



مطيافية الامتصاص الذري والبلازما المقترنة حثيا ICP-OES و ICP-MS: تحليل العناصر وتصحيح التداخلات وضبط الجودة



مطيافية الامتصاص الذري والبلازما المقترنة حثيا ICP-OES و ICP-MS: تحليل العناصر وتصحيح التداخلات وضبط الجودة

مقدمة:

تحدد نتائج المعادن والعناصر النزرة الصادرة عن مطيافية الامتصاص الذري وأجهزة البلازما المقترنة حثيا ICP-OES و ICP-MS ما إذا كان الخام والمحفزات ومياه الشرب والمياه العادمة والخامات المعدنية والمواد الغذائية ضمن حدودها، لكن الهضم غير المكتمل والتداخلات الطيفية غير المصححة وتذبذب ظروف البلازما وضعف سجلات ضبط الجودة ما زالت ترسل أرقاما خاطئة إلى العملاء والجهات الرقابية. تأخذ هذه الدورة من كور كونسبت محلي المختبرات من مبادئ المطيافية الذرية إلى الامتصاص الذري باللهب وبفرن الغرافيت، ثم أجهزة البلازما والهضم بالموجات الدقيقة وتصحيح التداخلات والمعايرة وعينات ضبط الجودة والعناية بالأجهزة. ويعد المشاركون ورقة طريقة تحليل العناصر وخطة ضبط الجودة لمجموعة عناصر من مختبرهم.

أهداف الدورة:

- اختيار الامتصاص الذري باللهب أو بفرن الغرافيت أو ICP-OES أو ICP-MS لقائمة العناصر بمواءمة حدود الكشف المطلوبة وحمل المصفوفة وعدد العينات
- تحضير العينات الصلبة والزيتية والمائية لتقدير المعادن بالتخفيف الحمضي والهضم على الصفيحة الساخنة والهضم بالموجات الدقيقة في أوعية مغلقة دون فقد أو تلوث
- تمييز التداخلات الطيفية ومتعددة الذرات ومتساوية الكتلة وتداخلات المصفوفة وإزالتها بتصحيح الخلفي أو معاملات التصحيح بين العناصر أو إعدادات خلية التصادم والتفاعل
- بناء منحنيات المعايرة بالمعايير الخارجية ومطابقة المصفوفة والإضافات القياسية والمعايير الداخلية والتحقق منها بمحاليل فحص مستقلة
- تشغيل تسلسل عينات ضبط الجودة من الفارغات والفارغات المدعمة والمصفوفات المدعمة والفحوص المستمرة وتقدير حدود الكشف والمدى الخطي ونسبة استرداد الإضافة لطريقة تحليل المعادن
- صيانة المرذاذات وغرف الرذاذ والمشاعل ومخاريط الواجهة والمصاييح وأنباب الغرافيت وتتبع الانجراف أو فقد الحساسية إلى سببه قبل اعتماد النتائج

الفئة المستهدفة:

- المحللون الذين يحضرون العينات ويشغلون قياسات الامتصاص الذري أو ICP-OES أو ICP-MS للمعادن والعناصر النزرة
- الكيميائيون الذين يطورون طرق تحليل العناصر ويتحققون منها ويوثقونها لعينات المياه والبيئة والتعدين والأغذية والبتروك
- مشغلو الأجهزة الذين يضبطون أنظمة البلازما والفرن وينفذون الصيانة الدورية من جانب المستخدم
- الفنيون الأوائل الذين يراجعون دفعات بيانات المعادن ويعتمدون النتائج للإبلاغ
- موظفو ضبط الجودة الذين يحددون عينات الضبط ويتابعون الفحوص الفاشلة في أقسام تحليل العناصر

محاور الدورة:

اليوم 1: مبادئ المطيافية الذرية واختيار التقنية

- الامتصاص الذري والانبعث الذري وتكون الأيونات: مستويات الطاقة والأطوال الموجية المميزة
- علاقة بير-لامبرت وشدة الانبعث مقابل التركيز
- مصفوفة اختيار التقنية: الامتصاص الذري باللهب وبفرن الغرافيت و ICP-OES و ICP-MS
- مجموعات العناصر المعتادة: معادن التآكل في الزيوت والمعادن الثقيلة في المياه ورتب الخامات وملوثات الأغذية
- مراجعة الوضع الراهن لتحليل العناصر: الأجهزة والطرق وقوائم العناصر

