تحليل اغذية

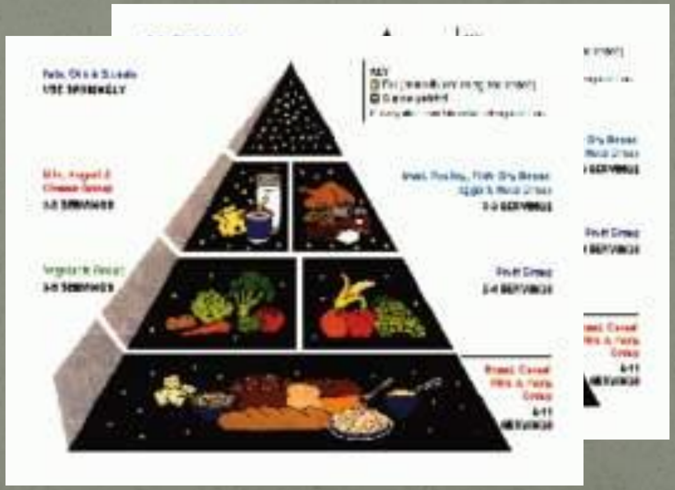
قسم علوم الاغذية _ المرحلة الرابعة

أ.م.د. ماهر احمد عبد

تحليل الغذاء

هو إجراء يتم القيام به لفحص سلامة الغذاء والتأكد من عدم احتوائه على الملوّثات الضارة.أو التحقق مما إذا كان يحتوي فقط على مستويات مقبولة من المواد المضافة المسموح بها.أو إن كان يحتوي على النسب الصحيحة من المكونات الأساسية، من خلال تعريض المنتج الغذائي للتحليل الكيميائي. وقد يتم إجراء التحليل للمنتج بواسطة المُصنّع أو بالنيابة عنه لكونه من إنتاجه الخاص. أو لإحقاق قانون الغذاء الرسمي أو أهداف الرقابة، أو للأبحاث، أو للمعلومات العامة. التحليل الكيمياوي للاغذية لايختلف عن التحليل الكيمياوي للمواد الاخرى حيث ان الهدف من التحليل هو معرفة المكونات ونوعها ومن ثم تحديد كميتها الموجودة.

لقد برز العرب وعلى رأسهم جابر بن حيان في القرون الوسطى في الكيمياء وخاصة في عمليات التقطير إلا ان مثل هذه العمليات كانت محدودة في تطبيقاتها حيث ان الدراسات التحليلية التفصيلية للأغذية لم تنشا إلا بعد ان تراكمت المعرفة في الكيمياء. تعتبر الفترة مابين 1840-1865 فترة نشطة في تحليل الاغذية والمواد العلفية بطرق تشبة الطرق المتبعة اليوم.



أهمية تحليل الغذاء ؟

1- **مراقبة جودة الغذاء:** حيث تتم التحليلات المختلفة على المادة الخام للتأكد من ثباتية المواصفات المطلوبة وكذلك العمل على استعمال الطرق السريعة على خطوط الإنتاج من اجل الكشف عن أي تغيرات في بنية الإنتاج وتركيبة وتجانسه وقد تجرى تحليلات أخرى على الغذاء لمعرفة نوع وكمية الفيتامينات والمعادن والبروتينات لأغراض علمية او تغذوية او من اجل وضع معلومات معينه على غلاف العبوة. اضافة الى ذلك تجرى بعض الاختبارات لمعرفة مدى تقبل المستهلك لهذا الغذاء ومدى قابليتة الخزنية.

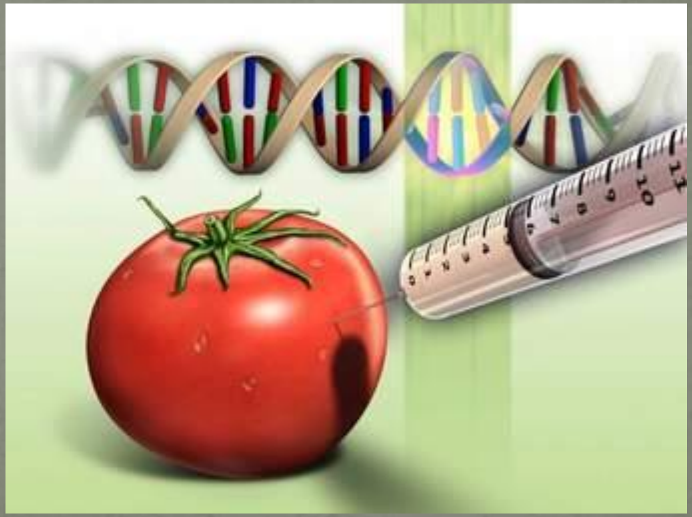
2- **الاغراض التجارية:** قد يجرى التحليل من اجل ان يكون اساسا في البيع والشراء وتثبيت الاسعار كقياس اللون او النسبة بين الحامض/ السكر في الحمضيات لصناعة العصير والجلي.

- 3- **الاغراض الثانوية**: يتم التحليل من اجل تنفيذ القوانين والتعليمات للرقابة الغذائية الرسمية حول الاستعمال الأمثل وضمن الحدود الأمنية للمستهلك فيما يتعلق بالمضافات الكيمياوية والملوثات ونسبة الكحول في المشروبات.

- 4- **الشكاوى**: تستلم نماذج الشكاوى من المستهلك من اجل إجراء تحليلات معينة تعكس مدى صلاحيتها للمستهلك او لإغراض الكشف عن نوع التسمم الموجود في الغذاء.

المبادئ الأساسية لتحضير العينة

من الأمور النادرة التي يصادفها المحلل هي تحليل عينة ما دون إعدادها بشكل يمكنه من تحليلها بسهولة. ولذلك يجب على كل محلل أن يتعرف على الإجراءات المنصوص عليها بدقة. وقبل البدء بالتعرف على الإجراءات يجب أن يتم التفريق بين العينة والمادة المطلوب تحليلها.



ان صحة الاستنتاجات المستخلصة من تحليل الاغذية يتوقف على عدة عوامل منها الطرق المستعملة في الحصول على النموذج وطريقة حفظه لحين التحليل فالنموذج الغذائي المثالي هو ان يكون ممثلا للغذاء المأخوذ منه بكل صفاته التركيبية ولكن من الناحية العملية يعتبر النموذج مقبولا اذا كانت صفاته التي هي تحت الاختبار تتماشى مع الكتلة الغذائية الماخوذ منها. الفشل في الحصول على نماذج ممثلة يجعل نتائج التحليل عديمة الفائدة.

تؤخذ النماذج في كثير من الاحيان يدويا فالنماذج المتجانسة كالسوائل والمساحيق يجب ان تمزج جيدا مباشرة قبل اخذ العينة النهائية للتحليل. فطريقة التقسيم الرباعي تستعمل في اخذ النموذج الصلب حيث يجرى خلط مكونات العينة المركبة ثم توضع بشكل هرم بعدها يقسم الى اربعة اقسام يؤخذ منها ربعان متقابلان يخلطان جيدا ثم تكرر العملية عدة مرات من اجل الحصول على عينة مناسبة للتحليل. اما المواد الغير معروفة الاصل فيؤخذ منها النموذج بواسطة طريقة التخمين العقلي وذلك بتقسيم الغذاء الاصلي صوريا الى عدة وحدات هندسية مجسمة ومنتظمة وبعدها تؤخذ العينة المصغرة من عدة امكنة يخلط بعضها مع بعض ثم بعدها تؤخذ عينة للتحليل. اما حجم النموذج فيجب ان يكون كافيا لانجاز جميع التحليلات.

الأهداف الرئيسية لإعداد وتحضير العينة :

- فصل المادة المراد تحليلها عن بقية مكونات المحلول الأم.

- إزالة أنواع التداخلات التي يمكن أن تحدث.
- زيادة تركيز المادة المراد تحليلها في حال كان تركيزها أخفض من حساسية جهاز التحليل، أو تخفيض تركيزها في حال كانت موجودة بتراكيز عالية مقارنة بحساسية جهاز التحليل.

مصطلحات تستخدم عند اخذ نماذج للتحليل

1- النموذج Sample : جزء من المادة الغذائية والمنتخب بطريقة عشوائية من اجل أن يمتلك الصفات الأساسية للغذاء الأصلي.

2- وحدة النموذج Sampling Unit : وحدة الحد الأدنى من النموذج المأخوذ من الغذاء الأصلي والتي يمكن أن تكون ممثلا لهذا الغذاء.

3- مقطع وحدة النموذج Increment : كمية معينة من المادة الغذائية تؤخذ من وحدة النموذج.

4- مكور المقاطع او العينة المركبة Cross Sample : عبارة عن الخليط المتكون نتيجة مزج مقاطع وحدات النموذج.

5- عينة مصغرة Subsample : نموذج مصغر يعمل بتجزئة مكور المقاطع ويحمل معه كل صفاتة التركيبية.

6- عينة التحليل Analysis Sample : كمية العينة المستعملة للتحليل.

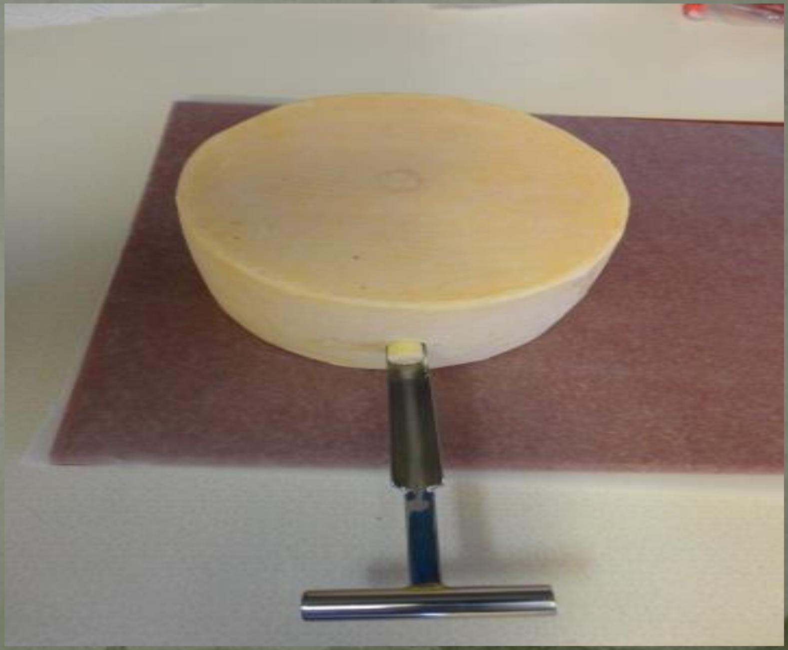
الادوات المستخدمة في اخذ النماذج

1- الانبوب المعدني (probe): يستعمل هذا الانبوب لاخذ النماذج السائلة كالمشروبات الغازية والدهون وذلك بسحب الصمام الاعلى عن طريق مقابض عليا وغرسه في النموذج فعند ارتفاع كمية من السائل يضغط على المقابض العليا لسده من الاسفل.

2- مثقب الرز(Trier) : يتالف هذا المثقب من انبوب يمتاز بأن له نهاية وجوانب حادة فعند غرسها في نماذج الزبد والمارجرين تدور للحصول على مقطع يؤخذ بعدها ويحفظ في قنينة زجاجية ويستخدم ايضا لسحب نماذج الرز.

3- مثقب بذور القطن (Trier) : يستخدم هذا المثقب الحلزوني في سحب نماذج بذور القطن من الاكياس وذلك لسهولة تعلق هذه البذور بين طيات الحلزون اما الة الحفر المسماة (Drill) فهي تستعمل للحصول على عينات من نماذج صلبة كالاغذية المجمدة.

POWER
KONICA MINOLTA



تحضير النموذج للتحليل :

إذا لم يحضر النموذج تحضيرا كاملا قبل التحليل أو إذا اصيب بتغيرات كثيرة اثناء التحضير فالنتائج سوف تكون غير معتمدة مهما كانت دقة الجهاز المستعمل. هناك الكثير من العمليات التحضيرية التي تجرى قبل التحليل منها إزالة التربة او الرمل من الفواكة والخضراوات الطازجة مع ملاحضة ان كثرة الغسل قد يؤدي الى فقدان بعض المواد الصلبة الذائبة. اللحوم فتزال العظام منها تماما وعن عصير الفاكهة تزال اي مواد عالقة او رواسب وغيرها من الأمثلة. قبل اخذ العينة يجب ان تمزج النماذج مزجا جيدا فالأغذية السائلة تمزج محتوياتها وهي داخل القنينة او العلبة للتحليل. فالحليب مثلا فيجب مزجة جيدا لان الدهن يطفو الى الاعلى خلال اوقات الانتظار فاذا لم يتجانس عند المزج فيجب تسخين الحليب الى درجة 38 م في حمام مائي مع الاستمرار بالمزج بعدها تؤخذ العينة. اما الدهون الصلبة فتذوب بالحرارة وترشح وهي ساخنة لفصل المواد الغريبة عنها بعدها تمزج وغيرها من الامثلة.

الطرق المستعملة في تحضير النموذج للتحليل :

- 1- الطرق الميكانيكية **Mechanical Method**
- تطحن النماذج الجافة بواسطة الهاون اليدوي او الاجهزة الكهربائية كالثرامة او الطاحونة للحصول على مسحوق ناعم من الغذاء وهنا يجب تجنب التهوية وارتفاع درجة الحرارة للغذاء اثناء سحق النموذج لتجنب عمليات الاكسدة وتسريع التفاعلات الكيمياوية. اما النماذج الرطبة كالخضراوات الورقية والجذرية فتطحن بشكل افضل بواسطة فرامة اللحم وتستخدم ايضا في هرس اللحوم. لقد استخدمت بنجاح الامواج الاهتزازية في تفكيك النموذج . كما استخدم الخباط الكهربائي في طحن وهرس انواع مختلفة من البذور الزيتية والاجبان حيث تعتبر مثالية في العمليات الروتينية في تحضير النماذج المتجانسة للتحليل وتعتبر مفيدة في الاستخلاص الكيمياوي للغذاء.

