

التحليل الكروماتوغرافي :

-يعتمد هذا النوع من التحليل على اختلاف المواد بعضها عن بعض في ميلها للأمتزاز أو التجزئة أو التبادل خلال سطح مغلف بمذيب مناسب أو خلال مادة كيميائية ومن ثم يمكن أن تنفصل تلك المواد ، وتنقسم طرق التحليل الكروماتوغرافي إلى

أ- كروماتوغرافيا الأدمصاص :

-ويقصد به التحليل الكروماتوغرافي عن طريق الأدمصاص على السطح

ب- كروماتوغرافيا التبادل الأيوني :-

-ويقصد به التحليل الكروماتوغرافي عن طريق تبادل الأيونات بين مادة التقدير وبين أيونات السطح الذي يحدث عملية التبادل وهي مادة كيميائية راتنجية.

ج- كروماتوغرافيا التجزئة :-

-ويقصد به التحليل الكروماتوغرافي عن طريق الفصل التجزيئي لمخلوط من عدة مواد وتنقسم هذه الطريقة إلى كروماتوجرافيا العمود بالتجزئة ويتم فيها التحليل على عمود معبأ بمادة معينة.

د- كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة :-

-وفيه يتم التحليل الكروماتوغرافي بالأدمصاص أو التوزيع على ألواح زجاجية تنثر عليها مادة مسامية يجرى عليها الفصل والتحليل.

هـ- كروماتوغرافيا الغاز :-

-يتضمن هذا التحليل الكروماتوغرافي باستخدام غاز ناقل يقوم بحمل أبخرة المواد المحللة فيتم اتصال أبخرة هذه المواد تبعاً لدرجات غليانها أي تظهر أولاً المواد ذات درجات الغليان المنخفضة يتبعها المواد ذات درجات الغليان العالية وتخرج هذه الأبخرة لتتضمن إلى الغاز الناقل ومن ثم يمكن فصل هذه المواد

عن بعضها وتعييها ويمكن أيضاً بطريقة كروماتوغرافيا الغاز
إجراء التقدير الكمي لهذه المواد المنفصلة

اولاً : كروماتوغرافيا الامتزاز : ... Adsorption :

وتعرف كذلك بكروماتوغرافيا سائل-صلب (LSC) وهي من أقدم طرق الفصل وتتضمن احتجاز المكونات المراد فصلها على مواقع فعالة مثل (OH-) على سطح المادة المازة التي تشمل السيليكا وأكسيد الألمنيوم (الألومينا) . وتتنافس جزيئات السائل اللاظ , وهو عادة غير قطبي ممزوج مع كميات ضئيلة من الماء أو الميثانول مع مكونات الخليط على هذه المواقع الفعالة مما يؤدي إلى حدوث عملية الفصل . وينطبق هذا المبدأ على عدد من أنواع الكروماتوغرافيا التي تشمل الكروماتوغرافيا الورقية وكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC وكروماتوغرافيا سائل-سائل (LLC) . ففي كروماتوغرافيا التجزئة , وهي من أهم أسس الفصل الكروماتوغرافي ذات الاستعمال الواسع في تحليل الأغذية , يجمع الطوران غير الممتزجين ليمر أحدهما فوق الآخر حيث يكون أحدهما الطور الثابت والآخر الطور المتحرك . ويتوزع الطور الصلب ويحتجز على دعامة مناسبة , بينما يمرر فوقه المتحرك عبر العمود بمعدل تدفق معين . وباختيار الأطوار المناسبة , تنقص مكونات العينة بين الطورين وتنفصل تدريجياً إلى عصابات في الطور المتحرك . ويعتمد فصل المكونات على الانحلال النسبي للمكونات المراد تفريقها في الطورين , فلما أن يكون الطوران سائليين (وهذا يعطي الاصطلاح الوصفي : كروماتوغرافيا سائل-سائل)

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

وإما أن يكون أحد الطورين سائلاً أو غازياً،

ومنه جاء اصطلاح كروموتوغرافيا سائلة-غازية . GLC

ولكنها عادة إلى كروموتوغرافيا غازية GC

حيث يغلف الطور السائل حبيبات داعمة صلبة خاملة

بينما يمر الطور المتحرك خلالها بعمل تدفق محدد .

