teflon avtoklavlarda parçalamaqdır. Bu üsul uçucu elementlərin (civə, selen, arsen) itkisinin qarşısını alır. Teflon avtoklavlar politetraflüoretildən (flüorplast-4, teflon) hazırlanmış silindirik qabdan ibarətdir. Onun səthi turşuya davamlı təbəqə ilə örtülmüşdür. Nümunədən 0,2-0,5 q götürərək flüorid, xlorid, nitrat və sulfat turşularının qarışığında həll edərək, məhlulun həcmi 10 ml çatdırılır. Nümunəni həll edən zaman perxlorat turşusundan və hidrogen peroksiddən istifadə etmək olmaz. Nümunə 110-160°C temperaturda maqnit qarışdırıcı ilə qarışdırmaqla həll edilir. Belə şəraitdə 10-50 dəqiqə ərzində təbii və süni materiallar: boksitləri, ferritləri, mineralları, şlakları, şüşələri, çətin oksidləşən üzvi nümunələri həll etmək olur. Bu üsulun çatışmayan cəhəti ondan ibarətdir ki, avtoklavlar çox bahadır, böyük nümunələri həll etmək mümkün deyildir.

Nümunənin ən effektiv və tez məhlula keçirilməsi üsulu nümunənin əridicilərlə əridilməsidir. Lakin atom-absorbsiya analiz üsulunda nümunəni məhlula keçirmək üçün bəzi əridicilərdən (soda, ikiqat kalium və natrium duzu, natrium-peroksid) istifadə zamanı matrisa effekti meydana çıxır. Atom-absorbsiya üsulunda nümunəni əritmək üçün ən yaxşı əridicilər qələvi, qələvi torpaq metalların boratlarıdır ( $\text{LiBO}_2$ ,  $\text{Sr}(\text{BO}_2)_2$ ,  $\text{BaCO}_3 + \text{H}_3\text{BO}_3$ ;  $\text{Li}_2\text{CO}_3 + \text{H}_3\text{BO}_3$ ).

Atom-absorbsiya üsulunda ən geniş tətbiq edilən əridici litium metaboratdır. Bu əridici ilə alınan ərintilər

demək olar ki, bütün durulaşdırılmış mineral turşularda həll olur. Ən yaxşı nəticə ərintini nitrat turşusunda həll etdikdə əldə olunur. Əritməni qrafit və ya platin butalarda aparırlar. 0,1-0,2 q nümunə çəkisi götürüb üzərinə 3-6 dəfə çox metaboratlitium əlavə edirlər, qarışığı 10-20 dəqiqə 900-1000°C-də əridirlər. Bu üsulun mənfi cəhəti bahalı butalardan istifadə olunmasıdır.

## 5.2 Analizin optimal şəraitinin və eksperimentin metodikasının seçilməsi

Hər bir analizi apararkən optimal şərait seçilməlidir. Optimal şəraiti seçərkən çalışmaq lazımdır ki, minimum maneəçiliyə və maksimum həssaslığa nail olunsun. Optimal parametrlərə lamparın enerjisi, alovun işıqı hündürlüyü, yanıcı qazla oksidləşdiricinin nisbəti, odluğun yarığının uzunluğu və siqnalların cəmləşdirilməsi aiddir. Bəzi hallarda təyin edilən elementin dalğa uzunluğunu və məhlulun alova daxil olma sürətini dəyişmək lazım gəlir. Optimal şəraitə üç yarıqlı odlulardan, əlavə oksidləşdiricilərdən istifadə etməklə və işıq dəstəsinin diametrini azaltmaqla da nail olmaq olar. Lampaların enerjilərinin artırılması şüalanmanın intensivliyini artırır, rezonans və qonşu xətlərin nisbətlərinin intensivliyini eləcə də emissiya xətlərinin təkrarlanmasını yaxşılaşdırır. Bəzi hallarda təyin edilən elementin həssaslığı azalır, dərəcələmə əyrisi nəzərə çarpacaq dərəcədə əyilir. Bütün bunları nəzərə alaraq lampalara yüksək enerji o zaman tətbiq olunur ki, təyin edilən elementin qatılığı həmin elementin minimum təyin etmə həddinə yaxın olsun.

Alovun hündürlüyünü dəyişməklə alovun özünün minimal udmasına, minimal qeyri-selektiv absorbsiyaya və minimal maneçiliyə nail olmaq olar. Asetilen-hava alovunun optimal hündürlüyü 5-13 mm. Bəzi çətin atomlaşan (Ca, Ba, Sr, Sm, Cr, Mo) elementlərin təyində asetilen-hava alovun hündürlüyü elementlərin həssaslığına hiss edilən dərəcədə təsir göstərir. Asetilenin sərfini artırmaqla, alovun işçi hündürlüyünü də artırmaq lazım gəlir. Asetilen-azot-1-oksidi alovunun qırmızı zonasının hündürlüyü 5-25 mm-dir. Bu alov qüvvətli reduksiyaedici xassəyə malikdir. Asetilenin az sərfində bu zona çox ensizdir və udma alovun hündürlüyündən çox asılıdır.

Alovun hündürlüyü optimal hündürlükdən aşağı olduqda qeyri-selektiv udmalar, alovun özünün fonu, kondensləşmiş fazada maneçiliklər, siqnalların təkrarlanması pisləşir. Alovun hündürlüyü optimal hündürlükdən yüksək olduqda da təkrarlama və həssaslıq pisləşir.

Yanan qazla oksidləşdiricinin nisbəti alovun özünün udmasına və emissiyasına təsir edir. Asan atomlaşan elementlər oksidləşdirici alovda təyin edilir. Oksidləşdirici alov şəffafdır, az səslə və yüksək temperaturla xarakterizə olunur. Bu alovlarda kondensləşmiş fazada maneçilik çox az olur. Yüksək temperaturlu asetilen-azot-1-oksidi alovu asetilenin az sərfinə və minimal maneçiliyə görə effektiv atomlaşdırıcı sayılır. Ümumiyyətlə udma asetilenin və azot-1-oksidin sərfindən çox asılıdır.

Optimal təzyiq və oksidləşdiricinin sərfi üfürücünün konstruksiyasından asılıdır. Təzyiqin yüksəldilməsi və oksidləşdiricinin sərfinin artırılması nümunənin alova daxil olma sürətini və üfürücünün effektivini artırır.

Üç yarıqlı odluqlardan, üzvi həlledicilərdən, qatı duz məhlullardan istifadə etdikdə əlavə oksidləşdirici-

lərdən istifadə edilir. Azot-1-oksiddən əlavə oksidləşdirici kimi istifadə olunmur.

Spektral yarığın eni süa mənbəyinin emissiya spektrindən asılıdır və 0,1-2,0 nm arasında olur. Spektral yarığın eninin maksimal olması fotometrləşən spektral intervala rezonans xətlərin yaxınlığında yerləşən kənar xətlərin düşməsinin qarşısını alır.

Alovsuz atom-absorbsiya üsulunda da optimal şəraitin seçilməsi ən vacib məsələlərdən biridir.

Təsirsiz qazların sərfi təyin edilən elementin həssaslığına və qeyri-selektiv udma kəmiyyətinə təsir göstərir. Açıq tipli atomlaşdırıcılarda təsirsiz qazların miqdarının çox olması təyin edilən elementin həssaslığının azalmasına, qeyri-selektiv udmanın yüksəlməsinə səbəb olur. Təsirsiz qazların sərfi 3-4 l/dəq. olur, bəzi hallarda isə 8 l/dəq. çatdırılır. Ən uyğun qaz arqon qazıdır, arqon qazı təyin edilən elementlə və qrafitlə reaksiyaya daxil olmur. Bəzi hallarda azot qazından istifadə edilir, ancaq azot qazı yüksək temperaturda qrafitlə reaksiyaya daxil olaraq disian, bir çox metallarla nitridlər əmələ gətirir. Disian zəhərlidir, qeyri-selektiv absorbsiya yaradır, qrafit peçlər isə azotun təsirindən dağıla bilər. Ona görə də təsirsiz qazlardan istifadə etmək daha məqsədəuyğundur. Analizin optimal şəraitinin seçilməsində uyğun dalğa uzunluğunun, həlledicilərin seçilməsi və cihazın bütün parametrlərinin optimallaşdırılması da mühüm rol oynayır. İşlənib hazırlanmış optimal analiz üsulunun düzgünlüyü tərkibi məlum olan Dövlət standart nümunələrin analizi ilə yoxlanılır.

### 5.3 Dərəcələmə. Dərəcəli əyri

Ölçülən udma kəmiyyəti ilə təyin edilən elementin qatılığı arasında əlaqə dərəcəli əyri ilə müəyyən olunur. Işıq dəstəsi zonasında udan hissəciklərin qatılığı  $C$  ilə udma qabiliyyəti kəmiyyəti  $A$  arasındakı xətti asılılıq Lambert-Ber qanunu ilə müəyyən olunur. Bu qanun müəyyən çərçivədə AAS-ya tətbiq olunur. Belə ki, qatılıq ilə optiki sıxlıq arasında düz mütənəsib əlaqə mövcuddur.

Dərəcəli əyrinin xətti gedişi təxminən başlanğıc hissəyə aiddir, sonradan isə müəyyən əyilmələr olur.

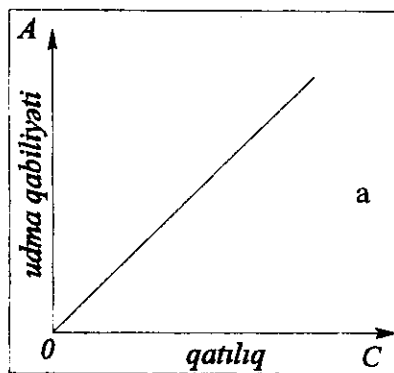
Əgər alovun buraxmasını  $T(T=1)$ , alova düşən, alovdan keçən işığın intensivliyini uyğun olaraq  $J_0, J$  və optiki sıxlığı- $A$  ilə işarə etsək onda aşağıdakı ifadəni alarıq:

$$A = \lg(1/T) = \text{Lg}(J_0/J)$$

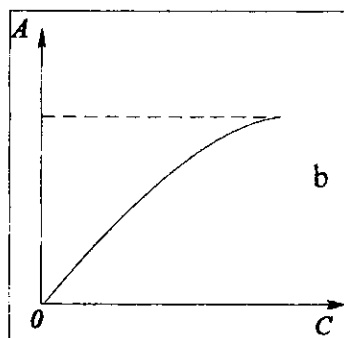
Detektorun çıxış siqnalı onun üzərinə düşən enerjiyə proporsionaldır, yəni  $T$ -yə proporsionaldır.  $T$ -dən  $A$ -ya keçid hesablama və yaxud qeyd edən cihazın xətti olmayan şkalasından istifadə etməklə mümkündür.

Dərəcəli əyri qurmaq üçün hər bir elementin standart məhlullarını hazırlamalı, bu standart məhlullardan işçi məhlullar hazırlanmalı, işçi məhlullardan hər bir elementin həssaslığına uyğun etalon məhlullar hazırlanmalıdır.

