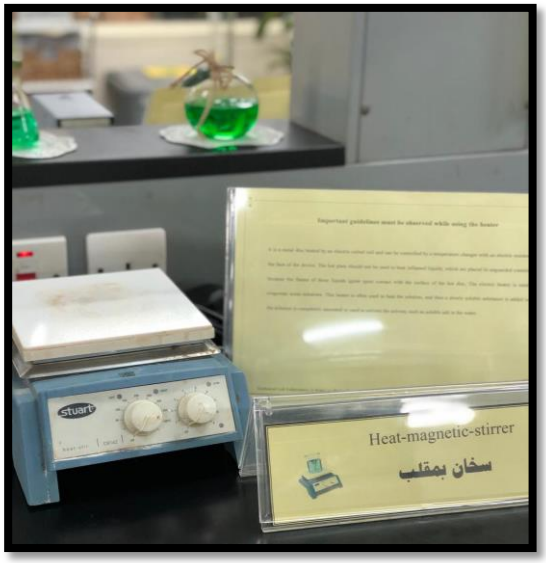
قسم الكيمياء
Department of Chemistry

الإمكانيات المعملية في قسم الكيمياء

قسم الكيمياء
Department of Chemistry

الإمكانيات المعملية في قسم الكيمياء



HPLC

جهاز الكروماتوجرافي عالي الكفاءة (عالي السرعة) للسوائل

تعتبر هذه الطريقة أهم تطوير في طرق الفصل الكروماتوجرافي للسوائل وفيها يكون الوسط الساكن على هيئة جسيمات دقيقه الحجم ويدفع بالوسط المتحرك (السائل) خلال العمود المملوء بالوسط الساكن بإستخدام مضخه عند ضغوط تصل إلى ٨٠٠٠ رطل على البوصه المربعه (Psi) وتستخدم المضخه لتيسير سريان الوسط المتحرك خلال العمود بسرعات تتراوح بين ٠،٠٥ـ ٥ مل/ دقيقه بالرغم من أن جسيمات الوسط الساكن يصل قطرها إلى عدة ميكرو مترات فقط . وقد أمكن بالفعل الحصول على سرعات سريان تتراوح بين ١ـ٤ مل/ دقيقه بإستخدام أعمدة مملؤه بجسيمات يصل نصف قطرها إلى ٥ ميكرو متر. وبهذه الطريقه يمكن فصل المركبات صعبة التطاير أو تلك التي تتأثر بالحراره. ويمكن في هذه الطريقه إستخدام جسيمات دقيقه من مادة صلبه لها خاصية الإدمصاص كوسط ساكن أومواد لها خاصية الإستبدال الأيوني وكذلك المواد الهلاميه ذات المسامات المحدده . ويمكن أيضاً إستخدام سائل محمل على جسيمات دقيقه من مادة صلبه.

وهناك ثلاثة طرق عامه لتحضير الأوساط الساكنه التي تناسب العمل بهذه الطريقه وقد كان لإكتشاف هذه الطرق الفضل في سرعة إنتشار إستخدام هذه الطريقه وهذه الطرق هي:

١- ربط السائل المستخدم كوسط ساكن برابطه كيميائيه مع جسيمات الماده الصلبه الخامله مثل رابطة C-Si التي تقاوم التميه . (hydrolysis) وتستخدم هذه الطريقه لتحميل الهيدرو كربونات المشبعه طويلة السلسله والاثيرات المفلوره على هلام السيليكا.
٢- تحميل الوسط الساكن كطبقه رقيقه جداً (Pellicular) stationary phase على سطح جسيمات الماده الصلبه وذلك لتقليل ممرات الإنتشار والإنتقال خلال الوسط الساكن ، وهذا بالطبع يزيد من سرعة عملية الفصل . وقد أمكن بإستخدام هذه الطريقه تحميل أوساط ساكنه على شكل طبقه رقيقه من مادة هلام السيليكا أو مبادل أيوني أو سوائل مرتبطه كيميائياً مع الطبقه المساميه الخارجيه . ولكن من عيوب هذه الطريقه قلة سعة الوسط الساكن (Capacity) مما يستلزم إستخدام تركيزات منخفضه جداً من العينه لضمان عدم تحميل عمود الفصل فوق طاقته (Overloading)
٣- إستخدام الوسط الساكن على شكل جسيمات مساميه كرويه منتظمه ذات أنصاف أقطار صغيره جداً مثل ٢٠،١٥،١٠،٥ ميكرومتر ، وفي هذه الحاله يمكن إستخدام أعمدة قصيره (١٠ـ٢٥ سم) حيث ثبت أن كفاءتها أعلى وسعتها أكبر من الأوساط الساكنه القشريه.

