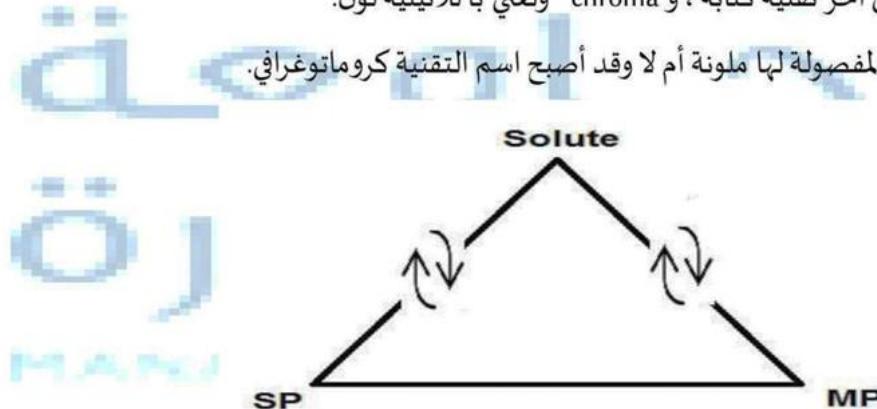


تحليل الكروماتوغرافي Chromatography

تعتبر طرق الفصل الكيميائي من الطرق التحليلية الهامة ، والتي تستخدم للحصول على المواد المختلفة بصورة نقية ، دون وجود الشوائب العالقة بها ، وفي كثير من الأحيان تعتبر عملية الفصل جوهيرية عند الحاجة إلى عمل اختبارات أخرى على المادة الندية مثل الاختبارات كما أن الحصول على المادة الندية يجعل (IR, NMR, and mass spectrometry). الطيفية من السهل إجراء التحاليل الكمية علماً لمعرفة تركيزها . أي أن طرق الفصل الكيميائي مهمة للغاية سواء في التحليل الوصفي أو الكمي ، على حد سواء . وفي الواقع توجد عدة طرق يمكن إدراجها ضمن طرق الفصل الكيميائي ، مثل عمليات الترسيب المعروفة ، والترسيب الكهربائي بأشكالها المختلفة ، وغير electrophoresis ، وعمليات الاستخلاص بشقي أنواعها ، وذلك من الطرق . لكن ما نرحب في الحديث عنه يتعلق بنوع آخر من طرق الفصل . ألا وهو الفصل الكروماتوغرافي .

يرجع تاريخ تقنية الفصل الكيميائي إلى بدايات القرن العشرين ، حيث كان عالم النبات الروسي ميخائيل تسفت يحاول تنقية العصارة النباتية الخضراء المستخرجة من أوراق الأشجار ، وذلك باستخدام عمود زجاجي معبراً بحبوبات دقيقة من كريونات الكالسيوم (الوسط الثابت) ، حيث لاحظ بعد فترة من تنقيط محلول (الوسط المتحرك) داخل العمود وجود مناطق محددة ومنفصلة بعضها عن بعض ، تختلف في اللون أي أنها عبارة عن مواد مختلفة تم فصلها من مكونات العصارة الخضراء . وقد أطلق على هذه التقنية الجديدة من تقنيات الفصل اسم كروماتوغرافي chromatography ، وذلك من وتعني graphein يكتب ، أو بمعنى آخر تقنية كتابة ، و chroma وتعني باللاتينية لون .

بغض النظر عما إذا كانت المواد المفصولة لها ملونة أم لا وقد أصبح اسم التقنية كروماتوغرافي .



وهي طريقة فيزيائية للتخليل والفصل باستخدام طورين والذي يسير عبر الطور mobile phase والأخر هو الطور المتحرك احدهما الطور الثابت ويحوي عادة على النموذج المراد فصله ويتم توزيع المادة المراد فحصها(تحليلها) بين الطورين المتحرك والثابت اما بإختلاف قابلية ذوبان المادة في كلا الطورين او بإختلاف الامتراز للمادة في الطور الثابت المتر

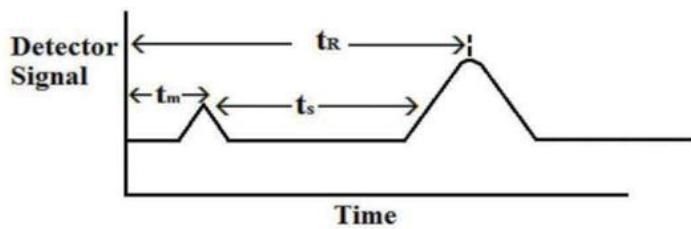
وبذلك يتم فصل المواد اذا وجد اختلاف في معامل التوزيع لهذه المواد بين الطورين وعند حصول عملية الفصل فإن كل مكون يخرج من الطور الثابت بفترة زمنية مختلفة عن المكون الآخر
بعض الأسس النظرية الكروماتوغرافية :

1- **نظريّة الصفائح** : تتضمّن النظريّة ان العمود الكروماتوغرافي يحتوي على عدد كبير من القطع المتشابهة او الصفائح النظريّة وفي كل منها يتم التوازن وقد افترضت النظريّة ان العملية الكروماتوغرافية هي عملية مستمرة وليس عمليات متقطعة وكلما زادت عدد الصفائح النظريّة كانت الذروات أضيق وقريبة للوصول الى السلوك المثالي وقد افترضت النظريّة معادلات رياضيّة لحساب عدد الصفائح النظريّة وموضحة ان العمود الكروماتوغرافي اشبه الى برج التقاطير وتحسب عدد الصفائح النظريّة بالعلاقة التالية

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2$$

حيث N : عدد الصفائح النظريّة
 t_R : زمن الاحتجاز
 W : عرض القمة

يمكن تمثيل آلية فصل من خلال المخطط الآتي :



حيث

فترة احتجاز المادة في الطور الثابت	t_R
وهي الفترة الزمنية التي يحتاجها الطور المتحرك للمرور خلال الطور الثابت بدون إعاقة	t_m <i>الזמן الميت</i> <i>Dead time</i>
يعرف زمن الاحتجاز هو دالة التشخيص النوعي في اغلب الطرق الكروماتوغرافية ويمثل الفترة الزمنية منذ حقن المادة في الجهاز حتى وصولها إلى الكاشف	t_R <i>زمن الاحتجاز الكلي</i> <i>Retention time</i>

ويرمز * Retention volume ويعبر عن حجم الطور المتحرك اللازم لإخراج المادة من الطور الثابت بحجم الاحتياز ويعبر عنها VR لها

$$VR = F_x tR$$

F تمثل سرعة الطور المتحرك

2- الارتفاع المكافئ للصفائح النظرية HETP

اختصار L High equivalent theatrical plates. ويمكن تحديد من خلال العلاقة التالية

$$H = HETP = \frac{\text{length of the column}}{N} = \frac{L}{N}$$

حيث تمثل

N: عدد الصفائح النظرية

L: طول العمود

العوامل المؤثرة على زمن الاحتياز

-1 معدل جريان الطور المتحرك

-2 نوع الطور الثابت

-3 التداخلات بين الطور الثابت والمادة المراد فصلها

-4 درجة حرارة العمود

-5 طول العمود

-6 نوع الطور المتحرك

مثال : مخطط كروماتوغرام مكونين A, B كما في الجدول :

عرض القمة	زمن الاحتياز	المكون
15cm	250 min	A
17cm	270min	B

وإذا كان طول العمود 120cm احسب عدد الصفائح النظرية لعمود الفصل، احسب HETP

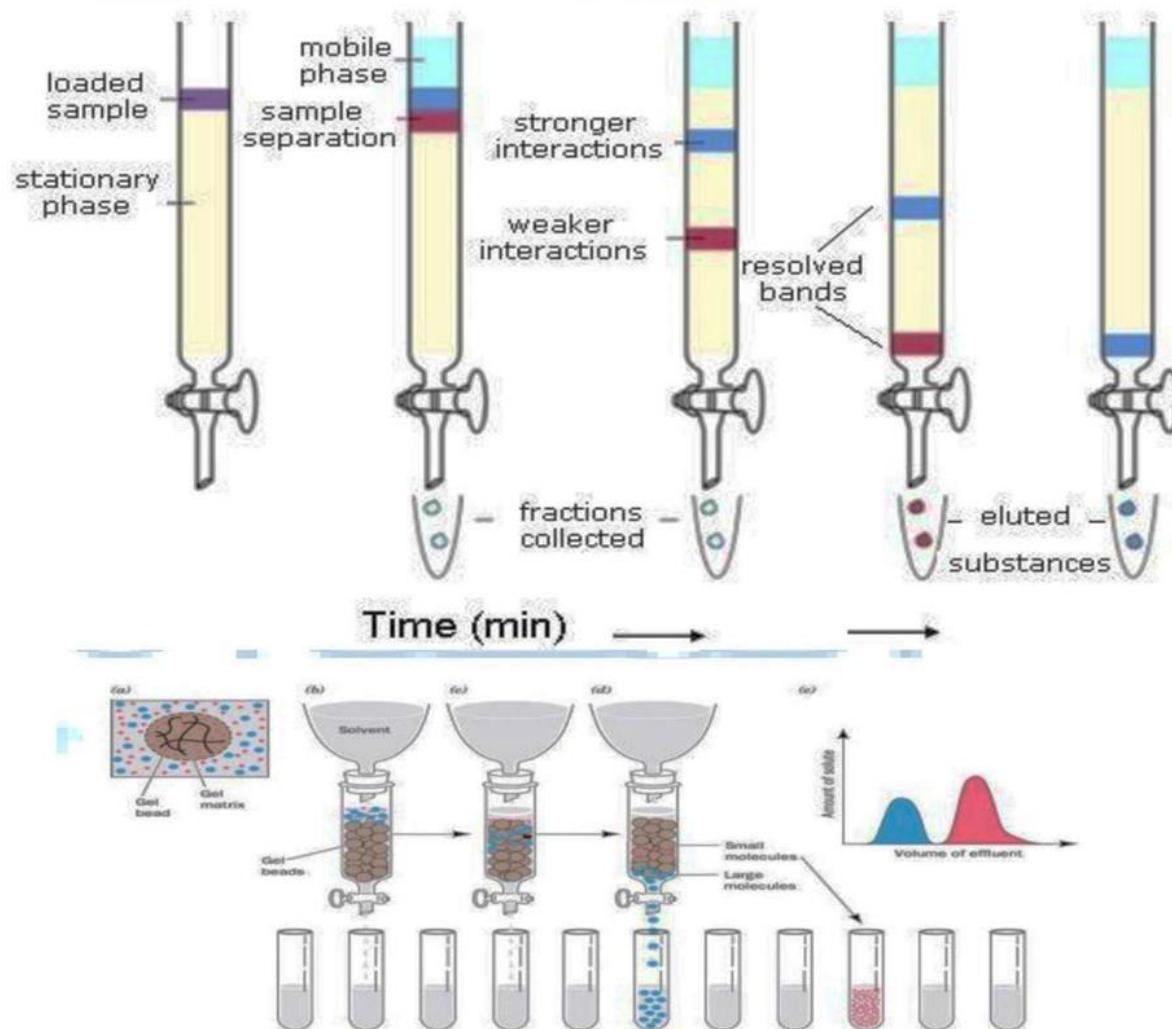
$$N_A = 16 \left(\frac{t_R}{w_A} \right)^2 = 16 \left(\frac{250}{15} \right)^2 = 4.44 \times 10^3$$

$$N_B = 16 \left(\frac{t_R}{w_B} \right)^2 = 16 \left(\frac{270}{17} \right)^2 = 4.04 \times 10^3$$

$$HETP = \frac{L}{N} = \frac{120}{4.2 \times 10^3} = 0.023 \text{ cm}$$

كروماتوغرافيا الأعمدة : Column Chromatography

بعد تجهيز العمود وتعبئته بالطور الثابت ومرور الطور المتحرك حاملا معه العينة يمكن توضيح ذلك من خلال الصورة الآتية :