Dərəcəli əyrinin xətti hissəsi və xətti olmayan hissəsi mümkündür. Dərəcəli əyrilərin üç mümkün halı şəkil 15 a, b, c-də göstərilmişdir. Şəkil 15 a-da ideal dərəcəli əyri verilmişdir, bu halda bütün işıq detektora çatır və təyin edilən element tərəfindən tam udulur

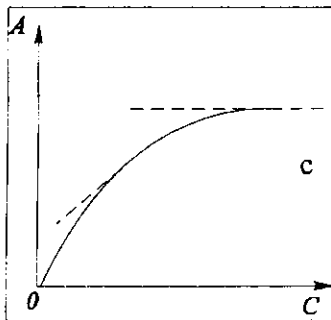


Şəkil 15 b-də adi dərəcəli əyri verilmişdir, burada tam udma getmir, ona görə də müəyyən əyilmələr müşahidə olunur



Şəkil 15 c-də bir qədər mürəkkəb dərəcəli əyri verilmişdir. Belə halda monoxromatorun buraxma xəttinə eyni zamanda təyin edilən elementin zəif dalğa uzunluğunun absorpsiyası daxil olur.





**Şəkil 15.** Dərəcəli əyrilərin tipləri:  
a- ideal; b-normal; c-kompleks

### **Dərəcəli əyri məhlullarının hazırlanması**

Dərəcəli əyri məhlullarını hazırlamaq üçün əvvəlcə hər bir elementin müəyyən qatılıqda məhlulları hazırlanır, hazırlanmış məhlulları durulaşdırmaqla dərəcəli əyri məhlulları hazırlanır. Dərəcəli əyri məhlulları hazırlamaq üçün spektral təmiz metallardan və ya kimyəvi analiz üçün təmiz duzlardan istifadə edilir. Məhlul hazırlamaq üçün metal simlərdən, lentlərdən, təbəqələrdən istifadə etmək məqsədəuyğundur. Duzlardan istifadə edərkən onların hiqroskopliyi nəzərə alınmalıdır. Dərəcəli əyri qurmaq üçün çox qatı məhlulların hazırlanmasına ehtiyac yoxdur, nümunə çəkisini elə götürmək lazımdır ki, məhlulda metalın qatılığı 0,1% çox olmasın. Dərəcəli əyri məhlullarını hazırlamaq üçün əsasən istifadə olunan metal və duzlar cədvəl 4-də verilmişdir.

*Dərəcəli əyri mahlullarını hazırlamaq üçün istifadə  
olunan metal və duzlar*

Element	Metal və duzlar	Nümunə çəkisi, q	Həllədicisi	Qatılıq %
Alüminium	Metal folqa	1,000	25 ml qatı HCl+ HNO <sub>3</sub> (bir neçə damcı HNO <sub>3</sub> )	0,1
Barium	BaCO <sub>3</sub>	1,438	20 ml HCl	0,1
Berillium	BeSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O	19,639	H <sub>2</sub> O	0,1
Bor	Borat turşusu	5,714	H <sub>2</sub> O	0,1
Bismut	metal	1,000	50 ml qatı HNO <sub>3</sub>	0,1
Vanadium	Ammonium vanadat	2,296	20 ml 100% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	0,1
Germanium	metal	1,000	20 ml HCl:HNO <sub>3</sub> (1:1)	0,1
Dəmir	metal	1,000	20 ml 5MHCl+ 5 ml qHNO <sub>3</sub>	0,1
Qızıl	metal	1,000	15 ml qatı HCl+ 5 ml q HNO <sub>3</sub>	0,1
Qızıl	ammonium-xlor aurat	1,811	H <sub>2</sub> O	0,1
İndium	metal	1,000	10 ml qatı HCl+ 5 ml HNO <sub>3</sub>	0,1
Kadmium	CdO	1,142	20 ml 5 M HCl	0,1
Kalium	KCl(qurudulmuş)	1,905	H <sub>2</sub> O	0,1
Kalsium	CaCO <sub>3</sub>	2,497	100 ml 1 M HCl	0,1
Kobalt	metal	1,000	50 ml 6 M HNO <sub>3</sub>	0,1
Silisium	Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O	7,6	H <sub>2</sub> O	0,1
Litium	Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O	9,215	H <sub>2</sub> O	0,1
Maqnezium	Metal lent	1,000	50 ml 5 M HCl	0,1
Mangan	Metal	1,000	50 ml 5 M HNO <sub>3</sub>	0,1
Mis	metal	1,000	50 ml 5 M HNO <sub>3</sub>	0,1
Molibden	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Mo <sub>7</sub> O <sub>21</sub> ·4H <sub>2</sub> O	1,829	H <sub>2</sub> O	0,1
Arsen	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,320	50 ml HCl	0,1
Natrium	NaCl(qurudul.)	2,542	H <sub>2</sub> O	0,1
Nikel	metal	1,000	50 ml 5 M HNO <sub>3</sub>	0,1
Niobiy	Metal toz	1,000	10 ml Hf+ 5 ml qatı HNO <sub>3</sub>	0,1

Qalay	metal	1,000	200 ml q HCl+ 5 ml q HNO <sub>3</sub>	0,1
Palladium	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> PdCl <sub>4</sub>	2,668	H <sub>2</sub> O	0,1
Platin	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> PtCl <sub>6</sub>	2,275	H <sub>2</sub> O	0,1
Rodium	(NH <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> RhCl <sub>6</sub> ·1,5H <sub>2</sub> O	3,858	H <sub>2</sub> O	0,1
Civə	metal	1,000	20 ml 5 M HNO <sub>3</sub>	0,1
Rutenium	[(OH)(NO)Ru(NH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> ]Cl <sub>2</sub>	2,839	H <sub>2</sub> O	0,1
Qurğuşun	Metal	1,000	50 ml 2 M HNO <sub>3</sub>	0,1
Selen	Elementar	1,000	15 ml qatı HCl+ 5 ml q HNO <sub>3</sub>	0,1
Gümüş	AgNO <sub>3</sub>	1,575	H <sub>2</sub> O	0,1
Stronsium	SrCO <sub>3</sub>	1,684	20 ml 1 M HCl	0,1
Sürmə	Metal	1,000	10 ml qatıHCl+b.n.d. HNO <sub>3</sub> +10q çaxır. Turş.	0,1
Tallium	Tl <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1,235	H <sub>2</sub> O	0,1
Tantal	TaCl <sub>5</sub>	1,9798	H <sub>2</sub> O	0,1
Tellur	metal	1000	15 ml q HCl+ 5 ml q HNO <sub>3</sub>	0,1
Titan	Kalsium-titan oksalat	7,3939	H <sub>2</sub> O	0,1
Xrom	metal	1,000	50 ml qatı HCl	0,1
Sink	metal	1,000	50 ml 5 M HCl	0,1

### Susuz dərəcəli məhlullar.

Əgər analiz edilən nümunə üzvi həlledicilərdə həll edilərsə dərəcəli məhlulu hazırlamaq üçün nümunənin həll edilməsində uyğun metalüzvibirləşmələrdən istifadə edilir. Həlledicini seçmək məhlulu hazırlayanın özündən aslıdır. Əgər nümunəni durulaşdırmaq lazım gəlsə əksər hallarda metilzobutylketondan və spirtədən istifadə edilir. Bu həlledicilərin fiziki xassələri bir qədər suya yaxındır.

Üzvi həlledicilər alovun fiziki, kimyəvi xassələrinə, dəqiqliyinə və həssaslığına təsir edir. Ona görə də bir çox həlledicilərin alova verilməsi məqsədə uyğun deyildir. Aromatik karbohidrogenləri, hallogen üzvi birləşmələri və

tez buxarlanan sadə üzvi birləşmələri(aseton, metanol, etanol) istifadə etmək olmaz. Bu aromatik birləşmələrin tam yanmaması və sadə üzvi birləşmələrin tez buxarlanması ilə əlaqədardır. AAS-ya üçün yararlı üzvi həlledicilər, efirlər, ketonlar və tərkibində 10-karbon atomu olan alkanlardır.

Hal-hazırda dərəcəli məhlul hazırlamaq üçün həddindən çox metalüzvibirləşmələr vardır. Neft məhsulları və boyaları analiz etmək üçün metal-naftenatlardan geniş istifadə edilir.

## **5.4 Atom-absorbsiya analiz üsulunun tətbiqi**

Hal-hazırda atom-absorsiya analiz üsuluna aid çoxlu materiallar mövcuddur. AA-analiz üsulu ilə istənilən obyektə əksər elementləri təyin etmək olar. AA-analiz üsulu içməli, sənaye, bulaq, göl, dəniz sularının, dağ süxurlarının, mineralların, şlakların, torpağın, sementin, bioloji materialların, neft və neft sularının analizində geniş tətbiq olunur.

### **Bir sıra tipik obyektlərin analizi**

**Suyun analizi:** AA-analiz üsulu müxtəlif mənbələrdən götürülmüş suyun analizində ən geniş tətbiq edilən üsuldur. Analiz edilən su şəffaf olmalıdır. Su bulanıq olarsa və ya onun tərkibində asılqanlar olarsa onu mütləq filtdən keçirmək lazımdır. Götürülmüş su nümunəsində elementləri bir başa təyin etmək mümkündür. Əgər təyin edilən

elementlərin miqdarı nümunədə çox azdırsa, cihaz onu hiss etməsə, qatılaşıdırma üsullarından istifadə olunur.

Qatılaşıdırma üsulu olaraq buxarlandırmadan, ekstraksiyadan və iondəyişdirici kalonkalardan istifadə edirlər.

**Buxarlandırma üsulu ilə suyun analizinin gedişi:** analiz ediləcək sudan alikvot hissə götürüb turşulaşdırılır (nitrat turşusu ilə), məhlul quru qalıq qalana qədər buxarlandırılır, quru qalıq bir neçə ml çar arağında həll edilir, məhlul müəyyən həcmə qədər durulaşdırılır. Durulaşdırılmış məhlulda bir başa Cu, Ba, Sr, Zn, Al, Mn, Fe elementləri təyin edirlər. Bəzi hallarda analiz ediləcək məhlula alüminatların, fosfatların və sulfatların maneçiliklərini aradan qaldırmaq üçün 50-100 mkq/ml  $La^{+3}$  əlavə edilir. Buxarlandırma üsulu ilə suyun analizi zamanı uçucu elementlərin itkisinə səbəb olur. Ona görə də nümunədə civə, arsen, sürmə kimi elementlər olduqda nümunəni buxarlandırmaq məqsədə uyğun deyildir.