2- الطرق الانزيمية Enzymatic Methods

تستعمل بعض الإنزيمات في تفتيت بعض النماذج الغذائية حيث هناك الإنزيم المحلل للسيليلوز ويستعمل على الانسجة النباتية وهناك الانزيمات المحللة للبروتين والكاربوهيدرات حيث تقوم هذه الانزيمات في تكسير المركبات ذات الوزن الجزيئي العالي الى مركبات بسيطة قابلة للذوبان.

3- الطرق الكيمياوية Chemical Methods

هناك مركبات كيمياوية متعددة تستعمل في تفكيك او إذابة الأغذية ومركباتها ومنها : اليوريا والفينول والداي مثيل فورمايد وغيرها والتي تستعمل لتهيئة النموذج الغذائي للتحليل.

Preservation of Sample حفظ النموذج

تعاني نماذج الاغذية ومنتجاتها المهيأ للتحليل بعض التغيرات في تركيبها خلال وقت الانتظار بين تهيئة النموذج والتحليل. فالاغذية الطازجة تحلل مباشرة او انها تحفظ بطريقة او باخرى لحين وقت التحليل. اهم التغيرات التي ممكن ان تحصل فهي:

1- التغيرات التركيبية في النموذج :

يخزن النموذج في اوعية محكمة الغلق لمنع فقدان او امتصاص الرطوبة والمواد المتطايرة . الاغذية المجففة توضع في علب معدنية او زجاجية اما الفاكهة ومنتجاتها والمحتويه من 20-30% رطوبة فيجب حفظها في اوعية زجاجية او بلاستيكية وكذلك بالنسبة للاغذية السائلة وشبة السائلة والمحتوية على زيت. يستعمل التبريد على درجة حرارة 4م في حفظ النموذج المجفف فاذا تطلب اخراجة من المخزن فيجب الحذر من فقدان المركبات متطايرة منه او امتصاص رطوبة الجو بواسطة عملية التكثيف. تخزن نماذج الدهون الجافة بالنايتروجين او تذاب بالايثر النفطي او بالاثنين معا. اما اضافة مضادات الاكسدة فيحمي الدهون فترة الخزن لكن بشرط ان لا يتداخل وجود هذه المادة مع طريقة التحليل.

2- التغيرات الانزيمية وايقافها في النموذج :

تظهر بعض الانزيمات نشاطا سريعا عند سحق الانسجة النباتية وبعض الانسجة الحيوانية وبالتالي تؤثر مباشرة على بعض المكونات الغذائية ومنها الكاربوهيرات والمركبات الناتروجينية . يتم تثبيط الانزيمات بالمعاملة البخارية او بالكحول المغلي وذلك بوزن المادة الغذائية وتقطيعها بسرعة الى قطع صغيرة جدا ومن ثم يضاف لها الكحول المغلي والمضاف الية كاربونات الكالسيوم لمعادلة الحموضة لئلا يتحول السكروز اثناء التسخين الى سكريات محولة . كما تثبط بعض الانزيمات بتغير الرقم الهايدروجيني بشرط عدم تاثر المركبات الاخرى بواسطة الحموضة او القاعدية العالية. يعتبر التجفيف طريقة فعالة في تثبيط الانزيمات بالرغم مما تحدثة الحرارة من تغير في صفات البروتين والسكريات واحداث بعض الكرملة وتكوين سكريات محولة وعلية فيجب ان ينجز التجفيف بسرعة وعلى درجة حرارة 60 م وتحت التفريغ. اما التجفيد فيعتبر اكثر نجاحا من التجفيف لقلة التغيرات التي قد تحصل للنموذج ولهذا يستعمل بكثرة في تجفيف اللحوم والفواكهة ومنتجاتها لتحليلها بعدئذ. اما التجميد فلا يوقف النشاط الانزيمي ولهذا السبب تحدث بعض التغيرات في المواد الناتروجينية لان الانزيمات لاتتلف بالتجميد ونشاطها يستمر على سرعة بطيئة.

3- التغيرات الميكروبية في النموذج

يتلف النموذج بواسطة الكائنات الدقيقة وذلك بالاعتماد على الرطوبة الموجودة ودرجة الحموضة وكذلك وجود او عدم وجود المواد الحافظة. فالنموذج الغير معقم يحفظ بواسطة التجميد او التجفيف او المضافات الكيمياوية. فالتجميد يمنع نمو الكائنات الحية وبالتالي يمنع حدوث التغيرات في تركيب النموذج. اما التجفيف فيمنع ايضا نمو الكائنات الحية وذلك لعدم توفر الرطوبة الكافية لنموها. اما المضافات الكيمياوية فتشمل بيروكسيد الهايدروجين وكلوريد الزئبقيك الذي يضاف الى الحليب والفورمالدهايد كمادة حافظة للبذور الزيتية والفواكة الزيتية والزيتون.

الاعتماد على النتائج :

ان مقدار الثقة في نتائج التحليل يتوقف على مصادر الاخطاء الموجودة في النموذج وعمل المحلل والطريقة التحليلة المتبعة.

1- **اخطاء النموذج Sampling Errors**

يجب ان يكون النموذج ممثلا تمثيلا جيدا للغذاء الاصلي الذي اخذ منه فاذا كان الغذاء الاصلي ومنتجاتة غير متجانس او متغير في تركيبة فيعتبر هذا مصدرا للخطا. فالاغذية النباتية تعتبر اكثر تغيرا في تركيبها من الحيوانية فالفواكه والخضروات حتى ولو كانت من نفس الصنف قد يتغير تركيبها بعد القطف نتيجة التغيرات الفسيولوجية وكذلك الحال للاغذية الحيوانية فقد تؤدي بها التغيرات الفسيولوجية بعد الذبح الى احداث تغيرات كثيرة في تركيبها اضافة الى ذلك التغيرات اثناء التصنيع والخزن تؤدي بدورها الى التغيرات في تركيب المادة الغذائية. اضافة الى هذا كله فهناك بعض التغيرات في التركيب التي قد تحصل خلال وبعد اخذ النموذج وتشمل امتصاص او فقدان الماء وفقدان مكونات متطايرة وذوبان الغازات والتفاعلات مع مركبات العلب المعدنية منها وغير المعدنية والتلف الميكانيكي للفواكة والخضروات وما ينتج عنة من تفاعلات انزيمية وكيمياوية.

•

2 - أخطاء المحلل

يعتبر المحلل عنصرا مهما في عملية التحليل حيث يجب ان يكون مثابر ومتحمس من بداية العمل والى نهايته وبعيد عن اللامبالة وان ينفذ الطريقة بكل دقة بأمانة كاملة وان يتأكد من حسابات النتائج قبل عرضها.

3- أخطاء طريقة العمل

يجب ان تكون الطريقة مصممة لتقيس او تقدر احد المكونات فقط. وان تكون هذه الطريقة او الجهاز المستعمل عالي الحساسية اي بمقدورها تحسس الكميات الصغيرة من المركب الموجود في النموذج. اما مقدار ابتعاد القيمة المستحصل عليها عن القيمة الحقيقية فتسمى بدقة الطريقة التحليلية Accuracyاما مقدار تقارب او توافق المكررات التجريبية فيصطلح علية بضبط الطريقة التحليلية .

اما الاخطاء التجريبية التي تؤثر على النتائج فيمكن ان تصنف الى نوعين:

1- الاخطاء المقاسة Systematic Errors

ان مصادر هذه الاخطاء معلومة ويمكن ازالتها اوتصحيحها فالقراءة ممكن ان تتاثر بواسطة الجهاز والظروف الخارجية او بواسطة الخطا الشخصي للمحلل او قد تتحد بمقدار نقاوة المواد الكيمياوية المستعملة وترتيب اضافتها في خطوات العمل.

2- الاخطاء غير المقاسة Erratic Errors

ان هذا النوع من الاخطاء هو خارج سيطرة المحلل بل يتحتم علية ان يعرف ما هو نوعة وان يستدل علية من مدى تقارب النتائج المستحصل عليها في التجربة. ومن الامثلة على هذا النوع من الاخطاء هو اخلاء الاجهزة الحجمية كالماصة والدورق الحجمي بشكل تام وتحديد نقطة النهاية في التسحيح.

التحليل الطيفي Spectroscopy

- **التحليل الطيفي** عبارة عن دراسة تفاعلات او تداخلات الاشعة الكهرومغناطيسية مع المادة.
- يقع الطيف الالكتروني للجزيئات ضمن الطول الموجي الذي يتراوح بين 100-800 نانومتر وتختصر ب nm للطيف الكهرومغناطيسي
- منطقة الضوء المرئي Visible region الذي اعتادت عليه عين الإنسان تتراوح بين الاطوال الموجية 400- 800 نانومتر
- تقسم المنطقة فوق البنفسجية Ultra-Violet region الى منطقتين طيفيتين الاولى يقع طولها الموجي بين 200-400 نانومتر ويطلق عليها المنطقة فوق البنفسجية القريبة اما الثانية والتي يكون طولها الموجي اقل من 200 نانومتر فيطلق عليها المنطقة فوق البنفسجية المخلخلة.
- الوحدة المستعملة للتعبير عن الاطوال الموجية في المنطقتين المرئية والفوق بنفسجية هي النانومتر او احيانا الانكستروم ويختصر ب A . (النانومتر الواحد يساوي 10 انكستروم).

طبيعة الأشعة الكهرومغناطيسية

1- إن احد مكونات الموجة الكهرومغناطيسية هي كهربائية والأخرى مغناطيسية . يتذبذبان هذان المكونان للموجة في سطح بحيث يكون المكون الكهربائي عموديا على المكون المغناطيسي. حيث أن المكون الكهربائي هو الذي يكون فعالا فقط في تفاعلات تحول الطاقة مع المادة.

2- صفات الدقائق لو اعتبرنا الضوء على انه حزمة غنية بالفوتونات فان طاقة كل فوتون تتناسب طرديا مع تردد الموجة كما في المعادلة التالية

$$E = h\nu$$

$$\nu = c/\lambda$$

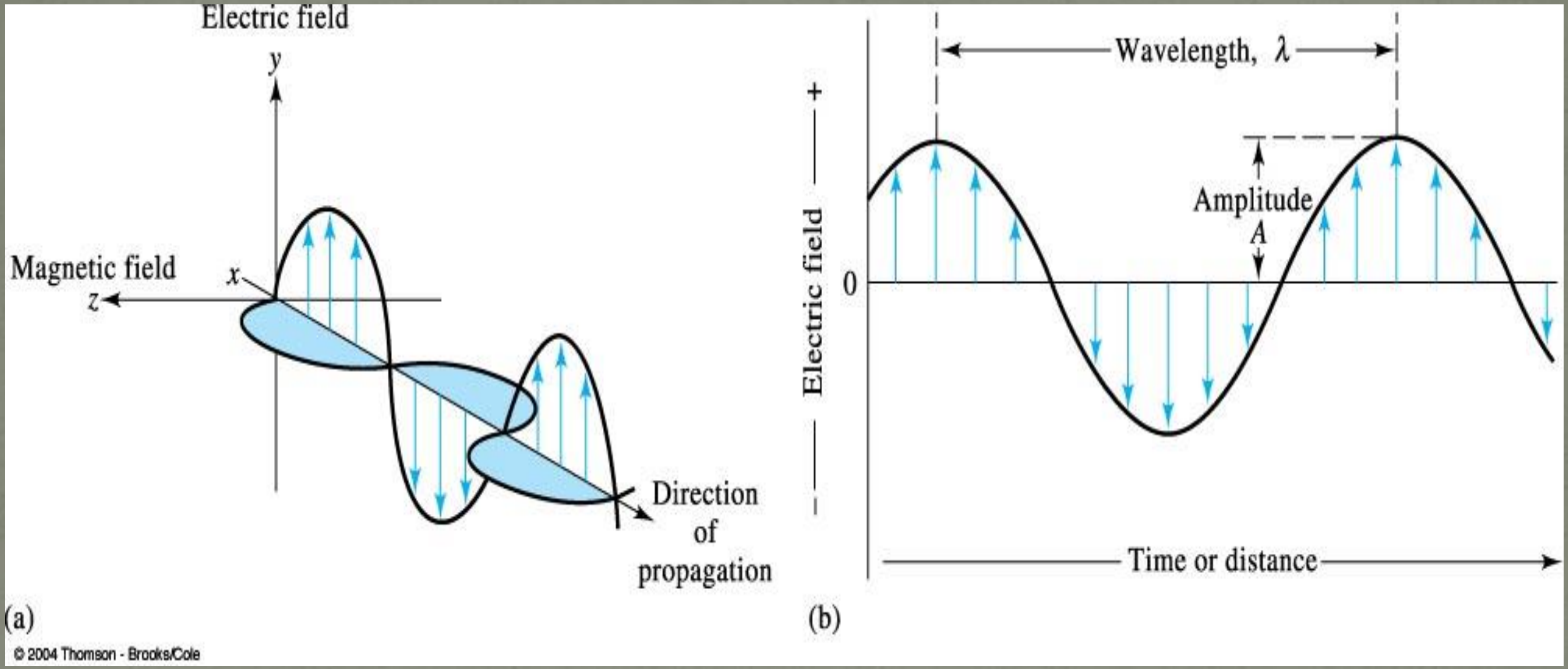
E = energy (Joules, ergs)

c = speed of light (constant)

λ = wavelength

h = Planck's constant

ν = "nu" = frequency (Hz)