مواد والأدوات اللازمة للعمل:

- 1- حمض الأزوت $0.5M$
- 2- حمض الكبريت $0.1M$
- 3- مزيج من برمونغناط البوتاسيوم وثنائي كرومات
- 4- سليكا جيل (خاص للعمود الكروماتوغرافي)
- 5- عمود كروماتوغرافي عرض 3cm بطول تقريبا 50cm يحوي في نهايته صنبور و يحوي على طرفه السفلي قبل الصنبور طبقة من صوف زجاجي

6- ارلنماير بحجوم مختلفة

طريقة العمل:

- 1- يملأ العمود الكروماتوغرافي بالطور الثابت(ما هو). بارتفاع cm 15cm وذلك بأخذ كمية 40g من الطور الثابت اكتب طريقة العمل

2- نأخذ ml 10 من مزيج برمونغناط البوتاسيوم وثنائي كرومات

3- احسب الزمن الميت

4- احسب معدل السريان

5- ما هي المادة الأولى التي تخرج من العمود وما هو الطور المتحرك الأنسب له

6- ما هي المادة الثانية التي تخرج من العمود وما هو الطور المتحرك الأنسب له.....

7- احسب زمن الاحتياز (زمن الاحتفاظ) لكل مادة

8- احسب حجم الاستبقاء لكل مكون

9- ما هو الكاشف في هذه الحالة

جدول للاطلاع

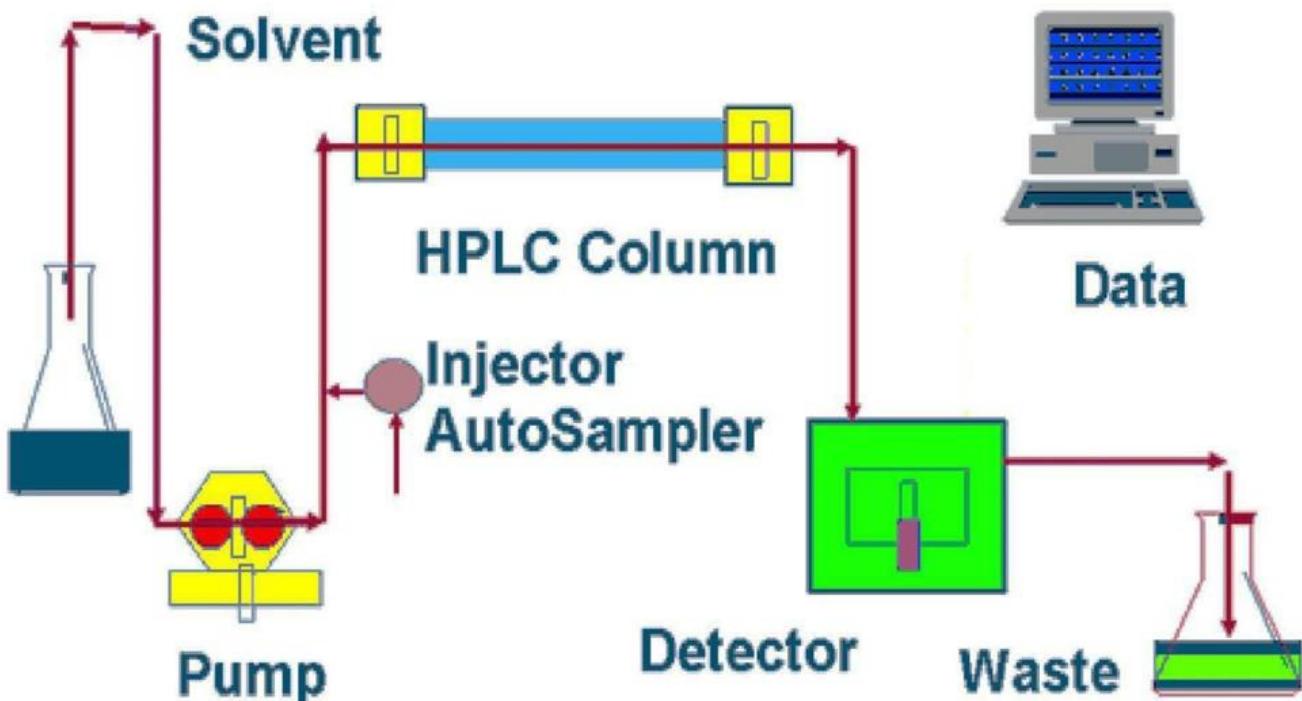
Classification	Technique	SP	Mechanism
Liquid Chromatography (LC) MP: Liquid	Liquid-liquid or partition chromatography	Liquid, adsorbed on a solid support Now rare	Partition between immiscible SP and MP
	Liquid bonded phase (bonded phase chromatography, BPC)	Liquid, chemically bonded to solid support	Partition between immiscible bonded SP and MP
	Liquid-solid chromatography (LSC), or adsorption chromatography	solid	adsorption
	Ion-exchange chromatography (IEC)	Ion-exchange resin	Ion-exchange
	Size exclusion chromatography (SEC)	Porous polymeric material	Size sieving
Gas Chromatography (GC) MP: Gas	Gas-liquid chromatography (GLC)	Liquid adsorbed on a solid support	partitioning
	Gas-bonded phase	Liquid, chemically bonded to solid support (or crosslinked)	partitioning
	Gas-solid chromatography (GSC)	solid	adsorption
Supercritical fluid chromatography (SCF) MP: SCF	Supercritical fluid chromatography (SCF)	Liquid, chemically bonded to solid support	partitioning

HPLC أساسيات تقانة

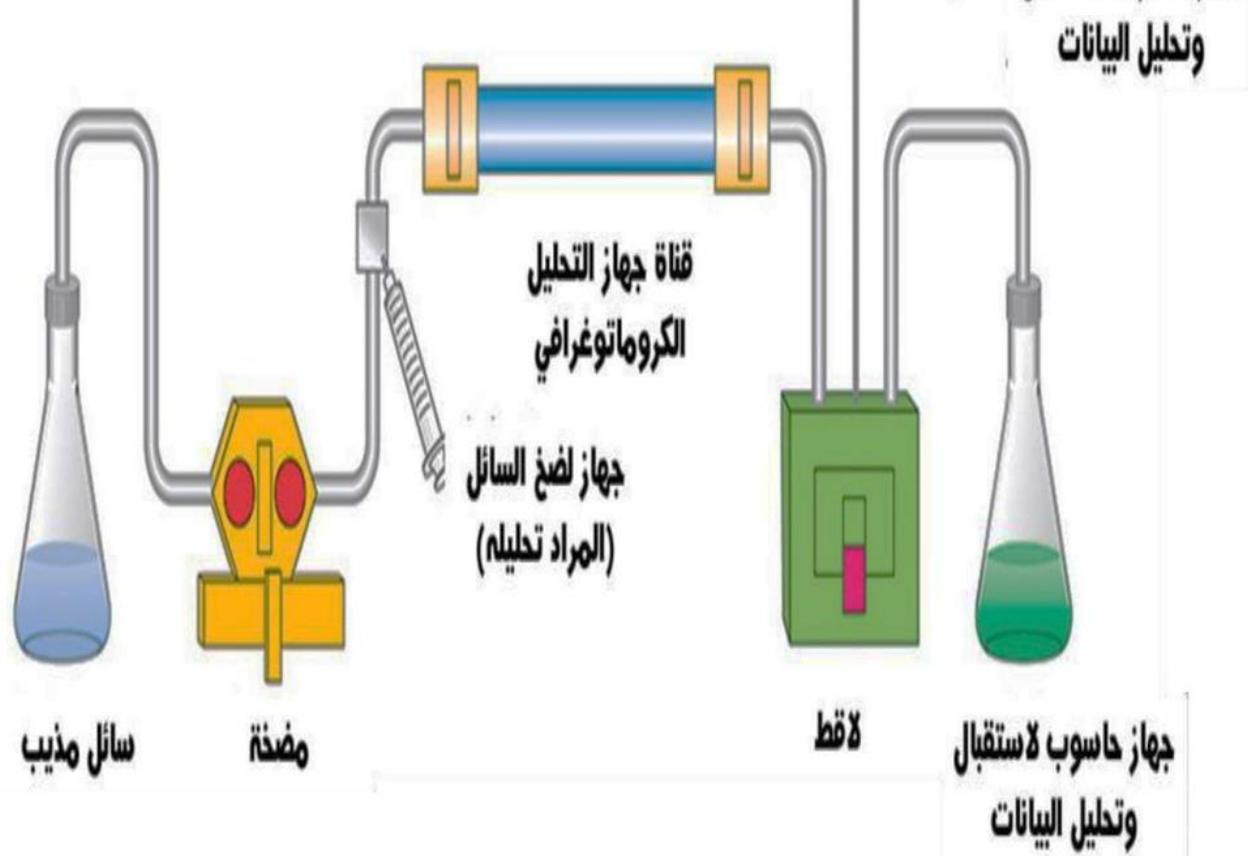
Principles of HPLC

يعتبر الـ HPLC أحد الطرائق الأساسية لتحليل وفصل المواد العضوية وهو يتميز كما هو الحال بالنسبة للطريق الكروماتوغرافيا الأخرى بالدقة والحساسية العالية وبكفاءته العالية جدا على فصل العديد من المركبات الأخرى مثل الفينولات الفيتامينات والسكريات .

