كلية العلوم

القسم : الكيمياء

السنة : الرابعة

المادة : تحليل الي١

المحاضرة : التاسعة/نظري/

{{ مكتبة A to Z }}

Facebook Group : مكتبة A to Z

يمكنكم طلب المحاضرات برسالة نصية (SMS) أو عبر(What's app-Telegram)على الرقم 0931497960

* تكملة المحاضرة 8 : * سلسلة المحاليل القطبية المستخدمة في الكروماتوغرافيا؟

رباعي كلوريد الكربون < ثولوين < بنزن < كلوروفورم < إيثر < أسيتون < إيثانول < الماء

(أقل قطبية) (محللات متوسطة القطبية) (أكثر قطبية)

* سؤال: إذا كان لدينا عينة مزيج من مواد قطبية وكان الطور الثابت هو السليكاجي أو الألومينا أي من المذيبات المذكورة يمكن استخدامها كطور متحرك؟

ج: نظرياً يمكن استخدام أي محل أقل قطبية من السليكاجي أما عملياً نستخدم إما الكلوروفورم أو الإيثر (متوسطة القطبية) لأنه إذا استخدمنا محل ذو قطبية عالية سوف تذيب المواد هذا المحل وستخرج معه في وقت قصير جداً أثناء عملية التحليل وبالتالي لن يكون هناك فصل للمواد المدروسة.

وإذا استخدمنا محل ذو قطبية منخفضة عندما مرور المواد في العمود الكروماتوغرافي سوف تترك هذه المواد هذا المحل وسوف تتجمع بقوة على سطح الطور الثابت وبالتالي ستستغرق زمن طويل للخروج من العمود الكروماتوغرافي وبالتالي ستكون سرعة التخريج بطيئة جداً جداً لذلك يفضل أن تكون المحلات المستخدمة متوسطة القطبية.

* صفات الطور المتحرك المناسب:

1- لا يخرج المواد بسرعة (سرعة تخريج كبيرة)

2- لا يخرج المواد ببطء (سرعة تخريج بطيئة)

(هنا ننتهي من شرح محاضرة الكروماتوغرافيا العامود وتبدأ الكروماتوغرافيا المستوية...)

* الكروماتوغرافيا السطحية: تضم جميع عمليات الفصل والتحليل الكروماتوغرافي التي لا تستخدم عمود وإنما تستخدم سطح مستوي وتقسم لنوعين:

1- كروماتوغرافيا ورقية 2- كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (T.L.C)

* الكروماتوغرافيا الورقية: وهي نوع من الكروماتوغرافيا سائلة سائلة أي يكون الطور المتحرك سائل والطور الثابت سائل.

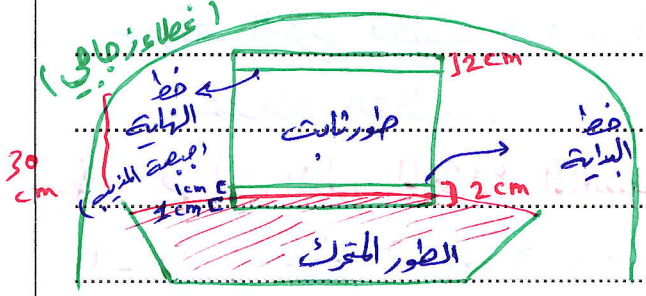
* تستخدم الكروماتوغرافيا الورقية ورقة ترشيح على شكل مستطيل له أبعاد محدودة طولها حوالي من 20 – 30 سم وسماكتها من 1,5 – 2,5 ميلي متر.

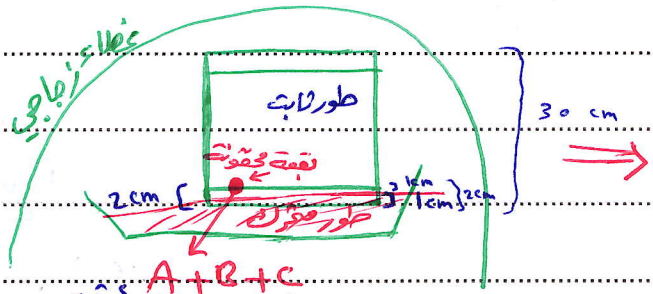
* يحضر الطور الثابت بغمر ورقة ترشيح في الماء فيبتز الماء على ورقة الترشيح فيكون الماء المبتز هو الطور الثابت.