Götürülmüş su nümunəsində elementləri təyin etmək üçün ekstraksiya üsulundan geniş istifadə edilir. Bir sıra elementlərin dietiltiokarbonat komplekslərinin metilizobutil ketonla (MİBK) ekstraksiyaları geniş tətbiq olunur. Bəzi elementləri (Cu, Ag, Cd, Hg, Pb, Te, As, Cr, Mo, Mn, Ni, Co) onların tetrametilenditiokarbamat və ya heksametilenditio-

karbamatla əmələ gətirdikləri davamlı kompleksləri MİBK-la və MİBK-nin tsikloheksanla (1:4) qarışığı ilə ekstraksiya etməklə təyin etmək olar. Hal-hazırda əksər elementləri onların (Cu, Ag, Be, Mg, Zn, Cd, Mn, Fe, Co,

Ni, Mo, W, V) paratretbutilfenolun azotörəmələri (2-hidroks-5-T-butilfenolazobenzol  $R_1$ , 2-hidroks-5-T-butilfenol-2'-metilazobenzol  $R_2$ , 2-hidroks-5-T-butilfenol-4'-metoksiazobenzol  $R_3$ , 2-hidroks-5-T-butilfenol-4'-nitroazo-benzol  $R_4$ ) əmələ gətirdikləri kompleksləri n-butanolla ekstraksiya etməklə təyin etmək olar [9]. Bu üsulun ən effektiv cəhəti ondan ibarətdir ki, üzvi faza birbaşa alovla verilir, təyin edilən elementin həssaslığı 10-20 dəfə yüksəlir. Bu üsuldan istifadə edərək müxtəlif mənbələrdən götürülmüş su nümunələrində əksər mikroelementləri təyin etmək olar.

**Dağ süxurlarının analizi:** Dağ süxurlarında həm əsas komponentləri, həm də mikroelementləri AA-analiz üsulu ilə analiz etmək mümkündür. Bu süxurların analizində əsas çətinlik nümunənin məhlulda keçirilməsidir. Silikatlı süxurları həll etmək üçün əsasən HF istifadə edilir, əsas komponent uçucu birləşmə ( $\text{SiF}_4$ ) şəklində kənarlaşdırılır. Bu həllolmanın çatışmayan cəhəti ondan ibarətdir ki, kalsium  $\text{CaF}_2$  şəklində çökür. Silikat süxurlarını qələvi əridicilərlə ( $\text{LiBO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaOH}$ )  $950^\circ\text{C}$ -də əritdikdə alınan eynicinsli qarışıqlar nitrat turşusunda asanlıqla həll olur, alınmış məhlulda bütün mikroelementləri təyin etmək mümkün olur.

Silikat süxurlarından fərqli olaraq, karbonat süxurları nitrat, xlorid və asetat turşularında asanlıqla həll olurlar. Bu süxurlarda qələvi, qələvi-torpaq, Al, Si, Ti, Fe və s. metalları alovlu AA üsulu ilə asanlıqla təyin etmək olar.

Süxurlarda mikroelementləri təyin etmək üçün bəzi hallarda ekstraksiya üsulundan istifadə edilir.

**Filiz və mineralların analizi:** Filiz və mineralları məhlul halına çevirmək üçün nümunəni xlorid və nitrat turşularının qarışığında həll edirlər. Əgər nümunədə silisium olarsa məhlula flüorid turşusu əlavə edilir. Sulfidli mineral və filizləri həll etmək üçün flüorid və perxlorat turşularının qarışığından istifadə edilir.

Tərkibində vanadium olan mis filizlərini həll etmək üçün sulfat və ya xlorid turşularından istifadə edilir. Qurğuşunlu filizləri həll etmək üçün nitrat və xlorid turşularından istifadə edirlər. Qızılı qızıl filizlərində təyin etmək üçün filizi çar arağında həll edirlər. Məhlulu quru qalıq qalana qədər buxarlandırır, alınmış quru qalığı yenidən xlorid turşusunda həll edərək məhlulu lazımı həcmə çatdıraraq asetilen-hava alovunda 242, 8 nm dalğa uzunluğunda qızılı təyin edirlər.

## 5.5 Atom-absorbsiya analiz üsulu metallurgiyada

Metalları, xəlitələri və metallurgiya məhsullarını analiz etmək üçün AA-analiz üsulundan geniş istifadə edilir.

Metal və xəlitələri məhlul halına çevirmək üçün müxtəlif turşulardan və turşuların qarışığından istifadə edilir.

**Alüminium əsaslı xəlitələrin analizi.** 0,5 q nümunə çəkisi götürərək 100 ml ölçü stəkanına yerləşdirib üzərinə 30 ml HCl (1:1) əlavə edərək həll edilir. Nümunə tam həll olduqdan sonra məhlul soyudulur. Məhlulu həcmi 100 ml

olan ölçü kolbasına keçirərək cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulda Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Zn və başqa elementləri öz dalğa uzunluğuna uyğun olaraq asetilen-hava alovunda təyin edirlər. Maqneziumu təyin edən zamanı  $C_2H_2-N_2O$  alovundan istifadə etmək lazım gəlir, əks halda məhlula 1%  $SrCl_2$  əlavə etmək lazımdır. Dərəcəli əyri qurmaq üçün etalon məhlullar hazırlayarkən, hər birinin üzərinə 0,5 % alüminiumun 15% xlorid turşusunda məhlulu əlavə edilir.

Alüminium xəlitələrində kalsiumu təyin edən zaman mütləq  $C_2H_2-N_2O$  alovundan istifadə edilməlidir. Bu alovun temperaturu alüminiumun kalsiuma maneçiliyini tam aradan qaldırır.

**Sink əsaslı xəlitələrin analizi.** Sink əsaslı xəlitələrin AA-üsulu ilə analizi zamanı heç bir çətinliyə rast gəlinmir. Nümunənin analizə hazırlanması: Təyin edilən elementlərin miqdarından asılı olaraq nümunə çəkisi götürüb (0,5-2 q) 20 ml 50%-li nitrat turşusunda qızdırmaqla həll edilir. Məhlulu azot oksidi çıxana qədər qaynadır, məhlulu soyutduqdan sonra həcmi 100 ml olan ölçü kolbasına keçirərək cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulda birbaşa Mg, Fe, Al təyin edilir. Əgər təyin edilən elementlərin qatılıqları (Cu, Zn, Pb) çox olarsa, analiz edilən məhlulu 2-3 dəfə yenidən durulaşdırmaq lazım gəlir. Hazırlanmış nümunənin mühitinə uyğun olaraq, dərəcəli əyri qurmaq üçün etalon məhlullar hazırlanır. Nümunədə hər bir elementin öz dalğa uzunluğunda və alovunda atom udma qabiliyyəti ölçülür.



**Mis əsaslı xəlitələrin analizi:** Mis əsaslı xəlitələrdə istənilən elementi AA-üsulu ilə təyin etmək olar. Mis əsaslı xəlitələrdə Fe, Pb, Mn, Ni və Zn təyin edən zaman asetilen-hava alovundan istifadə edilir, Sn və Al təyin edən zaman isə  $C_2H_2-N_2O$  alovundan istifadə edilir.

**Nümunənin analizə hazırlanması:** 1 q nümunə çəkisi götürüb həcmi 100 ml olan stəkana yerləşdirib üzərinə 20 ml HCl və  $HNO_3$  turşularının qarışığı əlavə edilərək ehtiyatla qızdırılır. Məhlul soyudulur və həcmi 100 ml olan ölçü kolbasına keçirilərək cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Əgər analiz edilən məhlulda qalay olarsa məhlul əvvəlcədən 10 ml 50%-li HCl əlavə etdikdən sonra məhlul durulaşdırılır.

**Polad nümunələrinin analizi:** Polad nümunələrdə əksər elementləri analiz etmək mümkündür.

Nümunənin analizə hazırlanması: 1 q nümunə çəkisini 10 ml HCl(xüsusi çəkisi 1,18) və 5 ml  $HNO_3$ (xüsusi çəkisi 1,4) turşusu qarışığında həll edilir. Reaksiyanın sonunda 10 ml perxlorat turşusu (xüsusi çəkisi 1,54) əlavə edilir. Məhlulu perxlorat turşusunun buxarlarının çıxmasına qədər buxarlandırırlar. Əgər məhlulda xrom olarsa məhlul qırmızı rəng alır.

Məhlul buxarlandırıldıqdan sonra soyudulur və həcmi 100 ml olan ölçü kolbasına keçirilir. Dərəcəli əyri qurmaq üçün etalon məhlullar nümunə çəkisinə uyğun hazırlanır. Hazırlanmış məhlulda Mn, Ni, Cr, Mo, Cu, V, Co, Ti, Sn, Al, Pb, W elementlər öz dalğa uzunluqlarına uyğun  $C_2H_2$ -hava və  $C_2H_2-N_2O$  alovlarında təyin edilir.

## 5.6 Kliniki və bioloji nümunələrin analizi

AA- analiz üsulu kliniki və bioloji nümunələrin analizində geniş istifadə olunur. Qan laxtasında Li, Na, K, Mg, Ca, Cu, Au, Zn və Fe-kimi elementlərin təyində AAS-üsulu ən effektiv üsul sayılır.

### Torpaq nümunələrinin analizi

Torpaq nümunələrində qələvi, qələvi-torpaq və ağır metalların hamısını təyin etmək mümkündür. Torpaq nümunələrində (Si, Al, Ca, Mg, Na, K, Fe, Ti) makro-komponentləri analiz etmək üçün silikat analizindən istifadə edilir. Torpaq nümunələrini 400-500°C-də metabo-rat litiumla əritdikdən sonra flüorid və perxlorat turşu-sunda həll edirlər. Məhlulda makrokomponentlərdən başqa Cd, Co, Cr, Mn, Ni elementləri də təyin etmək olar. Torpaq nümunələrini həll etmək üçün bir sıra turşuların qarışığından istifadə edilir:  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ ;  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ ;  $\text{HNO}_3 + \text{HCl}$ .

**Analizin gedişi:** 0,5 q torpaq nümunəsi 3 ml su ilə isladılır, üzərinə 10 ml  $\text{HNO}_3$ (qatı) əlavə edərək məhlul 1 s. ərzində 100°C-yə qədər qızdırılır. Məhlul soyudul-duqdan sonra üzərinə 3 ml 30 %  $\text{H}_2\text{O}_2$  əlavə edilir və qarışıq qızdırılır, məhlul süzüləndən sonra həcmi 100 ml olan ölçü kolbasına keçirilərək cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulda Cu, Zn, Cd, Pb, Cr, Mn, Ni və Co öz dalğa uzunluqlarına uyğun olaraq asetilen-hava alovunda təyin olunurlar.

## Bitki və yemlərin analizi

Bitki nümunələrində təxminən 30-50 elementi təyin etmək mümkündür. Bitki nümunələrini analizə hazırlamaq üçün bir sıra üsullar mövcuddur: quru külləşdirmə və yaş minerallaşdırma.

**Quru külləşdirmə:** 2 q nümunəni 500°C-də 4 saat ərzində əridirlər. Kül soyuduqdan sonra onun üzərinə 5 ml 6M HCl əlavə edərək su hamamında quru qalıq qalana qədər buxarlandırılır. Quru qalığı qızdırmaqla 0,1 M HCl-da həll edilir. Məhlul süzəgcdən keçirildikdən sonra həcmi 50 ml olan ölçü kolbasına keçirilərək, cizgiyə qədər 0,1 M HCl ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulda Li, Na, K, Mg, Ca, Sr, Cu, Zn, Al, Mn və Fe təyin edilir.

