

JEM 414 / JEM 440 MİNERAL TANIMA YÖNTEMLERİ DERSİ

10. HAFTA

Arş. Gör. Dr. Kıymet DENİZ

AA (Atomik Absorbsiyon)



ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROMETRESİ (AA)

AA spektroskopisi, ışın enerjisinin atomlar tarafından absorblanmasını inceler.

- Atomik absorbsiyon bir başka deęişle atomik soęurma asitte çözünmüş veya süspansiyon halde bulunan elementlerin konsantrasyonunu kantitatif olarak ölçme teknięidir.
- Bu metolla analiz edilebilen konsantrasyon aralıęı elementin cinsine göre deęişmekte olup, birçok katyon için milyonda bir seviye ile yüzde seviyesi arasındadır. Bu metoda üstünlük kazandıran en önemli özellikler arasında, aynı çözelti içindeki birkaç elementin analizinin iyi bir hassasiyet içinde yapabilmesi sayılabilir.



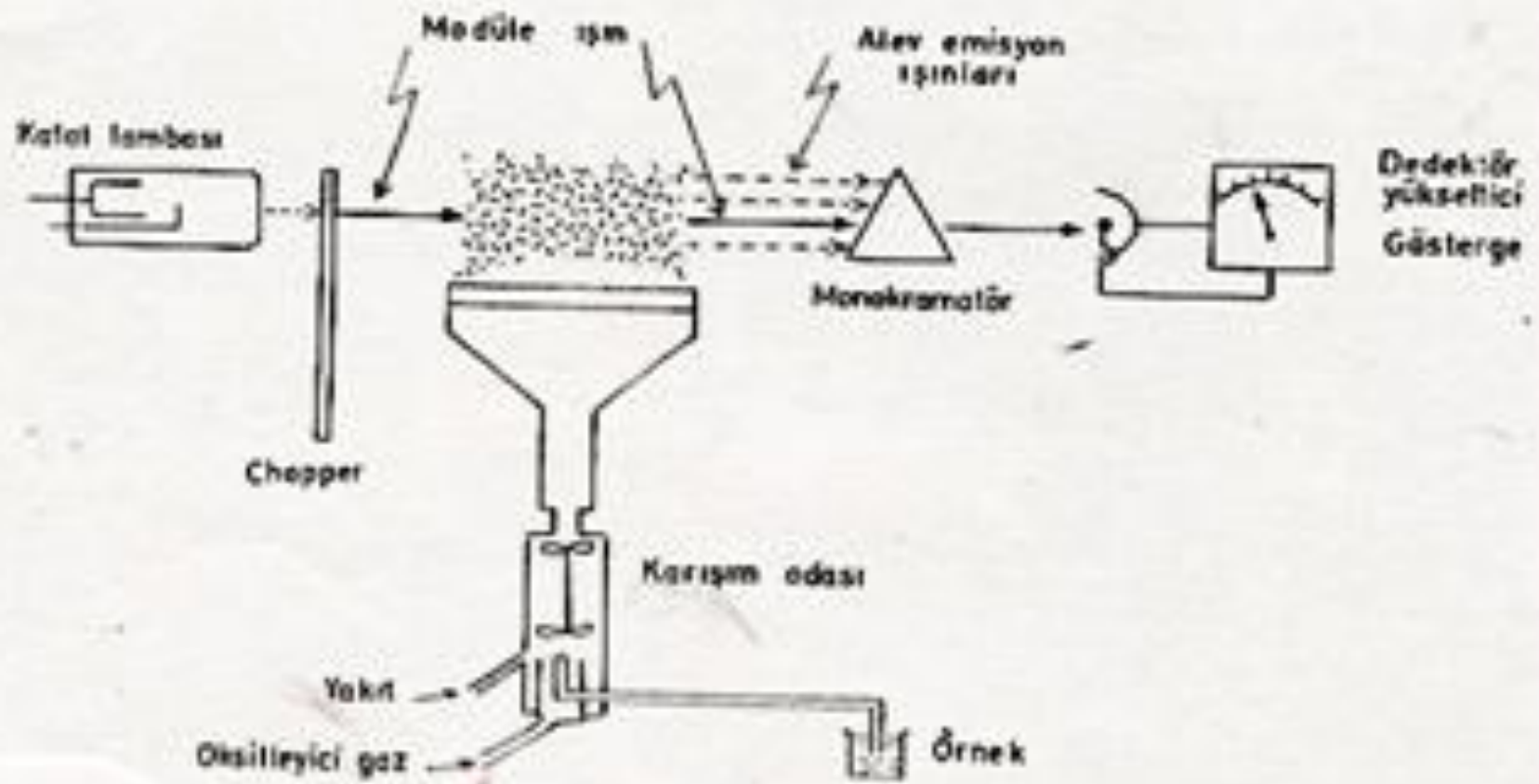
ÖRNEK HAZIRLANMASI

Kayaç ve mineral parçaları, kırma, küçültme ve öğütme işlemlerinden geçirilerek pudra haline getirilir. Bu işlem için genellikle agat havanları kullanılır. Öğütme sonucunda bütün numuneler 80 mesh (0,177 mm) boyutunda elekten geçirilir. Jeokimyasal analizler için genellikle birkaç gram kadar numune yeterlidir. Pudra örneği kuvvetli asitler yardımıyla (HF, HCl, H₂SO₄) teflon beherler veya kapsüller içerisinde yaklaşık 60 – 80°C ısıda çözülür. Daha sonrada zayıf asitlerle muamele edilerek anyon ve katyonlarına ayrılır ve sonuçta içerisinde çeşitli anyonlar ve katyonlar bulunan bir sıvı çözelti elde edilir.

Atomik Absorbasyon olayları iki ana gruba ayrılabilir.

Örnekten serbest atomların oluşturulması

Dış kaynaktan gelen ışının bu atomlar tarafından absorpsiyonu