والمضخه المستخدمه لدفع الوسط المتحرك مصممه بحيث تعطي ضغطاً ثابتاً أوسرعة سريان ثابته ويستخدم في نهاية العمود كشافات عالية الحساسيه . ويتراوح طول أعمدة الفصل عادة من ٢٥ سم إلى ٢ متر ، ونصف قطرها بين ١ـ٥ مم ، وهي تصنع إما من الزجاج أو من الحديد الصلب المقاوم (عديم الصدأ (Stainless steel) . ويكشف عادة عن المكونات المفصوله من العمود بصوره مستمره وذلك بملاحظة الإمتصاص الطيفي لمحاليل المذابات المفصوله أو بمتابعة معامل إنكسارها .

كما يمكن إستخدام كشاف يعتمد على خاصية تأين المذابات في اللهب (Flame ionization detector) وذلك بعد تبخير المذيب منها . وبالرغم من حداثة هذه الطريقه من طرق الفصل إلا أن إستخدامها ينتشر بسرعه كبيره نظراً لكفاءتها المتميزه وسرعتها العاليه . فمثلاً يمكن فصل خمس مركبات عطرية هيدروكسيليه في أقل من ٦٠ ثانيه . وتعتبر درجة الحراره من المتغيرات التي يمكن التحكم فيها في هذه الطريقه للحصول على كفاءه أعلى للفصل . وقد نجحت هذه الطريقه في فصل العديد من المخاليط التي لم يكن فصلها سهلاً بالطرق العادية.

IR

جهاز قياس طيف الاشعة تحت الحمراء

يدرس علم الأطياف 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 ٨٠٠ نانومتر حتى أقصر الموجات الدقيقة حوالي ١ مليمتر.

كي يكون الجزيء فعال في مطيافية الأشعة تحت الحمراء ، بمعنى أن يكون له طيفاً في هذه المنطقة من أطوال الموجة ، يجب أن يمتلك الجزيء عزم ثنائي قطب .وعند تسليط الأشعة تحت الحمراء على الجزيء يحدث تداخل بين المجال الكهربائي للأشعة تحت الحمراء مع المجال الكهربائي المتولد عن عزم ثنائي قطب . وإذا توافق تردد المجال الكهربائي لشعاع من الأشعة تحت الحمراء مع تردد المجال في الجزيء ، فإن الجزيء يمتص هذا الشعاع.

عندئذ يحدث امتصاص الجزيء للطاقة ينقله من مستوى اهتزازي واطئ إلى مستوى اهتزازي أعلى. وعند فقدان الطاقة ورجوع الجزيء إلى مستوى اهتزازه "الأرضي" (ليس مثارا) يحصل انبعاث للضوء تحت الأحمر يمكن لكاشف حساس تسجيله . وتسجل تلك البيانات على جهاز يرسمها على ورق بياني تمثل صورة طيف الأشعة تحت الحمراء.

تستخدم مطيافية الأشعة تحت الحمراء بشكل واسع في الأبحاث والصناعة كوسيلة بسيطة وموثوقة وفعالة للقياس، وضبط الجودة. فهي تستخدم بشكل خاص في التحليل الجنائي في القضايا المدنية وقضايا الجرائم، حيث تمكن من تعيين نوع البوليمر على سبيل المثال. وقد تعتبر أكثر الطرق استخدامًا في المطيافية التطبيقية.

يمكن قياس درجة التبلمر في صناعة البوليمر وذلك بقياس التغيرات في طبيعة أو كمية روابط معينة عند تردد معين مع مرور الزمن.

يمكن لأدوات البحث الحديثة قياس الأشعة تحت الحمراء لعينات تكون محل اهتمامنا بتكرار ٣٢ مرة في الثانية .ويمكن أن يتم ذلك في وقت واحد أثناء القياس باستخدام تقنيات أخرى، وهذا يجعل من مراقبة التفاعلات الكيميائية والعمليات أسرع وأكثر دقة.

