طرق الفصل والتحليل الالي

Separation methods and Instrumental Analysis

E 303

By

Prof. Dr. Munther Abduljaleel M-Ali

Lecture 2

المكونات الأساسية فى الأجهزة الطيفية

1- مصدر إضاءة (radiation source)

2- أداة اختيار الأطوال الموجية (λ selector)

3- مكان العينة الخلية ، (cell sample)

4- المكشاف (Detector)

5- معالج الإشارة (signal processor)

أولاً: مصادر الإضاءة

من الممكن تقسيم مصادر الإضاءة حسب سياق الأجهزة الطيفية وتقسيمها إلى نوعين:

1- مصدر الإضاءة المستمرة

وهي المصادر التي تعطي حزمة واسعة ومستمرة من الأطوال الموجية في مدى معين.

ومثالها مصدر التنجستن ، الذي يعطي جميع الأطوال الموجية من 340 وحتى 2500 nm

2- مصادر الإضاءة الخطية

وهذه لا تعطي طيفاً مستمراً في مدى معيناً من الأطوال الموجية ، وإنما تعطي خطوطاً محددة عند أطوال موجية معينة ، ومثالها الليزر

ثانياً: أدوات اختيار الأطوال الموجية

هناك ثلاثة أدوات يمكن استخدامها لاختيار الأطوال الموجية ، وهي:

1 - الفلاتر أو المرشحات filters

2- الموشور prism

3- المحزز grating

1- الفلاتر ، ومنها ثلاثة أنواع:

a) فلاتر امتصاص، وتسمى أيضاً فلاتر نفاذ (absorption or transmission filters)

وتقوم تلك الفلاتر بامتصاص مدى من الأطوال الموجية بينما تنفذ حزمة معينة ، أن هذا النوع من أنواع اختيار الطول الموجي لا يعطي طولاً موجياً محدداً بل مدى واسعاً من الأطوال الموجية مثال على هذا النوع هو الزجاج أو البلاستيك الشفاف الملون

b) فلاتر القطع (cut-off filters)

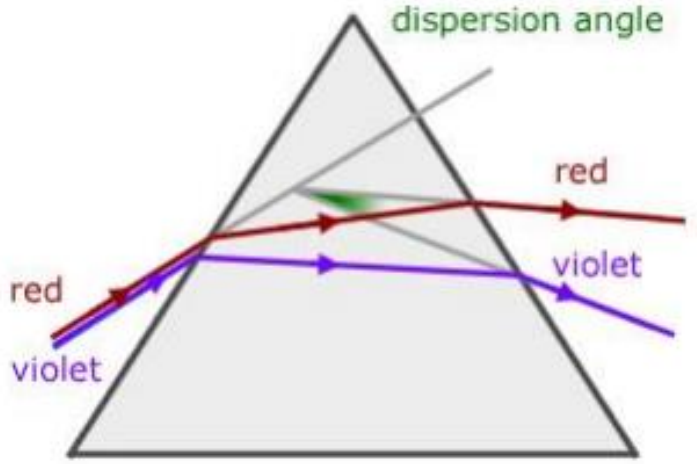
وهي نوع من الفلاتر تسمح بإدخال جميع الأطوال الموجية التي تكون أكبر من طول موجي معين ، بينما لا تسمح بمرور الأطوال الموجية التي تكون أقل من ذلك الطول الموجي، وينحصر استخدامها في التخلص من بعض الأشعة الضارة.

c) فلاتر التداخل (interference filters)

وهي الفلاتر القائمة على أساس تداخل الضوء ، وفيها تسقط حزمة واسعة من الأطوال الموجية المكونة للشعاع عمودياً على الفلتر ، فلا يمر سوى حزمة ضيقة للغاية من الأطوال الموجية.