**Yaş minerallaşdırma:** Yaş minerallaşdırmada müxtəlif turşuların qarışığından istifadə edirlər.

**I qarışıq:** 1 q nümunə çəkisini həcmi 100 ml olan ölçü stəkanına yerləşdirib üzərinə 5-10 ml HNO<sub>3</sub>; 2-3 ml HClO<sub>4</sub> əlavə edərək, yavaş-yavaş reaksiya tam başa çatana qədər qızdırılır, sonra temperatur 200°C qədər qaldırılır. Məhlulu 2-3 ml qalana qədər buxarlandırıb üzərinə 10-15 ml H<sub>2</sub>O distillə suyu əlavə edərək həcmi 100 ml olan ölçü kolbasına keçirib, cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır.

**II qarışıq:** HNO<sub>3</sub>, HClO<sub>4</sub> və H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. 1,0 q nümunə çəkisini həcmi 100 ml olan ölçü kolbasında yerləşdirib üzərinə 5-10 ml HNO<sub>3</sub>, 2-3 ml HClO<sub>4</sub> və 1-2 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> əlavə edilir. Bu üsul Sr, Pb və Mn-nin təyini üçün yararlıdır.

**III qarışıq:**  $\text{H}_2\text{SO}_4$  və  $\text{H}_2\text{O}_2$ . 0,1 q nümunəni stəkana yerləşdirib üzərinə 10 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  əlavə edərək  $\text{SO}_3$  buxarlarının əmələ gəlməsinə qədər qızdırırlar. Məhlulun üzərinə yavaş-yavaş damcı-damcı 2 ml 50%-li  $\text{H}_2\text{O}_2$  əlavə edilir. Məhlul 10 ml-ə qədər durulaşdırılır.

**IV qarışıq:**  $\text{HNO}_3$  və  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . 0,2-0,5 q qurudulmuş nümunə çəkisinin üzərinə 5 ml  $\text{HNO}_3$  və 2 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  əlavə edərək 150-160°C-də 30-40 dəqiqə qızdırılır. Soyutduqdan sonra lazım olan həcmə qədər durulaşdırılır.

### Gübrələrin analizi

Gübrələrin tərkibində olan makro və mikrokomponentləri (Na, K, Mg, Ca, P, Fe və s.) AA üsulu analiz etmək mümkündür.

**Nümunənin həll edilməsi üsulu:** 1 q nümunə həcmi 100 ml olan ölçü stəkanına yerləşdirib üzərinə 10 ml HCl turşusu əlavə edərək quru qalıq qalana qədər buxarlandırılır. Alınmış quru qalığı suda həll edərək, həcmi 100 ml olan ölçü kolbasına keçirərək, cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Məhlulda Cu, Zn, Mn, Fe, Na, K, Ca, Mg öz dalğa uzunluqlarına uyğun olaraq  $\text{C}_2\text{H}_2$ -hava və  $\text{C}_2\text{H}_2\text{-N}_2\text{O}$  alovunda təyin edilir.

### Qan, qan laxtası və plazmanın analizi

Belə nümunələri analizə hazırlamaq üçün onları əksər hallarda bidistillə suyu ilə durulaşdırırlar. Qan laxtasını 3 dəfə durulaşdırdıqda aerosolun verilməsi zamanı əmələ gələn maneçiliklər aradan qaldırılır. Qan

laxtasında Na, K, Mg və Ca təyini zamanı qan laxtasını bidistillatla 1:250 və ya 1:1000 nisbətində durulaşdırılır. Məhlulu asetilen-hava alovuna verərək göstərilən elementləri təyin edirlər. Qan laxtasında dəmiri təyin edən zaman qan laxtasını 3-4 dəfə durulaşdırmaq və ya zülalı trixlorasetat turşusu ilə çökdürmək lazım gəlir. Mis və sinki qan laxtasında təyin edən zaman qan laxtasını 1:3-1:10 bidistillatla durulaşdırmaq lazımdır. Bu elementlərin təyini zamanı zülalların çökdürülməsi lazım gəlmir.

**Sidik analizi:** AAS-üsulu ilə sidikdə olan 30-a qədər elementi analiz etmək mümkündür. Sidiki analiz etmək üçün yaxşı yuyulmuş qaba 10 ml 2M HCl əlavə edərək onun üzərinə bir gün ərzində yığılmış sidik əlavə edilir. Sidiki uzun müddət saxlamaq üçün onu 1-2 ml xloroformla və ya toluolla konservləşdirirlər. Əgər çöküntü olarsa süzmək lazımdır. Sidikdə 1% duz olduğuna görə elementlərin təyini zamanı qeyri-selektiv udmalar müşahidə oluna bilər. Sidikin analizi zamanı əsasən C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>-hava alovundan və üç yarıqlı odluqlardan istifadə edilir. Bəzi elementlər sidiki durulaşdırmaqla birbaşa təyin edilir. Sidikdə Na təyin etmək üçün sidiki su ilə 1:200 və 1:1000; Ca-*mu* LaCl<sub>3</sub>-lə 1:10; Zn 1:5 nisbətində su ilə durulaşdırmaq lazımdır.

### **Maye nümunələrin analizi**

Suyun analizi haqqında V.1-də geniş məlumat verilmişdir. Qazlı suların analizinin təbii suların analizindən fərqi onun analizə hazırlanması üsuludur. Qazlı

suları analiz etmək üçün mütləq onu həll olmuş qazlardan azad etmək lazımdır.

**Meyvə şirələrinin analizi:** Meyvə şirələrini analiz etmək üçün ən effektiv üsul AAS üsuludur. AAS üsulu ilə meyvə şirələrində Ca, Mg, K, Na, Mn, Zn, Fe və s. elementləri analiz etmək olar. Şəkərlə əlaqədar olan şirələrin özlüklüyünü aradan qaldırmaq üçün şirələr 4-5 dəfə xlorid turşusu ilə durulaşdırılır. Bu proses zamanı təyin olunan elementin tam həll olması təmin olunur.

**Analizin gedişi:** 20 ml meyvə şirəsini həcmi 100 ml olan ölçü kolbasına keçirərək üzərinə 10 ml xlorid turşusu əlavə edib cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulda Na, K, Ca, Mg, Mn, Zn, Fe, Sn və s. elementlər birbaşa təyin edilir. Əgər nümunədə göstərilən elementlər çox olarsa, nümunəni bir neçə dəfə durulaşdırmaq lazım gəlir. Nümunəni elə durulaşdırmaq lazımdır ki, sonuncu məhlulda xlorid turşusunun qatılığı 5% olsun. Kalsiumu təyin edən zaman nümunəyə 0,5%  $\text{LaCl}_3$  məhlulu əlavə edilir. Turşunun və lantan xloridin qatılığı analiz edilən məhlulda və dərəcəli əyri qurmaq üçün hazırlanmış etalon məhlullar da eyni olmalıdır. Göstərilən elementləri analiz etmək üçün asetilen-hava alovundan istifadə edilir. Qalliumu analiz etmək üçün  $\text{C}_2\text{H}_2\text{-N}_2\text{O}$  alovundan istifadə edilir.

### **Şərab və pivənin analizi**

Məlumdur ki, pivənin tərkibində bəzi metalların olması onun keyfiyyətinə mənfi təsir göstərir. Pivənin stabilliyi və köpüyün keyfiyyəti onun tərkibində bəzi

metalların miqdarının çox olması ilə əlaqədardır. Pivənin tərkibində sinkin normada olması onun qıvcırmasını tam stimullaşdırır. Əgər pivənin tərkibində sinkin miqdarı az olarsa, mütləq lazımi qədər sink əlavə etmək lazımdır. Şərabın tərkibində bəzi metalların olması onun keyfiyyətinə təsir göstərir.

**Analizin gedişi:** Pivə nümunəsini analiz etmək üçün onu qabdan-qaba tökərək, karbon qazından azad edilir, sonra stəkana tökərək, köpüyün yox olmasına qədər saxlayırlar. Əgər nümunəni durulaşdırmaq lazım gəlmirsə məhlulu bir başa asetilen-hava və ya  $C_2H_2 - N_2O$  alovuna püskürərək Cu, Fe, Mn, Mg, Zn təyin edirlər. Analiz zamanı dərəcəli əyri qurmaq üçün tərkibində 10% spirt olan duru su məhlulundan istifadə etmək olar.

Şərab və pivə nümunələrin analiz etmək üçün ekstraksiya üsulundan da istifadə edilir.

**Ekstraksiya üsulu:** Həcmi 200 ml olan stəkana 50 ml şərab və ya qazsızlaşdırılmış pivə töküb, üzərinə 5 ml buzlu sirkə turşusu əlavə edərək 2 dəqiqə qaynadılır. Məhlul soyudulur və sentrifuqa etmək üçün həcmi 100 ml olan sınaq şüşəsinə keçirilərək üzərinə 2 ml 1%-li pirrolidin-ditiokarbamat ammonium və 10 ml metilizobutilketon əlavə edilir. Məhlulu 5 dəqiqə çalxalayıb 10 dəqiqə sentrifuqa edilir. Üzvi faza ayrıldıqdan sonra birbaşa asetilen-hava alovuna verilərək dəmiri, qurğuşunu, sinki və s. elementləri təyin edirlər. Dərəcəli əyri nümunənin hazırlanmasına uyğun olaraq hazırlanır.

## 5.7 Yeyinti məhsullarının analizi

AAS-üsulundan yeyinti məhsullarının analizində geniş istifadə olunur. Yeyinti məhsullarının tərkibində həyat üçün vacib olan elementlər (Na, K, Mg, Ca, Cu, Zn, Sn, P, V, Se, Cr, Mo, Mn, Fe, Co və Ni) və zəhərli elementlər (Cd, Hg, P, Sb, As) AAS üsulu ilə yaxşı təyin olunurlar. Yeyinti məhsullarının analizi zamanı ən vacib məsələlərdən biri nümunənin analizə hazırlanması üsulu-dur. Nümunəni analizə hazırlayarkən uçucu birləşmə əmələ gətirən elementlər nəzərə alınmalıdır ki, itkiyə yol verilməsin.

### Süd və süd məhsullarının analizi.

**Analizin gedişi:** Analiz edilən süd nümunəsini həcmi 100 ml olan ölçü kolbasında yerləşdirərək cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Məhlulu qarışdırıldıqdan sonra birbaşa asetilen-hava alovuna püskürülərək Na, K, Mg və Ca elementləri təyin edilir. Kalsiumun təyini zamanı məhlula 500 mkq/ml  $\text{La}^{+3}$  əlavə edilir. Cu, Zn və Fe-in təyini zamanı oksidləşdirici  $\text{C}_2\text{H}_2$ -hava alovundan və üç yarıqlı odluqlardan istifadə edilir. Dərəcəli əyri qurmaq üçün məhlullar göstərilən elementlərin suda həll olan kimyəvi təmiz duzlarından hazırlanır. Bu duzların məhlullarından nümunənin hazırlanmasına uyğun etalon hazırlanır.