الترشيح الهلامي : Gel filtratoin :

وتعرف أيضاً بكروموتوغرافيا النخل أو الاستبعاد

حيث تفصل الجزيئات على أساس حجمها أو شكلها ,

حيث تنفذ الجزيئات الصغيرة إلى مسامات الخلام وتمسك هناك ,

بينما تجرف الجزيئات الكبيرة التي لا يمكن أن تنفذ من المسام إلى خارج العمود .

وهناك شكل اختياري من الكروموتوغرافيا يشمل كروموتوغرافيا الألفة Affinity

التي تقوم على أساس الألفة العضوية بين نوعين من الجزيئات

مثل الأنزيم ومثبطه, Inhibitor

حيث يرتبط أحدهما بالطور الثابت ويستعمل الآخر في سائل الالتقاط

مما يسمح بفصل أحد المكونات البيولوجية في مزيج من المكونات الأخرى

ثانياً : كروموتوغرافيا التبادل الأيوني : Ion-exchange Chromatography :

وهي طريقة كرماتوغرافيا سائلة وإنما تختلف عن الطرق الأخرى

بأن الطور الثابت مؤلف من مادة خاملة مثل السيليكا أو البولي سيتارين

المحتوي على مكونات أيونية مثل مجموعات الكربوكسيل أو السيلفوهيدريل ,

أو مجموعات الأمونيوم في المبادل الأيوني ,

حيث يمكن أن تتبادل المكونات الأولية في العينة المارة في العمود

مع المكونات الأيونية في الطور الثابت مؤدية إلى فصلها عن مكونات العينة الأخرى .

ثالثاً: الكروماتوغرافيا الغازية : Gas Chromatography :

تعد هذه التقنية وسيلة تحليلية مهمة لمحال المواد الغذائية .

وتكتسب أهميتها في دراسة تركيب الحموض الدهنية في الدهون والزيوت .

يتكون الطور الغازي (المتحرك) من غاز الهيدروجين أو الهيليوم ينساب عبر عمود في درجة حرارة معينة تتراوح بين ٦٠م إلى أكثر من ٢٠٠م،

ويستعمل نوعين من الأعمدة في تحليل الأغذية هي الأعمدة المحشوة والأعمدة الشعرية.

ويكون الطور الثابت في الأعمدة المحشوة مثبتاً على وسادة أو مسند صلب داخل العمود المعدني أو الزجاجي .

تمتاز هذه الأعمدة المحشوة بإمكان حشوها وإعادة إفراغها عندما تتراجع كفاءتها .

أما الأعمدة الشعرية , التي تمتاز بقدرتها الفائقة على الفصل وتوقعها على الأعمدة المحشوة ,

فيكون الطور الثابت فيها عبارة عن طبقة رقيقة من السيليكون ترتبط بجدران العمود الشعري الداخلية.

وهي أكثر طولاً من الأعمدة المحشوة وأعلى ثمناً وترمى عند الانتهاء منها .

وتستعمل في أجهزة الكروماتوغرافيا الغازية مكشافات تأين اللهب

Flame Ionisation Detector FID

الواسعة الاستعمال لشدة حساسيتها وملائمتها لكشف معظم المركبات العضوية .

في هذه المكشافات يضاف غاز الهيدروجين إلى وسط الانبثاق في العمود ويمر المزيج إلى منفث Jet

حيث يخلط مع الهواء ويحرق , مما يؤدي إلى تكون الأيونات الحرة والإلكترونات الحرة

مما يتولد عنه تيار كهربائي يسري بين الكترودين .