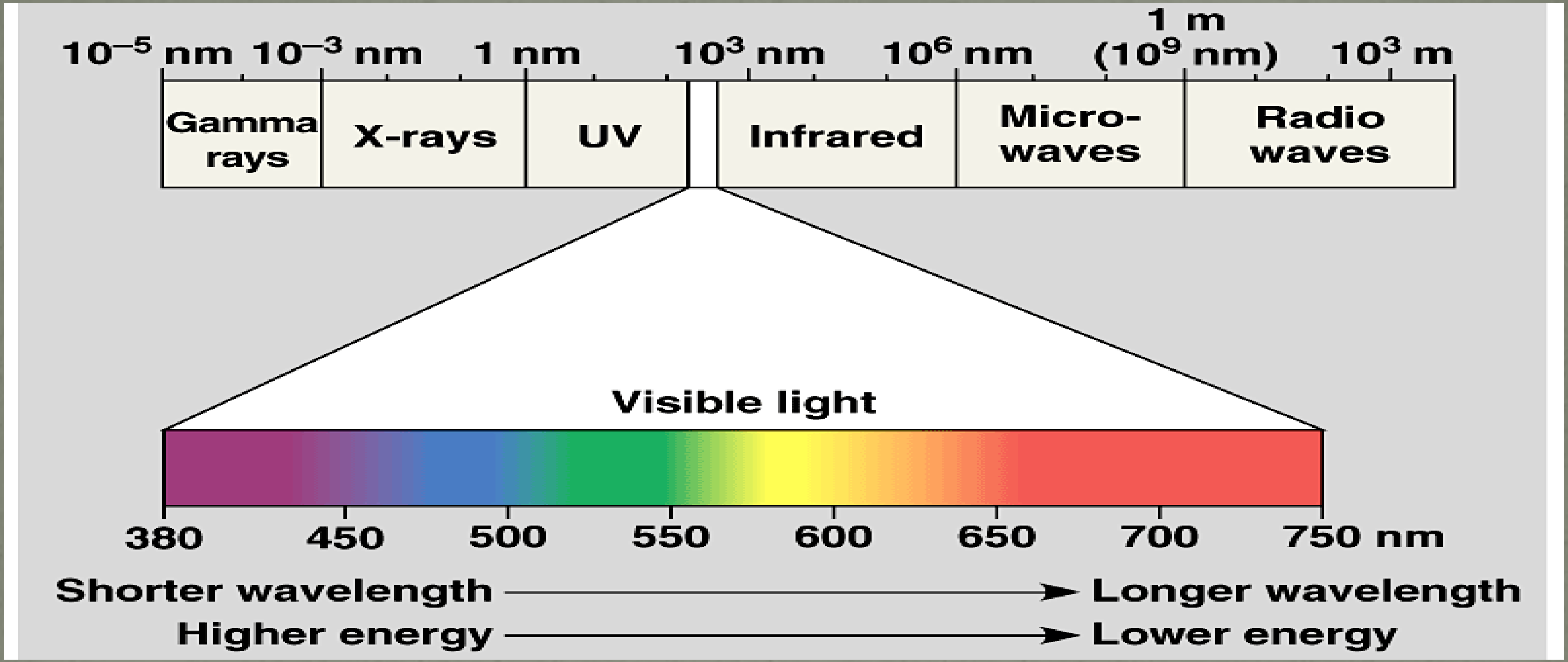
Electric field
y
Magnetic field
x
z
Direction of propagation
(a)
© 2004 Thomson - Brooks/Cole
Wavelength, λ
+
Amplitude A
Electric field
0
Time or distance
(b)

- تتراوح الأشعة الكهرومغناطيسية التي تهمنا في مجال التحليل الكيمياوي بصورة عامة من أشعة كاما ذات الطاقة العالية الى موجات الراديو ذات الطاقة الواطئة ويطلق على هذا المدى من الأشعة بالطيف الكهرومغناطيسية.

- ان العين البشرية تكون حساسة فقط لنطاق ضيق من الطيف يقع بين (400-800 نانومتر) ويسمى بالضوء المرئي أما المناطق الأخرى من الطيف فهي مناطق غير مرئية للعين البشرية .

- تعود طول الموجة الأقل من 400 نانومتر للاشعة فوق البنفسجية والاكثر من 750 نانومتر للأشعة تحت الحمراء.

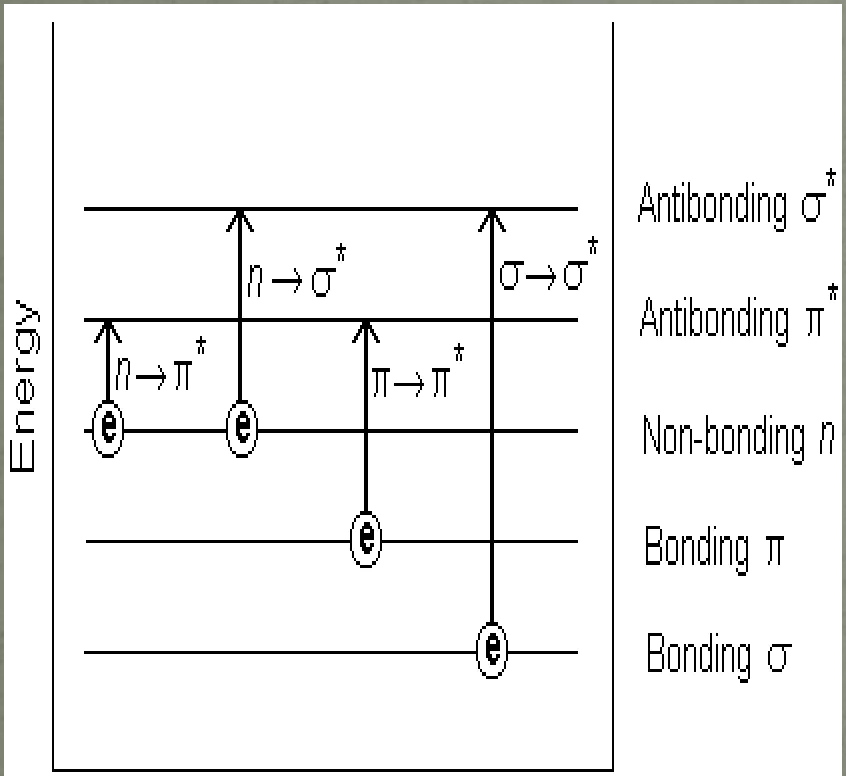
- ان المركبات العضوية المشبعة او الكحولات او الماء تمتص الضوء على طول موجي قدرة 185 نانومتر مما يسهل استعمالها كمذيبات في المنطقة فوق البنفسجية.

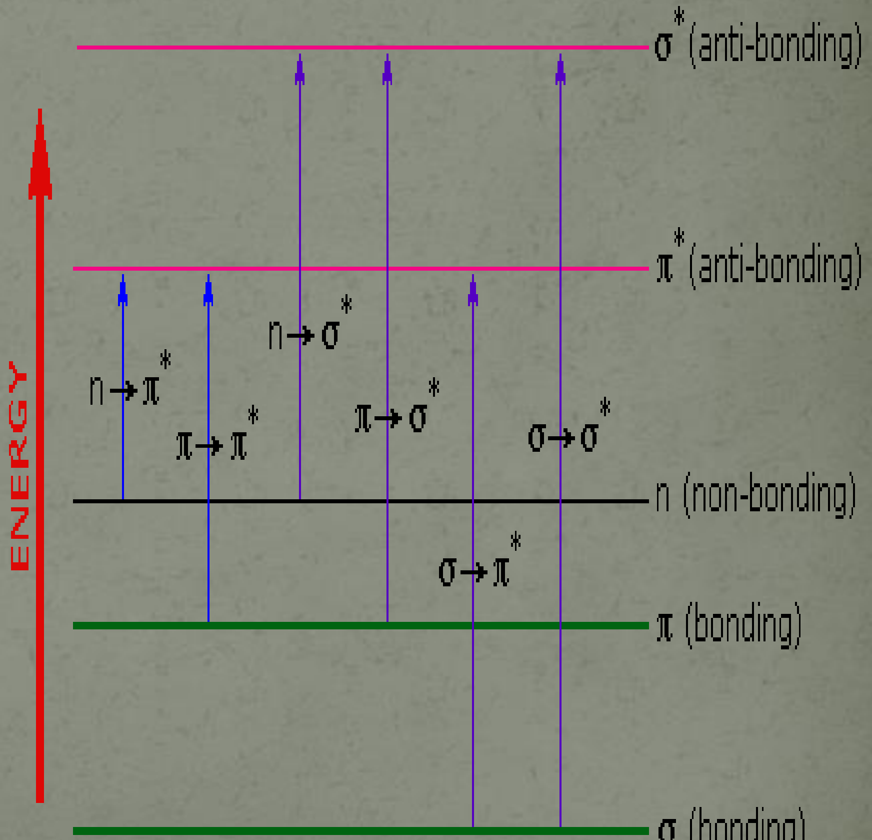


10⁻⁵ nm
10⁻³ nm
1 nm
10³ nm
10⁶ nm
1 m (10⁹ nm)
10³ m
Gamma rays
X-rays
UV
Infrared
Micro-waves
Radio waves
Visible light
380
450
500
550
600
650
700
750 nm
Shorter wavelength
Longer wavelength
Higher energy
Lower energy

الأطوال الموجية لمنطقة الطيف المرئي

- **Violet:** 400 - 420 nm
- **Indigo:** 420 - 440 nm
- **Blue:** 440 - 490 nm
- **Green:** 490 - 570 nm
- **Yellow:** 570 - 585 nm
- **Orange:** 585 - 620 nm
- **Red:** 620 - 780 nm


Energy
Antibonding σ*
Antibonding π*
Non-bonding n
Bonding π
Bonding σ
n→π*
n→σ*
π→π*
σ→σ*


ENERGY
σ* (anti-bonding)
π* (anti-bonding)
n (non-bonding)
π (bonding)
σ (bonding)
n→π*
π→π*
n→σ*
π→σ*
σ→σ*
σ→π*

ميكانيكية امتصاص المادة للإشعاع

- عند مرور الإشعاع الكهرومغناطيسي خلال مادة ما فان ذلك يؤدي إلى حدوث عدد من التغيرات وإذا كان الفوتون محتويا على طاقة كافية فانه قد يمتص من قبل المادة ويؤدي الى تحول او انتقال الكتروني او تغيرات تذبذبية واذا كان الفوتون محتويا على طاقة اقل يؤدي الى تغيرات دورانية .

- ان امتصاص الذرات او الجزيئات للأشعة السينية او الأشعة فوق البنفسجية او الأشعة المرئية يؤدي إلى حدوث ما يسمى بالانتقال الالكتروني و يصاحب ذلك لكن بدرجة اقل تغيرات تذبذبية ودورانية. اما الاشعة تحت الحمراء تؤدي الى حدوث تغيرات تذبذبية في جزيئات المادة حيث لا تمتلك فوتونات هذه الاشعة الطاقة الكافية لإحداث الانتقال الالكتروني.

المجاميع المسببة للألوان والانتقالات الالكترونية

ان المواد الملونة تظهر ملونة لوجود أصرة غير مشبعة واحدة أو أكثر في تركيبها ويطلق على هذه الأواصر او المجاميع المسببة او المضيفة للألوان بالمواد Chromophores ومن امثلتها C=C, C=O, N=N بالمقابل توجد مجاميع اخرى التي لاتضفي اي لون على المادة لكنها تعمل على زيادة القوة المسببة للون يطلق على هذه المجاميع ب Auxochromesومن امثلتها C-Br, CNH_2.

التركيب العام لاجهزة السبيكتروفوتوميتر:

تتكون اجهزة السبيكتروفوتوميتر من :

- مصدر الاشعاع
- موحد الموجات وذلك للحصول على حزمة ضوئية متجانسة ذات طول موجي واحد او متقارب
- خلية زجاجية معينة لوضع عينة المادة المراد قياسها
- جهاز خاص لقياس قوة الاشعة النافذة
- مسجل

مصادر الاشعة:

1- مصدر الاشعة فوق البنفسجية: تعد لمبة الهايدروجين او لمبة غاز الزئبق من اكثر المصادر شيوعا للحصول على هذا النوع من الاشعة وهي عبارة عن انبوبة مصنوعة من مادة الكوارتز مملوءة بغاز الهيدروجين وموصلة بقطبين كهربائيين حيث يؤدي ايصال التيار الكهربائي الى تهيج ذرات الهيدروجين مع انبعاث اشعاع على طول موجي بين 180- 350 نانومتر.

2- مصادر الاشعة المرئية: تعتبر لمبة التنكستن من احسن المصادر للاشعة المرئية والاشعة تحت الحمراء القريبة وتعطي اشعاع ينبعث على طول موجي يتراوح بين 350-2500 نانومتر.

موحد الموجات Monochromators

ان الاشعة المنبعثة من اي مصدر تكون على شكل خليط من اشعاعات على اطوال موجية مختلفة ولمل كان من المفروض استعمال اشعة على طول موجي معين (التي يحدث عندهما اعلى نسبة من امتصاص الاشعة بالنسبة للمادة المراد قياسها او تقديرها) فانة يتوجب استعمال حزم من الاشعة ذات اطوال موجية محددة ويسمى الجهاز الذي يوحد هذه الحزم من الاشعة بموحد الموجات. ومن فوائدة هي:

- ان حزم الاشعة ذات الاطوال الموجية المحددة والواقعة ضمن حدود ضيقة سوف تساعدعلى التعرف على المواد التي تمتص الاشعة على اطوال موجية متقاربة.
- تساعد على زيادة حساسية الفحص.
- ان قانون بير ينطبق فقط على الاشعة الموحدة الموجات.

هناك طريقتين للحصول على الاشعة الموحدة الموجات الاولى باستعمال المرشحات الضوئية والثانية باستعمال جهاز موحد الموجات.

الخلايا الزجاجية والمذيبات

- عند القياس في المنطقة فوق البنفسجية توضع العينات في خلايا خاصة تسمى Cells or Cuvettes مصنوعة من الكوارتز او السيلكا المصهور. اما عند القياس في المنطقة المرئية فتوضع العينة في خلايا زجاجية عادية.
- في اجهزة السبيكتروفوتوميتر الحديثة تستعمل خليتين احدهما تستعمل كمصدر او مرجع يوضع بها المذيب اما االخلية الاخرى فيوضع فيها النموذج. ان استعمال خليتين ضروري للتعويض الذي قد يحصل نتيجة امتصاص المذيب للاشعاع او الضوء في خلية المصدر او المرجع وكذلك للتعويض الذي قد يحصل نتيجة فقدان الاشعاع او الضوء بفعل التشتت او الانعكاس.

- ان من اهم العوامل التي تقرراختيار المذيب المستعمل في تحضير المحاليل هي ان المذيب يجب ان لا يمتص الاشعاع على نفس المنطقة التي يمتص فيها المذاب ومن المذيبات التي يمكن استعمالها هي: الماء، الكحول اثيلي او مثيلي ، كلورفورم و هكسان.