اليوم 2: بنية أجهزة الامتصاص الذري و ICP-OES و ICP-MS

- مصايح المهبط المجوف ولهب الهواء والأستيلين ولهب أكسيد النيتروز والأستيلين ورؤوس الموقد
- برنامج حرارة فرن الغرافيت: التجفيف والتحلل الحراري والتذرية والتنظيف وفق شروط STPF
- إدخال العينة إلى البلازما: المضخة التمعجية وأنواع المرذاذات وغرف الرذاذ
- مشعل ICP ومولد الترددات الراديوية والرصد الشعاعي والمحوري وبصريات المحرز وكواشف CCD
- واجهة ICP-MS: مخاريط الأخذ والقشط والعدسات الأيونية وخلية التصادم والتفاعل والمرشح الرباعي

اليوم 3: هضم العينات وتصميم المعايرة وتصحيح التداخلات

- برامج الهضم بالموجات الدقيقة في أوعية مغلقة واختيار الأحماض وتنظيف الأوعية
- التعامل مع العينات الزيتية والعضوية: التخفيف بالمذيبات وخيارات الترميد
- أساليب المعايرة: المعاير الخارجية ومطابقة المصفوفة والإضافات القياسية
- اختيار المعيار الداخلي: تتبع استجابة السكندنيوم والإيتريوم والإنديوم والتيريوم واليزموت
- التصحيح الخلفي بطريقة الديوتريوم وبطريقة تأثير زيمان ومعاملات التصحيح بين العناصر وإزالة الأيونات متعددة الذرات

اليوم 4: عينات ضبط الجودة وحدود الكشف والعناية بالأجهزة

- تصميم تسلسل ضبط الجودة: فارغ المعايرة والفارغ المدعم والمصفوفة المدعمة وفحوص أداء الجهاز
- حد كشف الطريقة من سبع مكررات وتحديد حد التقدير الكمي
- المدى الخطي الديناميكي واسترداد الإضافة ونوافذ قبول دقة المكررات
- فحوص ضبط البلازما بنظائر المغنيسيوم والرصاص واختبارات الثبات قصير المدى
- الصيانة وتتبع الأعطال: انسداد المرذاذات وتآكل المخاريط ورواسب المشعل وضعف المصابيح وتقادم الأنابيب

اليوم 5: ورشة دراسات الحالة: ورقة طريقة تحليل العناصر وخطة ضبط الجودة

- دراسة حالة: مجموعة معادن التآكل في زيت التزييت المستعمل بجهاز ICP-OES
- دراسة حالة: الزرنيخ والرصاص والكاديوم النزرة في مياه الشرب بجهاز ICP-MS
- دراسة حالة: فشل استرداد المعيار الداخلي وقرار إعادة تحليل الدفعة
- إعداد ورقة طريقة تحليل العناصر وخطة ضبط الجودة لمجموعة عناصر من مختبر المشارك
- قائمة مراجعة بيانات المعادن ومراجعة إصدار الشهادات مع الأقران

المهارات التي ستكتسبها:

- اختيار تقنية المطيافية الذرية
- الهضم الحمضي بالموجات الدقيقة
- تصحيح التداخلات الطيفية
- المعايرة بالمعيار الداخلي
- تقدير حدود الكشف
- ضبط أجهزة البلازما
- العناية بنظام إدخال العينة
- مراجعة بيانات المعادن

لماذا تحضر هذه الدورة:

- العودة بورقة طريقة تحليل العناصر وخطة ضبط الجودة لمجموعة عناصر يحللها مختبرك فعلا، جاهزة لتوقيع المشرف
- تقليل إعادة التحليل ووقت البلازما الضائع بتمييز عطل الهضم أو التداخل أو العتاد من النمط الذي يتركه في نتائج الضبط
- الرد على استفسارات العملاء والمدققين حول نتائج المعادن بحدود كشف ونسب استرداد وتصحيحات تداخل موثقة
- مقارنة ممارسات تحليل العناصر مع محللين من مختبرات المصافي والمرافق والبيئة والتعدين وفحص الأغذية

الخاتمة:

تقوم نتائج المعادن القابلة للدفاع على تقنية مطيافية ذرية مناسبة وهضم مكتمل وتداخلات مصححة ومعايرة مستقرة وتسلسل ضبط جودة يكشف الانجراف قبل وصوله إلى الشهادة. تنتقل الدورة من مبادئ الامتصاص والانبعاث إلى بنية أجهزة الامتصاص الذري و ICP-OES و ICP-MS، ثم الهضم والمعايرة والمعايير الداخلية وإزالة التداخلات، قبل حدود الكشف وعينات الضبط والعناية بالأجهزة. وبحول اليوم الأخير ذلك إلى ورقة طريقة تحليل العناصر وخطة ضبط الجودة يستخدمها المشاركون في مراجعة دفعاتهم التالية.