2- الموشور

يعتبر الموشور أحد أدوات اختيار الأطوال الموجية ، حيث أنه يقوم بتفكيك الحزمة الضوئية متعددة الأطوال الموجية إلى مكوناتها من الأطوال الموجية، وعليه يعتبر الموشور أداة مفككة



أن قدرة المنشور على فصل الأطوال الموجية تزداد كلما قل الطول الموجي ، أو يمكن القول أنه كلما قل الطول الموجي فإن قدرة المنشور على فصل الأطوال الموجية تزداد

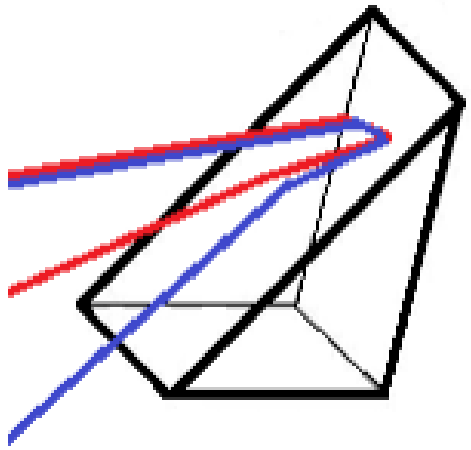
هناك نوعان مهمان من أنواع المواشير:

1- موشور كورنو (Cornu prism)

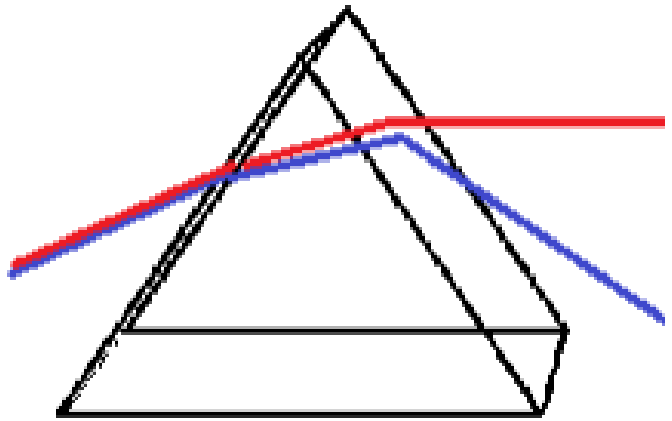
وتكون كل زاوية من زواياه 60 ، وقد تكون مادة صناعته من الكوارتز أو السليكا المنصهرة أو الزجاج ، وغيره من المواد الشفافة المنفذة للأشعة

2- موشور لترو (Littrow prism)

وتكون إحدى زواياه قائمة ، مثبت عليها مرآة عاكسة ، بينما زواياه الأخرى 30^{o} و 60^{o} .
وفيه تكون الأشعة المتفككة (الأطوال الموجية كل على حدة) في نفس مستوى أو جهة سقوط الحزمة الضوئية.



Littrow Prism

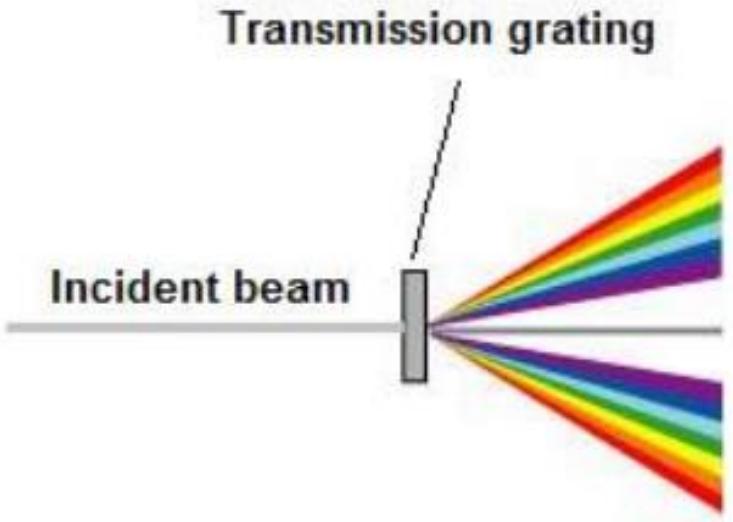


Cornu Prism

3- المحزز

وهو عبارة عن سطح مصقول للغاية ومحزز السطح بعدد كبير من الحزوز (الخطوط ، من 80-6000 حز أو خط لكل mm) ، والمحزز نوعان:

1- محزز منفذ (transmission grating): وفيه تسقط حزمة من الأشعة (متعددة الأطوال الموجية) على سطح المحزز عمودياً ، وتخرج (تنفذ) من السطح الآخر على هيئة أمواج مفككة.