- يجب ان لا يؤثر الاختلاف الطفيف الذي قد يحصل في درجة الحرارة في المختبر على Absorption Spectra .

- يستعمل عادة في الدراسات التي تجرى لتقدير الطيف حوالي 0.1 - 100 ملغم من المادة. اما اذا كانت المادة المراد تقدير طيفها نادرة جدا وقلقلة فيمكن استعمال 0.001 ملغم الا ان السبيكتروفوتوميتر يجب ان يكون اكثر حساسية.

اجهزة قياس الاشعة في المنطقة البنفسجية والمرئية

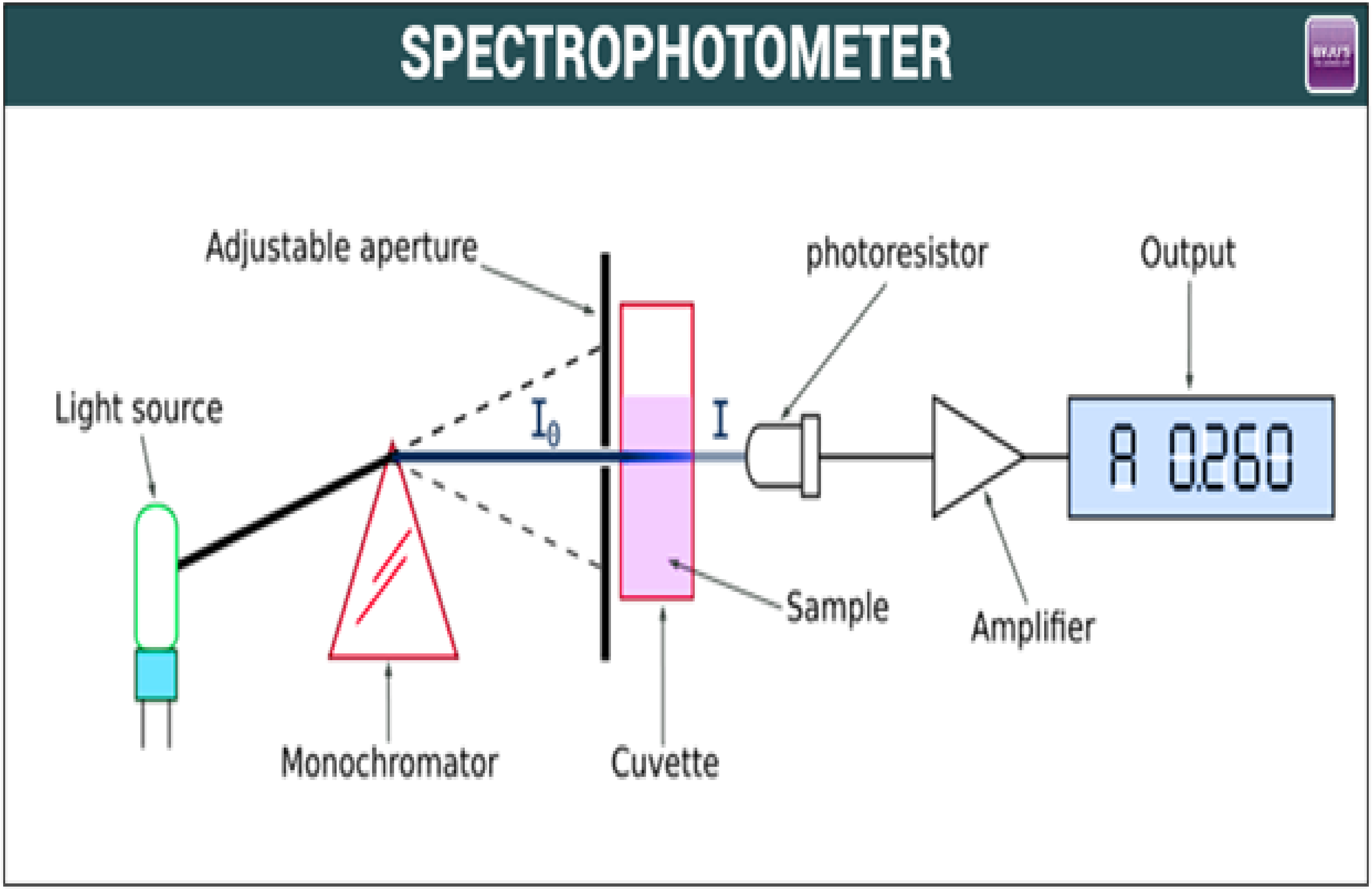
ان لأشعة (فوتونات) المنطقتين فوق البنفسجية والمرئية طاقة كافية تسبب انتقالات الكترونية وذلك عند اصطدامها مع بعض الأسطح المعاملة بمواد معينة بحيث تؤدي الى انبعاث الكترونات من هذه المواد وبالإمكان قياس كمية هذه الكترونات بقياس قوة التيار الكهربائي الناتج عنها وتسمى هذه الأنواع من الأجهزة Photoectric Detectors ومثال عليها الأنبوب الضوئي Phototube الذي يتكون من الاجزاء التالية:

1- اسطوانة زجاجية مفرغة من الهواء يوجد فيها شباك مصنوع من الكوارتز لاستعمالة عند العمل في المنطقة فوق البنفسجية

2- القطب السالب: ويكون على شكل نصف اسطواني مغطى سطحه الداخلي بطبقة من خليط من اكسيد السيزيوم واوكسيد الفضة والفضة ومن خواص هذا الخليط عدم التصاق الالكترونات بقوة او بعبارة اخرى يسهل هروب الالكترونات من الاسطح المغطاة بهذا الخليط.

3- يوجد في مركز هذه الاسطوانه تقريبا سلك معدني يقوم مقام القطب الموجب يتصل القطب السالب بالموجب بفرق جهد مقداة 90 فولت.

اساس عمل الانبوب هي عند دخول الفوتونات الى الانبوب الضوئي سوف ترتطم على سطح القطب السالب الذي يسهل هروب الالكترونات مما ينتج عن ذلك ان تنتقل طاقة الفوتونات الى الالكترونات ويقوم كل فوتون باطلاق 1-4 الكترونات من القطب السالب وتتجمع بدورها على القطب الموجب. وتؤدي هروب سيل من الالكترونات من القطب السالب الى الموجب الى توصيل التيار الكهربائي بمقدار يتناسب طرديا مع كثافة الالكترونات المتحررة من القطب السالب ومن بعد الى قوة الفوتونات الساقطة اصلا على القطب السالب.


SPECTROPHOTOMETER
Adjustable aperture
photoresistor
Output
Light source
I0
I
A 0.260
Sample
Amplifier
Monochromator
Cuvette

التحليل باللهب والامتصاص الذري

Flame photometry and atomic absorption

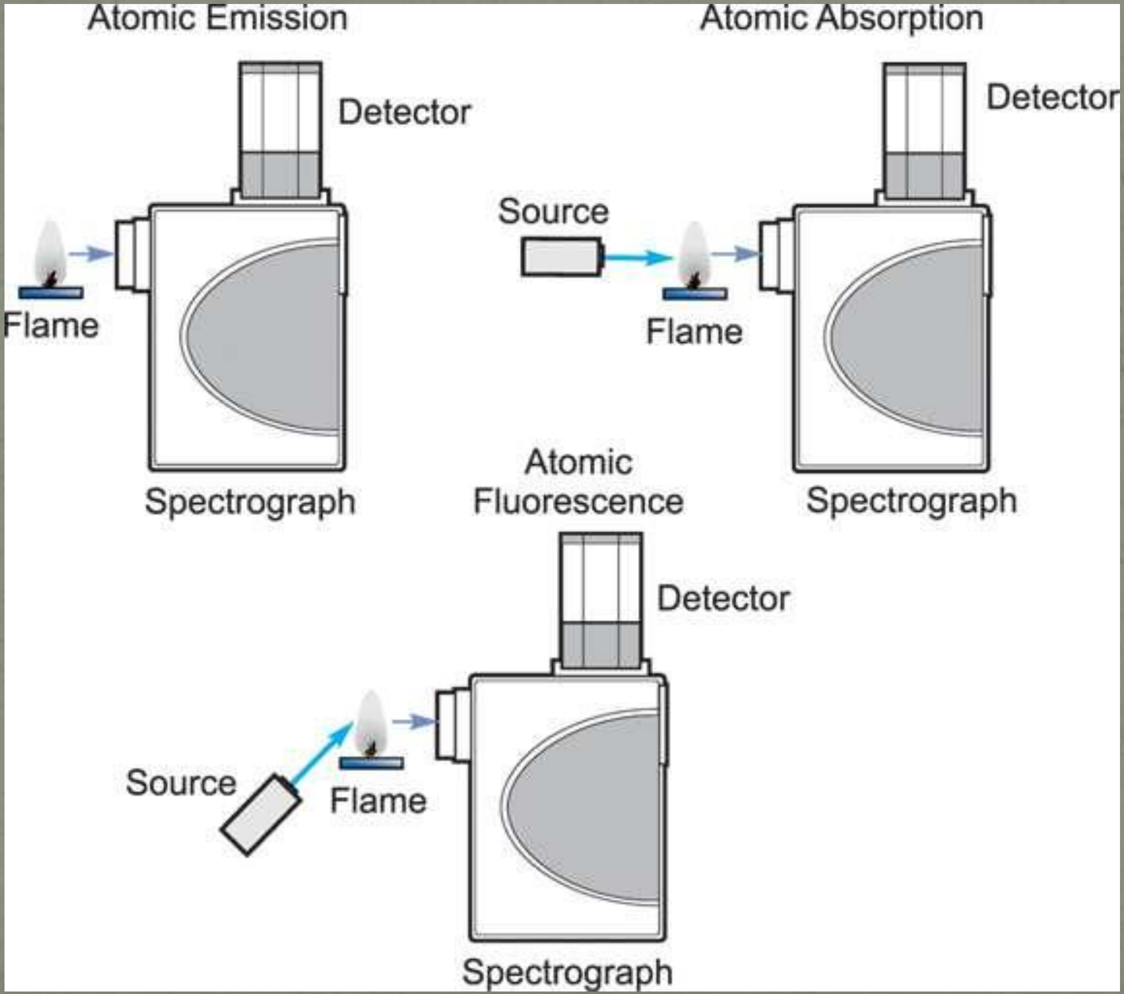
التحليل باللهب والامتصاص الذري

- يعتمد الاساس في التحليل باللهب على تسخين النموذج السائل في اللهب الى درجات حرارية عالية عندها تتهيج ذرات العنصر الموجود في النموذج وبعد رجوع هذه الذرات الى الحالة المستقرة الطبيعية تبعث اشعة موجية ذات طول موجي معين تميز هذا العنصر عن غيره من العناصر الموجودة في النموذج الغذائي . من ناحية اخرى فأن الذرات غير المتهيجة فيمكنها امتصاص اشعة من مصدر خارجي على نفس الطول الموجي ومقدار هذا الامتصاص يمكن يقاس ويعتبر الاساس في طريقة الامتصاص .

ان طبيعة الطاقة الاشعاعية تظهر مرة موجية ومرة اخرى تظهر كسيل من الفوتونات والمفهوم الثاني هو الذي يعول عليه في دراسة تفاعل الطاقة مع المادة .