فعندما تدخل اللهب مادة من وسط انبثاق العمود قابلة للتأين يزداد التيار بشكل واضح

ويكون كبره قياساً لكمية المكون في وسط الانبثاق

وكتا قد تحدثنا عن الكروماتوغرافيا الورقية والطبقة الرقيقة

تطبيقات التحليل الكروماتوغرافي



أولاً: تعيين الكحول في المشروبات الكحولية والكروماتوغرافيا الغازية :

[Determination of beverages by gas chromatography]

المبدأ :

يقدر الكحول (الإيثانول) في المشروبات باستعمال تقنية الكروماتوغرافيا الغازية

حيث يستعمل البروبانول كمعيار داخلي.

يضاف كمية معينة من البروبانول إلى المشروب ,

وبعد الفصل بالكروماتوغرافيا الغازية ,

تؤخذ نسبة مساحة قمة الإيثانول إلى البروبانول لحساب مقدار الإيثانول .

ويمكن استعمال محاليل الإيثانول بتركيز معلومة لإنشاء المنحني المعياري .

الأجهزة :

دوارق حجمية .

ماصات .

جهاز كروماتوغرافي غازي بعمود) Porapak Q أو ما يشابهه .

مجفف درجة حرارته ١٦٦ م .

طريقة العمل :

حضر في سلسلة من الدوارق الحجمية سعة ١٠٠ مل محاليلاً من الإيثانول بتركيز :

10 8 6 4 3 2 1 بالمائة حجماً , أضف إلى كل دورق ٢ مل من البروبانول لإعطاء حجم كلي ١٠٢ مل .

املأ الدورق المعياري ١٠٠ مل إلى العلامة بالمشروب المراد تحليله وأضف ٢ مل بروبانول . امزج جميع الدوارق جيداً عدة مرات.

احقن عدة عينات من كل دورق من الدوارق السابقة في جهاز الكروماتوغرافيا الغازية,

وقس مساحات القمم الناتجة (مستعملاً المكامل الحاسوبي إذا كان متوافراً.)

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

ارسم العلاقة بين نسبة مباحة قمتي (الإيثانول : البروبانول) مع كمية الإيثانول ,

واستعمل المنحني ونسبة (الإيثانول : البروبانول)

لعينة المشروب لتعيين مستوى الكحول في عينة منه .

المصدر

كيمياء تحليل الأغذية ...

تأليف C.S.James :

ترجمة : أ.د. أكرم العودة

أ.د. غياث سميئة

تطبيقات التحليل الكروماتوغرافي



ثانياً : استخدام كروماتوغرافيا الأعمدة في [فصل السيس و الترانس - ازوبنزين]

من المعلوم ان اي عينة عادية من الازوبنزين azobenzene تحتوي على ١ % منه

بصورة السيس و هو اقل ثباتا من صورة الترانس ،

و عند تعرض المركب للاشعة فوق البنفسجية تزداد نسبة صورة السيس

و هنا طريقة الفصل باستخدام الاعمة توضح مدى قدرة على فصل السيس و الترانس للازوبنزين .

تحضير المحاليل :

1- حضر محلولاً من الازوبنزين و ذلك باذابة ٠.٥ غم من الازوبنزين

في ٥مل من الايثر البترولي .

2- حضر عمود الفصل مستخدماً الايثر البترولي كمنيب

و اكسيد الالومينا الحمضية (حوالي ٢٥ غم) كمادة مدمصة (adsorbant) لتعبئة العمود .

خطوات العمل :

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

1- عرض عينة الأروبنزين المذابة في إيثر البترول للأشعة فوق البنفسجية

لمدة نصف ساعة حيث يتحول بهذه العملية جزء من صورة الترانس أزوبنزين

الى صورة اليس أزوبنزين نتيجة امتصاص الطاقة .

2- انقل بسرعة محلول الأزوبنزين الى عمود الفصل

و اسمح للمذيب بالتحرك خلال العمود بسرعة انسياب ١-٢ ملدقيقة .

3- اضع ٢٥ مل إيثر البرول الى عمود الفصل لتخليص (elute) الترانس أزوبنزين

ذو اللون الاحمر البرتقالي ، في حين يبقى السيس أزوبنزين ذو اللون الأصفر

كحلقة في الجزء الاعلى من العمود و اجمع المحلول المخلص في كاس .