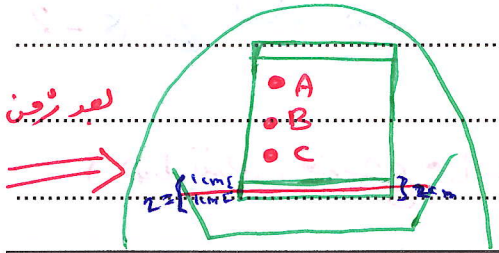
* الطور المتحرك فيكون أي مذيب مناسب حسب سلسلة العصابة والأفضل أن يكون من المحلات المتوسطة العصابة كالكلوروفورم أو الإيتر من أجل الفصل الجيد للمواد.

* تحضير الورقة من أجل التحليل الكروماتوغرافي:

نأخذ العينة المراد دراستها بماصة كرويسية ونأخذ حوالي 100 ميكرو ليتر ونحضنها على الورقة على خط البداية مع الانتباه أنه لا يجب أن يتجاوز قطر البقعة المحفونة 1cm.







TEL:0931497960 - Facebook Group: A to Z مكتبة

* ملاحظات هامة: ① يتم العمل في جو مغلق من الكروماتوغرافيا الورقية وذلك للحفاظ على الجو بأن يكون مشبع ببخار المذيب.

② قبل غمس الورقة بالماء لتحضير الطور الثابت نقوم برسم خط البداية والنهاية بالمسطرة وبعد رسمهم نبدأ تحضير الطور الثابت بغمس ورقة الترشيح بالماء.

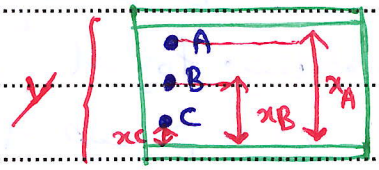
* كيف يتم التحليل الكيفي والكمي بالكروماتوغرافيا الورقية:

الكيفي: R_f معامل التأخير أو معامل الجزء أو معامل العبرة

$$R_f = \frac{x}{y}$$

• تعيين R_f:

هي نسبة المسافة التي قطعتها المادة المدروسة عن المسافة التي قطعها المذيب.



* ملاحظة: R_f تكون أقل من الواحد دائماً.

$$R_{f(A)} = \frac{x_A}{y}, \quad R_{f(C)} = \frac{x_C}{y} \Rightarrow R_{f(A)} > R_{f(C)}$$

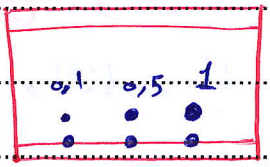
كلما كانت المادة أقل عطبية كلما كان R_f لها أكبر والعكس صحيح.

$$R_{f(A)} = \frac{x_A}{y} = \frac{15}{22}, \quad R_{f(C)} = \frac{5}{22}$$

وبعد حساب R_f نقارن قيمتها بالجدول المرجعي بشرط أن تكون من نفس شروط التجربة التي قمنا بها: من حيث طول الورقة وسماكة الورقة ومساحة الورقة والطور المتحرك المستخدم ودرجة الحرارة.