$$E = h\nu$$

مكونات أجهزة التحليل باللهب والامتصاص الذري



مكونات جهاز الامتصاص الذري أللهبي

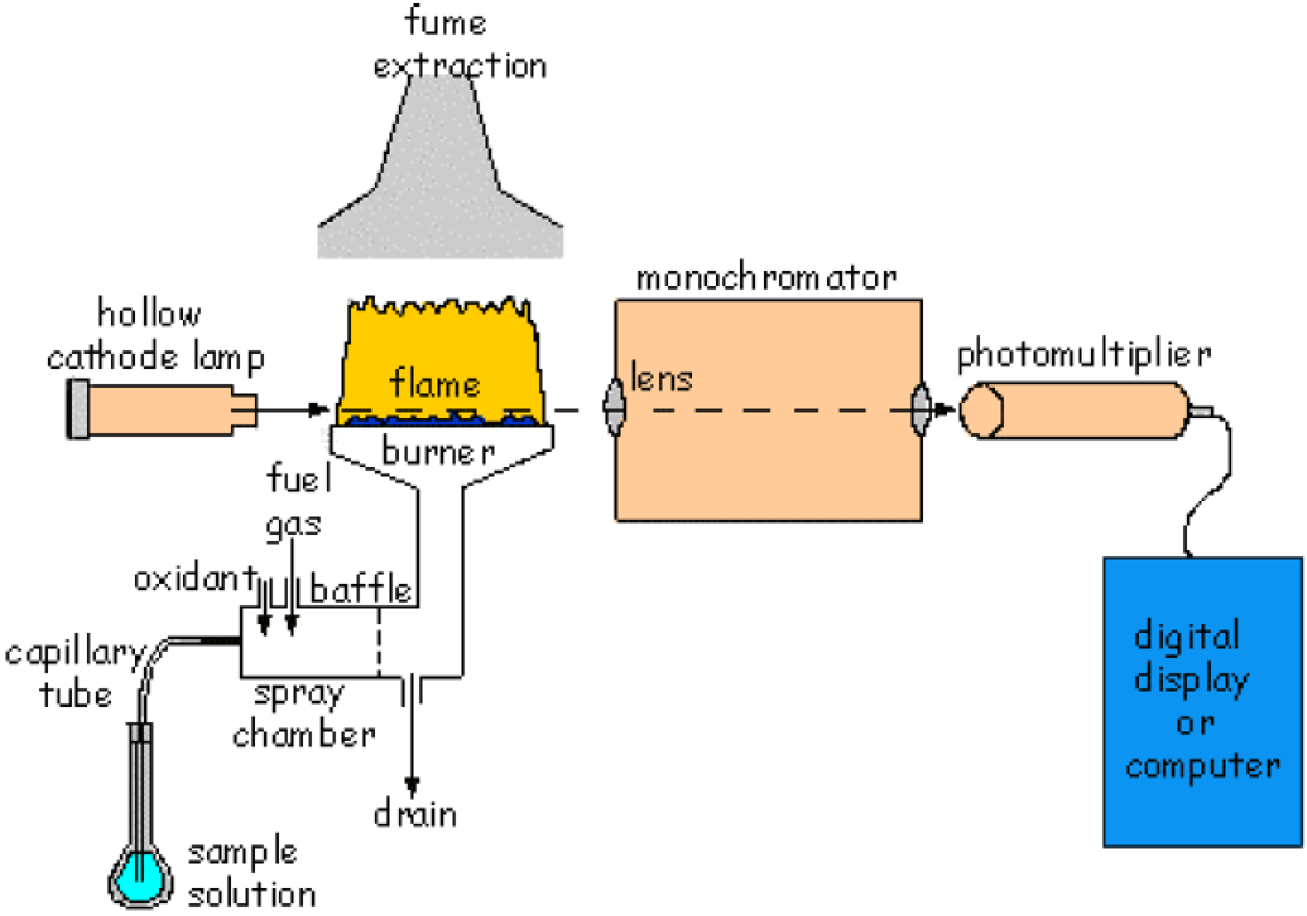


Fig. 2: A schematic diagram of atomic absorption spectrometer

مكونات جهاز المطياف أللهبي

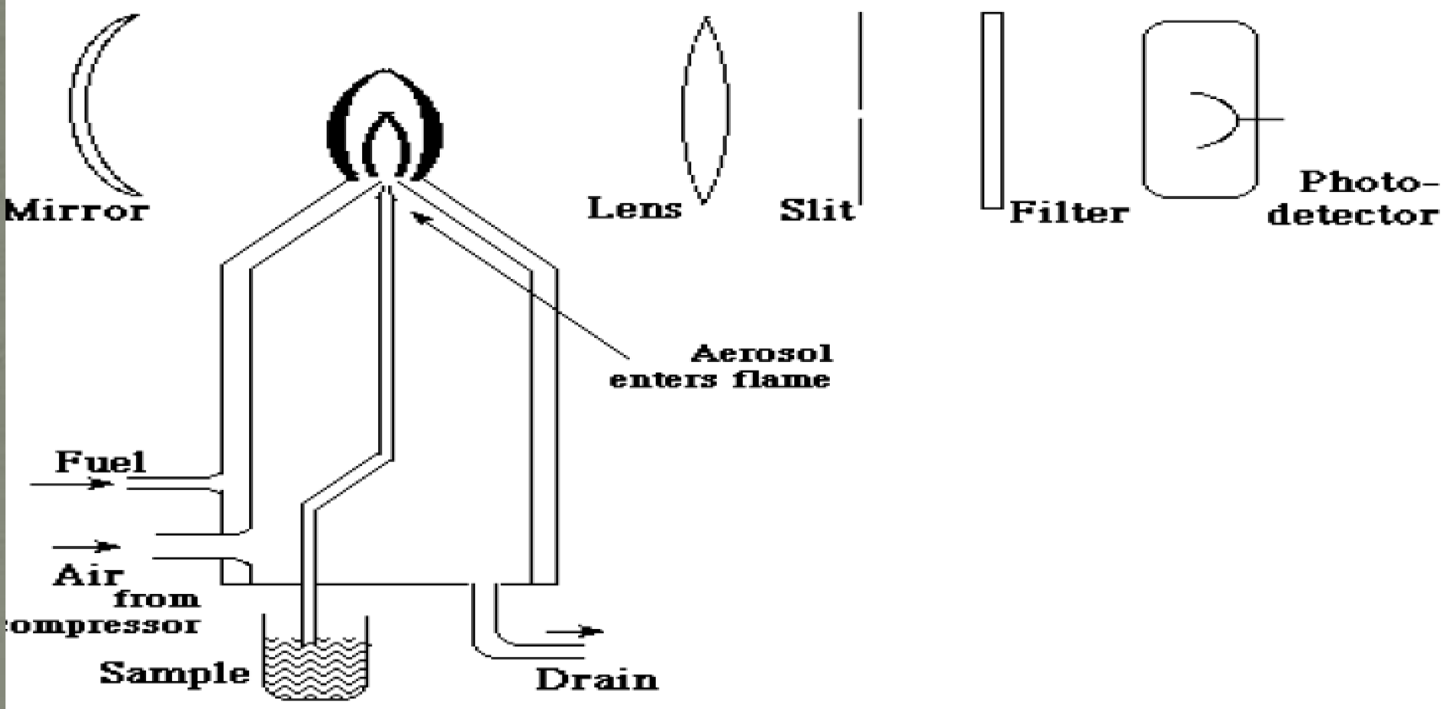


Figure 2: Principle of flame photometers, source:

1- الموقد (المشعل) Burner

يعمل الموقد على تحويل النموذج السائل الى دقائق صغيرة جدا ثم توجيهها الى منطقة اللهب لاشعالها. وهو نوعين

أ- مشعل الاحتراق الكل total consumption burner

ب- لوند كارد lundegardh

2- اللهب flame

الوقود	المؤكسدات	درجة حرارة اللهب	الملاحضات
هيدروجين	اوكسجين	2800	
هيدروجين	هواء	2100	
استيلين	اوكسيد النتروز	2950	
استيلين	هواء	2200	مشعل لوند
استيلين	اوكسجين	3000	مشعل الاحتراق الكلي
بروبان	اوكسجين	2800	
بروبان	هواء	1900	

العمليات التي تحدث في اللهب

هنالك أربع عمليات مهمة تحدث داخل اللهب وهي على التوالي:

- تبخر المذيب
- تكوين الذرات المشحونة
- تكوين الذرات المتعادلة
- الامتصاص الذري للهب

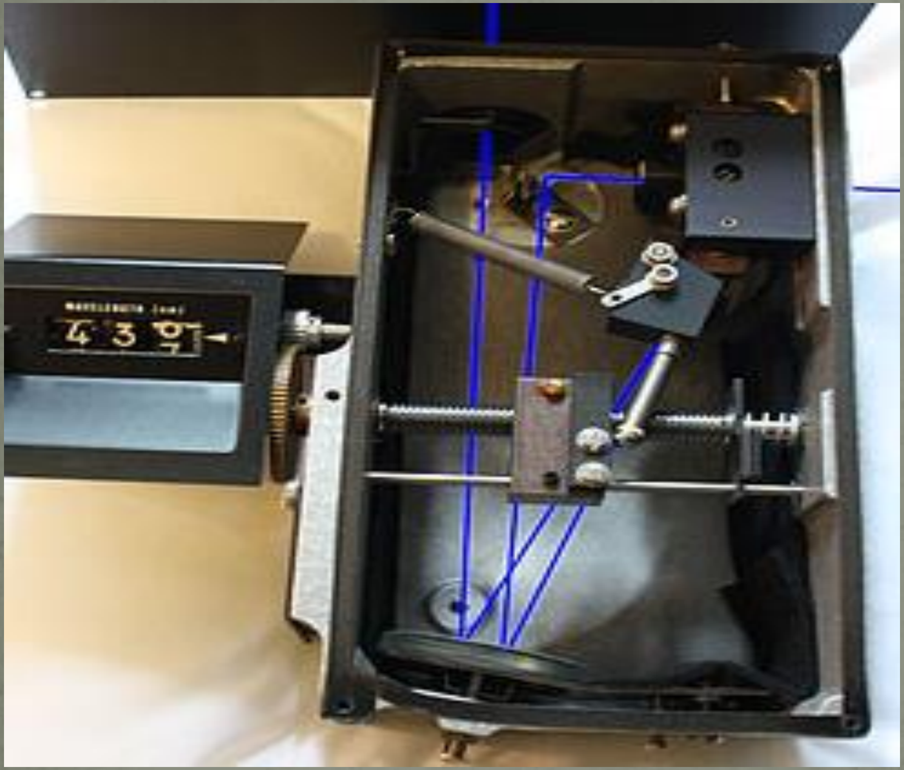
3- المرايا والعدسات

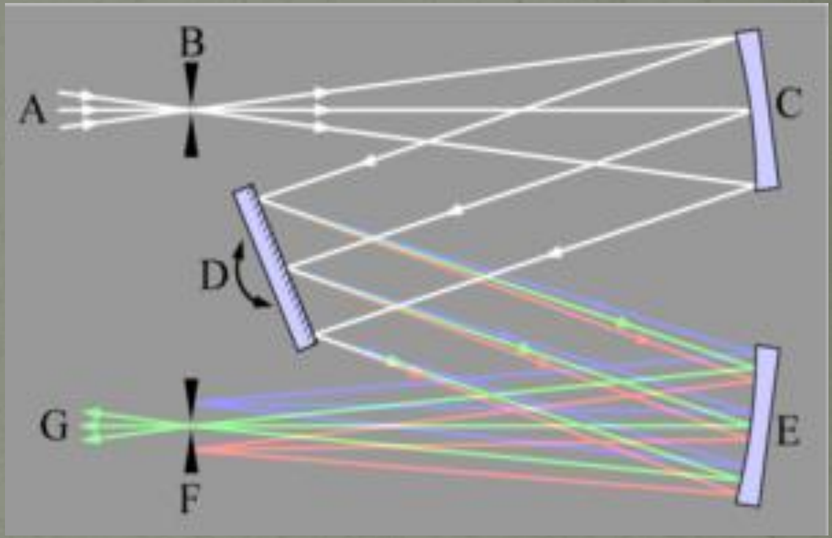
تستخدم المرايا لتجميع الاشعة المنتشرة في جميع الاتجاهات وعدم السماح لها بالضياع قبل الوصول الى جهاز التحسس والمكان الافضل لها هو امام او خلف المشعل والمرآة المقعرة توضع خلف المشعل من اجل عكس الاشعة الضائعة بحيث يسهل توجيهها الى المونوكروميتر .

4- الفتحات

تقع هذه الفتحات على جانبي المونوكروميتر ففتحة الدخول تعزل الاشعة القادمة من المحيط الخارجي وتسمح فقط للاشعة المنبعثة من اللهب بالدخول اما فتحة الخروج فتوضع خلف المونوكروميتر وتسمح فقط لموجات معينة بالدخول

5- المونوكروميتر



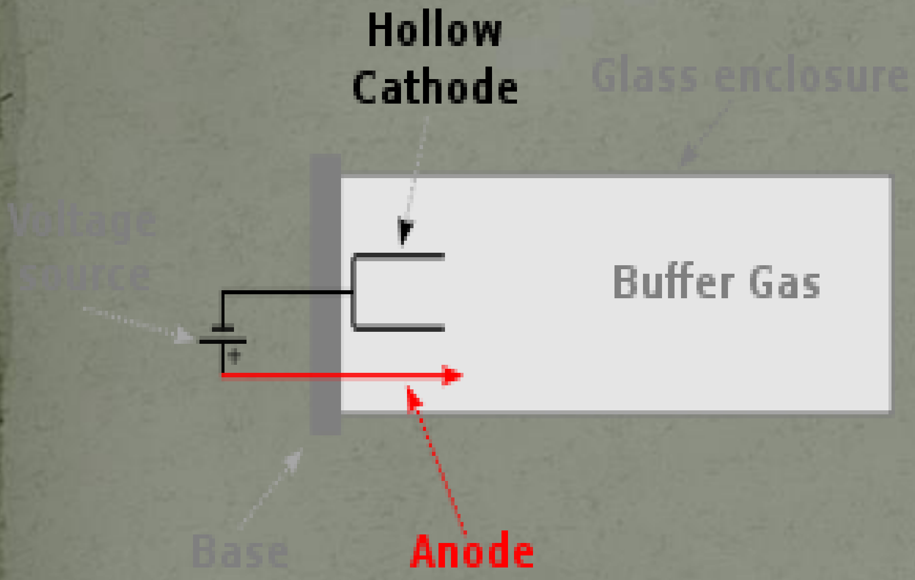


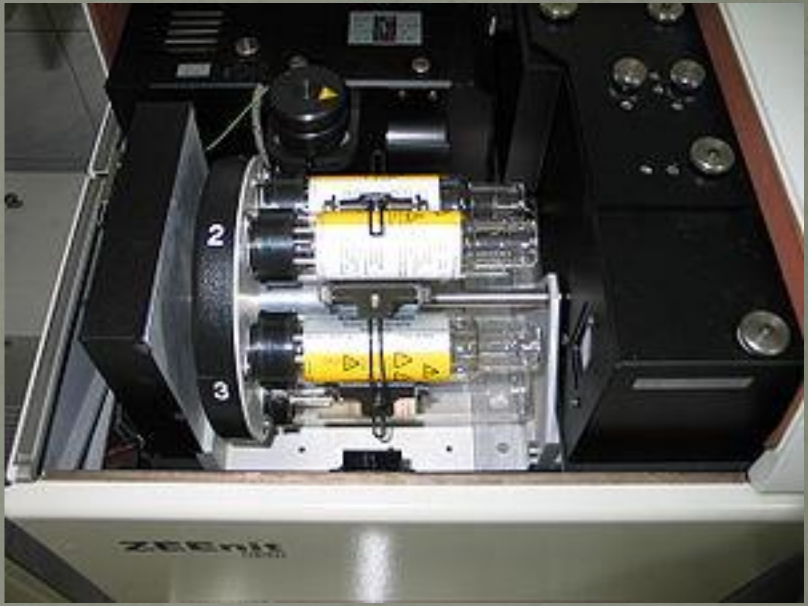
6- جهاز التحسس detector

يستخدم هذا الجهاز لقياس شدة الاشعاع الساقط عليه و هو بذلك يجب ان يكون حساس للاشعة بمختلف الاطوال الموجية واهم انواعه :-

- Photomultiplier detector
- Photocell detector
- Barrier layer cell detector

7- مصباح الكاثود المجوف HCL





التطبيقات العملية بطريقتي اللهب والامتصاص الذري

Detection Limits in Flame Emission
and Absorption Spectroscopy

Element	Emission (ppm)	Absorption (ppm)
Al	0.01	0.5
As	1.0	0.04
Ba	0.01	1.0
Cd	0.3	0.0004
Cr	0.003	0.001
Cu	0.01	0.0005
Fe	0.03	0.003
Mg	0.003	0.003
K	0.00001	0.005
Na	0.00001	0.005
Zn	3.0	0.0002