4- غير الكاس عندما تلاحظ ان الحلقة الخاصة بالترانس أزوبنزين

اخذة في الاقتراب من اسفل العمود و ان ناتج الاستخلاص اصبح عديم اللون .

5- غير المذيب الى إيثر البترول المحتوي على ٣ % من الميثانول

و ذلك لتخليص السيس أزوبنزين .

6- اجمع الجزء المحتوي على السيس أزوبنزين و اغسله بالماء للتخلص من الميثانول

و جفف باستعمال Na_2SO_4 و بخر المذيب تحت الضغط المنخفض

باستخدام مجفف زجاجي موصول بمضخة تفريغ للحصول على بلورات

من السيس أزوبنزين ذات درجة الانصهار ٦١ م .

7- بخر المذيب الذي يحتوي على الترانس أزوبنزين للحصول على بلوراته

ذات درجة الانصهار ٦٨ م .

ملاحظة :

الخطوة رقم ٦ ينبغي ان تتم بسرعة كبيرة في مكان معتم

و بدون وجود ضوء مباشر حتى لا تتحول السيس أزوبنزين الى الترانس أزوبنزين

الكروماتوغرافيا

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

الطرق الكروماتوغرافية

رابعاً : طرق الكروماتوغرافي عالي الكفاءة (عالي السرعة) للسوائل

(High Performance Liquid Chromatography(HPLC



تعتبر هذه الطريقة أهم تطوير في طرق الفصل الكروماتوغرافي للسوائل

وفيها يكون الوسط الساكن على هيئة جسيمات دقيقة الحجم

ويدفع بالوسط المتحرك (السائل) خلال العمود المملوء بالوسط الساكن

باستخدام مضخة عند ضغوط تصل إلى ٨٠٠٠ رطل على البوصه المربعه (Psi)

وتستخدم المضخة لتيسير سريان الوسط المتحرك خلال العمود

بسرعات تتراوح بين ٥٠٠-٥ مل/ دقيقة بالرغم من أن جسيمات الوسط الساكن

يصل قطرها إلى عدة ميكرو مترات فقط .



pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

وقد أمكن بالفعل الحصول على سرعات سريان تتراوح بين 1 - 4 مل/ دقيقة

باستخدام أعمدة مملوءة بجسيمات يصل نصف قطرها إلى 5 ميكرو متر .

وبهذه الطريقة يمكن فصل المركبات صعبة التطاير أو تلك التي تتأثر بالحراره.

ويمكن في هذه الطريقة استخدام جسيمات دقيقة من مادة صلبه

لها خاصية الإدمصاص كوسط ساكن أو مواد لها خاصية الإستبدال الأيوني

وكذلك المواد الهلاميه ذات المسامات المحدده.

ويمكن أيضاً استخدام سائل محمل على جسيمات دقيقه من مادة صلبه.

وهناك ثلاثة طرق عامه لتحضير الأوساط الساكنه التي تناسب العمل بهذه الطريقه

وقد كان لإكتشاف هذه الطرق الفضل في سرعة إنتشار استخدام هذه الطريقه



وهذه الطرق هي:

1- ربط السائل المستخدم كوسط ساكن برابطه كيميائيه مع جسيمات الماده الصلبه

الخامله مثل رابطه C-Si التي تقاوم التميّه. (hydrolysis)

وتستخدم هذه الطريقه لتحميل الهيدرو كربونات المشبعه طويله السلسله والاثيرات المفلوره على هلام السيليكا.

2- تحميل الوسط الساكن كطبقة رقيقه جداً (Pellicular stationary phase)

على سطح جسيمات الماده الصلبه وذلك لتقليل ممرات الإنتشار

والإنتقال خلال الوسط الساكن ، وهذا بالطبع يزيد من سرعة عملية الفصل.

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

وقد أمكن بإستخدام هذه الطريقة تحميل أوساط ساكنه على شكل طبقة رقيقة

من مادة هلام السيليكا أو مبادل أيوني أو سوائل مرتبطة كيميائياً مع الطبقة المسامية الخارجيه.

