الفصل الثانى : الكروماتوجرافيا المستوية Plane Chromatography

مقدمة :

يتحرك الطور المتحرك في هذا النوع على سطح مستوٍ بدلاً من العمود ، وتستخدم هذه الطرق غالباً للتحليل النوعي وهنالك نوعان وهما :

- **كروماتوجرافيا الورقة :**

الطور الساكن يكون عادةً من الماء المحيط بالسليلوز.

- **كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة :**

الطور الساكن يكون عبارة عن طبقة رقيقة من مادة امتزاز ناعمة محللية ومثبتة على قطعة من الزجاج أو الألومنيوم أو شريحة بلاستيكية.

يعتمد معدل التحرك لمكونات الخليط على التجزؤ (في حالة كروماتوجرافيا الورقة) أو على الامتزاز (في حالة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة).

تتوقف عملية التظهير في هذه الطرق قبل وصول المواد المراد فصلها والطور المتحرك إلى الحافة العلوية للسطح المستوي المستخدم. ويستخدم مصطلح R_f معامل الإعاقة retardation factor كوسيلة مهمة للتحليل النوعي qualitative analysis.

$$R_f = \frac{\text{المسافة التي تتحركها المادة المراد فصلها من نقطة البداية}}{\text{المسافة التي يتحركها الطور المتحرك من نقطة البداية}}$$

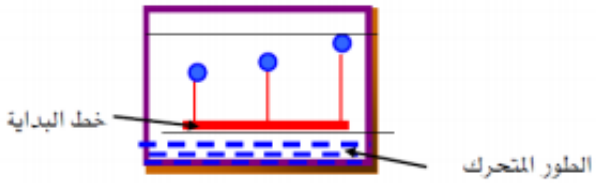
كروماتوجرافيا الورقة : Paper Chromatography

في هذا النوع يعمل الورق كساند (دعامة) للطور الساكن السائل (الماء) الموجود في مادة السليلوز. وبما أن الطور الساكن سائل يمكن تصنيف كروماتوجرافيا الورقه كأحد أنواع كروماتوجرافيا التجزؤ. عند وضع بقعة من محلول العينة (المادة المراد فصلها) على حافة هذه الورقة (على بعد ٢سم) وبعد جفاف العينة والسماح للطور المتحرك بالانتقال من خلال الورقة بالخاصية الشعرية ماراً بالعينة ، فإن العينة توزع نفسها بين الطورين اعتماداً على معامل التجزؤ وعلى هذا يتم الفصل.

يُغطي حوض التحليل للتأكد من ثباتية درجة حرارة الطور المتحرك وبالتالي حالة الاتزان.ويتم الفصل

١. **التقنية الصاعدة:** (يمكن تطبيقها لكروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة أيضاً)

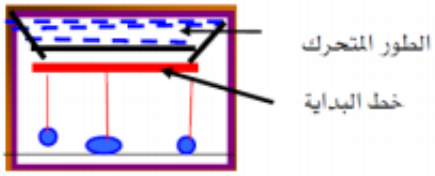
يُوضع الطور المتحرك في هذه التقنية في قاع حوض التحليل ويتحرك إلى أعلى الورقة بالخاصية الشعرية. كما في الشكل رقم (١٥).



شكل رقم (١٥) يوضح التقنية الصاعدة

٢. **التقنية النازلة:** (تطبق في كروماتوجرافيا الورقة فقط)

يُوضع الطور المتحرك في حوض خاص في قمة حوض التحليل الأساسي. ويتحرك إلى أسفل الورقة بفعل الجاذبية كما فيالشكل رقم (١٦).



شكل رقم (١٦) يوضح التقنية النازلة

٣. **كروماتوجرافيا الورقة باتجاهين:** (يمكن تطبيقه على الطبقة الرقيقة أيضاً)

تستخدم هذه الطريقة عندما يكون الفصل جزئياً باستخدام التقنيات المذكورة أعلاها وخاصة عندما يكون الخليط المراد فصله معقداً. حيث يُوضع الخليط عند أحد أركان الورقة ويُوضع في المذيب (طور متحرك) A مثلاً. تجفف الورقة وتدار ٩٠ درجة ليوضع طرفها القريب من مكونات الخليط في المذيب (طور متحرك) B مثلاً كما في الشكل رقم(١٧).