يقوم جهاز HPLC بفصل مكونات العينة ثم التعرف عليها وتقدرها كمية . ويتم الفصل عن طريق توزع العينة ما بين طورين أحدهما ساكن (الثابت) والأخر متحرك . عادة يكون الطور الثابت في عمود عمود طوله حوالي 25cm وقطره حوالي 4mm ، حيث تعتمد كفاءة الفصل على مواصفات العمود وبصفة خاصة قطر جزيئات المادة المعينة وبلاحظ أن خفض قطر الجزيئات يؤدي إلى تحسين أداء العمود بالإضافة إلى أنه يرفع الضغط وبالتالي نحصل على معدل سريان مناسب للطور المتحرك خلال العمود ولهذا السبب فإن أجهزة hplc الحديثة يطلق عليها أجهزة الضغط العالي الكروماتوغرافي السائل حيث تدفع المضخة الطور المتحرك داخل عمود الفصل الذي بدوره يفصل العينة إلى مكوناته والتي تمر خلال الكاشف detector فإنه يحدث تغير في الإشارات الكهربائية يتم تسجيلها على خريطة متحركة لتعطي كروماتogram ، يوضح المخططين الآتيين إجزاء هذه التقانة



جهاز تحلیل السوائل الکروماتوغرافی عالی الدقة



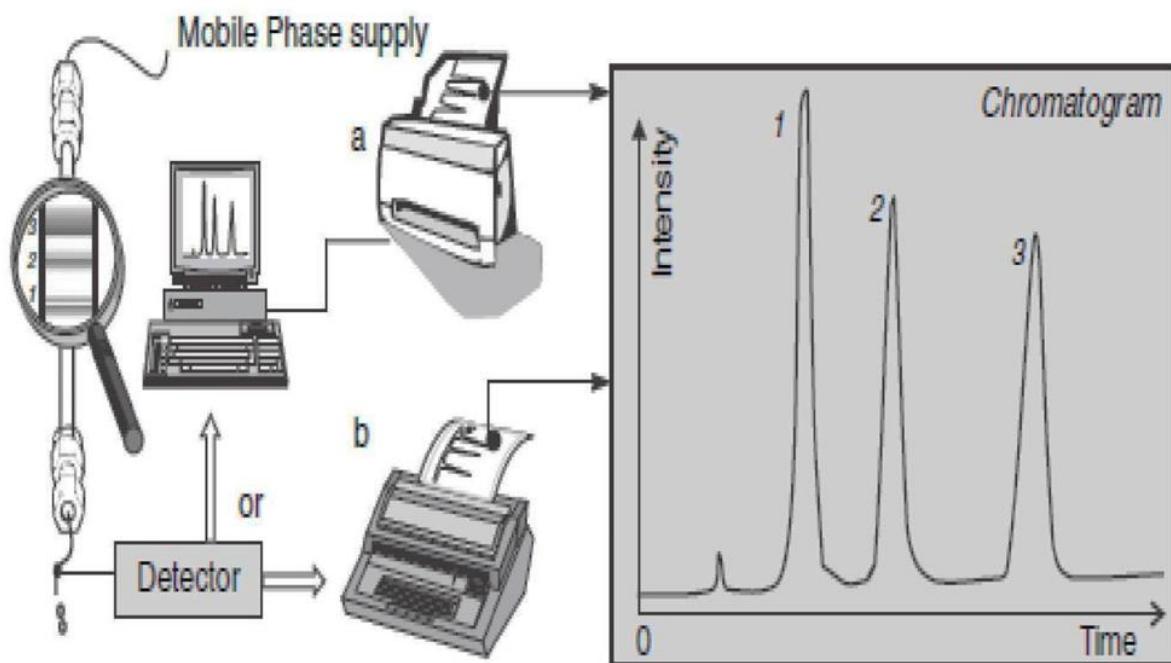


Figure 1.2 The principle of analysis by chromatography. The chromatogram, the essential

الطور المتحرك : هو عبارة عن مذيب أو عدة مذيبات عضوية وذلك حسب العينة المراد دراستها
المضخة : تضخ عبر مضخة للوصول إلى العمود الكروماتوغرافي من الشروط الواجب توافرها في عملية الضخ ما يلي:

1- يجب ان يكون النبضات(معدل السريان \ الضغط) أقل ما يمكن حيث أن ثبات معظم أنواع الـ detector يتتناسب

عكساً مع النبضات، يعتمد الضغط ليعطي سريان عالي للطور المتحرك خلال الأعمدة الكروماتوغرافية على : لزوجة

المذيب حجم جزيئات المادة المعبأة – أبعاد العمود

2- معدل الضخ يكون (0-10) cm/min

3- الضغط العام لا يزيد عن 6000 رطل / بوصة

4- الحجم الداخلي أقل ما يمكن بحيث يبقى معدل سريان المذيب ثابت عند مقدمة المضخة أو عند بداية العمود

لمنع نبضات الضغط فإنه يستعمل مخفضة ذات كبابسين احدهما في مرحلة الضغط والأخرى في مرحلة ملأ

العمود الكروماتوغرافي :

الأعمدة الشائعة استخدامها في جهاز HPLC يتراوح طولها بين 10-30 cm والقطر الداخلي للعمود يتراوح بين 4-10mm وقطر الحبيبات الشائعة استخدامه يتراوح بين 5-10 μm، عادة يكون العمود المستخدم بطول 25cm وقطره الداخلي 4mm وقطر جزيئات 5 μm

تعتمد كفاءة الفصل على مواصفات العمود وبصفة خاصة على قطر المادة المعبأة بغض النظر إذا المادة المعبأة ذات حجم واحد فإنه يتطلب ضغط عالي نسبياً لتعطي معدل سريان المطلوب هو 1-2 cm/min

صورة توضيحية للأعمدة الكروماتوغرافية



عادة تستعمل الأعمدة من مادة صلبة الا steel نظراً للضغط العالي للطور المتحرك ويجب أن يكون القطر الداخلي المكونة للعمود ناعمة ويجب أن تكون المسافة بين العمود والكافش اقصر ما يمكن .

يتم التحليل في درجة حرارة الغرفة وذلك واحياناً يتم رفع درجة حرارة العمود حسب شروط فصل كل عينة بأن لا تتجاوز حرارتها 80 درجة مئوية .

الكافش Detectors : بعد مرور السائل خلال العمود الكروماتوغرافي يمر خلال الكافش حيث يعطي خط base line ثابت ويجب أن يستجيب للمكونات العينة حيث يعطي إشارة كهربائية تظهر على هيئة كروماتوغرام . يجب أن تكون الاستجابة خطية مع التركيز كل مكون في العينة المراد تحليلها وهذا ما يؤدي إلى تقدير مكونات العينة كميًا . هناك عدة أنواع للكافش ذكر منها:

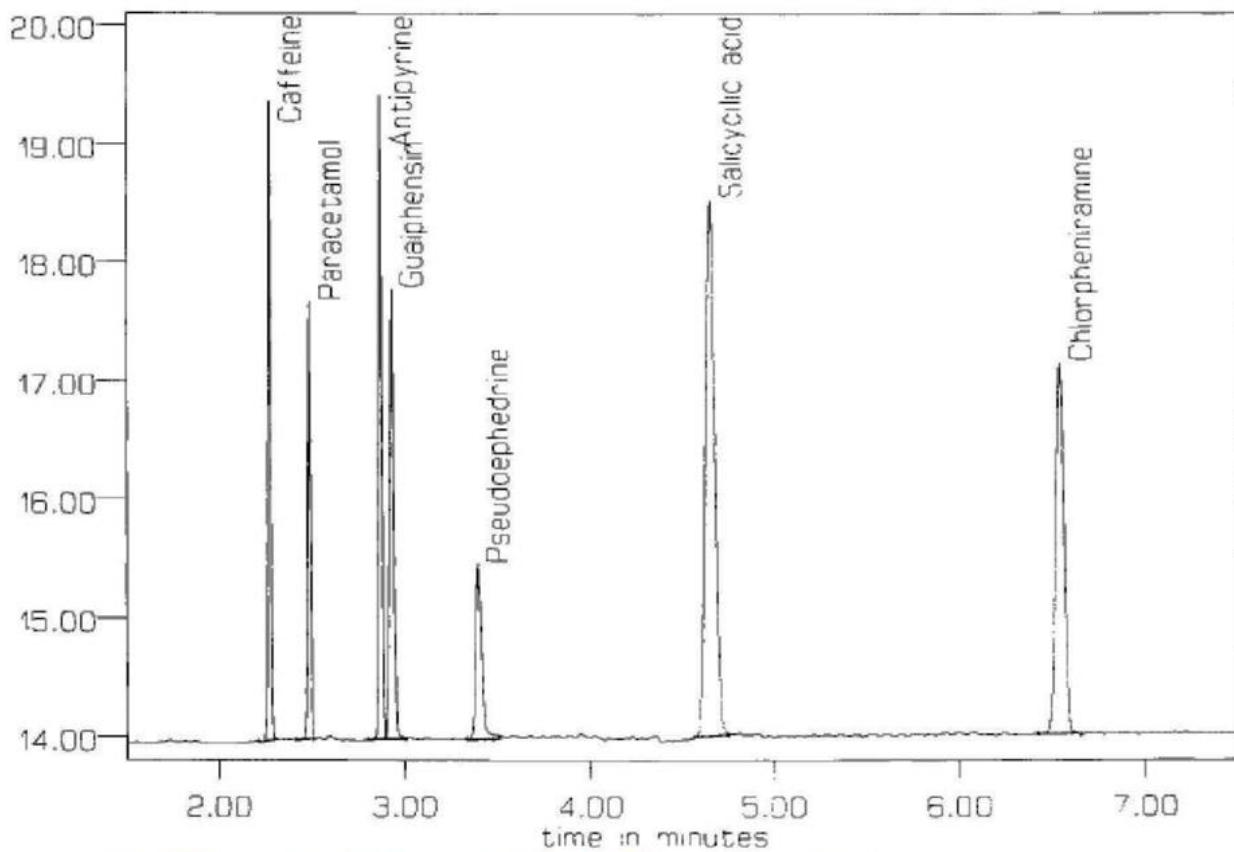
UV – Ultraviolet light--- most popular

– PhotoDiode - Differential Light Output

FD – Fluorescence

المخططات الكروماتوغرافية: يوضح الشكل الآتي مثال عن المخططات الكروماتوغرافية باستخدام كافش الناقلية

Application of standard methods in capillary electrophoresis for drug analysis



المشكلة العامة في عمليات الفصل: في أغلب الأحيان في حالة كروماتوجرافيا السائل ، عند استخدام وسط متحرك ذو تركيبة ثابتة فإن الكروماتogram الذي نحصل عليه لن يكون مثاليًا ونعني بالمثلالية ما يلي:

