قياس بعض المعادن باستخدام مطياف الفوتومتري باللهب Flame photometer

يتم بهذه الطريقة حرق النموذج باستعمال انواع مختلفة من اللهب مما يؤدي الى انتقال الالكترونات داخل ذرات العنصر الى مستويات طاقة اعلى ثم رجوعها الى مستوى طاقة اقل وينتج عن هذه العملية انبعاث اشعة ضوئية معينة. فعندما يراد تقدير أحد العناصر يستعمل في المطياف فلتر خاص لكل عنصر يسمح بمرور الاشعة المنبعثة من العنصر نفسه ويعمل على امتصاص الاشعة المنبعثة من العناصر الاخرى وان كمية الضوء المنبعثة من العنصر تتناسب طرديا مع تركيز ذلك العنصر وعليه يمكن حساب تركيز المعدن من مقارنة كمية الضوء المنبعث مع قيم منحني بياني قياس تستعمل لهذا الغرض.

ويمكن قياس الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم والليثيوم والسترونتيوم بهذه الطريقة.

هضم النماذج الخاصة لقياس الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم والليثيوم والسترونتيوم

لا تحتاج نماذج المياه غير الملوثة بالمواد العضوية كمياه الشرب ومياه النهر إلى عمليات هضم ولكنها تحتاج إلى ترشيح لإزالة المواد العالقة فيها فقط وان وجود المواد العضوية أو المواد العالقة في النموذج يسبب تداخلا أثناء القياس لذا يجب إجراء عملية هضم على النماذج وبالأخص نماذج مياه الفضلات المنزلية أو الصناعية قبل البدء بالقياس. ويمكن أن تتم عملية الهضم بإحدى هاتين الطريقتين:

أ- الهضم باستعمال حامض النتريك
ب- الهضم الجاف

المواد الكيمياوية المستعملة في عمليات الهضم:

1- حامض النتريك المركز.

2- بيروكسيد الهيدروجين H_2O_2 30 %.

3- حامض الهيدروكلوريك المركز.

4- هيدروكسيد الامونيوم المركز NH_4OH.

أ- الهضم باستعمال حامض النتريك:

يحمض حجم معين من النموذج بحامض النتريك المركز ويبخر لحد الجفاف على حمام مائي ثم يضاف إلى الراسب (25) مللتر من حامض النتريك المركز ويسخن مرة أخرى إلى حد الجفاف. إن ظهور أبخرة بنية اللون أثناء عملية التسخين دليل على عدم إتمام عملية تأكسد المواد العضوية لذا يجب إعادة عملية إضافة الحامض والتسخين أو إضافة الحامض مع كمية قليلة من بيروكسيد الهيدروجين (30%) والتسخين لإتمام أكسدة المواد العضوية إلى أن تنتهي العملية بتكوين راسب ابيض اللون.

ب- الهضم الجاف:

يوضع حجم معين من النموذج في جفنة بلاتينية ويبخر لحد الجفاف على حمام مائي ثم يوضع الراسب والجفنة في فرن درجة حرارته (400 – 450)مئوي وفي حالة استخدام النموذج لحساب الصوديوم يحرق بدرجة (600) مئوي لعدة ساعات إلى أن يصبح الراسب ابيض اللون .

ج- التحضير النهائي للنموذج:

يذاب الراسب المتخلف عن أي من عمليات الحرق السابقة في اقل كمية كافية من حامض الهيدروكلوريك المركز والماء المقطر الحار ثم يرشح ويعادل بإضافة هيدروكسيد الامونيوم المركز إليه ثم يكمل الحجم بالماء المقطر إلى المقدار الأصلي للنموذج ويستعمل لتقدير العناصر المذكورة أعلاه.

وضع الجهاز :

يوضع جهاز الطيف الفوتومتري باللهب في مكان بعيد عن ضوء الشمس أو الضوء المباشر وبعيد عن وصول التيارات الهوائية وعن الغبار ومصادر التدخين أو أي مصدر تلوث يمكن أن يتسبب في وصول مواد عالقة إلى الجهاز لأنها قد تؤدي إلى انسداد بعض أجزاءه .