ولكن من عيوب هذه الطريقة قلّة سعة الوسط الساكن (Capacity)

مما يستلزم إستخدام تركيزات منخفضة جداً من العينة لضمان عدم تحميل عمود الفصل فوق طاقته. (Overloading)

3- إستخدام الوسط الساكن على شكل جسيمات مسامية كروية منتظمة

ذات أنصاف أقطار صغيره جداً مثل ١٠،٥، ١٥، ٢٠ ميكرومتر ،

وفي هذه الحالة يمكن إستخدام أعمدة قصيره (١٠-٢٥ سم)

حيث ثبت أن كفاءتها أعلى وسعتها أكبر من الأوساط الساكنه القشريه.

والمضخه المستخدمه لدفع الوسط المتحرك مصممه بحيث تعطي ضغطاً ثابتاً أو سرعة

سريان ثابتة ويستخدم في نهاية العمود كشافات عالية الحساسيه.

ويتراوح طول أعمدة الفصل عادة من ٢٥ سم إلى ٢ متر ، ونصف قطرها بين ١-٥ مم ،

وهي تصنع إما من الزجاج أو من الحديد الصلب المقاوم(عديم الصدأ)

.(Stainless steel)

ويكشف عادة عن المكونات المفصوله من العمود بصورة مستمره

وذلك بملاحظة الإمتصاص الطيفي لمحاليل المذابات المفصوله أو بمتابعة معامل إنكسارها.

كما يمكن إستخدام كشاف يعتمد على خاصية تأين المذابات

في اللهب (Flame ionization detector) وذلك بعد تبخير المذيب منها.

وبالرغم من حداثة هذه الطريقه من طرق الفصل إلا أن إستخدامها ينتشر بسرعه كبيره نظراً لكفاءتها المتميزه وسرعتها العاليه.

فمثلاً يمكن فصل خمس مركبات عطرية هيدروكسيلييه في أقل من ٦٠ ثانيه.

وتعتبر درجة الحراره من المتغيرات التي يمكن التحكم فيها في هذه الطريقه

للحصول على كفاءه أعلى للفصل . وقد نجحت هذه الطريقه في فصل العديد من المخاليط التي لم يكن فصلها سهلاً بالطرق العاديه

الكروماتوغرافيا

الطرق الكروماتوغرافية

خامسا : الكروماتوغرافيا الورقية والطبقة الرقيقة

Paper and thin-layer chromatography :

يمكن أن توصف أنواع هذه الكروماتوغرافيا بأنها أنواع من كروماتوغرافيا امتزاز سائل على صلب, وتستعمل في كشف المكونات الضئيلة وتعيينها في المواد الغذائية مثل الملونات .

ولكنها محدودة الاستعمال في القياسات الكمية للمكونات الكبيرة للأغذية .

يسمح استعمال السيللوز في الكروماتوغرافيا الورقية باستعمال الماء كطور ثابت حيث

يمتز بين ألياف السيللوز .

وتستخدم الطبقة الرقيقة مبدأً مشابهاً لاستعمال الورقة ولكن باستخدام أنواع مختلفة من المواد,

تسمح بالفصل بالامتزاز أو التبادل الأيوني أو الارتشاح عبر الهلام .

وتتميز هذه التقنية بفصلها المتفوق للمكونات وسرعة إجرائها مما هو عليه في

الكروماتوغرافيا الورقية.

وتوصف المكونات الفردية في طريقتي الكروماتوغرافيا الورقية والطبقة الرقيقة بخاصة

قيمة التأخر : R retardation value

التي تعطى بالعلاقة :

$R = \frac{\text{المسافة التي يقطعها المكون}}{\text{المسافة التي يقطعها}}$

المذيب .