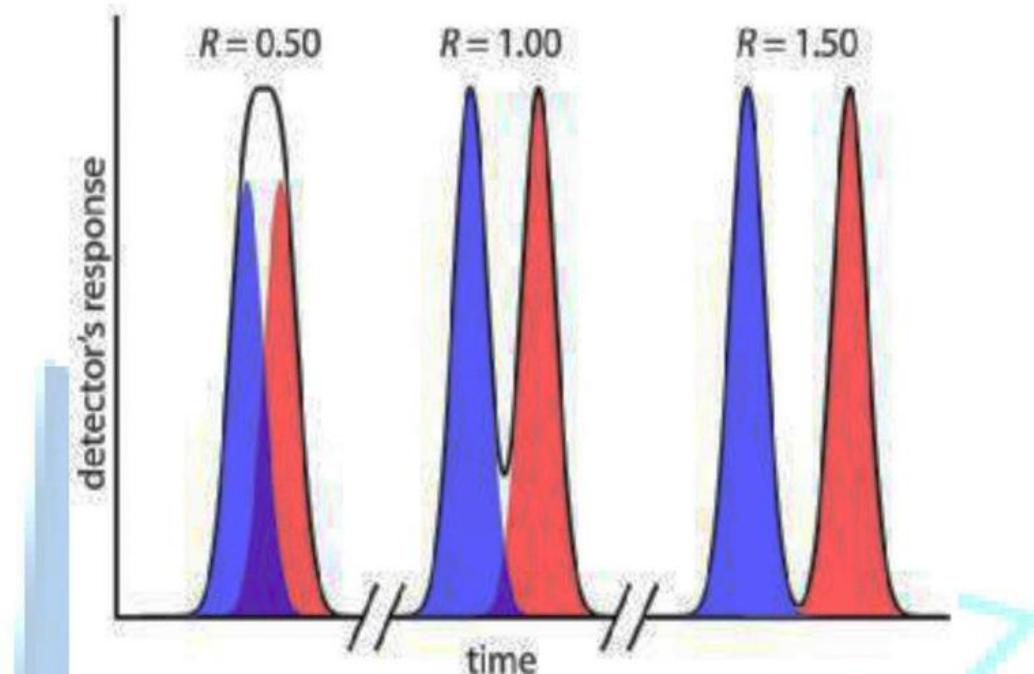
1- أن تم عملية الفصل في أقل زمن ممكن

2- أن تكون جميع المكونات مفصولة عن بعضها البعض بكفاءة عالية $R > 1.25$

لكن ما يحدث فعلياً يتلخص في كفاءة أقل أو أكبر بكثير من المطلوب ، وزمن مكوث غير مبرر(طويل جداً)

إن القيمة المقبولة لقدرة أي عمود على الفصل هي في الواقع 1.25 ، حيث انه عند هذه القيمة

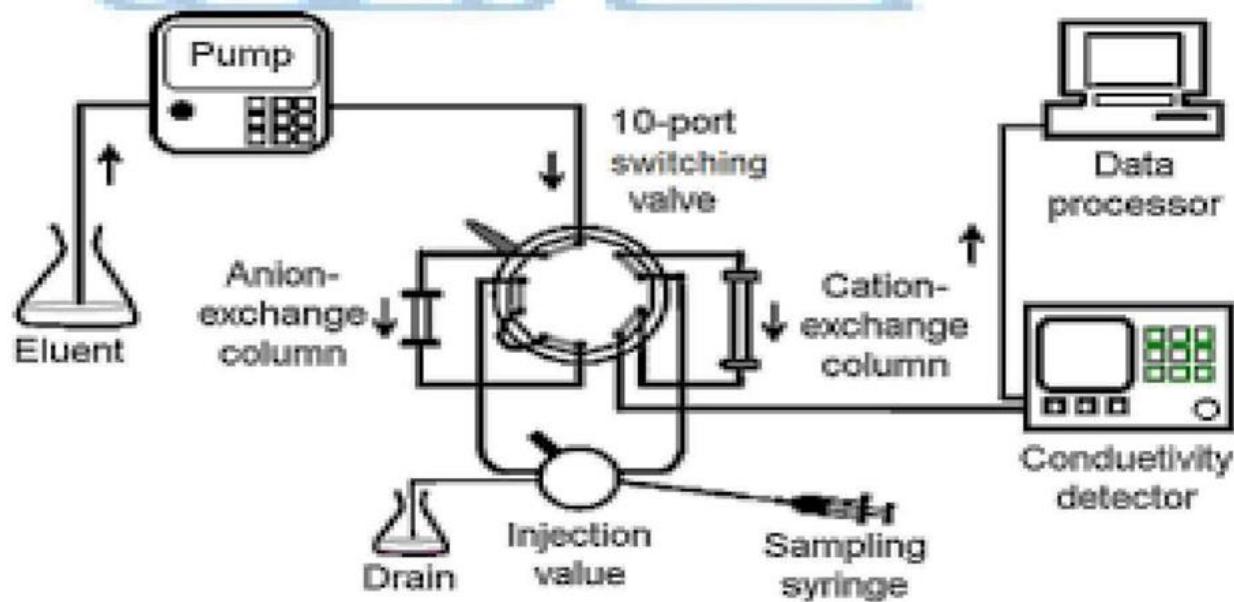
يكون التداخل أقل من 2% ، بينما يصل إلى أقل من 0.2% عندما تكون $R=1.5$



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 ، حيث المحتوى على مكونات أيونية مثل مجموعات الكربوكسيل أو السيلفوهيدريل، أو مجموعات الأمونيوم أو غيرها 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 . يوضح الشكل الآتي صورة توضيحية لمكونات الجهاز:

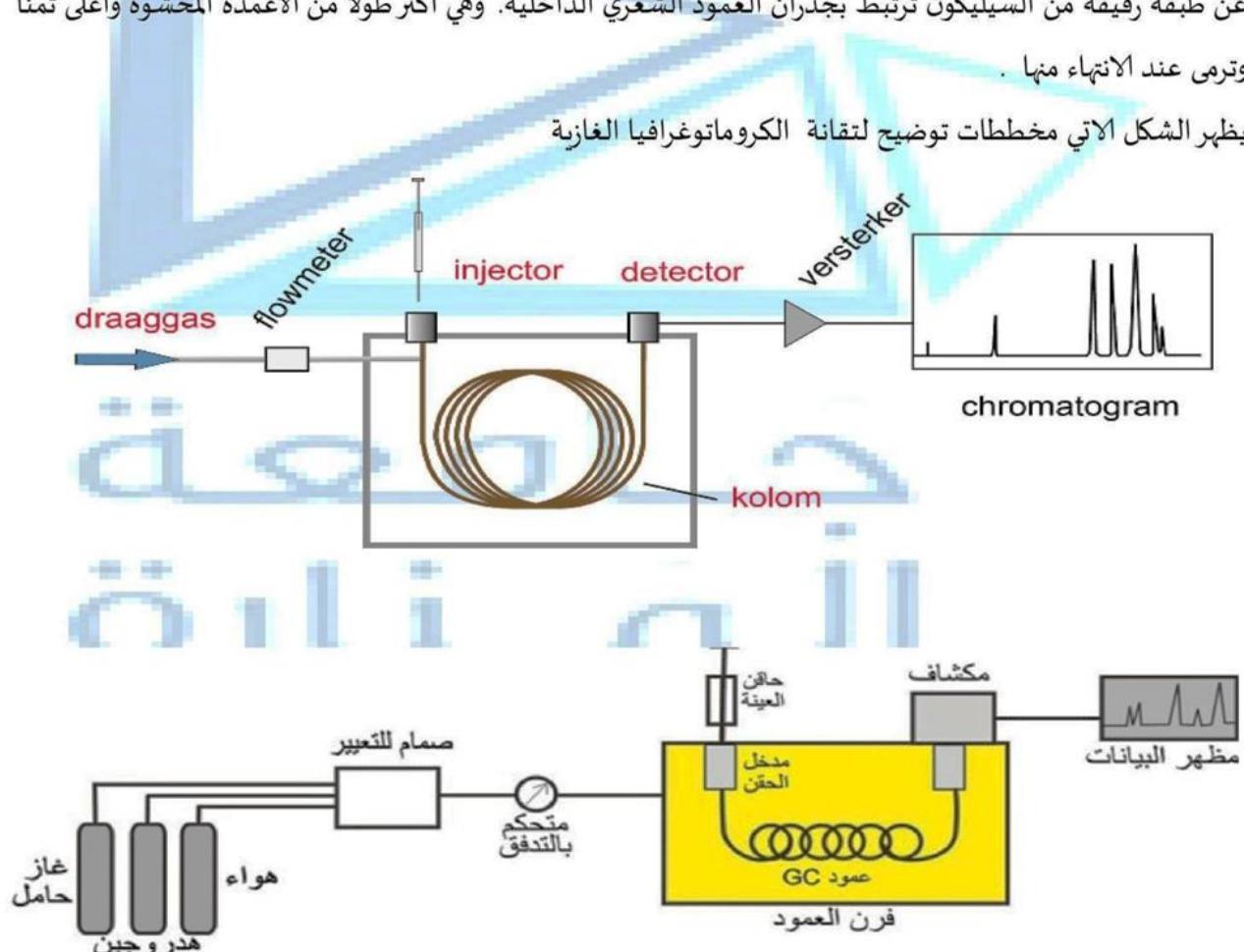


ثالثاً: الكروماتوغرافيا الغازية: يرمز لها اختصاراً GC

تعد هذه التقنية وسيلة تحليلية مهمة لتحليل المواد الغذائية. على تكون المادة قابلة للتطاير وتكتسب أهميتها في دراسة تركيب الدهون والزيوت. يتكون الطور الغازي (المتحرك) من غاز الهيدروجين أو الهيليوم ينساب عبر عمود في درجة حرارة معينة تتراوح بين 60 م إلى أكثر من 200 م، ويستعمل نوعين من الأعمدة في تحليل الأغذية هي الأعمدة المحسوسة والأعمدة الشعرية. ويكون الطور الثابت في الأعمدة المحسوسة مثبتاً على دعامة أو مسند صلب خامل داخل العمود المعدني. تمتاز هذه الأعمدة المحسوسة بإمكان حشوها وإعادة إفراغها عندما تزاجع كفاتها.