عمل الجهاز :

بسبب الاختلاف الواضح بين أنواع وطرق تشغيل أجهزة الطيف الفوتومتري باللهب فليس من السهل إعطاء تفسير واضح لطريقة تشغيل كل نوع من أنواع هذه الأجهزة ولكن يمكن إتباع طرق التشغيل الخاصة بكل جهاز والمقررة من قبل الشركة المنتجة لذلك الجهاز من حيث تحديد

نوع غاز الوقود وضغط الهواء أو الغاز وخطوات تسخين الجهاز وفتح اللهب وتصحيح شكل اللهب وإمرار الماء المقطر للغسل وحرق النموذج وقياس شدة الضوء المنبعث . ويجب عمل منحني بياني بين نسبة الضوء المنبعث من محاليل قياسية وتركيز هذه المحاليل في كل مرة يبدأ فيها بتشغيل الجهاز .

1- قياس الصوديوم بطريقة المطياف الفوتومتري باللهب :

مقدمة

يحتل عنصر الصوديوم المنزلة السادسة من بين العناصر من حيث وفرته في المياه الطبيعية ويتواجد بكميات ملحوظة تتراوح من بضع ملغرامات في اللتر وتزداد إلى مئات الملللغرامات في اللتر في المياه المالحة وفي مياه المراجل التي تزال عسرتها بطريقة تبادل الصوديوم . وان نسبة وجود الصوديوم في الماء بالنسبة إلى وجود الفلزات الأخرى فيه مهمة جدا في الزراعة وان تنافذ الماء والأملاح خلال التربة يتأثر بتركيز الصوديوم العالي

يقاس تركيز الصوديوم في الماء بطريقة المطياف الفوتومتري باللهب وهي من الطرق الدقيقة والمفضلة خصوصا للتراكيز التي هي اقل من (10)ملغرام/لتر. لذا يجب العمل تحت نفس هذه الظروف كأن تحضر محاليل قياسية تراكيزها اقل من (10)ملغرام /لتر، وتخفف العينات العالية التراكيز إلى نفس مدى القياس بالماء المقطر الخالي تماما من الايونات مع الأخذ بنظر الاعتبار نسبة التخفيف عند الحسابات . وتصلح طريقة المطياف الفوتومتري باللهب لقياس تركيز الصوديوم في عينات المياه السطحية وعينات مياه الشرب ومياه الفضلات المنزلية والصناعية .

لا يفضل استخدام القناني الزجاجية في حفظ المحاليل القياسية للصوديوم ولا في حفظ عينات الماء المراد قياس تركيز الصوديوم فيها وخاصة إذا كانت قيمة الدالة الحامضية للماء اقل من (7) بل تحفظ في قناني بلاستيكية .

هضم العينات :

تراجع عملية هضم النماذج المذكورة سابقا والخاصة لقياس الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم والليثيوم والسترونتيوم .

المواد الكيمياوية :

1- محلول الصوديوم الأصلي

يذاب (2.542)غرام من كلوريد الصوديوم (NaCl) المجففة بدرجة (140) مئوي، في كمية من الماء المقطر الخالي تماما من الايونات ويخفف المحلول إلى اللتر . كل مللتر واحد من هذا المحلول يحتوي على ملغرام واحد من الصوديوم .

2- محلول الصوديوم المتوسط

يخفف (10)مللتر من محلول الصوديوم الأصلي إلى (100)مللتر بالماء الخالي من الايونات .

كل مللتر واحد من هذا المحلول يحتوي على (100) مايكروغرام صوديوم ويستعمل هذا المحلول لعمل محاليل قياسية بمدى(1 – 10) ملغرام /لتر .

3- محلول الصوديوم القياسي

يخفف (10)مللتر من محلول الصوديوم المتوسط إلى (100) مللتر بالماء المقطر الخالي تماما من الايونات .