**Qənd və qənd məhsullarının məhlulları böyük özlükləri ilə fərqlənirlər.** Qəndin külləşdirilməsi onun tərkibindəki



elementlərin itkisinə səbəb ola bilər, ona görə də bu üsulun qəndin analizinə tətbiqi məsləhət görülmür. Qəndin analizi üçün ən yaxşı üsul ekstraksiyalı atom-absorbsiya üsuludur.

### **Yağ və piylərin analizi**

Yağ və piylərin tam minerallaşdırılması onların tərkibində olan elementlərin itkisinə səbəb ola bilər. Yağ və piyləri oksidləşdirmək üçün  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$  və  $\text{H}_2\text{O}_2$ -nin qarışığından istifadə edilir. Yağda civəni təyin etmək üçün  $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  qarışığından istifadə edilir. Nümunənin ən yaxşı hazırlanma üsulu onların üzvi həlledicilərdə həll edilməsi və ya təyin edilən elementin yağdan xlorid turşusunun sulu məhlulu ilə ekstraksiyasıdır. Nümunə (yağ və piy) MİBK, dixloretanda, tsikloheksanda, propanolda və üzvi həlledicilərin qarışığında həll edilir.

Dərəcəli əyri qurmaq üçün hazırlanan etalon məhlullar nümunəyə uyğun hazırlanır. Yağ və piydə  $\text{C}_2\text{H}_2\text{-N}_2\text{O}$  alovunda Ca və Mg təyin edilir, qrafit peçlərində isə Cu, V, Mn, Fe və Ni elementləri təyin edilir.

### **Ət və ət məhsullarının analizi**

Ət və ət məhsullarını analiz etmək üçün əsasən quru külləşdirmə və yağ minerallaşdırma üsullarından istifadə edilir. Çox vaxtı üzvi əsası tam parçalamadan nümunə analiz edilir.

**Mineral turşularla natamam minerallaşdırma:** 1 q nümunə çəkisi götürüb həcmi 100 ml olan stəkana yerləşdirib, üzərinə 10 ml HCl(1:1) əlavə edərək qızdırılır. Məhlul 3 ml qalana qədər buxarlandırılır və filtr kağızından süzülür. Məhlulu həcmi 50 ml olan ölçü kolbasına keçirərək cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. Alınmış məhlulda asetilen-hava alovunda Zn, Cr, Fe, Cu, Cd, Pb, Mn, Co və Ni elementləri təyin edilir.

Başqa bir variantda nümunə 15-30 dəqiqə 20 ml HCl(1:1) turşusunda qaynadılır, soyudulub filtdən süzdükdən sonra həcmi 50 ml olan ölçü kolbasına keçirilir və cizgiyə qədər distillə suyu ilə durulaşdırılır. C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>-hava və C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>O alovlarından istifadə edərək məhlulda Na, K, Mg, Ca, Cu, Zn, Sn və Fe təyin edilir.

## 5.8 Silikat materialları

Silikat materiallarına sement, şüşə və keramika daxildir. Alovlu AAS-üsulu ilə silikat materiallarının tərkibində olan bütün elementləri təyin etmək olar. Nümunəni məhlula keçirmək üçün əritmə üsulundan istifadə edilir. Nümunəni əritmək üçün metaborat litiumdan istifadə edilir. Bəzi analitiklər isə natrium karbonat, natriumhidroksid və natrium-peroksiddən istifadə edirlər.

Keramik materiallarının tərkibi müxtəlif olur. Silisium karbid əsasında olan material  $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{O}_2$  qarışığı ilə əridilib xlorid turşusunda həll edilir.

Silisiumlu şüşələr  $\text{Hf} + \text{H}_2\text{SO}_4$  qarışığında həll edilir. Alınmış məhlulda Na, K, Mg, Al, Ca, Mn və Fe elementləri təyin edilir.

Şüşənin tərkibində olan bütün elementləri təyin etmək üçün nümunə metaborat natriumla əridilir və avtoklavda Hf-da həll edilir. Əgər şüşə  $\text{Hf} + \text{HCl}$  qarışığında həll edilərsə, alınan məhlulda Li, Na, K, Mg, Ca, Ba, Cu, Zn, Pb, Mn, Fe və Co təyin etmək olar.

## 5.9 Neft məhsulları

Təbii neft təmizləndikdən sonra onu katalitik krekinqə uğradırlar, bu zaman bir sıra metallardan katalizator kimi (Ni, Cu, Fe, Na, V) istifadə olunur. Bu metallar neftdə metalüzvi birləşmələr şəklində olur. Neftin və neft məhsullarının tərkibində olan elementləri təyin etmək üçün AAS-üsulu ən yaxşı üsullardan biri sayılır. Nümunəni analizə hazırlamaq üçün 4 üsuldən istifadə edilir.

**I. Yaş minerallaşdırma.** Nümunəni həll etmək üçün  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  qarışığından istifadə edilir. Bu üsul çox uzundur və  $\text{HClO}_4$  güclü reaksiya gedən zaman partlayış verə bilər.

**II. Ekstraksiya.** Ekstragent kimi kompleksəmələgətirici əlavə etməklə mineral turşulardan istifadə edilir. Əgər metal metalüzvibirləşmələr şəklində olarsa bəzi hallarda onun tam ayrılması mümkün olmur.

**III. Həllolma.** Nümunəni həll etmək üçün tsikloheksandan, butanoldan, metanoldan, diokсандan və bəzi qarışıqlardan (o-ksilol:izopropanol 3:1) istifadə edilir.

**IV. Durulaşdırma.** Nümunəni durulaşdırmaq üçün əsasən MİBK istifadə edilir. Durulaşdırıldıqdan sonra alovlu AAS-üsulu ilə nümunədə Ba, Zn, Sn və Pb elementləri təyin etmək olar.

## ƏLAVƏ 1

### Elementlərin atom absorbsiya xarakteristikaları

Bu fəsilə atom-absorbsiya üsulu ilə təyin olunan elementlərin optimal analiz şəraitinin qısa xarakteristikaları verilmişdir. Hər bir elementin həssas dalğa uzunluqları, yarığın spektral eni, xarakteristik qatılıq  $C_x$ , minimum təyin etmə həddi  $C_{MTh}$ , dərəcəli əyrinin düz işçi  $C_{d\text{əio}}$  oblastı, optimal alov və başqa istifadəsi mümkün olan alovlar. Bütün bu məlumatlar iki şüalı atom-absorbsiya spektrofotometri olan Perkin-Elmer firmasının istehsal etdiyi 603 modelinə və CARL ZEISS JENA firmasının AAS-30, AAS-1 N modellərinə uyğundur.

**Alüminium (Al).** Alüminiumun təyini zamanı həssas dalğa uzunluğu olan 309,27 nm və ondan bir qədər zəif olan dalğa uzunluqlarından 396,15; 394,40; 308,22 istifadə edilir. Yarığın spektral eni 0,7 nm,  $C_x=1$ ;  $C_{MTh}=0,02$ ;  $C_{d\text{əio}}=30$ , alov  $C_2H_2-N_2O$ , ionlaşdırıcı bufer kimi 0,2-0,3% KCl işlədilir. Alüminiumun təyininə Na, Mg, Ca, Zn,  $Cu^{+2}$ ,  $Pb^{+2}$ , mane olurlar.

**Barium (Ba).** Reduksiyaedici  $C_2H_2-N_2O$  alovunda təyin olunur, əsas dalğa uzunluğu 553,6 nm; yarığın spektral eni 0,2 nm,  $C_x=0,4$ ;  $C_{MTh}=0,008$ ,  $C_{d\text{əio}}=25$  mkq/ml. Reduksiyaedici asetilen-hava alovunda həssaslıq 10-20 dəfə aşağı olur və CaOH radikalının maneçiliyi yüksək olur. İonlaşdırıcı bufer olaraq 0,5-1% KCl istifadə edilir.

**Berillium (Be).** Həssas dalğa uzunluğu 234,9 nm; yarığın spektral eni=0,7 nm,  $C_x=0,025$ ;  $C_{MTh}=0,001$ ,  $C_{d\text{əio}}=2$  mkq/ml, reduksiyaedici alov  $C_2H_2-N_2O$ . Məhlulə  $H_3PO_4$ , Hf,  $CH_3COOH$ , K və üzvi həlledici əlavə etdikdə Be absorbsiyası yüksəlir. Al, Si və çox miqdar Mg berilliumun absorbsiyasını aşağı salır, yaxşı mühit  $HNO_3$ , HCl, 0,3 M Hf+0,5 M  $HNO_3$  sayılır.

**Vanadium (V).**  $C_2H_2-N_2O$  alovunda təyin olunur: Əsas dalğa uzunluqları 318,5 və 318,4; 318,3 nm; yarığın spektral eni 0,7 nm. Reduksiyaedici alov  $C_2H_2-N_2O$ ,  $C_x=1,7$ ;  $C_{MTH}=0,04$ ,  $C_{d\text{aio}}=15-20$  mkq\ml. Məhlulda üzvi həlledicilər və  $H_3PO_4$ , Hf, Al, Ti olduqda V-un absorpsiyası yüksəlir. Uyğun spektral bufer  $AlCl_3$ -dür.

**Bismut (Bi).** Həssas dalğa uzunluğu 223,1 nm-dir, 306, 8 nm dalğa uzunluğunun həssaslığı isə 4 dəfə ondan azdır. Yarığın spektral eni-0,2 nm;  $C_x=0,5$ ;  $C_{MTH}=0,02$ ,  $C_{d\text{aio}}=30$  mkq\ml. Oksidləşdirici asetilen-hava alovunda təyin olunur.

**Bor (B).**  $C_2H_2-N_2O$  alovunda təyin olunur: Əsas dalğa uzunluğu 249.8 nm,  $C_x=15$ ;  $C_{MTH}=0.7$ ;  $C_{d\text{aio}}=50$ mkq/ml. Üzvi həlledicilərin iştirakında absorpsiya çox yüksəkdir.

**Volfram (W).** Əsas dalğa uzunluğu 255,1 nm, yarığın spektral eni(yse)=0,2 nm;  $C_x=11$ ,  $C_{MTH}=1$ ;  $C_{d\text{aio}}=50$  mkq\ml; 400,9 nm dalğa uzunluğunda  $C_x=40$  mkq\ml; təyində  $C_2H_2-N_2O$  alovundan istifadə edilir. Yaxşı həlledici 5%(həcmə)Hf,  $H_3PO_4$  və ya  $H_2SO_4$  sayılır. Fe və silisium absorpsiyarı azaldır. Maneçilik 2%-li  $Na_2SO_4$ -lə aradan qaldırılır. Aşağı həssaslığına görə aloysuz atom-absorpsiya üsulu ilə təyin edilmir.