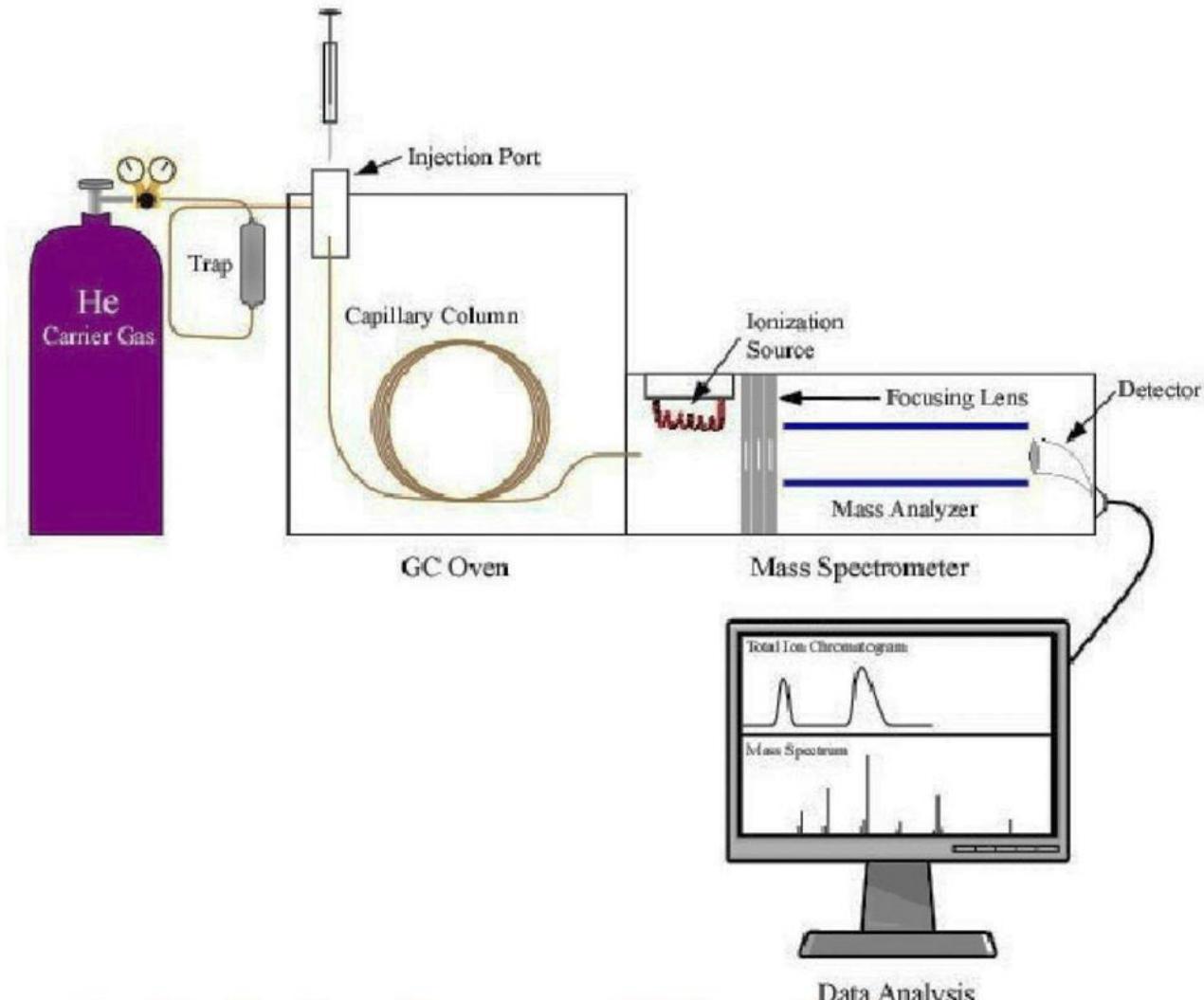
أما الأعمدة الشعرية ، التي تمتاز بقدرها الفائقة على الفصل وتفوقها على الأعمدة المحسوسة، فيكون الطور الثابت فيها عبارة عن طبقة رقيقة من السيليكون تربط بجدار العمود الشعري الداخلي. وهي أكثر طولاً من الأعمدة المحسوسة وأغلى ثمناً وترمى عند الانتهاء منها .

يظهر الشكل الآتي مخططات توضيح لتقانة الكروماتوغرافيا الغازية



الكروماتوغرافيا الغازية

كما يربط تقانة كروماتوغرافيا الغازية بمطيافية الكتلة GC-Mass



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 الانبعاث في العمود ويمر المزيج حيث يخلط مع الهواء ويحرق ، مما يؤدي إلى تكون الأيونات الحرة والإلكترونات الحرجة مما يتولد عنه تيار كهربائي يسري بين الكترودين. فعندما تدخل اللهب مادة من وسط انبعاث العمود قابلة للتتأين يزداد التيار بشكل واضح ويكون كثراه قياساً لكمية المكون في وسط الانبعاث الكروماتوغراف

تقدير الكافيين في الشاي والقهوة والمشروبات الغازية بجهاز كروماتوغرافيا السائل ذي الكفاءة العالية HPLC

تمهيد نظري : يستخدم الجهاز لتقدير الكافيين دون الحاجة لإجراء الاستخلاص كما في الطرق التقليدية
المواد المستخدمة

1- محليل قياسية من الكافيين ويحضر باستخدام الطور المتحرك .

2- شاي وقهوة وكاكاولا

شروط التجربة :

1- الطور المتحرك ماء ، ميتانول 20,80 ويضبط الرقم الهيدروجيني إلى $\text{PH}=3.5$ باستخدام حمض كلور الماء .

2- العمود C18 Symmetry

3- طول موجة الكاشف 245nm

4- حجم الحقن 10 ميكروليتر

5- معدل السريان 10ml/min

تحضير العينة من الشاي والقهوة : انقل 10ml من الشاي و 5 ml من القهوة إلى دورق قياسي سعة 50ml ثم أكمل الحجم
حتى علامة السعة بالطور المتحرك .

تحضير عينة الكوكاولا:

خذ 15ml من العينة ثم اسكبه في كأس مجفف ثم يعاد إلى الكأس آخر لطرد الغازات ، اسحب بالملاصة 10ml من العينة إلى
دورق قياسي سعة 25ml ثم أكمل الحجم بالطور المتحرك حتى علامة السعة .

خطوات العمل



MANARA UNIVERSITY

1- اتبع الشروط التسجيل المرفقة مع الجهاز

2- نظف المحقنة بالميتانول ثم بالماء وكرر هذه الخطوات عند كل حقنة .

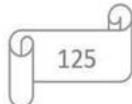
3- ابدأ بحقن محليل القياسية بدأ بأقل تركيز من محلول الكافيين .

4- احقن عينات الشاي والقهوة والكوكاولا .

- 1- قارن زمن الاستبقاء للمجاهيل مع المحاليل القياسية لتحديد القمة الخاصة بالكافيين من بين القمم المختلفة في الم gio
 - 2- سجل مساحة القمم للمحاليل العينة والمحاليل القياسية
 - 3- ارسم منحني تدرج قياسي للمحاليل القياسية - المساحة بتابعية التركيز
 - 4- أوجد تركيز كل من الكافيين في العينات المختلفة وقارنها مع نتائج جهاز الحاسوب .

نتائج المناقشة وملاحظات المدرس :

النتيجة:



فصل وتقدير فيتامين سي (c) في عصير الفواكه باستخدام جهاز كروماتوغرافيا السائل ذي الكفاءة العالية

يمكن لجهاز HPLC لتقدير فيتامين سي دون الحاجة للاستخلاص من عينة العصير بالطرق التقليدية .

المواد المستخدمة :

- 1- محلول قياسي من فيتامين سي (حمض الاسكوربيك) ويحضر باستخدام طور متحرك .
- 2- محلول عصير من البرتقال ، عنب إلخ .

شروط التجربة :

1- الطور المتحرك : يحضر بإذابة 1% من KH₂PO₄ في لتر من الماء المقطر.

2- العمود Nova – Pak C18

3- طول موجة الكاشف 245nm

4- حجم الحقن 10 ميكروليتر

5- معدل السريان 10ml/min

النتائج

1- قارن زمن الاستبقاء للمحاليل القياسية لتحديد القمة الخاصة بحمض الاسكوربيك من بين القمم المختلفة في المجهول

2- سجل مساحة القمم للمحاليل العينة والمحاليل القياسية

3- ارسم منحني تدرج قياسي للمحاليل القياسية - المساحة بتابعية التركيز

4- أوجد تركيز العينات وقارنها مع نتائج جهاز الحاسوب .

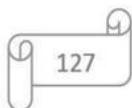
مقرر



جامعة المدار
كلية الصيدلة

نتائج المناقشة وملاحظات المدرس :

النتيجة:



إعداد
خليل إبراهيم العبيدي

WWW.MANARA.EDU.SY
+9630412016

تعيين الكحول في المشروبات الكحولية بالクロماتوغرافيا الغازية

Determination of beverages by gas chromatography

المبدأ: يقدر الكحول (الإيتانول) 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 محليل الإيتانول بتراكيز معلومة لإنشاء المنهي المعياري.

الأدوات: دوارق حجمية. ماصات.

الأجهزة: جهاز كروماتوغرافي غازي بعمود- مجفف درجة حرارته 166 م.

طريقة العمل:

1- حضر في سلسلة من الدوارق الحجمية سعة 100 مل محاليلً من الإيثانول بتراكيز

1	2	3	4	6	8	10
---	---	---	---	---	---	----

بالمائة حجماً، أضف إلى كل دورق 2 مل من البروبانول لإعطاء حجم كلي 102 مل.

2- املأ الدورق المعياري 100 مل إلى العلامة بالمشروب المراد تحليله وأضف 2 مل بروبانول . امزج جميع الدوارق جيداً عدة مرات.

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

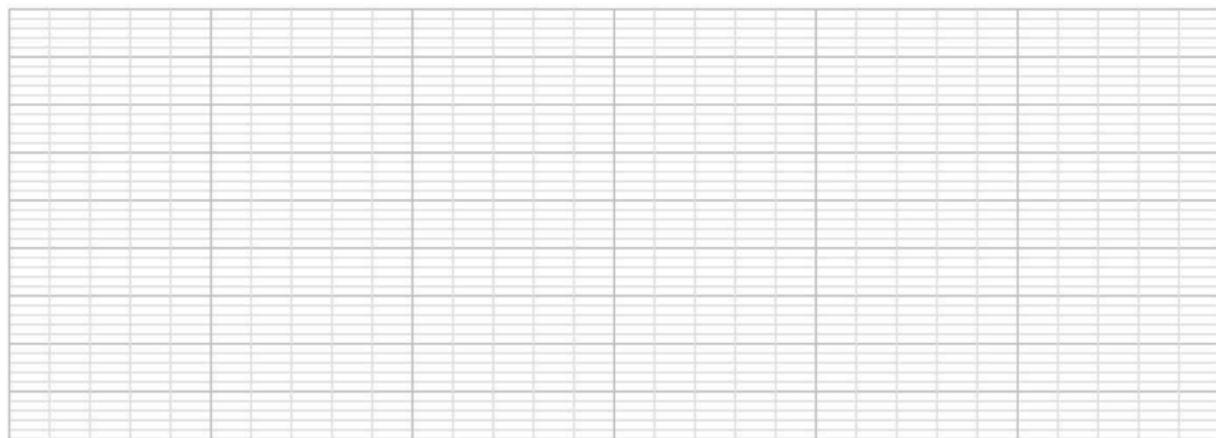
4- وقس مساحات القمم الناتجة (مستعملاً المتكامل الحاسوبي إذا كان متوفراً).

5- ارسم العلاقة بين نسبة مساحة قمي (الإيثانول : البروبانول) مع كمية الإيثانول، واستعمل المنهي ونسبة (الإيثانول : البروبانول) لعينة المشروب لتعيين مستوى الكحول في عينة منه.

