المحاضرة العاشرة

الكروماتوجرافيا أو التفريق اللوني هي طريقة لفصل وتنقية المواد الكيميائية المختلطة)فصل خليط من المواد إلى مكوناتها(باستعمال لوح او عمود من الزجاج او البلاستيك اوالمعدن مغطاة بمادة ممتزه تساعد على الفصل.

كروموتوغرافيا الفصل بالطبقة الرقيقة(TLC) Thin Layer Chromatography

هي تقنية تستخدم لفصل مخاليط من المكونات. وذلك عن طريق:

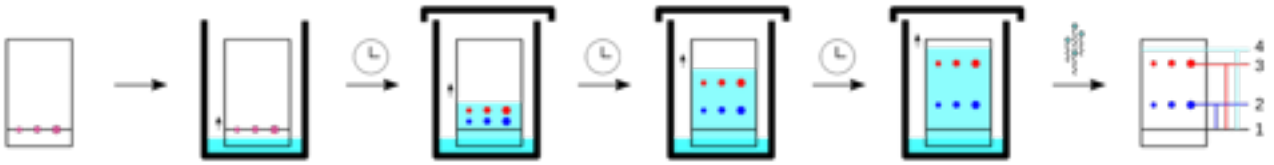
-1**الطور الثابت stationary phase**: ويكون ذلك لوح من البلاستيك ، اوالزجاج، أو رقائق الألومنيوم، مغلف بطبقة رقيقة من المواد الممتزة وهي عادة هلام السيليكا، أكسيد الألومنيوم، أو السليلوز (نشافة الورق). والالواح البلاستيك، اوالزجاج ليس له وظيفة في عملية الكروماتوغرافيا إلا انه يستعمل لكي تلتصق به الطبقة الأخرى.

-2**الطور المتحركMobile phase**: سائل يتدفق عبر الطور الثابت ويحمل مكونات الخليط معه. المكونات المختلفة تسافر بمعدلات مختلفة. يعتمد اختيار السائل (الطور المتحرك) او محلول على نوع المادة المراد فصلها و قد يكون ضروريا اختيار عدد من المذيبات لاجراء عملية الفصل و يكون الاختيار التقريبي سهلا . المركبات الكيميائية المختلفة في العينة الخليط تهاجر بمعدلات مختلفة بسبب الاختلافات في الفتها نحو الطور الثابت، وبسبب الاختلافات في قابليتها للذوبان في المذيبات، 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

طريقة العمل :

وضع حجم صغير بواسطة ماصة دقيقة او محقن دقيق على خط نقطة البداة الذي بيعد 2 سم من احد اضلاع اللوح. و ينبغي الا يزيد قطر البقعة عن 1سم . و للمحافظة على بقاء البقعة صغيرة توضع العينة باحجام صغيرة عدة مرات مع التجفيف بعد كل اضافة.

طرق تظهير البقع المفصولة 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 .وهناك طرق اخرى مثل 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 التالقFlourescence)