**Qallium (Ga).** Əsas dalğa uzunluğu 287,4 nm, yse=0,7 nm,  $C_x=1,3$ ;  $C_{MTH}=0,05$ ;  $C_{d\text{aio}}=100$  mkq\ml təyininin həssaslığı 2,5 dəfə aşağıdır. Oksidləşdirici  $C_2H_2 - N_2O$  alovunda təyin olunur.

**Hafnium (Hf).** Dalğa uzunluğu 307,3 nm; yse=0,2 nm;  $C_x=15$ ;  $C_{MTH}=2$ ;  $C_{d\text{aio}}=500$  mkq\ml. Alov  $C_2H_2-N_2O$ , uyğun bufer məhlulu 0,1% Hf və ya 0,1 M  $NH_4F$ -dir.

**Germanium (Ge).** Əsas dalğa uzunluğu 265,2 nm; yse=0,2 nm;  $C_x=2,4$ ;  $C_{MTH}=0,1$ ;  $C_{d\text{aio}}=200$  mkq\ml. Alov  $C_2H_2-N_2O$ .

**Dəmir (Fe).** Dalğa uzunluğu 248,3;  $y_{se}=0,2$  nm,  $C_x=0,12$ ,  $C_{MTh}=0,005$ ,  $C_{d\ddot{a}io}=5$  mkq \ ml.

İstifadə olunan digər dalğa uzunluqlarının 253,3; 372,0; 386,0 nm həssaslıqları 2,3 və 20 dəfə zəifdir. Asetilen-hava alovunda təyin olunur. Optimal mühit HCl turşusudur. Si və Al absorbsiyanı aşağı salır, uyğun xilasedici reagent 0,01 M 8-hidroksoxinolin sayılır. Dəmirin analitik signalına sitrat və tartrat ionları da mane olur. Onların maneçiliyi  $H_3PO_4$  turşusu ilə aradan qaldırılır. Reduksiyaedici asetilen-hava alovunda  $H_2SO_4$ ,  $H_3PO_4$  və  $HNO_3$  turşuları dəmirin atom udma qabiliyyətinə mane olurlar.

**Qızıl (Au).** Dalğa uzunluğu 242, 8 nm;  $y_{se}=0,7$ ;  $C_x=0,25$ ;  $C_{MTh}=0,01$ ;  $C_{d\ddot{a}io}=20$  mkq \ ml.

Çox miqdar Au təyin etmək üçün 267,6 nm dalğa uzunluğundan istifadə edilir, həssaslığı 2-3 dəfə aşağıdır. Oksidləşdirici asetilen-hava alovunda təyin olunur. Çox miqdar (500 mq/l-dən çox) Fe qızılın təyininə mane olur. Pərdələyici əlavə kimi  $LaCl_3$ ; KSN+0,1%  $K_4EDTA$  istifadə edilir. Bəzi hallarda  $C_2H_2-N_2O$  alovunda istifadə edilir.

**İndium (İn).** Əsas dalğa uzunluğu 303,0 nm;  $y_{se}=0,7$ ;  $C_x=0,7$ ;  $C_{MTh}=0,02$ ;  $C_{d\ddot{a}io}=50$ mkq \ ml qədər, yaxşı mühit  $HNO_3$ , az miqdarda  $H_2SO_4$  və  $HClO_4$ . Asetilen-hava alovunda təyin olunur.

**İridium (İr).** Əsas dalğa uzunluğu 264,0 nm;  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=8$ ;  $C_{MTh}=0,6$ ;  $C_{d\ddot{a}io}=600$ mkq \ ml.

Oksidləşdirici  $C_2H_2-N_2O$  alovunda təyin olunur. Asetilen-hava alovunda təyinat zamanı maneçilik çox olur.

**İttrium (Y).** Əsas dalğa uzunluğu 410,2 nm;  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=1,8$ ;  $C_{MTh}=0,05$ ;  $C_{d\ddot{a}io}=200$  mkq \ ml.

Başqa dalğa uzunluqlarının həssaslığı (407,7; 414,3; 412,8) ; 410,2 nm dalğa uzunluğunun həssaslığına bərabərdir. Asetilen-hava alovunda təyin olunur. Optimal

mühit  $\text{HClO}_4$  və  $\text{HNO}_3$  turşularıdır. Spektrokimyəvi bufer olaraq 1 %  $\text{Li}^{+3}$ -dan istifadə edirlər.

**Kadmium (Cd).** Əsas dalğa uzunluğu 228,8 nm;  $C_x=0,025$ ;  $C_{\text{MTH}}=0,01$ ;  $C_{\text{dәio}}=2$  mkq\ml.

Çox miqdar təyin etmək üçün 326,1 nm dalğa uzunluğundan istifadə edilir. Asetilen-hava alovunda təyin olunur.

**Kalium (K).** Əsas dalğa uzunluğu 766,5 nm,  $y_{se}=1-2$  nm;  $C_x=0,04$ ;  $C_{\text{MTH}}=0,002$ ;  $C_{\text{dәio}}=2$  mkq\ml. İonlaşdırıcı bufer 1% Cs və ya Na götürülür. Ən az qatılıqları propan-hava alovunda təyin etmək olar. Kaliumun təyində əsasən oksidləşdirici asetilen-hava alovundan istifadə edilir.

**Kalsium (Ca).** Kalsium yüksək temperaturlu  $\text{C}_2\text{H}_2\text{-N}_2\text{O}$  alovunda 422,7 nm dalğa uzunluğunda təyin olunur.  $y_{se}=0,7$  nm;  $C_x=0,005$ ;  $C_{\text{MTH}}=0,0005$ ;  $C_{\text{dәio}}=5$  mkq\ml. Mane olan (Al, Si) komponentlər məhlulda çox olduqda məhlula spektrokimyəvi bufer məhlulu olaraq 1%-li sulfosalisil turşu+0,05% KCl qarışığının əlavə edilməsi məsləhət görülür. Bəzi hallarda kalsiumun təyində asetilen-hava alovundan da istifadə edilir.

**Kobalt (Co).** Əsas dalğa uzunluğu 240,7 nm. Nümunədə çox miqdar kalsium olduqda 252,1; 352,7 nm dalğa uzunluqlarından istifadə edilir.  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=0,15$ ;  $C_{\text{MTH}}=0,01$ ;  $C_{\text{dәio}}=5$  mkq\ml. Oksidləşdirici asetilen hava alovunda təyin edilir. Reduksiyaedici alovda  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  və  $\text{HNO}_3$  turşuları kobaltın atom-udma qabiliyyətini aşağı salır. Optimal mühit HCl sayılır. Nümunədə çətin uçucu komponentlər olduqda  $\text{C}_2\text{H}_2\text{-N}_2\text{O}$  alovundan istifadə edilir.

**Silisium (Si).** Silisium asetilen-azot-1-oksidi alovunda 251,6 nm dalğa uzunluğunda təyin olunur.  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=1,8$ ;  $C_{\text{MTH}}=15$ ;  $C_{\text{dәio}}=150$  mkq\ml. Dərəcəli əyri bəzi



hallarda xətti olmur. Silisiumun absorbsiyası məhlulda V, Ni və ionlar oluqda azalır. Maneçilikləri bufer və standart məhlullarla aradan qaldırılır.

**Lantan və lantanoidlər (La).** Lantan və lantanoidlər Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Crd, Tb, Dy, Ho, Er, Tu, Yb, Lu asetilen-azot-1-oksüd alovunda təyin olunurlar. Əsas xarakteristikaları cədvəl IV.1. verilmişdir.

*Cədvəl 4*

*Lantanoidlərin atom-absorbsiya üsulu ilə təyidlərinin xarakteristikaları*

Element	Rezonans dalğa uzunluğu, nm	Başqa analitik xətlər, nm	Minimum təyinetmə həddi, mkq\ml	Xarakteristik qatılıq, mkq\ml	İşçi oblastın yuxarı həddi, mkq\ml
La	550,1	418,7;495,0	2	45	2500
Ce	220,0	569,7	-	-	-
Pr	495,1	491,4; 513,3	5	55	1000
Nd	463,4	489,7	1	10	1000
Sm	429,7	540,1; 476,0	2	8,5	500
Eu	459,4	466,2; 462,7	0,02	0,55	50
Gd	368,4	407,9; 405,8	1,2	16	1000
Tb	432,7	431,9; 405,8	0,6	9	400
Dy	421,2	419,5; 404,6	0,05	0,85	20
Ho	410,4	405,4; 416,3	0,04	1,1	100
Er	400,8	386,3; 415,1	0,04	0,95	40
Tu	371,8	409,4; 418,8	0,01	0,35	40
Yb	398,8	346,4; 246,4	0,005	0,1	10
Lu	336,0	356,8; 331,2	0,7	6	500

**Maqnezium (Mg).** Maqneziumun əsas dalğa uzunluğu 285,2 nm, yse=0,7 nm;  $C_x=0,007$ ;  $C_{MTh}=0,001$ ;  $C_{dai0}=0,5$  mkq\ml.

Nümunədə çox miqdar Mg olduqda zəif dalğa uzunluğu olan 202,6 nm-dən istifadə edilir. Maqneziumu asetilen-hava alovunda təyin edən zaman Ca, Sr və Ba onun təyininə mane olurlar. Oksidləşdirici alovda isə Al, Si, Ti kimi elementlər mane olurlar. Yüksək temperaturlu  $C_2H_2-N_2O$  alovu maqneziumun təyininin yüksək seçiciliyini təmin edir.

**Manqan (Mn).** Manqan AA-üsulunda ən yaxşı təyin olunan elementdir. Əsas dalğa uzunluğu 279,5 nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=0,05$ ;  $C_{MTH}=0,002$ ;  $C_{dai0}=3$  mkq/ml-a qədər. Manqanın təyində 279,5; 279,8 və 280,1 nm dalğa uzunluqlarından istifadə edirlər. Qatı məhlullarda Mn-nun təyində 403,1 nm dalğa uzunluğundan istifadə edilir. Asetilen-hava alovunda təyin olunur. Bu alovda  $CaSO_4$ ,  $MgSO_4$  duzlarının zəif maneçilikləri müşahidə olunur.

**Mis (Cu).** Dalğa uzunluğu 324,8 nm;  $y_{se}=0,7$  nm;  $C_x=0,09$ ;  $C_{MTH}=0,002$ ;  $C_{dai0}=5$  mkq/ml.

Məhlulda çox miqdar mis olduqda 327,5; 222,6; 249,2 və 244,2 nm dalğa uzunluqlarından istifadə edilir. Yüksək oksidləşdirici asetilen-hava alovunda maneçilik olmur. Optimal mühit HCl,  $HNO_3$  və  $HClO_4$  turşularıdır.