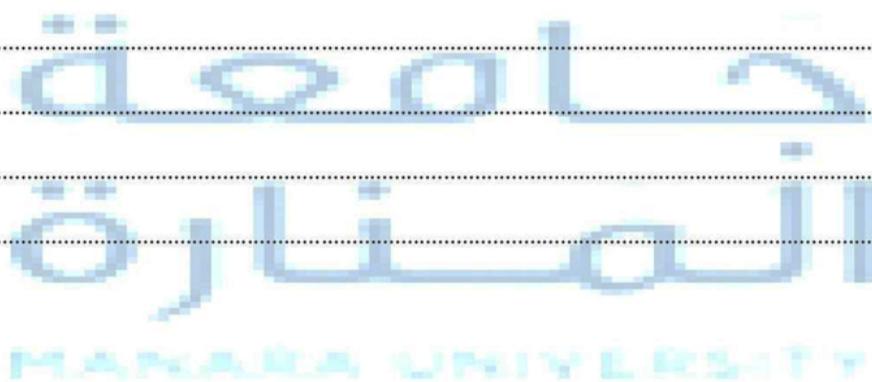
مقرر
عملي تحليل آلي



جامعة المنارة
كلية الصيدلة



النتائج والمناقشة:



مطيافية الأشعة تحت الحمراء أو علم الأطيف أو علم الأطيف ما تحت الحمراء

Infrared spectroscopy

هو أحد فروع علم الأطيف الذي يتعامل مع المنطقة تحت الحمراء من الطيف الكهرومغناطيسي. ويشمل مجموعة من التقنيات، وأشهرها مطيافية الامتصاص (Absorption spectroscopy) وتستعمل هذه المطيافية في تعين العناصر الكيميائية في المركبات قيد الدراسة لها العديد من استخدامات في نطاق التحليل الكيميائي. فبواسطة مطيافية الأشعة تحت الحمراء يمكن التعرف على ، مثلاً الميثيلين والتفرقة بين الألكينات والمواد العضوية العطرية .

ويدرس علم الأطيف ما تحت الحمراء تفاعل المادة نتيجة الأشعة تحت الحمراء. تستخدم الموجات الكهرومغناطيسية ذات طول الموجة بين الحدود المرئية للضوء وهي في حيز أطوال الموجة بين 800 نانومتر حتى أقصر الموجات الدقيقة حوالي 1 مليمتر

يمكن للذرات في مجموعة CH_2 الشائعة في المركبات العضوية، أن تهتز بستة طرق مختلفة: مط متناظر وغير متناظر، انحناء مقصي، انحناء تأرجحي، انحناء التوائي، وانحناء ارتجادي.

تظهر الجداول الآتية عصابات المميزة للمركبات والزمر الكيميائية ، ثم بعض الأمثلة عن ذلك :

جدول 2 عصابات IR للمركبات الحاوية على الأوكسجين

Wavenumber (cm^{-1})	Assignment
3600	<i>Alcohol and phenols</i>
3550–3500	Alcohol O–H stretching
1300–1000	Phenol O–H stretching
	C–O stretching
1100	<i>Ethers</i>
	C–O–C stretching
2900–2700	<i>Aldehydes and ketones</i>
1740–1720	Aldehyde C–H stretching
1730–1700	Aliphatic aldehyde C=O stretching
1720–1680	Aliphatic ketone C=O stretching
1700–1680	Aromatic aldehyde C=O stretching
	Aromatic ketone C=O stretching
1750–1730	<i>Esters</i>
1730–1705	Aliphatic C=O stretching
1310–1250	Aromatic C=O stretching
1300–1100	Aliphatic C–O stretching
3300–2500	<i>Carboxylic acids</i>
1700	O–H stretching
1430	C=O stretching
1240	C–O–H in-plane bending
930	C–O stretching
	C–O–H out-of-plane bending
1840–1800	<i>Anhydrides</i>
1780–1740	C=O stretching
1300–1100	C–O stretching

جدول 1 عصابات IR للفحوم الهيدروجينية الالفائية

Wavenumber (cm^{-1})	Assignment
2960	<i>Alkanes</i>
2930	Methyl symmetric C–H stretching
2870	Methylene asymmetric C–H stretching
2850	Methylene symmetric C–H stretching
1470	Methyl asymmetrical C–H bending
1465	Methylene scissoring
1380	Methyl symmetrical C–H bending
1305	Methylene wagging
1300	Methylene twisting
720	Methylene rocking
3100–3000	<i>Alkenes</i>
1680–1600	=C–H stretching
1400	C=C stretching
1000–600	=C–H in-plane bending
	=C–H out-of-plane bending
3300–3250	<i>Alkynes</i>
2260–2100	=C–H stretching
700–600	C=C stretching
	=C–H bending

جدول 4 عصابات IR للمركبات العطرية

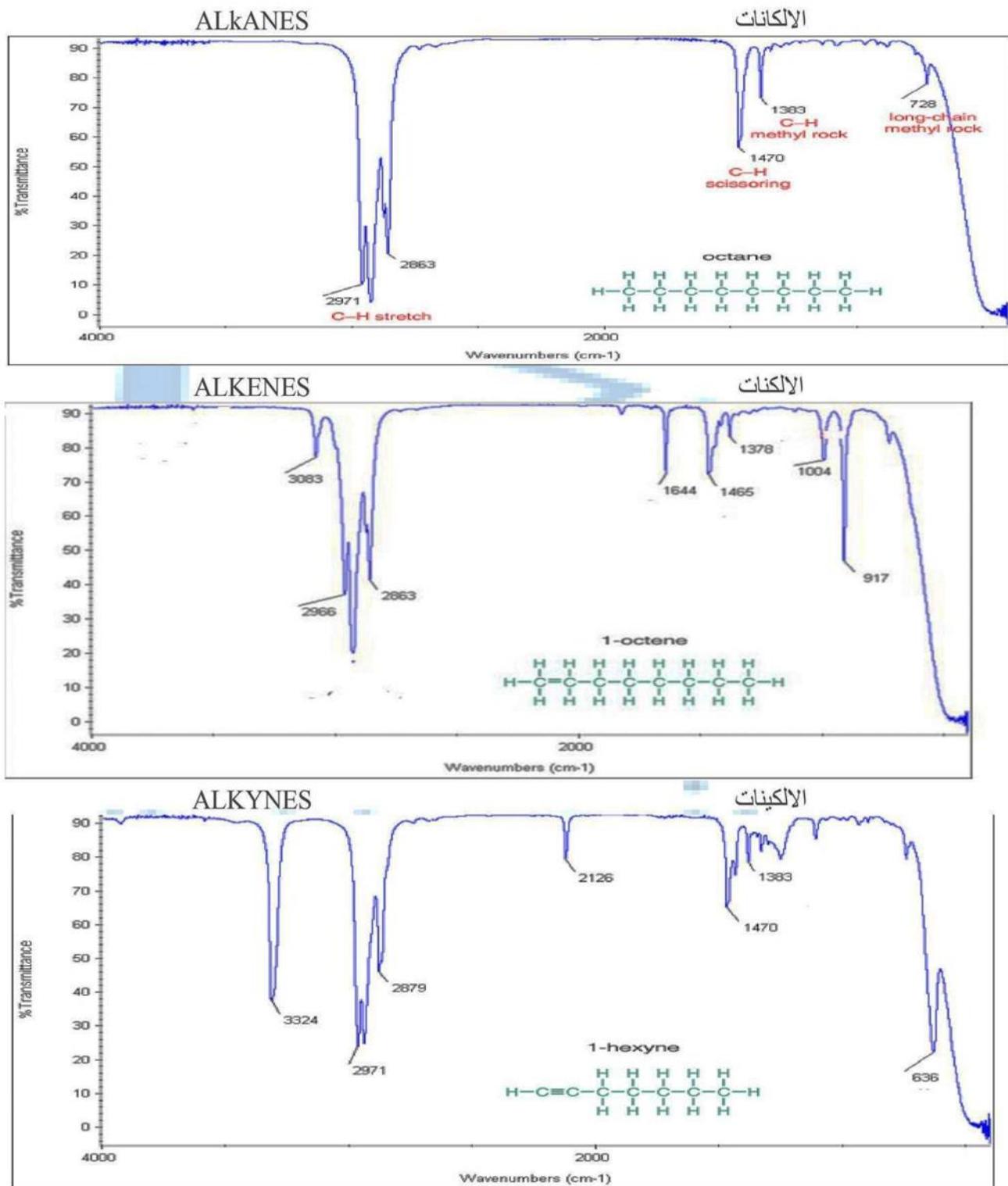
Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3100–3000	C-H stretching
2000–1700	Overtone and combination bands
1600–1430	C=C stretching
1275–1000	In-plane C-H bending
900–690	Out-of-plane C-H bending

جدول 3 عصابات IR للمركبات الحاوية على الأزوٌوت

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3360–3340	Primary amide NH ₂ asymmetric stretching
3300–3250	Secondary amide N-H stretching
3190–3170	Primary amide NH ₂ symmetric stretching
3100–3060	Secondary amide amide II overtone
1680–1660	Primary amide C=O stretching
1680–1640	Secondary amide C=O stretching
1650–1620	Primary amide NH ₂ bending
1560–1530	Secondary amide N-H bending, C-N stretching
750–650	Secondary amide N-H wagging

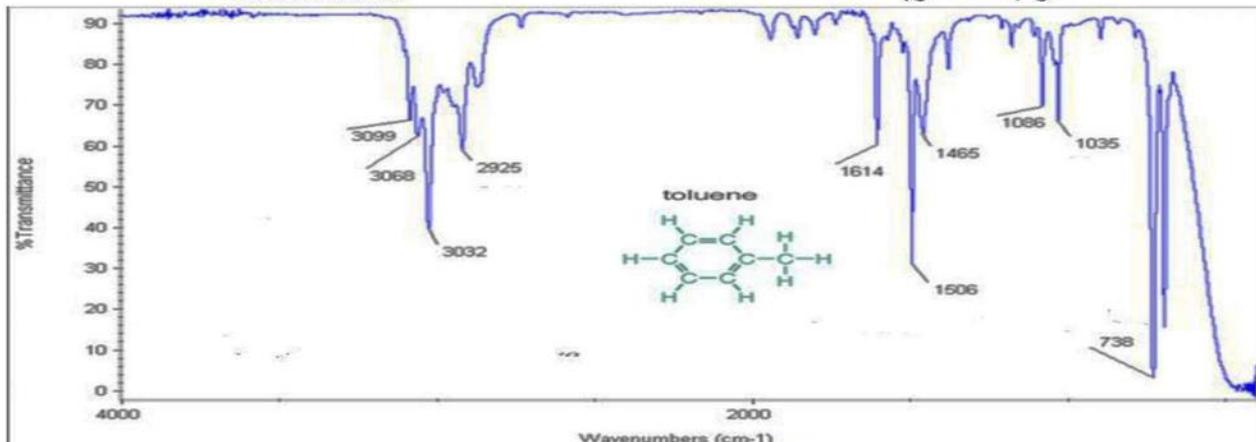
جدول 5 عصابات IR للمركبات الحاوية على الأزوٌوت

Wavenumber (cm ⁻¹)	Assignment
3400 - 3250	Stretching N-H
Primary amine	Two bands : 3300 - 3400 and 3330 – 3250
Secondary amine	1 bande : 3350 – 3310
Tertiary amine	No
1650 - 1580	Bending N-H (primary amine)
1335 - 1250	stretching C-N (aromatic amine)
1250 -1020	stretching C-N (aliphatic amine)
910 - 665	N-H Bending out of plane (Primary and secondary amines)