المتداخلات

1- التأين

2- الانبعاث من غير النموذج Background emission

3- الامتصاص الذاتي self absorption

4- تداخل الاشعة المنبعثة

5- المتداخلات الكيميائية

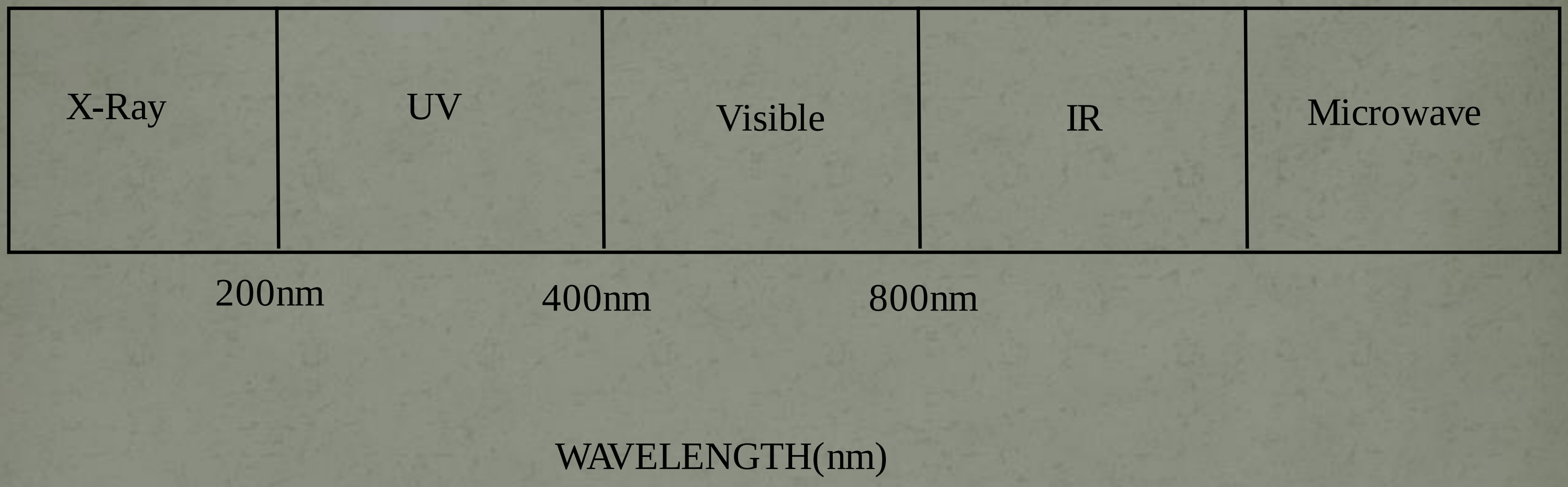
مقارنة التحليل باللهب والامتصاص الذري

التحليل باللهب	التحليل بالامتصاص الذري
يفضل في التقدير النوعي للعناصر	يفضل في التقدير الكمي للعناصر
لا تحتاج الى مصدر كاثودي	تحتاج الى مصدر كاثودي
تقيس الاشعة المنبعة من العنصر	تقيس مقدار الهبوط في شدة الاشعة المنبعثة من المصدر
تتأثر بالتداخلات الكيميائية	لا تتأثر بالتداخلات الكيميائية كثيراً
اقل حساسية	اكثر حساسية

AAS 1

igure 1: Photograph of an atomic absorption spectrophotometer

Infrared (IR) spectroscopy الأشعة تحت الحمراء



IR spectroscopy: Theory

تدرس منطقة الاشعة تحت الحمراء منفصلة عن المنطقة الفوق بنفسجية والمرئية لسببين هما :-

1- اختلاف العدسات المستعملة في في كلتا الحالتين حيث تتوفر اجهزة تدمج الطيف المرئي والفوق بنفسجي بينما لا توفر اجهزة تدمج المناطق الثلاثة

2- ميكانيكية امتصاص الاشعة تحت الحمراء تختلف عن امتصاص الاشعة فوق البنفسجية والمرئية حيث انها تسبب حركات اهتزازية ودورانية فقط في منطقة الاشعة تحت الحمراء وان هذه الحركات تؤدي الى تغيير في استقطاب الجزيئات وهذا يعني ان جميع الجزيئات المستقطبة لها القابلية على امتصاص الاشعة تحت الحمراء . عدا الجزئيات المتناظرة مثل الهيدروجين والاوكسجين والنيتروجين .

المتطلبات اللازمة لامتصاص الاشعة تحت الحمراء

1- يجب ان يكون تردد الاهتزاز الطبيعي مساوي لتردد الاشعة الممتصة

2- يجب ان يكون تردد الاهتزاز معبراً عنه بالقانون (الطاقة = التردد * ثابت بلانك)

3- أي تغير في الاهتزاز يجب ان يكون مصحوباً بتغير في الاستقطاب

4- ان يكون هنالك تناسب طردي بين شدة امتصاص الاشعة مع مربع سرعة التغير في الاستقطاب

IR Introduction

The term "infra red" covers the range of the electromagnetic spectrum between 0.78 and 1000 mm. In the context of infra red spectroscopy, wavelength is measured in "wave numbers", which have the units cm^{-1}.

Wave number = 1 / wavelength in centimeters

It is useful to divide the infra red region into three sections;

***near*, *mid* and *far* infra red;**

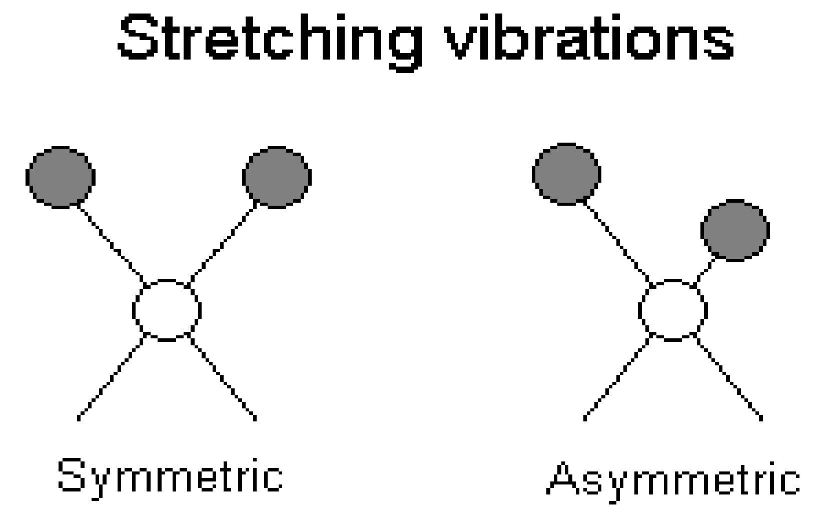
Region	Wavelength range (mm)	Wave number range (cm^{-1})
Near	0.78 - 2.5	12800 – 4000
Middle	2.5 – 50	4000 – 200
Far	50 -1000	200 – 10

The most useful I.R. region lies between 4000 – 670 cm^{-1}.

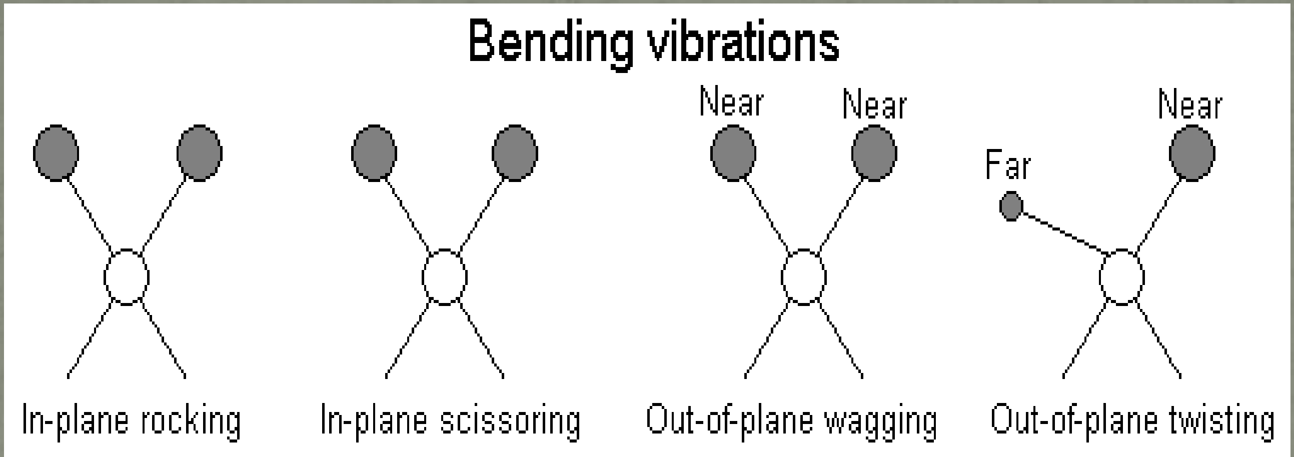
حركات الجزيئة Molecular vibrations

. هنالك نوعين مهمين من الحركات او الاهتزازات للجزيئة وهما ,

1- التمدد (المط) : وهي تسبب تمدد او تقلص الاصرة التي تربط الذرتين (تغير طول الاصرة)



2- الانحناء : تغير زاوية الاصرة التي تربط الذرتين



تشخيص المخطط الطيفي

هنالك ثلاثة متطلبات رئيسية يجب معرفتها او التأكد منها قبل الشروع في تشخيص المخطط الطيفي هي :

1- ان يكون المخطط الطيفي مفصلاً وواضحاً

2- ان يكون المخطط الطيفي ناتجاً من مركب عالي النقاوة

3- ان يتم معايرة الجهاز بدقة بحث ينتج عنه خطوط امتصاصية واضحة كل حسب طول الموجة الخاص به

تستخدم مادة البولي ستايرين وهي زيت بارافيني لمعايرة الجهاز وذلك لثباتية خطوطها الطيفية مع موجات امتصاصها المعلومة .

تنحصر معظم الدراسات في تشخيص المركبات العضوية وذلك لاحتوائها على الاواصر التساهمية .

استعمالات طريقة IR :-

1- التقدير النوعي للمركبات التساهمية

2- التقدير الكمي من خلال تطبيق قانون بير لامبيرت

مكونات جهاز الاشعة تحت الحمراء IR

1- مصدر الاشعة

يعتمد مصدر الاشعة المستخدم على المنطقة المستخدمة للتحليل

1- تحت الحمراء القريبة – مصباح التنكستن

2- تحت الحمراء المتوسطة – متوهج كلوبار - شعيرة نرنست المتوهجة - مسخن النكروم

3- تحت الحمراء البعيدة – قوس الضغط العالي للزئبق

2- المونوكروميتر

يجب ان يصنع من مادة تسمح بمرور الاشعة تحت الحمراء أي لاتمتص الاشعة تحت الحمراء ولهذا السبب يستبعد الزجاج والكوارتز في صناعة مونوكروميتر منطقة الاشعة تحت الحمراء ويمكن استخدام الاملاح المعدنية في صناعة هذه الانواع من المونوكرميترات وانواعه:

1- موشور بروميد البوتاسيوم وبروميد السيزيوم

2- موشور فلوريد الكالسيوم

3- موشور كلوريد الصوديوم

مشاكلها :- انها تذوب في الماء ويصبح سطحها خشن ومتأكل وتتأثر بالرطوبة وتتطلب درجات حرارية مناسبة باستمرار وظروف مختبرية مكيفة دائماً .

4- محزز الحيود : لقلة كفاءة المواشير اصبح استخدام المحززات المصنوعة من الالمنيوم اكثر انتشاراً

3- الفتحات او المخارم

4- وحدة التحسس او المكشاف :-

تقيس مقدار الحرارة المتولدة من الاشعة الساقطة عليها وانواعها هي :

1- البولوميتر :- قطعة معدنية رقيقة ترتفع حرارتها عند سقوط الاشعة عليها ونتيجة لذلك تتغير المقاوة الكهربائية ويقاس مقدار هذا التغير .

2- المزدوجة الحرارية :- سلكين معدنيين احدهما ثابت الحرارة يسمى الطرف البارد والأخر متغير الحرارة يسمى الطرف الساخن يلحم الطرفين فعند سقوط اشعة على الطرف الحار ترتفع درجة حرارته ويقاس الفرق في الحرارة بين طرفي السلك الذي يتناسب مع كمية الاشعاع الساقط

تحضير النموذج للتحليل بجهاز الاشعة تحت الحمراء

1- النماذج الغازية :- تستخدم خلية من بروميد البوتاسيوم او كلوريد الصوديوم طولها 10 – 30 سم . النوذج الغازي لايحتاج الى تحضيرات عدا انتزاع الرطوبة منه .