Atomik absorpsiyon spektrografının çalışma düzeneği

ALETİN TEMEL KISIMLARI

Işın kaynağı: İncelenen elementin uygun şiddetteki karakteristik spektral çizgisini yayınlayan katot lambaları ışın kaynağı olarak kullanılmaktadır. Her element için ayrı bir lamba kullanılmaktadır. Bu lambaların katodu o elementten yapılmıştır. Yani aranan element için özel dalga boyunda ışın üreten bir cins deşarj lambalarıdır.

Numune bölümü: Bu bölüm genellikle, bir bek ve elementin çözeltisini atomize edecek bir atomizerden meydana gelir. Atomizasyon sözcüğü çözeltiyi iyi bir spreylere haline çevirme işlemini belirtmektedir.

Sistemin en önemli parçalarından biri de atomizerdir. Atomizer numune çözeltisini çok küçük parçalar halindeki damlacıklardan meydana gelen bir bulut haline çevirir ve alev içine püskürtür. Alevin sıcaklığı yeteri kadar yüksekse elementin atomik bir buharı oluşur. Işın kaynağından gelerek alevin içinden geçmekte olan ışının bir kısmı elementin bu atomik buharı tarafından absorbe edilir. Işının absorpsiyon miktarı aletin dedeksiyon sisteminde tespit edilir. AA tekniğinin hassasiyet ve doğruluğu büyük ölçüde kullanılan alev tipine bağlıdır.

Dedeksiyon bölümü: Absorpsiyona uğrayan spektral çizgi, lamba tarafından yayımlanan diğer çizgilerden monokromatör tarafından ayrılır. Böylece izole edilen spektral çizgisine ait ışın bir dedektör üzerine düşürülür. Dedektörün uyarılmasıyla meydana gelen akım amplifikatörden geçirilerek büyütüldükten sonra bir okuma sistemine iletilir. Bu okuma sistemi bir galvanometre, bir dijital voltmetre ve ya grafik çizici bir cihaz olabilir.