استخدمت مطيافية الأشعة تحت الحمراء بنجاح كبير في كل من الكيمياء العضوية وغير العضوية .كما استخدمت أيضًا بنجاح في مجال الالكترونيات الدقيقة لأشباه الموصلات :وعلى سبيل المثال، يمكن تطبيق مطيافية الأشعة تحت الحمراء على أشباه الموصلات مثل السليكون ، وسيلينيد الزنك، والسليكون غير المتبلور، ونتريد السليكون، الخ.

جهاز التحليل الطيفي في مجال الأشعة المرئية وفوق البنفسجية بمثبت حراري

UV

يسلك الضوء المرئي سلوك الضوء فوق البنفسجي في كثير من مظاهره حيث أن كلاهما ينتج عن إمتصاصة إثارة إلكترونية في الجزيئات . كما أن أغلب الأجهزة التي تستخدم في طرق التحليل الطيفي في مجال الأشعة المرئية هي نفسها التي تستخدم في طرق التحليل الطيفي في مجال الأشعة فوق البنفسجية . لذا فقد جرت العادة على دراستهما معاً . ويغطي هذان الطيفان المجال من ٢٠٠ إلى ٨٠٠ نانو ميتر (ميلي ميكرون).

مطيافية فوق البنفسجية والمرئية UV and Visible Spectroscopy

المطيافية الإلكترونية هي أحد أنواع الدراسات الطيفية والتي تعتمد على إمتصاص الأشعة فوق البنفسجية أو المرئية ، ولقد سميت بهذا الإسم لأن إمتصاص الأشعة في هاتين المنطقتين يؤدي إلى إثارة الإلكترونات في الجزيء الذي يمتص تلك الأشعة.

الأطياف الإلكترونية: Electronic Spectra

الطيف الإلكتروني لمركب ما عبارة عن منحنى يوضح تغير شدة الإمتصاص (الإمتصاصية) مع تغير طول موجة الأشعة المارة في محلول المركب تحت الدراسة . ويهمنا من هذا المنحنى معرفة طول الموجة التي تكون عندها شدة الإمتصاص أكبر مايمكن ويرمز لها بالرمز λmax وكذلك معامل الإمتصاص المولي ε عند هذه الموجة . وترتبط شدة الإمتصاص (A) بتركيز المحلول (C) وطول الخلية (L) بالمعادلة التالية:

$$A = \varepsilon cl$$

وتعرف هذه المعادلة أحياناً بإسم قانون لامبرت- بير ومنها يتضح أن شدة الإمتصاص للمركب (أو إمتصاصية المركب) تتناسب طردياً مع كل من التركيز المولي (C) وطول الخلية (L) ، وأن معامل الإمتصاص المولي لمركب ما يساوي شدة الإمتصاص لمحلول المركب الذي تركيزه ١ مول / لتر وموضوع في خلية طولها ١ سم.

ويعتبر كلاً من λmax و ε من الثوابت الفيزيائية التي تميز المركبات العضوية عن بعضها . ولا تصلح هذه العلاقة في حالة التركيزات المرتفعة جداً . لذا ينصح في التطبيق العملي إستعمال المنحنى العياري (Calibration curve) للإمتصاص بدلالة التركيز عند قمة الإمتصاص الضوئي للمركب . كما يمكن تقدير الكثير من المواد التي لا تمتص الضوء مباشرة وذلك بإضافة مركبات معينة لتكون متراكبات ماصة للضوء أو تكون مجموعة إمتصاص(Chromophore) .

مكونات جهاز UV- Visible الأساسية:
١- المصدر الضوئي ٢- خلية العينة ٣- موحد طول الموجة ٤- الكشاف ٥-الشاشة: (Monitor)

المصادر الضوئيه: وهنا يوجد نوعين من المصادر الضوئية الأول عبارة عن لمبة تنجستن (lamp Tungsten -) بالنسبة لقياس الأشعة المرئية (Visible)في المدى (٣٥٠ – ٨٠٠) نانوميتر. والمصدر الضوئي هو عبارة عن لمبة ديوتيريوم (lamp D_2 -) وهي لمبة لايفضل مشاهدتها بالعين المجردة لأنها يمكن أن تسبب العمى المؤقت نظراً لقوة إشعاعها . هذا بالنسبة لقياس الأشعة فوق البنفسجية في المدى (٢٠٠ - ٣٥٠) نانوميتر.