تستخدم في عمليات الفصل السريع و في تحليل الكميات القليلة

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

من المواد و يعود ذلك للأسباب التالية :

- 1- بساطة الطريقة و عدم الحاجة الى اجهزة معقدة.
 - 2- إمكانية الوصول الى جودة الفصل نفسها التي تعطيها الطرق الكروماتوغرافية الأخرى.
 - 3- إمكانية الوصول الى فصل انتقائي باستخدام كواشف خاصة.
- و تتم عملية الفصل على طبقة رقيقة من مادة الوسط الثابت المفروشة على الواح مصنوعة من الزجاج أو البلاستيك أو الألمنيوم.
- و يعتمد الفصل في هذه الطرق إما على ظاهرة الامصاص أو ظاهرة الاستبدال الأيوني.
- و هذه الظاهر تعتمد على تركيب كل طبقة من الوسط الثابت و الوسط المتحرك .
- إلا ان تطبيقاتها المعتمدة على ظاهرة الامصاص هي الشائعة
- حيث ينظر الى كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة على انها كروماتوغرافيا ادمصاص.

خطوات العمل بكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة:

- 1- تجهيز الواح الطبقة الرقيقة.
- 2- اختيار الوسط المتحرك المناسب.
- 3- وضع عينة على لوح الطبقة الرقيقة.
- 4- تظهير البقع المفصولة و التعرف على مكوناتها.
- 5- حساب معامل الاعاقة (Refractive index) R_f

(1) تجهيز الواح الطبقة الرقيقة (الوسط الثابت) :

ان المواد المدمصة في TLC هي نفسها المدمصة في كروماتوغرافيا العمدة.

هذه الاواح تكون مصنوعة و مجهزة للاستخدام مباشرة.

(2) اختيار المذيب المناسب (الوسط المتحرك)

يعتمد اختيار المذيب على نوع المادة المراد فصلها و قد يكون ضروريا اختيار عدد من المذيبات لاجراء عملية الفصل و يكون الاختيار التجريبي سهلا .

فالمذيب الذي له قطبية عالية يؤدي الى تحريك البقع مع جبهة المذيب، في حين ان المذيب غير القطبي لا يؤدي الى تحريك البقع مع المذيب ، و يعتبر الكلوروفورم و البنزين من المذيبات المتوسطة القطبية التي تستخدم بصورة واسعة لفصل العديد من المركبات .

(3) وضع العينة

يتم وضع حجم معين في حدود ٥-٢٠ ميكرو لتر من العينة التي تركيزها ٠.١-٥ % بواسطة ماصة دقيقة او محقن دقيق على خط نقطة البداية الذي يبعد ٢ سم من احد اضلاع الزجاج .
و ينبغي الا يزيد قطر البقعة عن ١ سم . و للمحافظة على بقاء البقعة صغيرة توضع العينة باحجام صغيرة عدة مرات مع التجفيف بعد كل اضافة .

(4) طرق تظهير البقع المفصولة (Visualization Method)

طرق الفصل سهلة في حالة المواد المفصولة ملونة ،

الا انه في اغلب الحالات تكون المواد المفصولة عديمة اللون

و يجب جعلها في هذه الحالة ملونة باستعمال بعض الكواشف ،

و تسمى هذه بكواشف التظهير .

يعتبر اليود من اكثر كواشف التظهير استخداما حيث يتفاعل مع اغلب المواد العضوية

معطيا متراكبات لها الوان اما بنية او صفراء .

و هناك طرق اخرى مثل تظهير هاليدات الالكيل برش لوح الطبقة الرقيقة

بمحلول مخفف من نترات الفضة حيث تتكون هاليدات الفضة

التي تتفكك بتأثير الضوء معطية بقع سوداء من رقائق الفضة على الطبقة الرقيقة .

ايضا هناك استخدام مصباح الاشعة فوق البنفسجية و هي غالبا ما تظهر المركبات المفصولة

على شكل بقع براقة ساطعة على الطبقة الرقيقة و بعضها يظهر عليه فقط

خاصية التالق. (Flourescence)

و هناك ايضا اضافة مادة متألقة الى الوسط الثابت في الطبقة الرقيقة مثل خليط من كبريتات الزنك و الكاديوم .

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

و اذا كانت المركبات المفصولة تسبب اخمد التالق (quenching flourescence)

فانها ستظهر على هيئة بقع سوداء على الصفحة عند تعرضها للاشعة فوق البنفسجية.