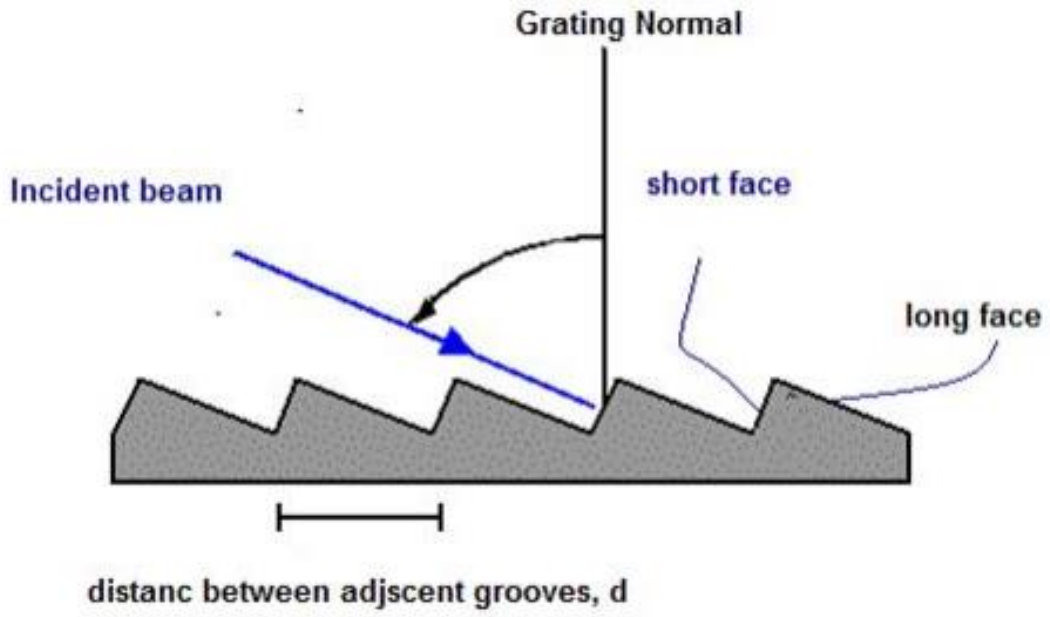


2- المحزز العاكس (Reflection or diffraction grating)

وهذا النوع شائع الاستخدام في الاجهزة الطيفية، ويكون على نوعان اعتمادا على كثافة الخطوط لكل mm:

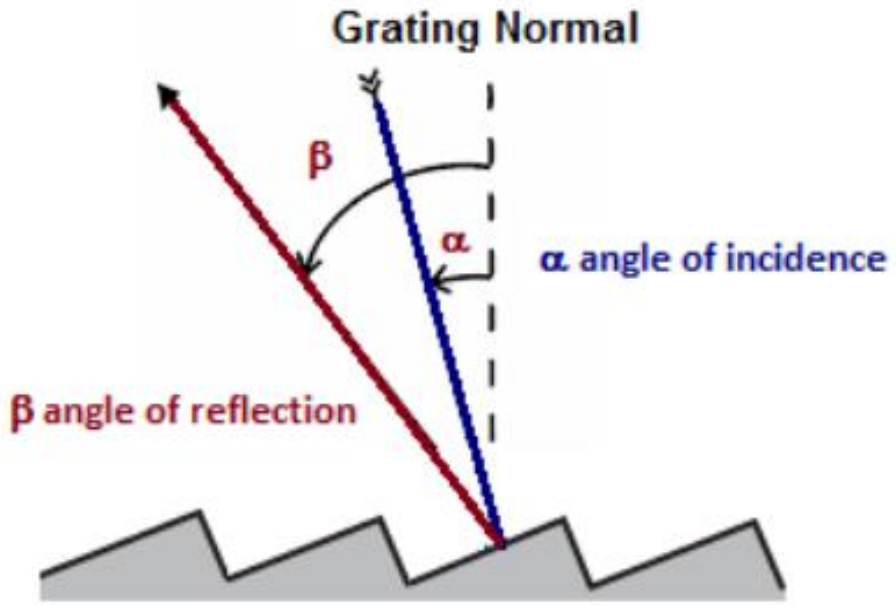
A- محزز ايشل Echelle grating

وتكون فيه عدد الخطوط من 80-300 خط (أو حز) لكل mm، أي أن كثافة عدد الخطوط تكون قليلة. وعادة ما يستخدم في أجهزة الانبعاث الذري.