كل مللتر واحد من هذا المحلول يحتوي على (10)مايكروغرام صوديوم ويستعمل هذا المحلول لتحضير محاليل قياسية بمدى (0.1 – 1)ملغرام/لتر .

طريقة العمل :

1- تحضر مجموعة من محاليل قياسية تحتوي على 1،2،3،4،5 ملغرام/لتر صوديوم من تخفيف 1،2،3،4،5 مللتر من محلول الصوديوم المتوسط الى (100)مللتر بالماء المقطر الخالي تماما من الايونات .

2- يفتح الهواء وينظم ضغطه .

3- يفتح الغاز ويشعل اللهب .

4- ينظم اللهب بحيث يصبح ازرق اللون ومخروطي الشكل .

5- يوضع الفلتر الخاص بالصوديوم .

6- يسحب الماء المقطر الى الجهاز لغرض الغسل والحصول على قراءة الصفر للجهاز .

7- يبدأ بسحب المحلول القياسي ذو التركيز الاعلى وتحدد اعلى قراءة يمكن ان يسجلها الجهاز لقيمة الضوء المنبعث .

8- يعاد سحب الماء المقطر ويصفر الجهاز ثم يعاد سحب المحلول القياسي ذو التركيز العالي نفسه وتحدد قراءته الصحيحة . تعاد هذه العملية عدة مرات الى ان نحصل على قيمة ثابتة وصحيحة لكمية الضوء المنبعث .

9- يستمر في سحب المحاليل القياسية وتحدد قراءة كل منهم والحصول على قيمة الصفر بواسطة الماء المقطر بين كل قراءة واخرى .

10- يسحب النموذج وتسجل قراءته من حيث كمية الضوء المنبعث . يمكن سحب اي عدد من النماذج وتسجيل قراءاتها .

11- يرسم المنحني البياني القياسي بين كمية الضوء المنبعث من كل محلول من محاليل القياسية وبين تركيز هذه المحاليل . والحصول على خط مستقيم يمر بنقطة الاصل دلالة على دقة تحضير المحاليل القياسية وقياس وصلاحية عمل الجهاز .

12- يحدد تركيز الصوديوم في النماذج من مقارنة قيم الضوء المنبعث من هذه النماذج مع قيم المنحني البياني القياسي .

قياس البوتاسيوم بطريقة مطياف الفوتومتري باللهب

يمثل البوتاسيوم العنصر السابع من حيث وجوده في المياه الطبيعية علما بان تركيزه قليل في معظم مياه الشرب وقد يصل إلى (20)ملغرام/لتر فقط بينما يصل إلى أكثر من (100)ملغرام/لتر في مياه البحار المالحة .

ويقاس البوتاسيوم بطريقة الفوتومتري باللهب وهي من الطرق السريعة والدقيقة والتي تصلح لمعظم المياه السطحية ومياه الشرب وفضلات المياه المنزلية والصناعية وتكون دقيقة في قياس البوتاسيوم بمدى (0.1 – 10)ملغرام/لتر لذا يجب العمل تحت نفس هذه الظروف وذلك بتحضير محاليل قياسية بنفس المدى من التركيز وتخفيف النماذج إلى نفس المدى أيضا (مع اخذ نسبة التخفيف بنظر الاعتبار عند الحساب)

حفظ النماذج والمحاليل القياسية :

تحفظ النماذج في قناني بلاستيكية أو قناني زجاجية في نوع بايركس . كما تحفظ المحاليل القياسية في قناني بلاستيكية صغيرة ضيقة الفتحة ومحكمة السد لغرض التقليل من التبخر ويجب رج المحاليل القياسية جيدا قبل استعمالها .

هضم النماذج :

تراجع كما في تقدير الصوديوم بمطياف الفوتومتري باللهب .

المواد الكيمياوية :

1- محلول البوتاسيوم الاصلي

يذاب (1.907)غرام من كلوريد البوتاسيوم (KCl) المجفف بدرجة (110) مئوي ثم يجفف الى اللتر بالماء الخالي تماما من الايونات .