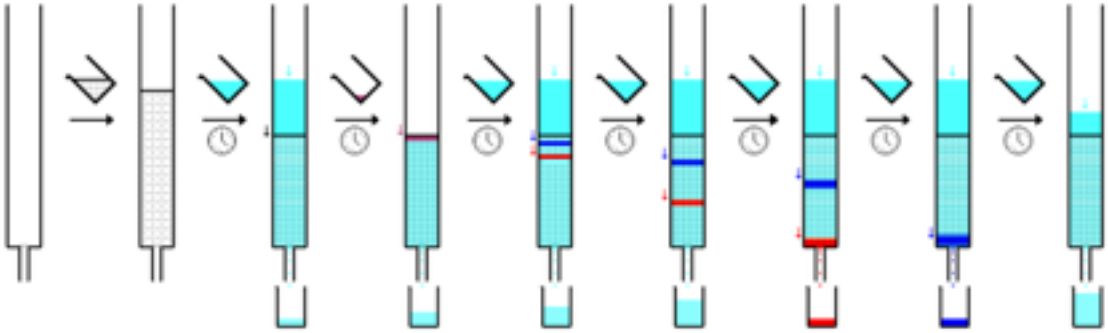


العمود الكروماتوغرافي Column Chromatography : هو طريقة تستخدم لفصل خليط من المركبات. وغالبا ما تستخدم لفصل مكونات تبدأ من ميكروغرام وتصل إلى كغم. عمود الفصل عبارة عن عمود من الزجاج يشبه السحاحة (باقطار واطوال مختلفة) وفي نهايته صنبور (صمام)، كما يوضع في طرفة السفلي قطعة من القطن أو الصوف الزجاجي ويملا العمود إما بحبيبات من الألومينا الصلبة أو السليكا جل والتي تمثل الطور الثابت (عبارة عن مادة قطبية ذات خواص امتزازية جيد) بعد ذلك توضع المادة المراد فصلها على هيئة محاليل مذابة في الماء في قمة العمود. بعد ذلك يضاف قليل من المذيب أعلى العمود فتأخذ المواد المراد فصلها في التحرك بسرعات نسبية مختلفة حتى يتم امتزاز أو تجزئة المواد المراد فصلها حسب نوع الطور الثابت المستخدم والمذيب (الطور المتحرك) المستخدم. وتظهر بعد ذلك عدة مناطق ملونة بعد ان كانت منطقة واحدة أعلى العمود وبمرور الوقت يحدث الفصل التام لمكونات المادة المراد فصلها ويصبح لكل مادة منطقة خاصة. يسير الطور المتحرك من العمود بفعل الجاذبية أو بفعل ضغط منخفض ويعتمد معدل سريانه على حجم حبيبات الطور

الساكن وعلى قطر العمود وقطبية الطور المتحرك على وضع الصمام الموجود في نهاية العمود وفي أغلب الحالات يفضل أن يكون هذا المعدل في حدود (1مل /دقيقة) ويوضع في نهاية العمود كمية من الصوف الزجاجي أو القطن الطبي لمنع خروج الطور الساكن من العمود. وهناك نوعين من الأعمدة:

١-**أعمدة محشوة**: **Packed Column** وهي عبارة عن أنابيب معدنية من الفولاذ غير القابل للصدأ أو النيكل أو الألمنيوم أو الزجاج أو التيفلون وتنتج من قبل شركات معروفة.

٢-**أعمدة فارغة**: **Empty Column** وهي عبارة عن أعمدة من الزجاج أو الفولاذ تعبأ عادة في المخبر قبيل الاستخدام.



Gas Chromatography الكروماتوغرافيا الغازية: وهي وسيلة في الكيمياء التحليلية لمعرفة مدى نقاوة المركب، وتحليل او تشخيص خليط من المركبات المواد التي لها خاصية التطاير أي يمكن أن تتبخر بالجهاز بدون أن تتحلل، مثل المواد العضوية. ، ثم يتلو ذلك قياس نسب مكونات تلك المواد المفصولة ومعرفة تركيبتها. في الكروماتوغرافيا الغازية، الطور المتحرك أو ("الطور المتنقل") هو الناقل للغاز، عادة يكون غاز خامل مثل الهيليوم أو غاز غير نشط مثل النيتروجين. والطور الثابت هو عبارة عن طبقة رقيقة من الغاز السائل أو يكون غاز بوليمر على جدران عمود معدن يسمى **Column**. المركبات الغازية (المراد تشخيصها) تمتز مع جدران العمود والتي هي مطلية بطبقة الطور الثابت. هذا يؤدي إلى ان

كل مركب يتحرك داخل الانبوب بسرعة مختلفة او له زمن أزالة مختلف للخروج من العمود حتى يم الكشف عنة بواسطة الكاشف Detector، والمعروف باسم وقت الاستبقاء للمركب وقت الإحتفاظ (R_f retention time) وهو الوقت الذي يقضيه المركب في عمود الفصل حتى يتم تشخيصة من قبل Detector ويقاس بالدقائق والثواني، وعادتا المواد التي تفضل وتمتز مع الطور الصلب لها وقت احتفاظ أطول.مقارنة بالطرق التحليلية المختلفة نجد ان هو ما يعطي GC الفائدة التحليلية او التشخيصية للمركبات.