B- محزز ايشليت Echellete grating

وتكون فيه عدد الخطوط عادة من 600-2000 خط (أو حز) ، إلا أن الدارج حوالي 1200 إلى 1400 خط لكل mm، أي أن كثافة عدد الخطوط تكون عالية بالمقارنة مع ال grating echelle. وغالباً ما يستخدم في معظم الأجهزة الطيفية.

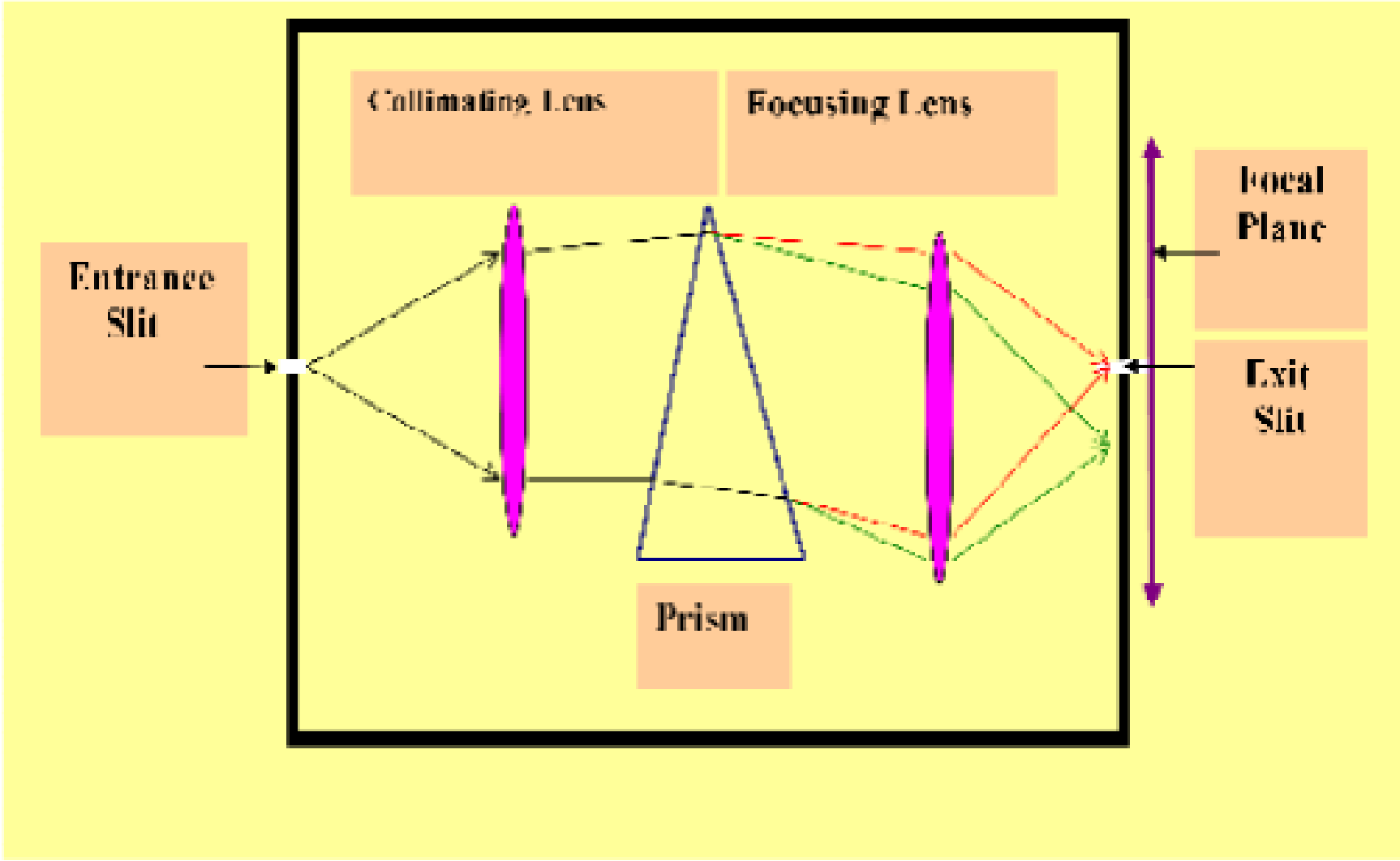


ما هي موحدات أطوال الموجات monochromator؟