التظهير الأول يتم فيه فصل الخليط إلى مجموعات أما الثاني فيتم فيه فصل كل مجموعة إلى مكوناتها الأصلية.

شكل رقم(١٧) يوضح كروماتوجرافيا الورقة باتجاهين

كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة Thin Layer Chromatography

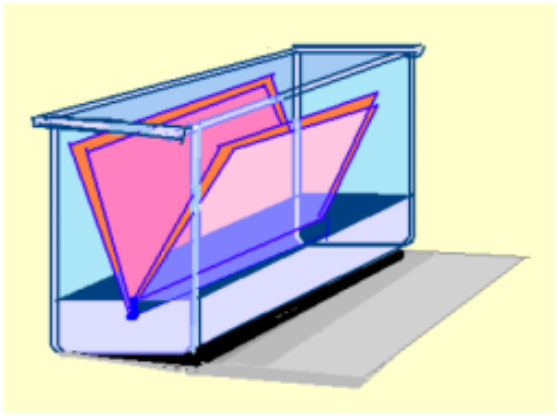
مقدمة :

هذه الطريقة تشبه كروماتوجرافيا الورقة سوى أن الطور الساكن يكون صلباً وهي عبارة عن طبقة رقيقة من مادة امتزاز ناعمة محلية ومثبتة على صحيفة من الزجاج أو الألومنيوم كما فى الشكل رقم (١٨). تقنية التظهير هي نفسها كما في كروماتوجرافيا الورقة لكن كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة تتميز بالسرعة و التفريق الأفضل والحساسية العالية.

وهنالك العديد من المواد التي يمكن استخدامها كطبقة رقيقة منها :

- الألومينا .
- السليكا .
- مسحوق السليلوز .

ويمكن تحضير الطبقة الرقيقة بالمختبر وذلك بطلاء عجين أحد المواد المذكورة أعلاها بطريقة يدوية أو بواسطة آلة تطبيق خاصة. بعد الطلاء يتم تنشيط مادة الامتزاز بتجفيفها عند درجة حرارة $^{\circ}C$ 110 في فرن تجفيف لعدة ساعات. يتم التظهير بواسطة التقنية الصاعدة أما تشخيص العينات الغير ملونة فتتم بعدة طرق منها رش الطبقة بعد تجفيفها في دولاب الغازات بكواشف تعيين البقع locating reagent. هذه التقنية تستخدم بكثرة في مجال تحديد النقاوة والتحليل النوعي لمكونات الخليط.



شكل رقم (١٨) يوضح حوض التحليل وبه الطبقة الرقيقة

الكشف عن المواد المفصولة :

إذا كانت المادة المراد فصلها ملونة كما في حالة فصل الحبر التجاري فإنه يمكن ملاحظتها أثناء الفصل وبعده. أما إذا كانت المادة غير ملونة كما في حالة الأحماض الأمينية فإنه يمكن رشها بمادة النهيدرين مثلاً، (يستخدم في حالة الورقة والطبقة الرقيقة) كما ويمكن استخدام حمض الكبريت للمواد العضوية عموماً (يستخدم للطبقة الرقيقة فقط). ويمكن أيضاً استخدام الأشعة فوق البنفسجية.

ويجب الكشف عن المواد المفصولة داخل دولاب الغازات لخطورة المواد المذكورة في هذا المجال.

مقارنة بين كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة و كروماتوجرافيا الورقة :

المزايا الرئيسية لكروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة بالمقارنة مع كروماتوجرافيا الورقة تتلخص في الآتي:

١. سرعة الفصل والتشريق الأحسن، حيث نجد أن متوسط الوقت لتظهير كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة باستعمال السليكا حوالي 30-20 دقيقة، بينما نجد أن الفصل ربما يستغرق حوالي ساعتين في كروماتوجرافيا الورقة.