**Molibden (Mo).** Dalğa uzunluğu 313,3 nm;  $y_{se}=0,7$ ;  $C_x=0,5$ ;  $C_{MTH}=0,02$ ;  $C_{dai0}=40$  mkq/ml-ə qədər. Optimal mühit HCl,  $HNO_3$ ,  $HF_4$ . Absorbsiyanı  $H_2SO_4$  aşağı salır,  $H_3PO_4$  və  $HClO_4$  turşuları isə yüksəldir. Ən pis mühit  $H_2SO_4$  mühitidir.

Asetilen azot-1-oksidi alovunda Ca, Fe, Ti(III) elementləri molibdenin atom-udma qabiliyyətini aşağı salır, Al, Si, Ti (IV), Zr (III), Cr (III) elementləri isə bir

qədər yüksəldir. Molibdeni təyin etmək üçün qüvvətli reduksiyaedici asetilen-hava alovundan da istifadə edilir. Maneçilikləri aradan qaldırmaq üçün spektrokimyəvi bufer olan 2 %  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ; 2 %  $\text{NH}_4\text{Cl}+0,1$  %  $\text{Al}$  istifadə edilir.

**Arsen (As).** Dalğa uzunluğu 193,7 nm; alov- $\text{C}_2\text{H}_2$ -hava;  $C_x=0,8$ ;  $C_{\text{MTH}}=0,2$ ;  $C_{\text{d\text{a}io}}=50$  mkq\ml-ə qədər. Arseni təyin etmək üçün ən yaxşı üsul hidrid üsuludur ( $C_{\text{MTH}}=0,0002$  mkq\ml). Reduksiyaedici olaraq  $\text{NaBH}_4$  istifadə edilir. Hidrid pH-ın yüksək intervalında əmələ gəlir (pH=9, 6 M HCl). Hidrid üsulunda Cu, Bi, Se, Te, Fe, Co, Ni, As-nin təyininə qüvvətli mane olurlar.

**Natrium (Na).** Dalğa uzunluğu 589,0 nm; 589,6 nm;  $C_x=0,015$ ;  $C_{\text{MTH}}=0,0002$ ;  $C_{\text{d\text{a}io}}=1$  mkq\ml-ə qədər. İonlaşdırıcı bufer 0,1% K və ya Cs-un duzlarından istifadə edilir. Alov propan – butan – hava və ya  $\text{C}_2\text{H}_2$ - hava.

**Nikel (Ni).** Əsas dalğa uzunluğu 232,0 nm-dir, bundan başqa 341,5 və 352,4 nm dalğa uzunluqlarından da istifadə edilir.  $Y_{\text{se}}=0,1-0,2$  nm;  $C_x=0,15$ ;  $C_{\text{MTH}}=0,005$ ;  $C_{\text{d\text{a}io}}=5$  mkq\ml-ə qədər.

Qüvvətli oksidləşdirici asetilen-hava alovunda təyin olunur. Optimal mühit HCl,  $\text{HNO}_3$  və  $\text{HClO}_4$ -dür. Reduksiyaedici asetilen-hava alovunda  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , Cu, Cr, Fe, Co,  $\text{CN}^-$  ionları mane olurlar.

**Niobium (Nb).** Əsas dalğa uzunluqları: 334,9 və 334,4 nm;  $y_{\text{se}}=0,7$  nm;  $C_x=37$ ;  $C_{\text{MTH}}=1$ ;  $C_{\text{d\text{a}io}}=1000$  mkq\ml. Alov  $\text{C}_2\text{H}_2\text{-N}_2\text{O}$ .

**Qalay (Sn).** Alov  $\text{C}_2\text{H}_2\text{-N}_2\text{O}$ ;  $C_x=4$ ;  $C_{\text{MTH}}=0,07$ ;  $C_{\text{d\text{a}io}}=300$  mkq\ml-ə qədər. Hidrid üsulu ilə də təyin

olunur. Hidrid üsulu yüksək həssaslığı ilə seçilir.  
 $C_{MTh}=0,0002$  mkq\ml.

**Osmium (Os).**  $\lambda=290,9$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=1$ ;  $C_{MTh}=0,08$ ;  
 $C_{d\text{aio}}=100$  mkq\ml-ə qədər. Alov  $C_2H_2-N_2O$ . Asetilen-hava  
alovunda da təyin olunur.

**Palladium (Pd).**  $\lambda=247,6$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=0,25$ ;  
 $C_{MTh}=0,02$ ;  $C_{d\text{aio}}=15$  mkq\ml. Az həssaslı 276,3 və 340,4 nm  
dalğa uzunluqlarından da istifadə edilir. Oksidləşdirici  
asetilen-hava alovunda təyin olunur. Xlorid turşusu  
mühitində platinin zəif maneçiliyi hiss olunur.

**Platin (Pt).**  $\lambda=265,9$  nm,  $y_{se}=0,7$ ;  $C_x=2$ ;  $C_{MTh}=0,05$ ;  
 $C_{d\text{aio}}=75$  mkq\ml-ə qədər.

Zəif dalğa uzunluğu olan 306,5 nm-dən də istifadə  
edilir. Oksidləşdirici asetilen-hava alovunda təyin olunur.  
Platin  $C_2H_2-N_2O$  alovunda yüksək seçiciliklə təyin olunur.  
Oksidləşdirici  $C_2H_2$ -hava alovunda Au, Ru, Pd, Os, İr,  
 $H_2SO_4$ ,  $HClO_4$  platinin atom-udma qabiliyyətinə qüvvətli  
mane olurlar.

**Renium (Re).**  $\lambda=346,0$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=15$ ;  $C_{MTh}=0,5$ ;  
alov  $C_2H_2-N_2O$ .

**Civə (Hg).** Civənin təyini üçün ən yaxşı üsul  
alovsuz AA-üsuludur. Oksidləşdirici asetilen-hava alo-  
vunda rezonans olmayan dalğa uzunluğu 253,7 nm üçün  
 $C_x=7,5$ ;  $C_{MTh}=0,25$ ;  $C_{d\text{aio}}=300$  mkq\ml.

Alovlı AA-üsulu ilə təyini zamanı reduksiya-  
edicilər Hg-nin təyininə qüvvətli mane olurlar.

**Rodium (Rh).**  $\lambda=343,5$  nm,  $y_{se}=0,2-0,7$  nm;  $C_x=0,3$ ;  
 $C_{MTh}=0,004$ ;  $C_{d\text{aio}}=30$  mkq\ml-ə qədər, 339,7; 369,9 nm  
dalğa uzunluqlarından da istifadə edilir. Alov  $C_2H_2$ -hava.

Asetilen-hava alovunda Cu, Cr, Fe, Ni, Co elementləri Rh təyininə maneçilik törədirlər. Mürəkkəb tərkibli birləşmələrdə Rh-ın təyini zamanı  $C_2H_2-N_2O$  alovundan da istifadə edilir.

**Rubidium (Rb).**  $\lambda=780,0$  nm,  $y_{se}=2$ ;  $C_x=0,1$ ;  $C_{MTh}=0,002$ ;  $C_{dai0}=5$  mkq\ml-ə qədər. Optimal atomizator propan-hava alovudur.

**Rutenium (Ru).**  $\lambda=349,9$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=0,5$ ;  $C_{MTh}=0,07$ ;  $C_{dai0}=50$  mkq\ml-ə qədər. Alov  $C_2H_2-N_2O$ ;  $C_2H_2$ -hava.

**Qurğuşun (Pb).**  $\lambda=283,3$  nm,  $C_x=0,5$ ;  $C_{MTh}=0,01$ ;  $C_{dai0}=20$  mkq\ml-ə qədər. Oksidləşdirici  $C_2H_2$ -hava alovunda yaxşı təyin olunur. Təyininə  $SO_4^{2-}$ ,  $CrO_4^{2-}$  və  $\dot{I}$ -ionları mane olur.

**Selen (Se).**  $\lambda=196,0$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=0,5$ ;  $C_{MTh}=0,2$ ;  $C_{dai0}=50$  mkq\ml-ə qədər. Atomizator olaraq  $C_2H_2-N_2O$ ;  $C_2H_2$ -hava alovlarından istifadə olunur.

**Gümüş (Ag).**  $\lambda=328,1$  nm,  $y_{se}=0,7$ ;  $C_x=0,06$ ;  $C_{MTh}=0,002$ ;  $C_{dai0}=4$  mkq\ml-ə qədər.  $\lambda=338,3$  dalğa uzunluğunun həssaslığı 2 dəfə zəifdir. Alov  $C_2H_2$ -hava.  $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $\dot{I}^-$ ,  $MnO_4^-$ ,  $WO_4^{2-}$ ,  $S^{2-}$  ionları Ag-un təyininə mane olurlar.

**Skandium (Sc).**  $\lambda=391,2$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=0,4$ ;  $C_{MTh}=0,02$ ;  $C_{dai0}=25$  mkq\ml-ə qədər. Alov  $C_2H_2-N_2O$ . Təyinə Al, Ti, və  $SO_4^{2-}$  ionları mane olurlar.

**Stronsium (Sr).**  $\lambda=460,7$  nm,  $y_{se}=0,7$ ;  $C_x=1,2$ ;  $C_{MTh}=0,002$ ;  $C_{dai0}=5$  mkq\ml-ə qədər. Asetilen-hava alovu: Asetilen-hava alovunda təyininə Be, Al, Th, U, Ti(IV), Zr, As(V),  $SiO_3^{2-}$ ,  $VO_3^-$ ,  $PO_4^{3-}$  ionları mane olurlar. Maneçilik

0,2-1% La və 0,1% La+1 %-hidroksixinolin pərdələyicilərini əlavə etməklə aradan qaldırılır. Mürəkkəb tərkiblərdə Sr təyini zamanı  $C_2H_2-N_2O$  alovundan istifadə edirlər. Yaxşı mühit HCl,  $HClO_4$ ,  $HNO_3$  turşuları; pis mühit isə  $H_2SO_4$ ,  $H_3PO_4$ ,  $HClO_4+KCl$  sayılır. BaO-in qeyri-selektiv maneçiliyi də mümkündür.

**Sürmə (Sb).**  $\lambda=217,6$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=0,5$ ;  $C_{MTh}=0,04$ ;  $C_{d\text{ə}io}=40$  mkq\ml-ə qədər. Alov  $C_2H_2$ -hava. Sürmə hidrid üsulu ilə yüksək həssaslıqla təyin olunur.  $C_{MTh}=0,00025$  və  $0,0001$  mkq\ml. Mane olan elementlər Fe, Co, Ni və Ag.

**Tallium (Tl).**  $\lambda=276,8$  nm,  $y_{se}=0,7$ ;  $C_x=0,5$ ;  $C_{MTh}=0,01$ ;  $C_{d\text{ə}io}=2$  mkq\ml-ə qədər. Alov  $C_2H_2$ -hava.

**Tantal (Ta).**  $\lambda=271,5$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=16$ ;  $C_{MTh}=1$ ;  $C_{d\text{ə}io}=1000$  mkq\ml-ə qədər. Atomizator  $C_2H_2-N_2O$ . AA-metodu tantalın təyini üçün az yararlıdır.

