الجلسة العملية الثالثة:

مقياس الطيف الضوئي Spectrophotometer

الغاية من الجلسة:

التعرف على تقانة مقياس الطيف الضوئي وتطبيقاته الهامة في المجال التحليلي و الصيدلاني.

مقدمة:

- تعد الطرق التحليلية الطيفية من أهم التقانات التحليلية المستخدمة في التحليل لميزاتها العديدة: السرعة- الدقة- سهولة التطبيق.
- تعتمد هذه الطرق على قياس الامتصاصية الضوئية ضمن مجالات محددة من الطيف الضوئي وهي: المجال المرئي و المجال فوق البنفسجي.

1- المجال المرئي: 400-800 نانو متر

2- المجال فوق البنفسجي U.V: 200-400 نانو متر.

أقسم جهاز السبيكتروفوتومتر:

1- المنبع الضوئي: يختلف نوع المنبع الضوئي حسب مجال الضوء المستخدم

المجال المرئي: مصباح تنغستين

المجال فوق البنفسجي: مصباح الديتيريوم.

2- مستفرد اللون:

يسمح لطول موجة محدد فقط بالعبور والنفاذ نحو خلية القياس (الكوفيت), وله عدة أنواع (؟؟؟؟)

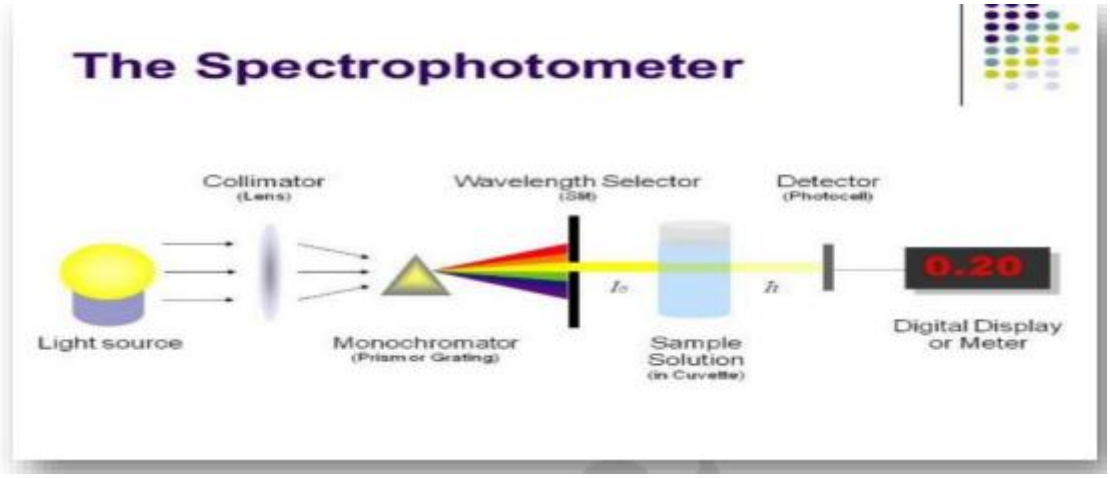
3- خلايا القياس (الكوفيت):

يختلف نوع خلية القياس حسب طبيعة العينة وخواصها وحسب المجال الضوئي المستخدم

- كوفيت بلاستيك
- كوفيت زجاج
- كوفيت كوارتز

4- المكشاف

5- مسجل البيانات



مبدأ عمل الجهاز:

- يصدر المنبع الضوئي حزمة من الأشعة (حسب المجال المستخدم في القياس)
- يقوم مستفرد اللون بالسماح لطول موجة محدد فقط بالعبور (طول موجة الامتصاص الأعظمي)
- يسقط الشعاع الضوئي على محلول العينة: **تمتص جزئيات المحلول كمية من الضوء تتناسب طرداً مع التركيز**
- يتابع الشعاة المتبقي طريقه نحو الى الكاشف.
- يقوم المكشاف بتحويل الإشارة الضوئية إلى اشارة كهربائية ويقيس الفرق ما بين الشعاع الوارد والنافذ ويعبر عنه باستجابة تدعى الامتصاصية.

تطبيقات Spectrophotometer:

1- رسم طيف امتصاص المادة (للمقارنة مع الطيف المرجعي , تحديد الهوية)
2- الحصول على طول موجة الامتصاص الأعظمي (القياس الكمي)
3- القياس الكمي وحساب التركيز.

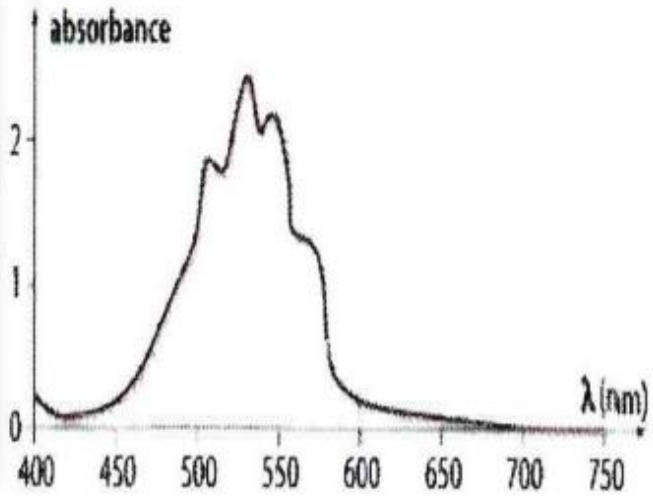
1- رسم الطيف:

يتم رسم الطيف Spectrum Measurement باستخدام جهاز السبيكتروفوتومتر, يمكن من خلال رسم الطيف الاستفادة في المجالات التالية:

- تحديد ذاتية المادة= تحديد الهوية (بالمقارنة مع الطيف المرجعي)
- الحصول على طول موجة الامتصاص الأعظمي للمادة من أجل القياس الكمي.