TEL:0931497960 - Facebook Group: A to Z مكتبة

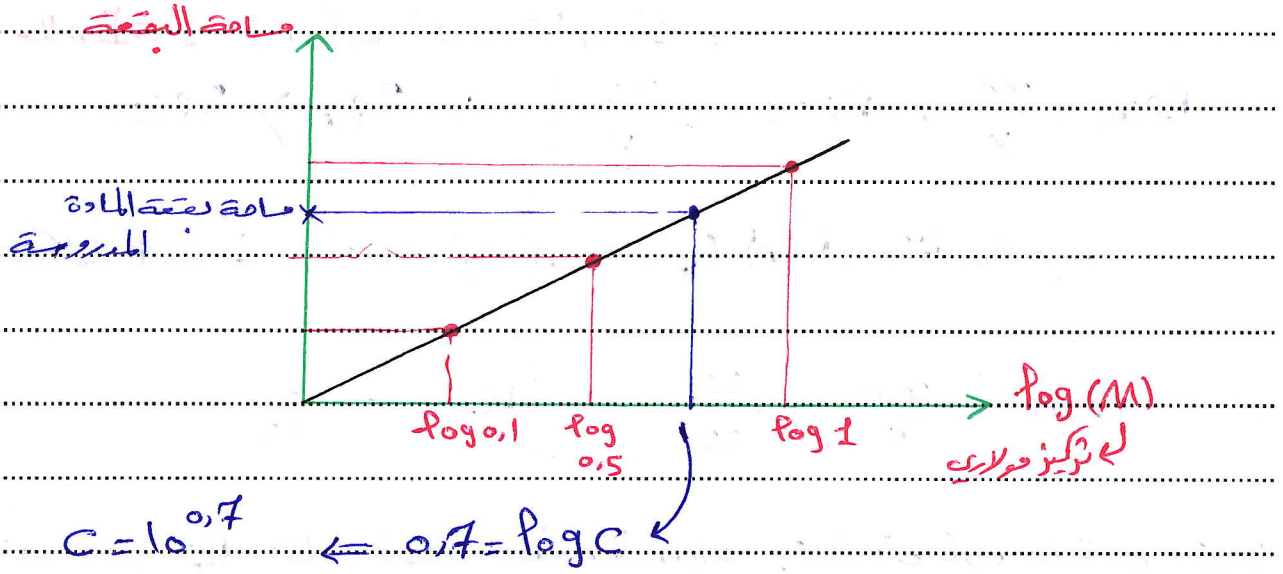
الكمي: نحضر سلسلة محاليل عيارية للمادة المدروسة بتراكيز 1 ، 0,5 ، 0,1 مولارية ونحقن كل منها على حدى على خط البداية على ورقة تحليل كروماتوغرافي محضرة مسبقاً ونفجر 1 cm من الورقة في الطور المتحرك ثم ننتظر حتى تتم عملية العجرة.



ثم بعد ذلك نرسم العلاقة بين مساحة البقعة و $\log C$ (التركيز)

فينتج خط مستقيم بياني صار من المبدأ ثم نحسب مساحة البقعة الناتجة عن المادة المدروسة في الورقة الأصلية ونسقطها على الخط البياني الناتج من المحاليل العيارية فيتقاطع معه في نقطة تنزل منها عمود على محور $\log M$ فيتقاطع معه في نقطة فتكون هي النقطة المطلوبة $\log C$ حيث يتم حساب التركيز من العلاقة:

$$(\log C = x \Rightarrow C = 10^x)$$



$C = 10^{0,7} \leftarrow 0,7 = \log C$

TEL:0931497960 - Facebook Group: A to Z مكتبة

* طريقة إظهار البقع في حال لم تظهر:

يتم ذلك برش ورقة الترشيح بمذيبات خاصة تتفاعل مع البقع الموجودة على الورقة وينتج عنها ألوان تؤدي لظهور البقع المخفية.

* فيستخدم كاشف ثنائي الفضة للكشف عن الهالوجينات.

ويستخدم كاشف نين هيدرين للكشف عن الأحماض الأمينية.

ويستخدم اليود للكشف عن المواد العضوية غير المشبعة

ويستخدم حمض الكبريت المركز للكشف عن المواد العضوية المشبعة.

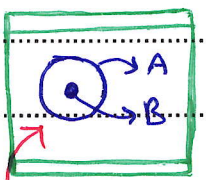
ويستخدم كاشف كبريت الصوديوم Na_2S للكشف عن الشوارد المعدنية.

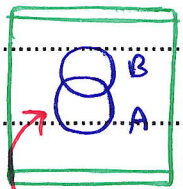
● وإذا لم تستطع معرفة الكاشف المستخدم لإظهار البقع نضع الورقة أشعة فوق بنفسجية (طيف UV) فتظهر البقع على شكل بقع عاتمة فتحدد هذه البقع على الورقة.

* درجة الفصل Rs: المسافة بين مركزي البقعتين للفصولتين

$$Rs = \frac{2d \longrightarrow}{r_1 + r_2} \leftarrow \text{نصف قطر البقعة}$$

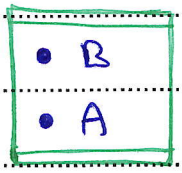
- لدينا A + B:

✗ $Rs < 0$: 

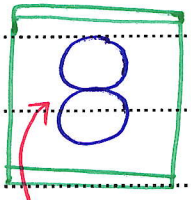
أو 

غلط ✗

بقعة ضمن بقعة — تداخل

✓ $Rs > 0$: 

مع

$Rs = 0$ ✗ : 
غلط ✗

انتبه للمحاضرة — مماس

TEL:0931497960 - Facebook Group: A to Z مكتبة