Atomik absorpsiyon spektrofotometrelerinin ana bileşenleri, analitin absorplayacağı ışığı yayan ışık kaynağı, örnek çözeltisinin atomik buhar haline getirildiği atomlaştırıcı, çalışılan dalgaboyunun diğer dalgaboylarından ayrıldığı monokromatör ve ışık şiddetinin ölçüldüğü dedektördür.

AAS de ışık kaynakları

AAS de ışık kaynaklarının görevi numunedeki atomların absorplayacağı dalgaboyundaki ışınları yaymaktır. Dar çizgiler hem absorpsiyonda hem de emisyonda tercih edilir. Çünkü dar çizgiler spektrumların örtüşmesinden kaynaklanan girişimi azaltır. Elementler çok dar dalga boyu aralığında (~0,002 nm) absorpsiyon yaparlar. Bu nedenle absorpsiyon hattından daha dar emisyon hattı veren bir kaynak kullanılmalıdır. Hidrojen ve tungsten lambası gibi sürekli ışın kaynağı kullanılmasıyla ölçülen absorbans çok küçük olur. Çünkü sürekli ışık kaynakları belli bir aralıktaki her dalga boyunda ışın yayarlar. Ve bu ışınların çok azı dar absorpsiyon hatlı atom tarafından absorplanabilir.

- Oyuk Katot lambası
- Elektrotsuz boşalım lambası

En yaygın olarak kullanılan Oyuk katot lambasıdır. Düşük basınçta (birkaç mmHg) neon veya argon gibi bir asal gazla doldurulmuş silindirik biçiminde lambalardır. Bunlarda kullanılan katot analiz elementinden yapılmıştır. Anot ise tungsten veya nikteldir. Anot ile katot arasında 100-400 v gerilim uygulandığında asal gaz iyonlaşır. Böylece ortamda iyonlar ve elektronlar oluşur. Bu iyonlar katoda çarparak yüzeydeki metal atomlarını koparır ve uyarırlar. Uyarılan atomlar, temel enerji seviyesine dönerken katot elementine özgü dalgaboyunda ışımaya yaparlar.

Atomik absorpsiyon spektroskopisi yöntemi ile tayin edilebilen elementler ve dalgaboyu değerleri.

Li	Be											B			
670.8	234.9											249.7			
Na	Mg											Al	Si		
589.0	285.2											309.3	251.6		
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ge	As	Se	
766.5	422.7	391.2	364.3	318.4	357.9	279.5	248.3	240.7	232.0	324.8	213.9	287.4	265.2	193.7	196.0
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo		Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te
780.0	460.7	407.7	360.1	405.9	313.3		349.9	343.5	244.8	328.1	228.8	303.9	286.3	217.6	214.3
Cs	Bo	La	Hf	Ta	W	Re		Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	
852.1	553.6	392.8	301.2	271.5	400.8	16.0		264.0	265.9	242.8	185.0	377.6	217.0	223.1	

Pr	Nd		Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm
495.1	463.4		429.7	459,4	368,4	432,6	421,2	410,3	400,8	410,6

U
351.4

-AA cihazı ile elementlerin büyük bir çoğunluğu tayin edilebilir (Na, K, Sr, Mg, Mn, Fe.....)

-Aletin kullanımı kolaydır. Numunenin sadece asit ile çözünmesi yeterlidir.

-Çok yüksek dalga boyuna sahip elementlerde başarıyla analiz yapılabilir.

-Alette bazı elementler için alev enerjisi yüksek istenildiğinden özel yakıt kullanmak gerekebilir.

-Her element için farklı lamba kullanılmasından dolayı fazla lamba ihtiyacı vardır.

-Bazı elementler çözücü asitlerle bileşik yaparak uçabilir. Bu da analiz sonucunu etkileyebilir.

UYGULAMA ALANLARI

1. Su analizleri
2. Tarımsal analizler
3. Biyolojik analizler
4. Mineral, kayaç ve petrol analizleri
5. Metalurjik malzeme analizleri
6. Gıda analizleri
7. Endüstriyel analizler