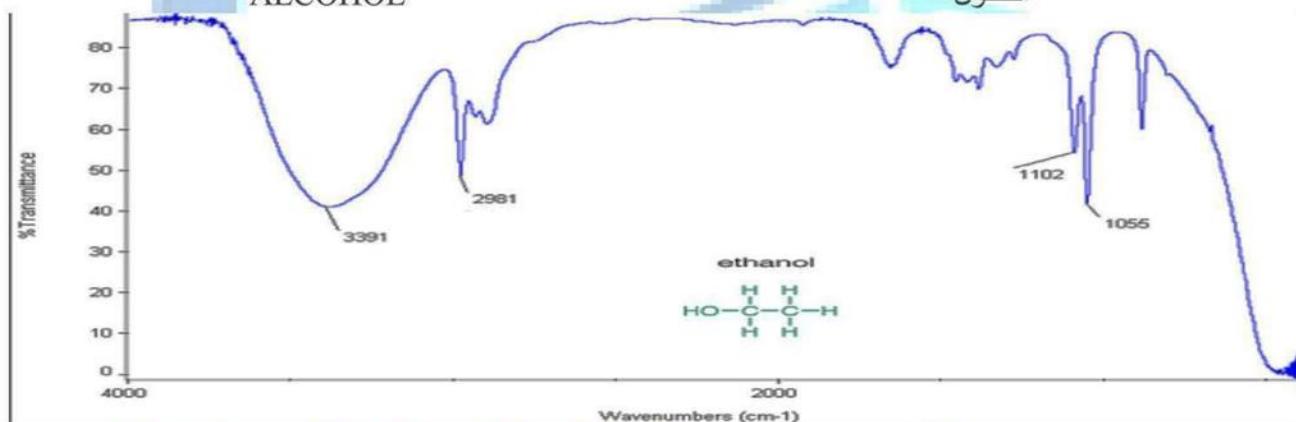
AROMATIC

المركبات العطرية



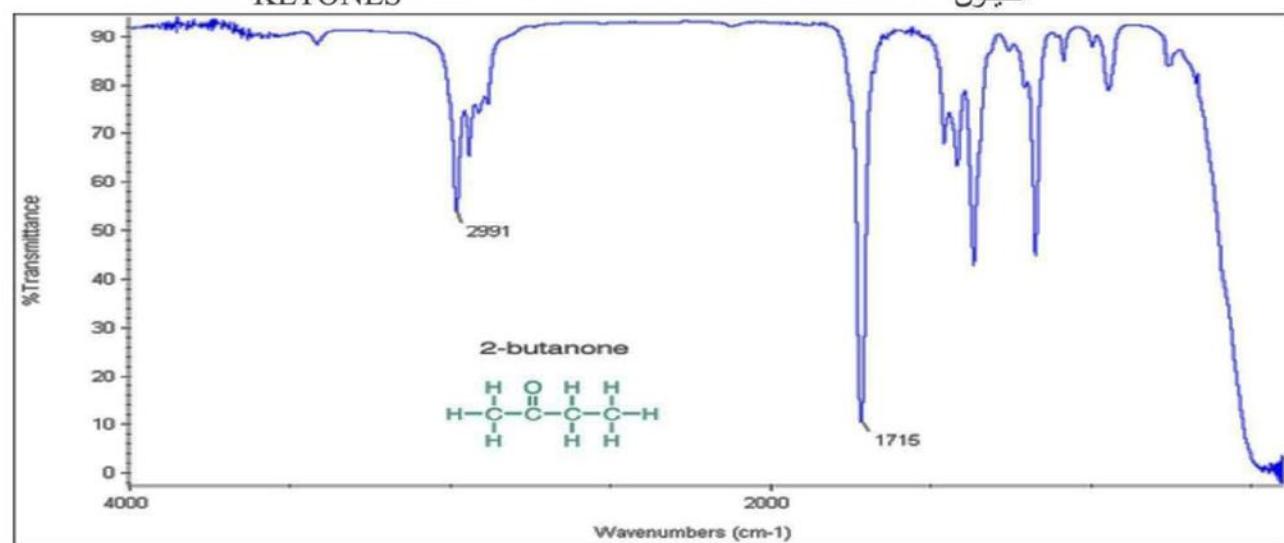
ALCOHOL

الكحول



KETONES

الكيتون

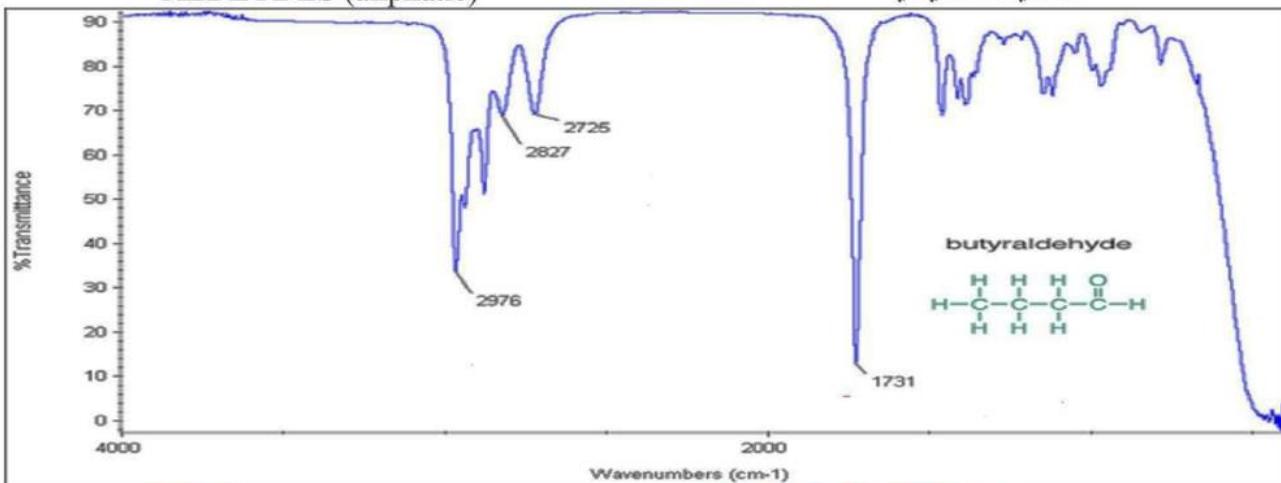


إعداد
خليل ابراهيم العبيد

WWW.MANARA.EDU.SY
+9630412016

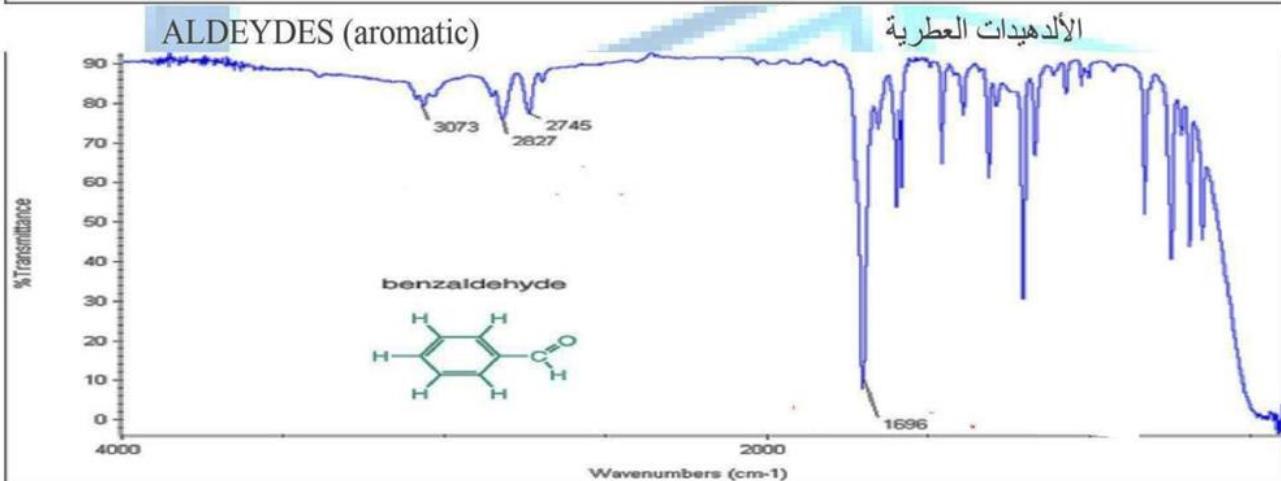
ALDEYDES (aliphatic)

الألدهیدات الأليفاتية



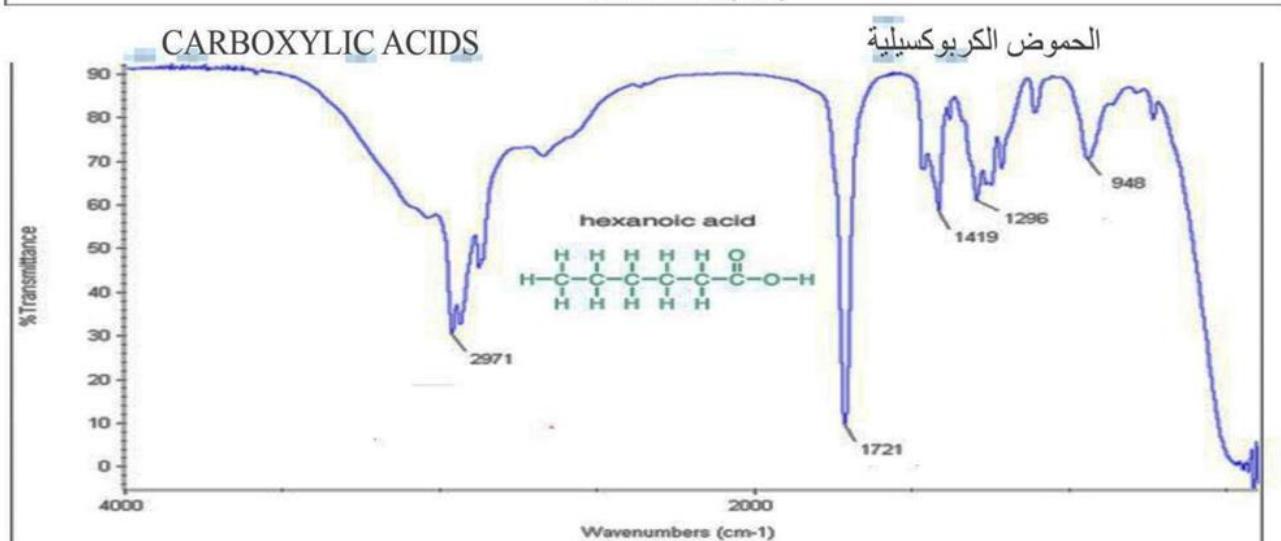
ALDEYDES (aromatic)