٢. كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة يمكن استخدامه لفصل المواد الغير آلفة للماء (hydrophobic) مثال الهيدروكربونات والليبيدات والتي من الصعب التعامل معها في كروماتوجرافيا الورقة.

٣. يمكن استخدام حمض الكبريت ككاشف تعيين في كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة بالطبع غير ممكن استخدامه مع كروماتوجرافيا الورقة.

من مساوىء كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة:

١. صعوبة التسجيل والاحتفاظ بالكروماتوجرام الناتج من كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة بالمقارنة بكروماتوجرافيا الورقة.
٢. صعوبة إمكانية استعادة نتائج متطابقة لقيم R_f.

تطبيقات الكروماتوجرافيا المستوية:

هنالك عدة تطبيقات مفيدة، من أبرزها:

- استخدامه في الكشف عن الشوائب التي قد تكون موجودة في بعض المركبات العضوية ، وذلك بوضع نقطة من محلول العينة على الورقة أو الطبقة الرقيقة والسماح للمذيب المناسب بالمرور خلالها ، فإذا تحركت العينة كبقعة واحدة فمعنى ذلك أنها عينة نقية أما إذا انفصلت في عدة بقع فهذا يعني وجود شوائب.
- كما تستخدم في التقدير النوعي للمواد المنفصولة وذلك بمقارنة معامل الإعاقة R_f بمعاملات إعاقة لمواد قياسية معروفة تحت نفس الظروف العملية.
- وكذلك يمكن استخدامه في التحليل الكمي وذلك بقطع جزء الورقة الذي يشغله المكون المراد تقديره وإذابة هذا المكون في المذيب المناسب وتقديره بأي من الطرق المعروفة أو كشط جزء الطبقة الرقيقة الذي يحتله المكون المطلوب تقديره واستخلاص المذاب منه وتعيينه بطرق التحليل المناسبة كالتحليل الطيفي.

الفصل الثالث: كروماتوجرافيا الغاز Gas Chromatography (GC)

مقدمة عامة :

نشأ كروماتوجرافيا الغاز بواسطة العالمان مارتن وجيمس في عام ١٩٥٢م ومع بداية العام ١٩٥٥ تم تصنيع هذا الجهاز تجارياً.

يستخدم الغاز الخامل مثل النيتروجين أو الهيليوم كمطور متحرك أما الطور الساكن فيكون إما:

- مادة امتزاز صلبة ويسمى في هذه الحالة كروماتوجرافيا غاز – صلب Gas Solid Chromatography (G.S.C).
- سائل غير متطاير محلي على ساند صلب ويسمى في هذه الحالة كروماتوجرافيا غاز – سائل Gas Liquid Chromatography (G.L.C).

يتمتع كروماتوجرافيا الغاز السائل بتطبيقات واسعة جداً والتي يستخدم فيها الغاز كمطور متحرك حيث يتم فصل المواد بخاصية الاختلاف في معامل التوزع بين الطورين الساكن والمتحرك. ويعتمد زمن المكوث للمادة على مدى قابليتها للتطاير ومدى تفاعلها مع الطور الساكن. ويمكن زيادة قابلية التطاير وتقليل مكوثها بواسطة تسخين العمود إلى درجات حرارة تتفاوت بين 50-350 ^{o}C.

ويجب الاشارة إلى أن المواد يمكن فصلها بسهولة في كروماتوجرافيا الغاز عندما تكون لها:

- ضغط بخاري ملحوظ.
- ثابته حرارياً في درجة حرارة الفصل.
- لها وزن جزيئي أقل من 1000.

عموماً يستخدم كروماتوجرافياالغاز لفصل :

أ- الغازات. ب- السوائل غير المتأينة. ج- المواد العضوية الصلبة. د- وكثير من المواد العضو معدنية.

ولا يستخدم في فصل:

١. المواد ذات الجزيئات الكبيرة. ٢. أملاح المواد العضوية وغير العضوية.

يتميز كروماتوجرافيا الغاز بالكفاءة العالية والسرعة والانتقائية. كما لا يتم فيها تفكك (فقدان طبيعة) المادة ويتطلب كميات قليلة جداً (عدة مايكروليترات) من المادة.