2- النماذج السائلة :- تستخدم خلية من بروميد البوتاسيوم او كلوريد الصوديوم يوضع فيها السائل ثم يؤخذ المخطط الطيفي له . هنا يجب اخذ المذيب المستخدم بنظر الاعتبار

3- النماذج الصلبة

هنالك ثلاثة طرق لتحضير النموذج الصلب

أ- يؤخذ 2-5 ملغم من النموذج ويطحن ناعماً بواسطة الهاون ويضاف له 4-5 قطرات من سائل كثيف يسمى النجول وهو زيت بارافيني يمزج جيدا ثم يفرش بشكل طبقة رقيقة في خلية الجهاز . تصلح للتقديرات النوعية فقط

ب- يذوب النموذج في مذيب معين ثم يوضع في خلية ثم يبخر المذيب ويؤخذ المخطط الطيفي له. تصلح للتقديرات النوعية فقط

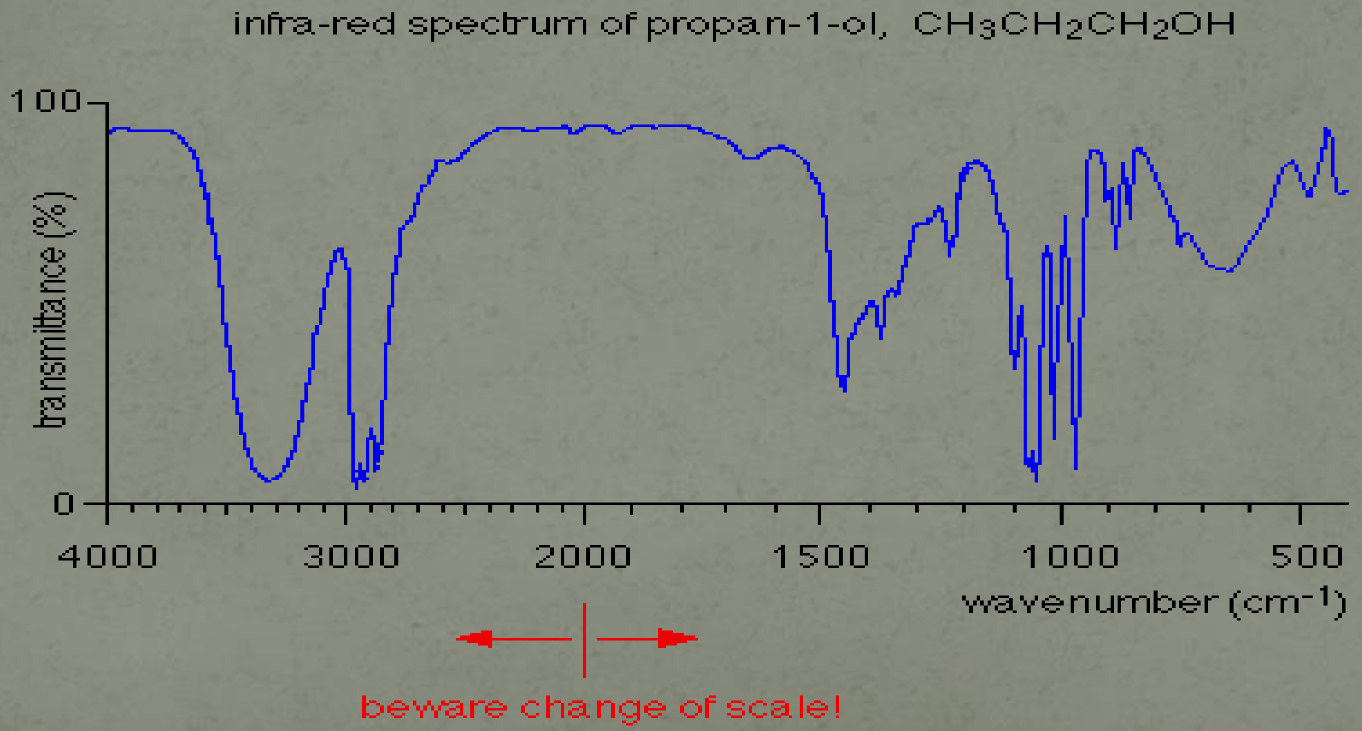
ت- يمزج حوالي 1 ملغم من النموذج المطحون مع 100 ملغم من بروميد البوتاسيوم المجفف ثم يضغط المزيج بالمكبس تحت ضغط عالي جداً لنحصل على قرص صغير قطره 1 سم وسمكه 1-2 ملم ثم تأخذ القراءة بالجهاز

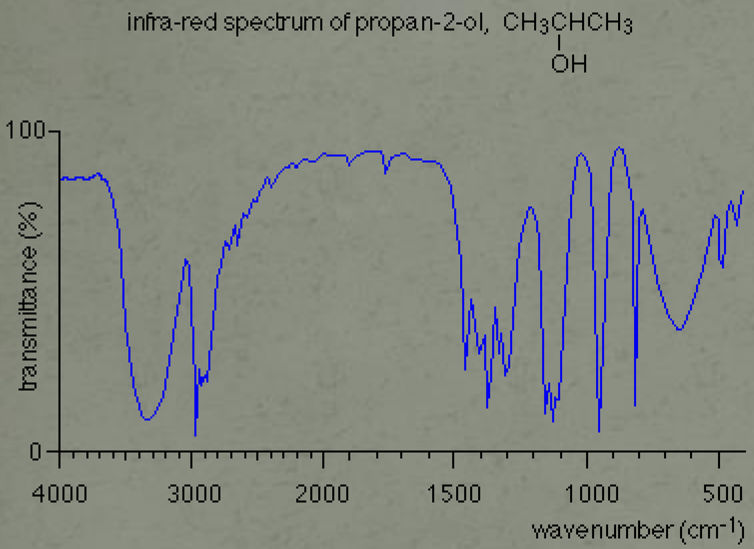
التطبيقات العملية للتحليل بـ IR

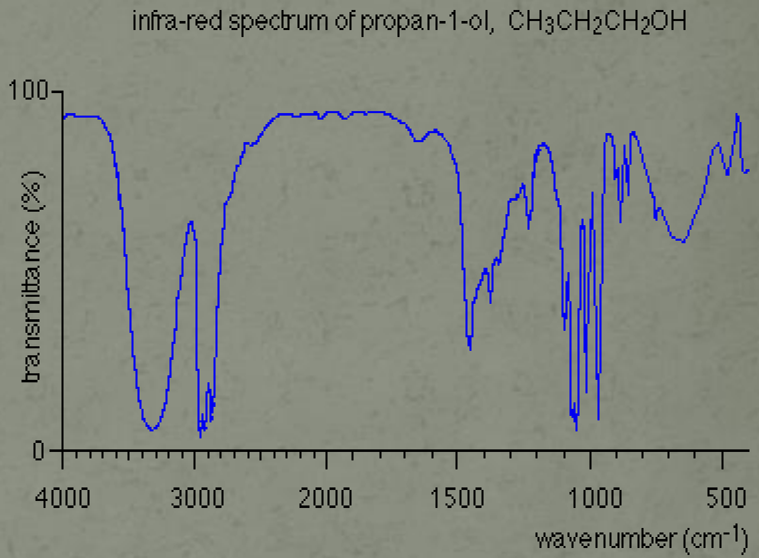
- تشخيص المركبات الكيمياوية العضوية مثل الالكانات والكحولات والالدهايدات والكيتونات والامينات ....الخ واغلبها موجودة في الاغذية .
- تشخيص المركبات التي تشترك في تكوين النكهة في الاغذية
- تشخيص المركبات المتبلمرة في الصناعة ومعرفة تركيبها كمواد الاغلفة المستخدمة في حفظ الاغذية
- تشخيص ملوثات الهواء
- تشخيص الملوثات في المواد الاولية المستخدمة الصناعة عموماً وصناعة الاغذية خصوصاً
- تستعمل كأداة في السيطرة على النوعية في الصناعة وخاصةً صناعة الاغذية
- تستعمل اشعة تحت الحمراء المنعكسة في تقدير الرطوبة ولبروتين والكاربوهيدريت والدهون في الاغذية المختلفة .

WHAT IS AN INFRA-RED SPECTRUM?

- **What an infra-red spectrum looks like**
- A graph is produced showing how the percentage transmittance varies with the frequency of the infra-red radiation

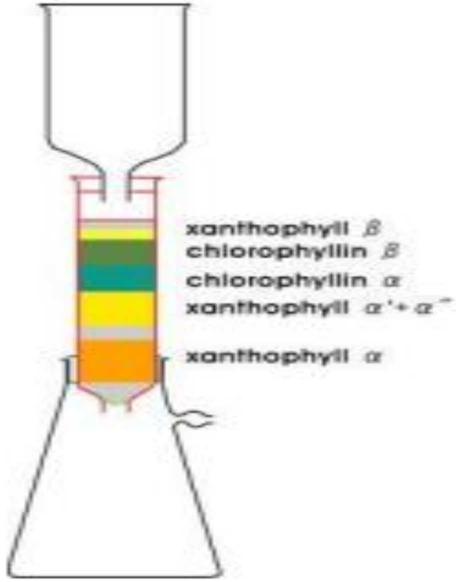



infra-red spectrum of propan-2-ol, CH3CHCH3
OH
100
0
transmittance (%)
4000
3000
2000
1500
1000
500
wavenumber (cm-1)

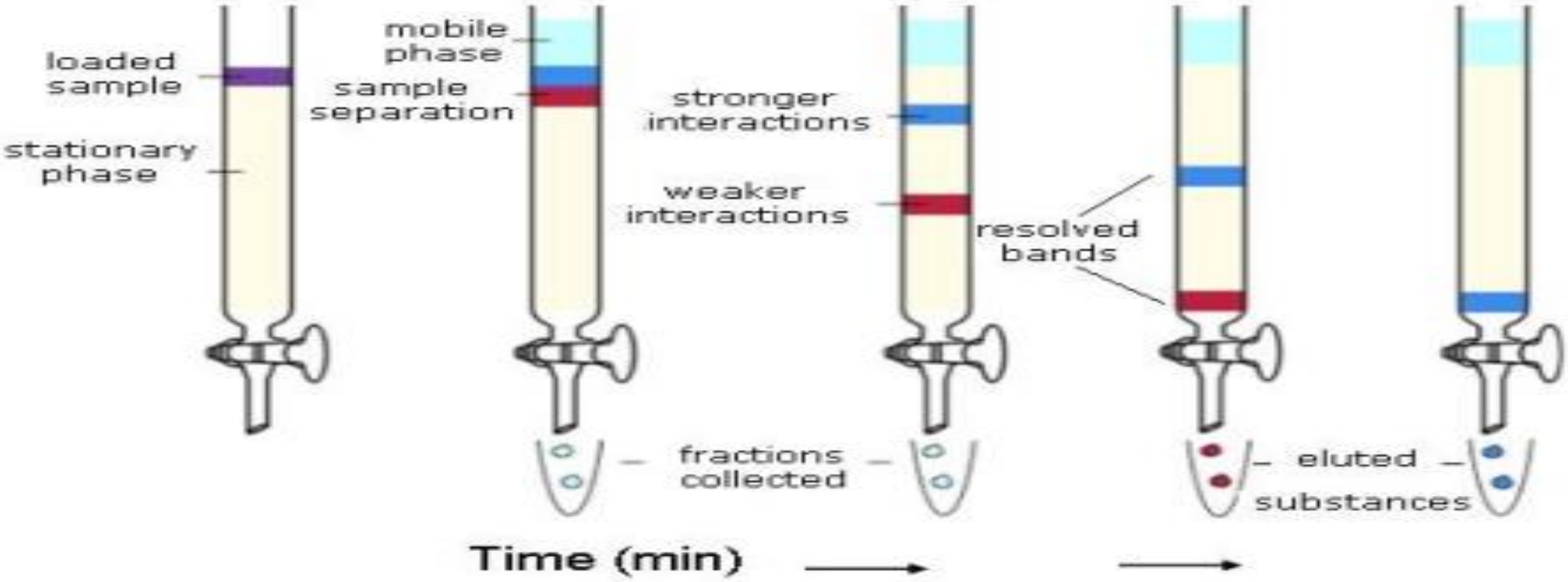

infra-red spectrum of propan-1-ol, CH3CH2CH2OH
100
0
transmittance (%)
4000
3000
2000
1500
1000
500
wavenumber (cm-1)

الكروموتوغرافيا:

تعتبر طرق الفصل الكميائي من الطرق التحليلية الهامة ، والتي تستخدم للحصول على المواد المختلفة بصورة نقية ، دون وجود الشوائب العالقة بها وفي كثير من الأحيان تعتبر عملية الفصل جوهرية عند الحاجة إلى عمل اختبارات أخرى على المادة النقية مثل الاختبارات الطيفية (IR, NMR mass spectrometry) كما أن الحصول على المادة النقية يجعل من السهل إجراء التحاليل الكمية عليها لمعرفة تركيز . أي أن طرق الفصل الكيميائي مهمة للغاية سواء في التحليل الوصفي أو الكمي ، على حد سواء. أطلق Tswettعلى هذه التقنية الجديدة (الكروموتوغرافيا) من تقنيات الفصل اسم كروماتوجرافي ، وذلك من اللاتينية chromaوتعني لون ، و grapheinوتعني يكتب ، أو بمعنى آخر تقنية كتابة اللون لأنه تمكن من تفكيك وفصل مكونات العصارة الخضراء إلى المكونات الملونة المكونة لها(وقد أصبح اسم التقنية كروماتوجرافي) (chromatography بغض النظر عما إذا كانت المواد المفصولة ملونة أم لا.



ومن الممكن تتبع عملية الفصل مع الوقت ، وذلك بالنظر إلى الشكل التالي:



نظرية الفصل الكروموتوغرافي :

إن نظرية عملية الفصل باستخدام الكروماتوجرافي يمكن ان تكون بسيطة ، وتتطلب وجود وسط ثابت أو ما يسمى stationary phase (SP) ووسط متحرك أو ما يسمى mobile phase (MP) ولكل منهما خصائصه التي تستخدم في عملية الفصل ، مثل القطبية ، أوالقدرة على الإدمصاص adsorption characteristicsأو قدرته على التبادل الأيوني ion exchange characteristics وما إلى ذلك من خصائص. كما أن جوهر عملية الفصل تتعلق بمدى تشابه خصائص المادة المراد فصلها مع خصائص الوسط الثابت والمتحرك. ويمكن النظر إلى عملية الفصل على أنها تتكون من الزوايا الثلاثة لمثلث ، حيث يشكل الوسط الثابت أحد الزوايا ، بينما يشكل الوسط المتحرك الزاوية الثانية ، أما المادة المراد فصلها فتقبع في الزاوية الثالثة

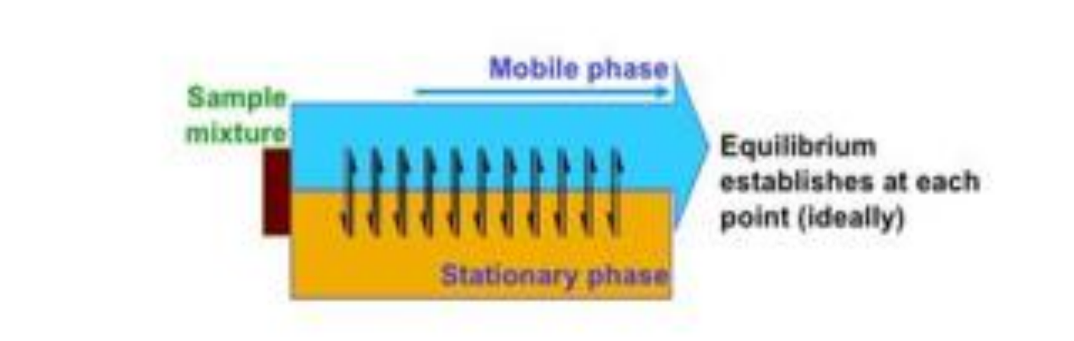
اختيار النظام المناسب في كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة واعمدة الفصل :-

من اصعب المشكلات في الكرموتوغرافي هو اختيار النظام الأفضل الذي سوف يفصل النموذج الى مكوناته فصلاً جيداً. فمثلاً هل يستخدم نظام الامتزاز ام التوزيع ؟ وماهي المادة الممتزة التي يجب استعمالها ؟ وماهي المادة الداعمة ؟وما المذيب او مزيج المذيبات المستخدم ؟ من الناحية النظرية يمكن ايجاد بعض الاجوبة الجزئية لهذه الأسئلة في الكتب وفي المصادر العلمية المختلفة . اما من الناحية العملية فلا يوجد جواب كامل ولكن عمليات الفصل الناجحة تنتخب من خلال اجراء التجارب العديدة واختيار الافضل في النتائج من بينها. هنالك تشابه بين التقتيتين اعلاه في كون كلاهما يستخدم الامتزاز او التوزيع الا ان الفرق في موقع الطور الثابت.