هو الجزء (القطعة) من الجهاز المسؤولة عن اختيار الطول الموجي المرغوب من حزمة الأشعة متعددة الأطوال الموجية المنبعثة من المصدر ، وقد يكون قائماً على أساس استخدام الموشور أو المحزز.

يتكون هذا الجزء من الجهاز monochromator في حالة استخدام الموشور من:

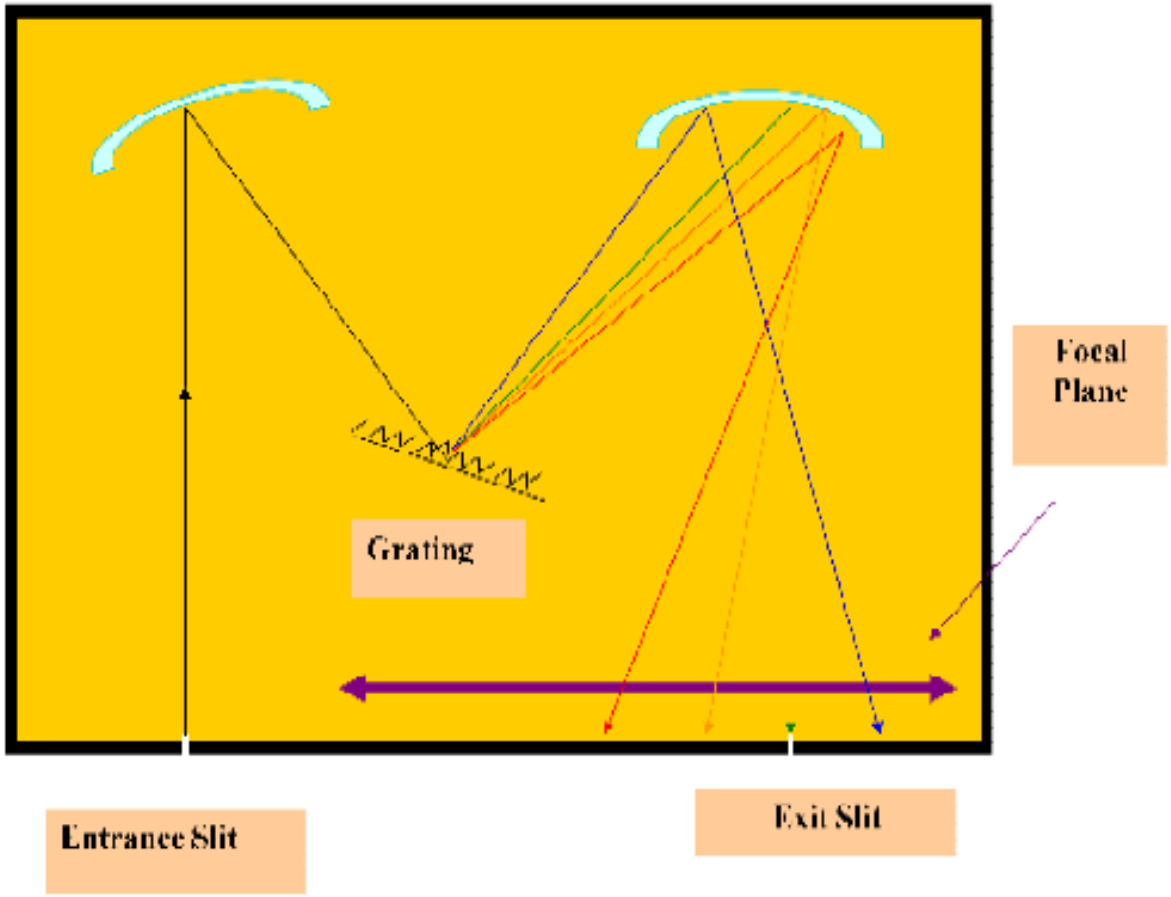
1 . فتحة دخول 2 . عدسة تجميع 3 . موشور 4 .عدسة تركيز 5 . فتحة خروج