الألدهيدات العطرية



CARBOXYLIC ACIDS

الحموض الكربوكسيلي

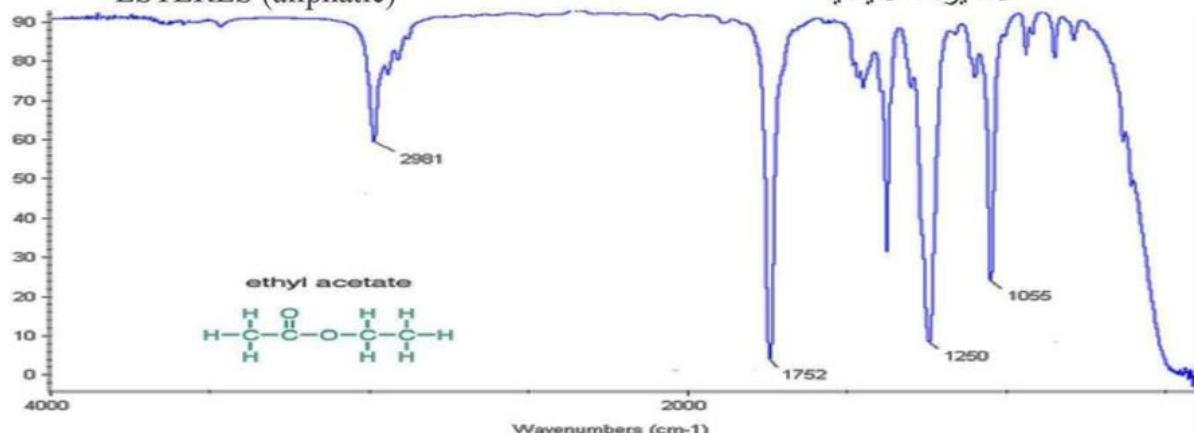


إعداد
خليل ابراهيم العبيد

WWW.MANARA.EDU.SY
+9630412016

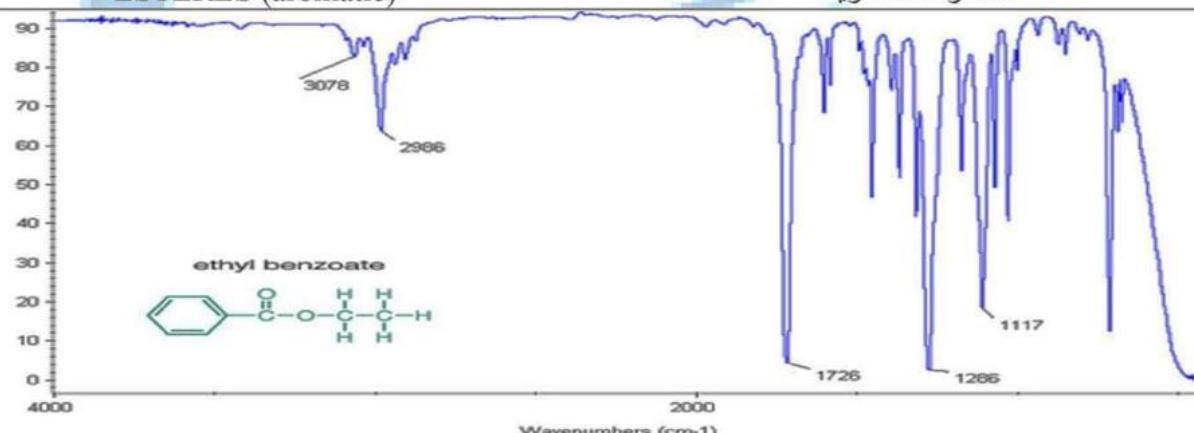
%Transmittance

ESTERES (aliphatic)



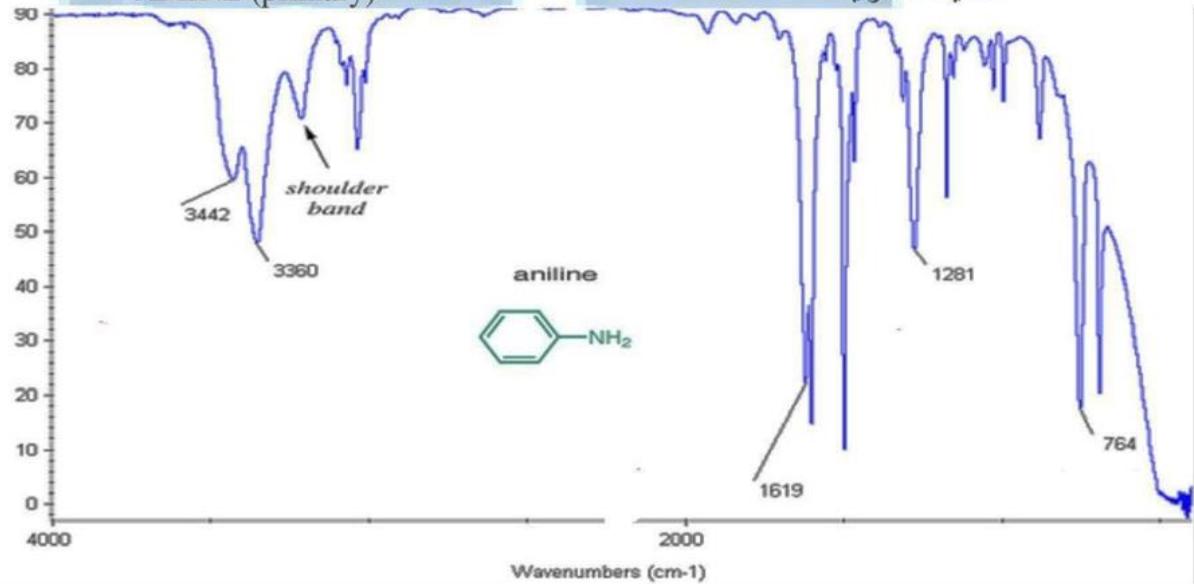
%Transmittance

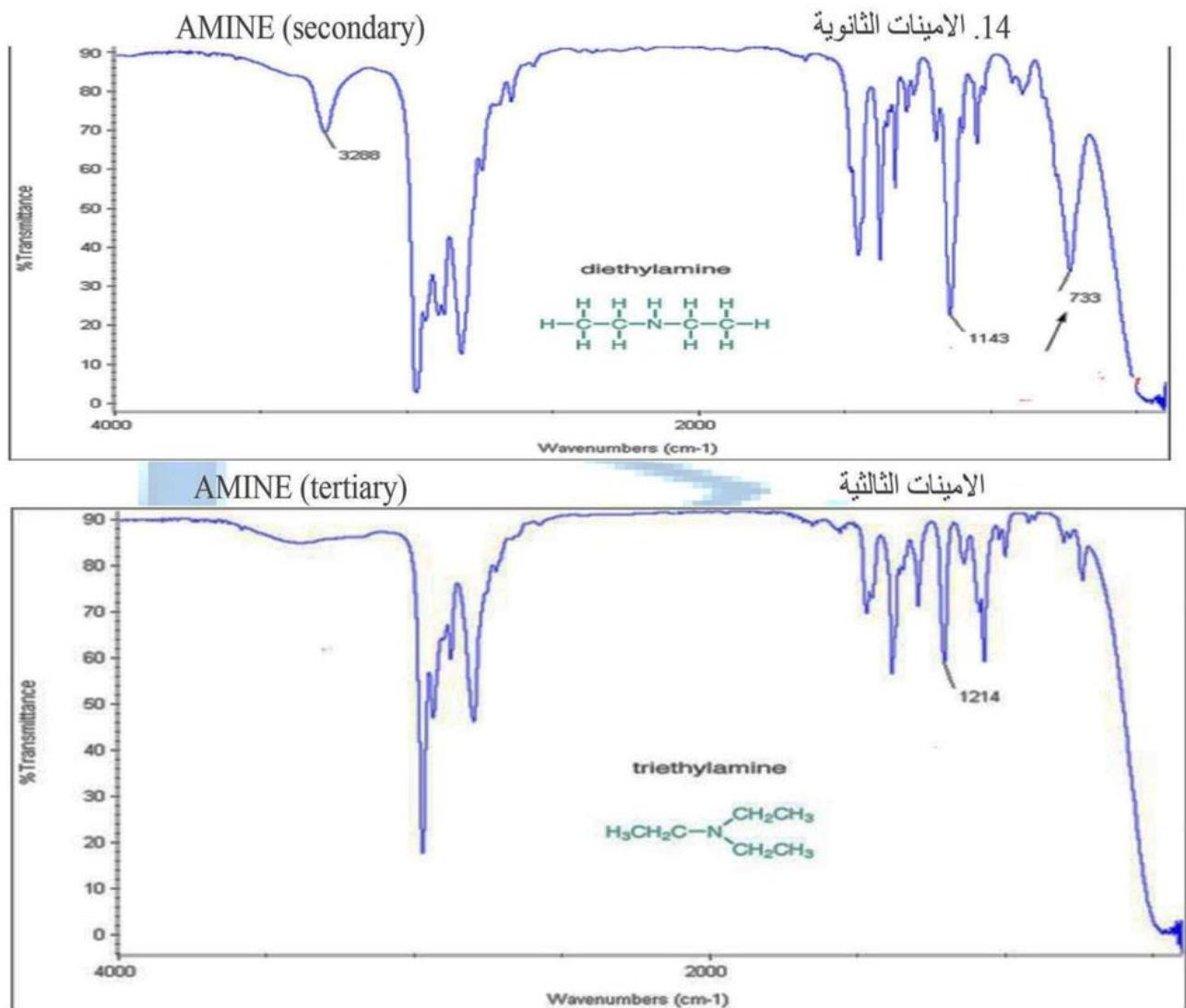
ESTERES (aromatic)



%Transmittance

AMINE (primary)





جامعة المنارة
MANARA UNIVERSITY

بعض المراجع :

- 1- Chemical Analysis - Modern Instrumentation Methods and Techniques, 2nd edition (2007)
- 2- Handbook of Analytical Separations Vol 01 (2000)
- 3- Determination of water by the Karl Fischer method *The International Pharmacopoeia* - Ninth Edition, 2019
- 4- أ.د. محمد معروف ، أ.د. محمد الشحنة ، عملی تحلیل آلی 2 ، منشورات كلية العلوم ، قسم الكيمياء ، جامعة تشرين.
- 5- أ. عادل عباس حسن مجوه ، تجارب في التحلیل الآلي ، كلية المعلمين ، جامعة الملك سعود .
- 6- أ.د. منذر سليم عبد اللطيف ، مبادئ التحلیل الآلي ، كتاب .
- 7- أ.د. منذر سليم عبد اللطيف ، المختصر في حل مسائل الكيمياء التحلیلية الكمية ، 2016 ، كتاب .

هناك مرجع آخر تم الاعتماد عليها في تحضير هذا العمل.