(5)معامل الاعاقة

عند تثبيت كل الظروف على الطبقة الرقيقة والتي تشمل:

1-المذيب المستخدم.

2-المادة المدمصة المستخدمة كوسط ثابت .

3-سمك الطبقة الرقيقة

4-كمية العينة.

فإن اي مركب سيقطع مسافة ثابتة بالنسبة الى المسافة التي تقطعها جبهة المذيب.

و تعرف النسبة بين المسافة التي تقطعها المادة المفصولة

و المسافة التي تقطعها الجبهة المذيب بمعامل الاعاقة و يرمز لها بالرمز R_f

و معامل الاعاقة = المسافة التي تقطعها المادة المسافة التي تقطعها جبهة المذيب

و يكون معامل الاعاقة ثابتا للمركب المعطى عندما تكون كل ظروف التجربة هي نفسها و هو يمثل احد الصفات الفيزيائية لهذا المركب.

و يمكن التعرف الى المادة المجهولة عن طريق حساب تلك المسافات من نقطة البداية الى مركز القطعة.

تقنية الفصل:

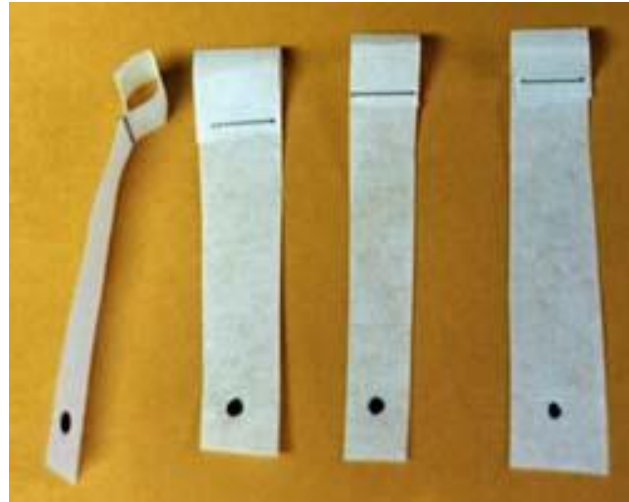
تجربة

نستخدم الأدوان الموضحة بالشكل



يتم الفصل بهذه الطريقة بوضع قطرة من المحلول الذي يحتوي على الخليط المراد فصل مكوناته على بعد ٢ سم من احد اضلاع اللوح .

كما في الشكل التالي



ثم يوضع اللوح في وعاء مغطى يحتوي على كمية من المذيب المستخدم بحيث لا يزيد ارتفاع المذيب في الوعاء عن ١ سم.

كما في الشكل التالي



pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

و بعد وقت قصير يبدأ المذيب في التحرك الى اعلى مارا بالبقعة

التي تحتوي على الخليط و يبدأ فصل مكوناته حسب قوة ادمصاص

كل منها على سطح الوسط الثابت

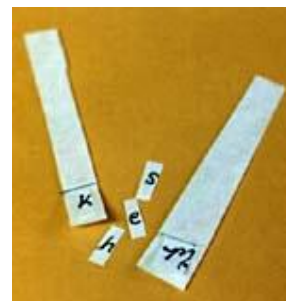
و ينتج عن ذلك فصل بقعة الخليط الى عدة بقع.

و عندما تقترب جبهة المذيب من نهاية اللوح نخرج اللوح من الوعاء

و نقوم بتحديد المكان الذي وصلت اليه جبهة المذيب لمعرفة المسافة التي قطعها المذيب .

ثم نحدد مواقع البقع المفصولة .

كما في الشكل التالي :



ونصل إلى النتيجة النهائية كما في الشكل التالي :



و تقاس المسافة التي قطعتها البقع مباشرة

اذا كانت هذه المواد المفصولة ملونة

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

اما اذا كانت غير ملونة فلا بد من اتباع احد الطرق المذكورة سابقا لتظهير البقع .