كل مللتر واحد من هذا المحلول يحتوي على ملغرام واحد من البوتاسيوم .

2- محلول البوتاسيوم المتوسط

يخفف (10)مللتر من محلول البوتاسيوم الاصلي بالماء الخالي من الايونات الى (100)مللتر

كل مللتر واحد من هذا المحلول يحتوي على (100)مايكروغرام بوتاسيوم يستعمل هذا المحلول لتحضير محاليل قياسية بمدى (1 – 10) ملغرام/لتر .

3- محلول البوتاسيوم القياسي

يخفف (10)مللتر من محلول البوتاسيوم المتوسط بالماء الخالي تماما من الايونات الى (100)مللتر .

كل مللتر واحد من هذا المحلول يحتوي على (10) مايكروغرام بوتاسيوم ويستعمل هذا المحلول لتحضير محاليل قياسية بمدى (0.1 – 1) ملغرام / لتر .

طريقة العمل :

تتبع نفس خطوات العمل المذكورة في تعيين الصوديوم بطريقة الفوتومتري باللهب مع استعمال الفلتر الخاص بالبوتاسيوم بدلا من فلتر الصوديوم .

قياس الكالسيوم بطريقة المطياف الفوتومتري باللهب:

مقدمة :

يحتل الكالسيوم المرتبة الخامسة من بين العناصر من حيث وفرته في المياه الطبيعية ويتواجد بكثرة في هذه المياه نتيجة لذوبان مركبات القشرة الارضية الكلسية فيها وهو من بين العناصر الرئيسية المسببة لعسرة المياه وتركيزه في الماء يعتمد على طبيعة المورد المائي وعلى نوع المعاملة المتبعة للمياه . يقاس الكالسيوم بطريقة المطياف الفوتومتري باللهب اضافة الى طريقة الامتصاص الذري وكذلك يقاس بالتسحيح مع مادة (EDTA) او مع برمنكنات البوتاسيوم. وتعد طريقة التسحيح الحجمية التي يقترن فيها عادة قياس الكالسيوم مع قياس المغنيسيوم بمادة (EDTA) اسرع الطرق وخاصة للتحليل اليومي المستمر وللمياه ذات العسرة العالية .

كما تصلح طريقة المطياف الفوتومتري باللهب لنماذج مياه الشرب والمياه السطحية ومياه الصرف المنزلية والصناعية ولكن بتراكيز مداها (1-50)ملغرام/لتر وعليه يمكن اتباع عملية تخفيف النماذج المركزة الى هذا المدى واخذ نسبة التخفيف بنظر الاعتبار عند الحسابات .

عملية الهضم :

راجع عملية الهضم المتبعة في نماذج الصوديوم بطريقة الفوتومتري باللهب .

المواد الكيمياوية :

1.محلول الكالسيوم الأصلي

يذاب (2,420)غرام من كلوريد الكالسيوم ($CaCl_2$) في كمية قليلة من الماء المقطر الخالي تماما من الايونات ثم يخفف الى اللتر .

كل مللتر واحد من هذا المحلول يحتوي على ملغرام واحد من الكالسيوم .

2. محلول الكالسيوم القياسي

يخفف(100)مللتر من محلول الكالسيوم الأصلي الى لتر واحد بالماء الخالي تماما من الايونات.

كل مللتر واحد من هذا المحلول يحتوي على (100) مايكروغرام كالسيوم .

طريقة العمل :

1. تحضر مجموعة من محاليل قياسية تحتوي على 10،20،30،40،50 ملغرام /لتر كالسيوم من تخفيف 10،20،30،40،50 مللتر من محلول الكالسيوم القياسي الى (100)مللتر بالماء الخالي تماما من الايونات .
2. تتبع نفس خطوات العمل والحساب المتبعة في تعيين الصوديوم بطريقة الفوتومتري باللهب . ويستعمل الفلتر الخاص بالكالسيوم بدلا من فلتر الصوديوم .