Bunsen prism monochromator

أما ال monochromator القائم على أساس استخدام المحزز فيتكون من:

1. فتحة دخول 2. عدسة تجميع 3. محزز 4 . عدسة تركيز 5. فتحة خروج



Czerney-Turner monochromator

خصائص أداء ال monochromator:

1- نقاوة الطيف الخارج

2- القدرة على فصل طولين موجيين متقاربين

3- القدرة على تجميع الضوء

4- القدرة على فصل الأطوال الموجية بعضها عن بعض

3- مكان العينة الخلية ، (sample cell)

يتم اختيار الوعاء الذي توضع فيه العينة بحيث يكون من مادة لا تمتص الضوء الساقط عليها ، ذلك لأننا معنيون فقط بامتصاص العينة ، الذي يتناسب مع تركيزها، من أجل ذلك يتم استخدام الزجاج في منطقة الضوء المرئي (visible) ولا يتم استخدامه في منطقة الأشعة فوق البنفسجية (ultraviolet) لأن الزجاج يمتص الأشعة فوق البنفسجية. بينما يتم استخدام الكوارتز أو ال fused silica في منطقة الضوء المرئي والأشعة فوق البنفسجية أيضاً ، وذلك لأن الكوارتز والfused silica لا تمتصان الضوء المرئي ولا الأشعة فوق البنفسجية الأطول من 160 nm

ومن الممكن أيضاً استخدام أوعية للعينة مصنوعة من بوليمرات مثل البولي ايثيلين والبولي ستايرين وغيره) (340-900 nm) او polymethyl methacrylate (300-900 nm)، وذلك في منطقة الأشعة المرئية، وهذا النوع من الأوعية يستخدم لمرة واحدة فقط ، وذلك لأنه عادة ما يمتص جزءاً من الأصباغ أو المواد المختلفة ، لذلك يتم التخلص منه بعد الاستخدام.

4- المكشاف (Detector)

المكشاف أو ال detector هو الجزء من الجهاز المسئول عن قياس شدة الأشعة التي تصله بعد المرور في المحاليل المرجعية (blank solutions or reference) أو بعد خروجها من العينة.
فالمكشاف الذي من الممكن أن يقيس شدة أشعة إكس مثلاً لا يصلح لقياس الضوء المرئي أو الأشعة تحت الحمراء. ويمكن استخدام نفس المكشاف لقياس شدة الشعاع الساقط عليها في منطقتي الضوء المرئي وفوق البنفسجية.

خصائص المكشاف المطلوبة

1- أن يكون حساساً جداً ، بحيث يتمكن من قياس شدة الأشعة مهما كانت ضعيفة

2- أن يكون سريع الاستجابة ، بمعنى أن يعطي النتيجة بمجرد سقوط الشعاع عليه

3- أن تكون استجابته ثابتة مع الوقت

4- يفضل أن لا يتأثر الكاشف بالأحوال الجوية ، مثل نسبة الرطوبة ، أو درجة الحرارة ، وغيرها.

5- معالج الإشارة (signal processor or Readout)

وهي أجهزة الكترونية خاصة تقوم بتحويل الإشارة من المكشاف الى إشارة مقروءة او مطبوعة بشكل ارقام او رسم بياني، وغالبا ما تستخدم بعض الطابعات الحديثة الملحقة او أجهزة شاشة صغيرة لعرض النتائج بشكل مقروء.