Table 2: Measurement of Absorption Spectrum for $KMnO_4$

Wavelength (nm)	Absorbance	Wavelength(nm)	Absorbance
400	0.278	520	0.857
420	0.140	540	0.833
440	0.185	560	0.532
460	0.227	580	0.268
480	0.346	600	0.097
500	0.628	620	0.074



2 – القياس الكمي:

يمكت قياس التركيز في المجال المرئي أو مجال UV بعد طرق:

- باسخدام علاقة بيير لامبرت:

$$A = \varepsilon . C . l$$

- عبر خطية الطريقة التحليلية: Linearity

الخطية: تعني وجود علاقة تناسب طردي ما بين التركيز والاستجابة, الاستجابة هنا تسمى امتصاصية

أي يجب أن نتحرى عن خطية الطريقة حتى نتمكن من حساب التركيز.

يجب ان تتحق الخطية كشرط أساسي كي نتمكن من تحديد التركيز, ويتم ذلك وفق الخطوات التالية

1. نحضر سلسلة عيارية من محلول المادة المراد حساب تركيزها.
2. تقاس الالمتصاصية المقابلة لكل محلول.
3. نقوم برسم الخط البياني المعبر عن العلاقة مابين التركيز و الاستجابة باستخدام برنامج الاكسل (العلاقة مابين التركيز والامتصاصية).

4. نحصل على المعادلة المعبرة عن الخط البياني وتكون من الشكل y= m x+ b.
5. نتحقق من شروط الخطية:

شروط الخطية

1) أن تكون قيمة R^2 أقرب مايمن من 1
2) أن تكون قيمة b أقل من 5% من استجابة نقطة منتصف السلسة.

أمثلة:

تمرين 1

تم تحضير السلسلة العيارية التالية من مركب Levofloxacin . وأعطت المعادلة التالية

A	C mcg\ml
0.303	3
0.405	4
0.500	5
0.598	6
0.696	7
0.794	8

$Y= 0.0981 X + 0.0019$

$R^2=0.9999$

احسب تركيز عينة من هذه المادة أعطت امتصاصية y=0.546

كيف تحسب تركيز عينة خارج المجال الخطي للطريقة؟

تمرين 2:

لديك السلسة العيارية التالية:

- احسب تركيز عينة أعطت امتصاصية y= 0.998

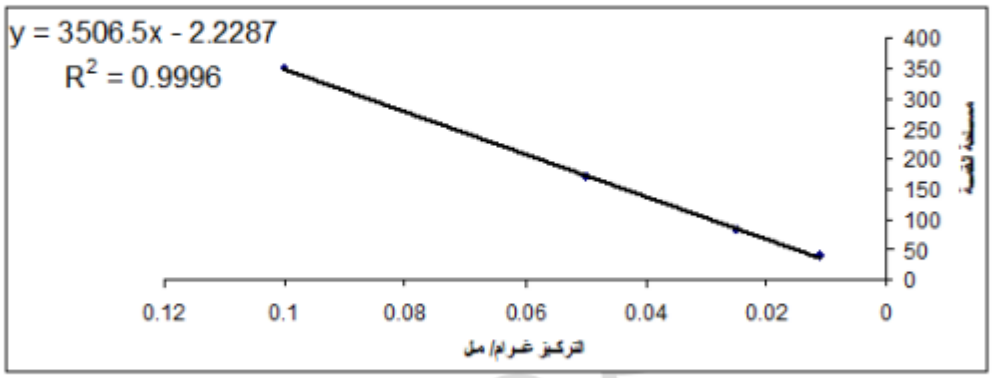
$y = 0.3093 \times 0.0041$

$R^2 = 0.9998$

A	C mg\50ml
0.204	0.63
0.384	1.26
0.694	2.21
0.771	2.48
0.979	3.15

تمرين 3:

هل يمكن استخدام هذه السلسة للقياس الكمي



القسم العملي:

1- hرسم طيف الامتصاص لمحلول البرمنغنات ضمن المجال المرئي و حدد طول موجة الامتصاص الأعظمي.

2- تحضير سلسلة عيارية انطلاقاً من محلول أم بطريقة التمديد:

لديك محلول أم تركيزه ppm100 حضر باستخدام علاقة التمديد سلسلة عيارية مكونة من المحاليل التالية, قم بقياس الامتصاصية عند طول موجة الامتصاص الأعظمي التي حصلت عليها من رسم الطيف

قم بتعبأة الجدول

التركيز ppm /50 ml	الامتصاصية A
10	
20	
30	
40	
50	

بواسطة الاكسل ارسم الخط البياني المعبر عن الجدول الاسبق واستنتج المعادلة المعبرة

اختبر خطية السلسة المحضرة وهل تصلح للقياس الكمي