مثال لعملية فصل

فصل مكونات نبات السبانخ الاخضر بواسطة كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة
تعتمد طريقة فصل مكونات النبات الاخضر على اختلاف ادمصاص المادة الخضراء
على سطح هلام السيليكا الموجودة على شكل طبقة رقيقة .
و تشبه هذه الطريقة الى حد كبير طريقة الفصل الكروماتوغرافي بواسطة العمود .

المواد المطلوبة و تحضير المحاليل :

- 1- هلام السيليكا
- 2- كلوروفورم
- 3- اسيتون
- 4- بنزين
- 5- كحول ايزوبروبيلي
- 6- ايثر البترول الخفيف الذي درجة غليانه تتراوح بين 30-50 م
- 7- رمل معالج بحمض الهيدروكلوريك
- 8- حضر ٢٥ مل من كل من الكلوروفورم و الكاروتين و الكزائينوفيل في الكلوروفورم بتركيز ١٠ % وزن لوزن w/w .

خطوات العمل

- (1) حضر الواح الطبقة الرقيقة و ذلك بمزج كمية مناسبة من هلام السيليكا مع ٣ مل من مزيج مكون من ١ مل كحول ميثيلي و ٢ من الكلوروفورم
ثم افرش العجينة على سطح لوح زجاجي باستخدام قضي زجاجي .

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!

(2) استخلص المادة الخضراء من السبانخ و ذلك بأخ 1 جرام من السبانخ

و طحنها في هاون صغير مستخدماً ٥ مل من الاسيتون أو الكلوروفورم

مع اضافة كمية مناسبة من الرمل و ذلك لتسهيل عملية الطحن.

و افصل المذيب الذي يحوي المادة الخضراء بعد الطحن الجيد.

(3) ضع على لوح الطبقة الرقيقة و على مسافة ٢ سم من حافتها

مستخلص السبانخ على شكل قطرات متتالية.

(4) ضع على لوح الطبقة الرقيقة نفس و على بعد ٢ سم من حافة محاليل

كل من الكلوروفيل و الكاروتين و الكازينوفيل على شكل قطرات متتالية

بحيث تكون المسافة ما بين البقع الناتجة عن المكونات بحدود ٢ سم.

(5) ضع لوح الطبقة الرقيقة في الخزان الكروماتوجرافي الذي يحوي المذيب

المكون من البنزين و إيثر الرول و الكحول الأيزوبروبيلي

بنسب حجمية ٥ : ٥ : ١ على التوالي .

وينبغي ألا يصل مستوى سطح المذيب في الخزان

الى بقعة العينة المراد فصل مكوناتها.

(6) اترك لوح الطبقة الرقيقة في الخزان حتى تصل جبهة المذيب

الى ما قبل نهاية الطرف العلوي.

(7) أخرج لوح الطبقة الرقيقة ولاحظ انفصال مكونات العينة

إلى عدة بقع ملونة ،

رتب هذه البقع حسب قوة ادمصاصها و احسب معامل الاعاقة لكل منها.

وتعرف على مل مكون تم فصله من السبانخ بمقارنة لونه

و معامل إعاقته بلون و معامل الاعاقة لكل من الكلوروفيل و الكاروتين و الكازينوفيل

ملاحظة

يمكن أن يحمل على خط التحميل أكثر من بقعة حسب عرض الورقة ,
بعد جفاف الورقة توضع ضمن المقياس المدرج بحيث لا تمس جدرانه
و بحيث يكون خط التحميل فوق سطح المحل الحامل بحوالي ١ cm يغلق الوعاء
و تترك الورقة فترة من الزمن حتى يصل المحل الحامل
الى ما قبل نهاية الورقة بحوالي ٢) cm

.....

المصدر / منتديات نحو الكيمياء – الكيمياء التحليلية

<http://4chem.com/vb3/showthread.php?t=2385>

عمل الطالب / عامر حمدان العنزي

الدكتور / تركي الخليوي

pdfMachine

Is a pdf writer that produces quality PDF files with ease!

Produce quality PDF files in seconds and preserve the integrity of your original documents. Compatible across nearly all Windows platforms, if you can print from a windows application you can use pdfMachine.

Get yours now!