**Tellur (Te).**  $\lambda=214,3$  nm;  $214,7$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=0,5$ ;  $C_{MTh}=0,03$ ;  $C_{d\text{ə}io}=25$  mkq\ml-ə qədər. Oksidləşdirici  $C_2H_2$ -hava alovunda təyin olur. Tellur yüksək həssaslıqla hidrid üsulu ilə təyin olunur.

**Titan (Ti).**  $\lambda=365,4$  nm və az həssaslı  $364,3$ ;  $399,0$  nm dalğa uzunluqlarından istifadə edilir.  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=2$ ;  $C_{MTh}=0,04$ ;  $C_{d\text{ə}io}=200$  mkq\ml-ə qədər. Təyini zamanı reduksiyaedici  $C_2H_2-N_2O$  alovu məsləhət görülür.

**Torium (Th).** Həssaslığı çox aşağıdır,  $\lambda=324,6$  nm,  $C_x=800$  mkq\ml; Alov  $C_2H_2-N_2O$ .

**Uran (U).**  $\lambda=356,7$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_{MTh}=300$  mkq\ml.  $C_2H_2-N_2O$  alovunda dərəcəli əyri xətti deyildir. Təyini AA-üsuluna az uyğun gəlir.

**Fosfor (P).** Fosfor alov-suz atom-absorbsiya üsulu ilə təyin olunur. Onun 177,5 nm rezonans xətti praktiki olaraq istifadə olunmur.

**Flüor (F).** Flüor AA-üsulu ilə birbaşa təyin olunmur.

**Xlor (Cl).** Xlor AA-üsulu ilə birbaşa təyin edilmir.

**Xrom (Cr).**  $\lambda=357,9$  nm,  $y_{se}=0,7$  nm; 425,4 və 427,5 nm dalğa uzunluqlarının həssaslıqları 3-4 dəfə zəifdir.  $C_x=0,1$ ;  $C_{MTh}=0,003-0,005$ ;  $C_{d\text{əio}}=10$  mkq/ml-ə qədər. Reduksiyaedici  $C_2H_2-N_2O$ ;  $C_2H_2$ -hava alovlarında təyin olunur. Uyğun mühit HCl,  $HClO_4$  və  $HNO_3$ -dür. Reduksiyaedici alovda Al, Ti, V, Mo, Mn, Fe, Ni, Co mane olurlar. Oksidləşdirici alovda həssaslıq 5 dəfə aşağıdır.

**Sezium (Cs).**  $\lambda=852,1$  nm,  $y_{se}=2$ ;  $C_x=0,2$ ;  $C_{MTh}=0,01$ ;  $C_{d\text{əio}}=15$  mkq/ml-ə qədər. Alov propan-havadır, odluq işə üçyarıqlıdır.

**Sink (Zn).**  $\lambda=213,9$  nm,  $y_{se}=0,7-2$  nm;  $C_x=0,02$ ;  $C_{MTh}=0,001$ ;  $C_{d\text{əio}}=1$  mkq/ml-ə qədər. Çox miqdar Zn-in təyininə 307, 6 dalğa uzunluğundan istifadə edilir. Alov  $C_2H_2$ -hava.

**Sirkonium (Zr).**  $\lambda=360,1$  nm,  $y_{se}=0,2$ ;  $C_x=10$ ;  $C_{MTh}=1$ ;  $C_{d\text{əio}}=800$  mkq/ml-ə qədər. Reduksiyaedici  $C_2H_2-N_2O$  alovundan istifadə edilir.

## ƏLAVƏ 2

*Alovlı AAS-üsulu ilə təyin olunan elementlərin analitik xarakteristikaları (AAS-1N AAS-30)*

Element	Həssas dalğa uzunluqları nm	Bir qədər zəif dalğa uzunluqları nm	Minimum təyin etmə hədləri mkq/ml
Alüminium	309,3	336,1; 394,4	0,02
Barium	553,6	-	0,008
Berillium	234,9	-	0,001
Bor	249,8	-	0,7
Vanadium	318,5-318,3	-	0,04
Bismut	222,8	306,8	0,02
Volfram	255,1	400,9	1,0
Qallium	287,4	294,4; 403,3	0,05
Hafnium	307,3	286,6	2,0
Dəmir	248,3	253,3; 386,0	0,005
Qızıl	242,8	267,6	0,01
İndium	303,9	410,5	0,02
İridium	264,0	208,8	0,6
İttrium	410,2	407,7; 414,3	0,05
Kadmium	228,8	326,1	0,001
Kalium	766,5	769,9	0,002
Kalsium	422,7	239,9	0,0005
Kobalt	240,7	252,1; 352,7	0,01
Silisiyum	251,6	-	<0,1
Lantan	550,1	418,7; 495,0	2,0
Litium	670,8	323,3; 610,4	0,0003
Maqnezium	285,2	202,6	0,0001
Manqan	279,5	403,1	0,002
Mis	324,8	327,5; 249,2	0,002
Molibden	313,3	317,0; 320,9	0,02



Arsen	193,7	-	0,2
Natrium	589,0	330,2	0,0002
Nikel	232	341,0; 352,4	0,005
Niobium	334,9	410,0	1,0
Qalay	235,5	286,3	0,07
Osmium	290,9	301,8; 305,9	0,08
Palladium	247,6	276,3; 340,4	0,02
Platin	265,9	306,5	0,05
Rodium	349,5	339,7; 369,9	0,004
Civə	184,9	253,7	0,25
Rubidium	780,0	-	0,002
Rutenium	349,9	372,8	0,7
Qurğuşun	283,3	217,0	0,1
Selen	196,0	-	0,2
Gümüş	328,1	338,3	0,002
Skandium	391,2	327,4	0,02
Stronsium	460,7	242,8; 256,9	0,002
Sürmə	217,6	231,2	0,04
Tallium	276,8	377,6	0,01

## Ədəbiyyat

1. Zolotov Y.A. Ekstraksiyalı qatılaşıdırma. M.: Kimya, 1971
2. Lvov B.V. Atom-absorbsiya spektral analiz. M.: Elm, 1966
3. Poluektov N.S. Alovlu fotometriya analiz üsulu. M.: Kimya, 1967
4. Prays V. Analitik atom-absorbsiya spektroskopiya. M.: Mir, 1976.s. 355
5. Slavin V. Atom-absorbsiya spektroskopiya. L.: Kimya, 1971
6. Xarlamov İ.P., Eremina Q.V. Atom-absorbsiya analiz qara metallurgiyada. Moskva «Metallurgiya» 1982. S. 165
7. Britske M.E. Atom-absorbsiya spektrokimyəvi analiz. Moskva «Kimya» 1982. S. 222
8. Xaverov İ., Çalayev D. Atom-absorbsiya analiz. Leningrad «Kimya» 1983. s. 143
9. Paşacanov A.M. Ekstraksiya və 2-hidroksi-5-tret-butilfenol-2'-metilazobenzolun köməyi ilə molibdenin atom-absorbsiya üsulu ilə təyini. Jurnal «Analitik kimya» 2006, tom 61, №8 s.831-834

# Mündəricat

Ön söz.....	3
Giriş.....	4
<b>Fəsil 1. Atom-absorbsiya metodunun əsasları.....</b>	<b>6</b>
1.1. Atom-absorbsiya spektroskopiya üsulunun nəzəri əsasları.....	6
1.2. Atom-emission spektroskopiya.....	10
1.3. Atom-flüoresent spektroskopiya.....	11
1.4. Atom-absorbsiya spektroskopiya üsulunda işlədilən terminlər.....	12
1.5. Atom-absorbsiya spektroskopiya üsulunun başqa analitik üsullarla müqayisəsi.....	14
<b>Fəsil 2. Udma mühiti onun xassələri və alınması .....</b>	<b>16</b>
2.1. Alov. Alovların xarakteristikaları. Alovun quruluşu.....	16
2.2. Alovda aerosolun alınması və damcılarnı buxarlanması.....	22
2.3. Alovda dissosiasiya və ionlaşma prosesləri.....	25
2.4. Alovda maneçilik və onun aradan qaldırılması .....	31
<b>Fəsil 3. Cihaz.....</b>	<b>49</b>
3.1. Atom-absorbsiya spektroskopunun prinsiplial sxemi .....	49
3.2. Şüa mənbələri: katodu yarım örtülü lampalar. Elektrodsuz qazboğaldıcı lampalar.....	51
3.3. Odluqlar.....	57
3.4. Püskürücülər və püskürücü kameralar.....	60
3.5. Nümunənin alov qaz halında verilməsi.....	63
3.6. Optiki sistemlər.....	65
<b>Fəsil 4. Metodiki suallar.....</b>	<b>70</b>
4.1. Metodun həssaslığı.....	70
4.2. Minimum təyinetmə həddi.....	73
4.3. Təkrarlanma.....	74
4.4. Düzgünlük.....	76
4.5. Aloysuz atom-absorbsiya üsulu .....	78
4.6. Lvovun qrafit küveti.....	79
4.7. Qrafit peçlər.....	80
<b>Fəsil 5. Praktiki hissə.....</b>	<b>86</b>
5.1. Nümunənin analizə hazırlanması. Nümunənin məhlula keçirilməsi .....	86
5.2. Analizin optimal şəraitinin və eksperimentin metodikasının seçilməsi .....	91
5.3. Dərəcələmə. Dərəcəli əyri. Dərəcəli əyri məhlullarının hazırlanması. Susuz dərəcəli məhlullar .....	94
5.4. Atom-absorbsiya analiz üsulunun tətbiqi.....	99
Bir sıra tipik obyektlərin analizi.....	100
Suyun analizi.....	100
Dağ süxurlarının analizi .....	101

5.5. Atom-absorbsiya analiz üsulu metallurjiyada .....	103
Alüminium əsaslı xəlitələrin analizi.....	103
Sink əsaslı xəlitələrin analizi.....	103
Mis əsaslı xəlitələrin analizi.....	104
Polad nümunələrin analizi.....	105
5.6. Klinik və bioloji nümunələrin analizi .....	105
Torpaq nümunələrinin analizi.....	105
Bitki və yemlərin analizi.....	106
Gübrələrin analizi.....	107
Qan, qan laxtası və plazmarın analizi.....	108
Sidik analizi.....	108
Meyvə şirələri, pivə və şərab.....	109
5.7. Yeyinti məhsullarının analizi .....	111
Süd və süd məhsullarının analizi.....	111
Qənd və qənd məhsullarının analizi.....	112
Yağ və piylərin analizi.....	112
Ət və ət məhsullarının analizi.....	113
5.8. Silikat materiallar .....	113
5.9. Neft məhsulları .....	114
Əlavə 1. ....	116
Əlavə 2. ....	128
Ədəbiyyat .....	130

**R.Ə. ƏLİYEVƏ, F.M. ÇİRAQOV, A.M. PAŞACANOV**

***ATOM-ABSORBSIYA  
SPEKTROSKOPİYA***

*Bakı – «Elm» - 2010*

«ELM» REDAKSIYA-NƏŞRİYYAT  
VƏ POLİQRAFİYA MƏRKƏZİ