القطبية polarity :

يستعمل مصطلح القطبية على نطاق واسع في الكروماتوغرافي وتعني القطبية احتواء الجزيئة على مراكز منفصلة للشحنات الموجبة والسالبة المتأينة من ذرات الجزيئة وكيفية ترتيب هذه الذرات. يتسع مفهوم القطبية في الكروموتوغرافي ليشمل التآصر الهيدروجيني وظاهرة الاستقطاب . ويستعمل مصطلح القطبية للمذيبات والمواد المذابة وكذلك المواد الممتزة. اشهر المذيبات القطبية هو الماء وتمتلك الجزيئات التي تحوي على الاوكسجين في تركيبها قطبية اقل من الماء مثل الكحولات والايثرات والاسترات والكيتونات . ومن المواد الممتزة القطبية السيليكا جل والسيليكا والألومينا اما الغير قطبية فأهمها الفحم charcoal .

يعتمد الفصل بواسطة الامتزاز والتوزيع على الفروقات الموجودة في قطبية المواد المذابة المراد فصلها , لأن القطبية تعتبر العامل الاساسي الذي يقرر درجة الذوبان والامتزاز . تكون عملية التوزيع حساسة جداً للفروقات البسيطة الموجودة في الوزن الجزيئي للمواد المذابة. اما عمليات الامتزاز فتكون حساسة جداً للفروقات الفراغية الموجودة بين جزيئات المواد المذابة. كقاعدة عامة يتم اللجوء الى كروموتوغرافيا التوزيع لفصل المواد ذات القطبية العالية مثل الكربوهيدرات والاحماض الامينية والنيوكليتيدات وبالمقابل يتم اللجوء الى كروموتوغرايا الامتزاز لفصل المواد ذات القطبية الاقل مثل الهيدروكاربونات والجزيئات العضوية المحتوية على مجموعة وظيفية واحدة .



تقنيات الفصل الكروموتوغرافي

أولاً : كروموتوغرافيا الورق Paper Chromatography

في هذا النوع من الكروماتوغرافيا يتم الفصل للمركبات باستخدام طورين هما:

1- الطور المتحرك **Mobile phase** ويكون مادة سائلة عادة .

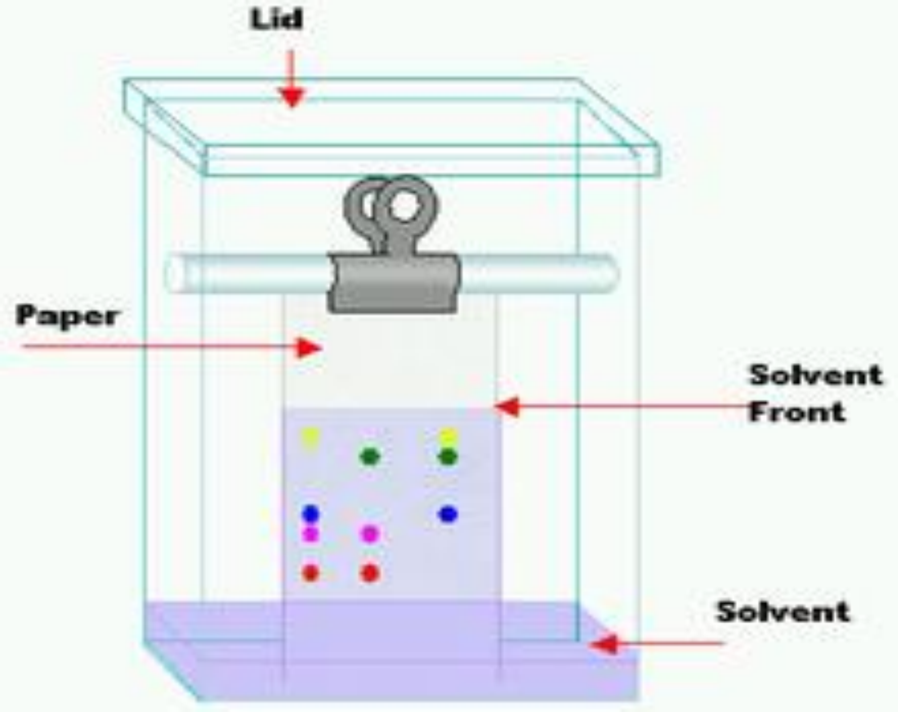
2- الطور الساكن **Stationary phase** ويكون في الغالب سائل أيضاً محمول على الألياف السليلوزية للورقة , لذلك يطلق عليها أسم **كروماتوغرافيا الورق** .

تنقسم هذه الطريقة إلى قسمين حسب اتجاه سريان المذيب على الورقة إلى:

أ-الطريقة التصاعدية Ascendingحيث يتجه سريان المذيب من أسفل إلى الاعلى

ب- الطريقة التنازلية Descendingحيث يتجه سريان المذيب من أعلى إلى أسفل الورقة

تفصل مكونات المخاليط على أساس اختلاف معامل التوزيع حيث يكون الوسط المتحرك إما مذيب واحد أو خليط من المذيبات و تستعمل أشرطة ورق كروماتوجرافيا. يتحرك الوسط الثابت خلال الوسط المتحرك بالخاصية الشعرية او من مركز الدائرة إلى محيطها او من خلال الجاذبية الأرضية . يسمى الشكل الناتج بعد ترك الورقة لتجف كروماتوجرام. و المسافة التي يقطعها المكون. Rfمعامل الاعاقة



1- يتم عمل خط بقلم الرصاص على ورق الترشيح على بعد2سم من حافة الورقة ثم ضع إشارات × على مسافات متساوية بعدد المحاليل المجهولة والتي يراد فصل مكوناتها مع كتابة اسم كل محلول أسفل هذه الإشارة .

2- ارفع طرف الورقة من جهة الخط باستخدام ساق زجاجية مثلاً بحيث لا تلامس أي سطح أثناء وضع العينات عليها .

3- باستخدام ماصة (micropipette) خذ 3 مايكروليتر من المحلول المجهول وضعه عند العلامة الخاصة به واتركها حتى تجف تماماً . كرر العملية عدة مرات لنفس المحلول مع وضع القطرات على نفس المكان .

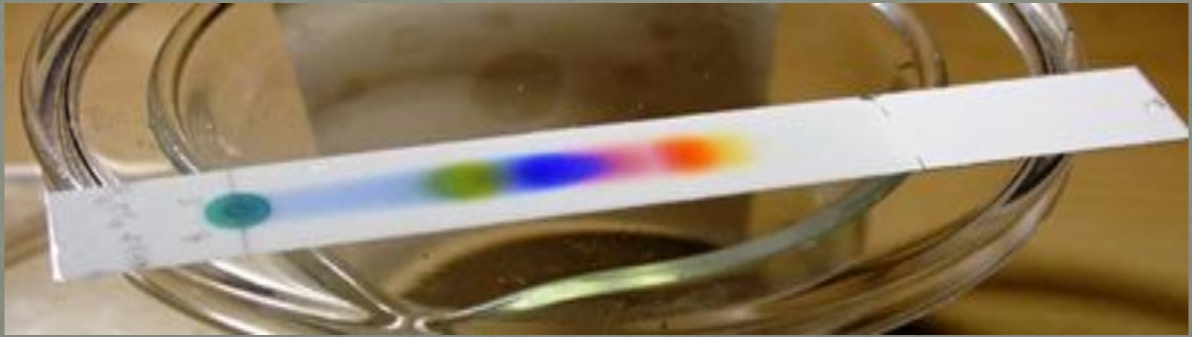
4- ضع المذيب في الوعاء الزجاجي على ارتفاع 3 سم من قاع الوعاء ثم ضع ورقة الفصل بحيث تكون الجهة المرسوم عندها الخط مغموسة في السائل المذيب .

5- أغلق الوعاء واتركه لمدة 12 - 14 ساعة ثم أخرج الورقة وعلم على المنطقة التي وصل إليها السائل .

6- اترك الورقة حتى تجف تماماً ثم رش الورقة بالمحلول المظهر بواسطة رشاش ثم ضع الورقة في فرن تجفيف عند 80مؤي لمدة 3 دقائق.

ثانياً :- كروموتوغرافيا الطبقة الرقيقة Thin layer chromatography

أشهر أنواع التحليل الكروماتوغرافي، ويعتبر هذا النوع من الكروماتوغرافيا مشابه للنوع السابق (كروموتوغرافيا الورق) ، ولكن بدلاً من استخدام الورقة كوسط ثابت stationary phase يتم استخدام طبقة رقيقة من السيليكا أو الألومينا (أكسيد الألمنيوم) أو السليلوز على مادة خاملة ومسطحة (الالمنيوم أو الزجاج كمثال)، وبذلك نحصل على عملية فصل أسرع وأدق، بحيث يظهر كل لون على حدة، ويبيّن مُكونات الخليط الأساسية بشكل أفضل. في الشكل التالي مثالٌ على هذا النوع من التحليل، حيث يوضح انفصال مكونات حبر أسود على ورقة TLC



ثالثاً:-كروموتوغرافيا التبادل الأيوني ion exchange chromatography :-

يعرف كروموتوغرافيا التبادل الأيوني بصورة عامة بانه تبادل الايونات بين مادة صلبة تحوي على الايونات وبين الوسط المحيط بهذه المادة الصلبة ولايحدث أي تغير طبيعي يذكر خلال عملية التبادل . وتعتبر هذه الطريقة متنوعة الاستخدامات وتستعمل بصورة خاصة في فصل الايونات المتماثلة في خواصها. وتصنف المبادلات الأيونية الى صنفين رئيسيين هما :

- **المبادلات السالبة (وتشمل المبادلات الأيونية السالبة القوية والضعيفة)**
- **المبادلات الموجبة (وتشمل المبادلات الأيونية الموجبة القوية والضعيفة)**

ويكون المبادل الأيوني اما لا عضوي وغالباً ما يكون على شكل معادن طينية مثل الزيولايت ($NaAlS_2O_6 .H_2O$) وقد استخدم الزيولايت في تنقية الماء من الكالسيوم وتقدير الامونيا في الإدرار . او عضوي ويكون عبارة عن بلمر يتكون من جزئين هما الهيكل التقاطعي cross linking والمجاميع الفعالة functional groups والاثنان مهمان في عملية الفصل

الخواص الواجب توفرها فى المبادل الأيونى :-

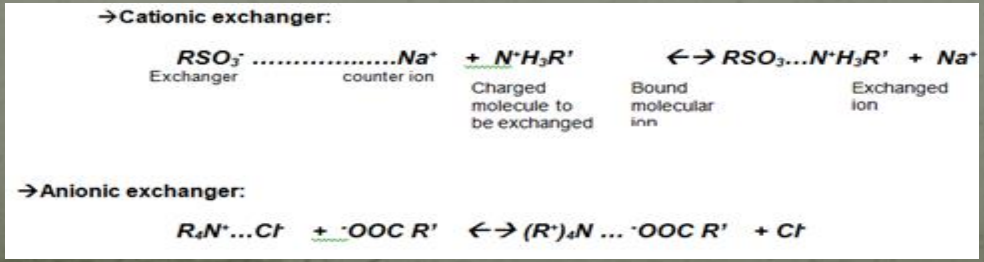
1- عدم ذوبانه في الماء أو المذيبات العضوية

2- أن يحمل مجاميع فعالة تحمل ايونات لها القابلية على التبادل مع ايونات المحلول

3- يجب ان يتوفر فيه نسبة عالية من الترابط التقاطعي الذي يزيد من كثافة المبادل ويزيد من كفاءته

4- يكون المبادل اما كتيوني عندما يحمل الايونات الموجبة او انيوني عندما يحمل الايونات السالبة

يتم تحضير المبادل الكتيوني من البلمرة المشتركة للستايرين وقليل من ثنائي فاينيل بنزين ومعاملة الناتج مع حامض الكبريتيك اما المبادل الانيوني فيحضر من البلمرة المشتركة للستايرين مع ثنائي فانيل بنزين ومعاملة الناتج مع كلوروميثيل ايثر متبوع باضافة ثلاثي مثيل امين



العوامل المؤثرة على المبادل الأيونى :-

- طبيعة المبادل الأيوني
- طبيعة الايونات المتبادلة

في المحاليل المخففة وفي درجات الحرارة الاعتيادية يزداد التبادل الايوني بزيادة شحنة الايون

تحت نفس الظروف فان الايونات التي تحمل الشحنة نفسها يزداد التبادل فيها بنقصان الحجم

- اذا كان تكافؤ الايون في المبادل الايوني اكبر منه في المحلول فان التبادل يزداد بزيادة تركيز المحلول اما اذا كان تكافئ الايون في المبادل اقل منه في المحلول فان التبادل يزداد بتخفيف المحلول .

Ion Exchange Chromatography Principle