خلية العينة: Sample Cell

وهي إما أن تكون مصنوعة من الزجاج أو تكون مصنوعة من الكوارتز والكوارتز أفضل لأن الخلية المصنوعة من الزجاج من ضمن مكونات صنعها الصوديوم الذي يمتص في مجال UV لذلك يفضل إستخدام خلايا مصنوعة من الكوارتز وهذه الخلايا لايكون من ضمن مكونات صنعها الصوديوم.

تطبيقات طيف الأشعة المرئية وفوق البنفسجية:
يعتبر طيف إمتصاص الأشعة في المجال المرئي وفوق البنفسجي وسيلة مفيدة لتأييد دليل على تركيب بنائي معين لمركب ما ويندر وجود إمتصاص مختار يعطي برهاناً قاطعاً على تفاصيل تركيب معين لكن بالطبع يمكن أن تساعد في ترجيح أحد الإحتمالات المتعددة . وعلى سبيل المثال فإن عدم وجود إمتصاص في المجال ٢٧٠ – ٢٨٠ نانو ميتر يعتبر دليلاً قاطعاً على عدم وجود حلقة بنزين في المركب . كما أن إنعدام الإمتصاص من ٢١٠ نانوميتر حتى المجال المرئي دليل قاطع على عدم وجود روابط ثنائية متناوبة . وإن عدم وجود الإمتصاص حتى ١٨٠ نانوميتر فإن هذا دليل على عدم وجود رابطة ثنائية في المركب.

جهاز كروماتوغرافيا الغاز

تعرف ايضا باسم كروماتوغرافيا السائل الغاز (GLC)، وهو نوع من انواع الكروماتوغرافيا يكون فيه الطور المتحرك غاز ناقل و هذا الغاز عادة ما يكون غاز خامل مثل الهليوم أو النيتروجين أما الطور الثابت فهو طبقة رقيقة من سائل مدعمة على مادة صلبة خاملة . و يكون الطور الثابت داخل انبوب طويل و ضيق يعرف باسم العمود .

يعود تاريخ الكروماتوغرافيا إلى ١٩٠٣ حيث قام بابتكار طريقة الكروماتوغرافيا العالم الروسي ميخائيل سيمينوفيتش تسويت. و لكن اعماله بهذا المجال لم تعرف في حينها لأنه كان يكتب فقط بالروسية .و لكن في عام ١٩٤٧ قام الطالب الالماني فريتز بيريور بتطوير كروماتوغرافيا الغاز ذو الطور الصلب . و في عام ١٩٥٠ قام ارثر جون بورتير مارتين و الذي حصل على جائزة نوبل في الكيمياء نتيجة تطويره لطريقة كروماتوغرافيا السائل – السائل عام ١٩٤١ و كروماتوغرافيا الورق عام ١٩٤٤ قام بتطوير كروماتوغرافيا السائل- الغاز .

كروماتوغراف الغاز هو جهاز تحليلي كيميائي لفصل وتمييز المواد الكيميائية في العيّنة. يستعمل كروماتوغراف الغاز أنبوب طويل و ضيق يعرف باسم العمود، حيث تحقن العينة بداخله و من ثم تفصل المواد الكيميائية المكونة للعينة بداخله و تنتقل خلاله بسرعات متفاوتة و ذلك اعتمادا على المواد الكيميائية المختلفة و الخصائص الفيزيائية لكل مادة. و أثناء خروج المواد الكيميائية من طرف العمود ، فإنها يتم الكشف عنها و تمييزها إلكترونيا. إنّ وظيفة العمود هي فصل و تركيز مكونات العينة المختلفة من أجل تضخيم الاشارة التي يكشف عنها و تمييزها .

في تحليل كروماتوغرافيا الغاز، فإن حجم معلوم من المادة المحللة الغازية او السائلة يتم حقنه في مدخل العمود باستخدام حاقنة ميكروسكوبية . و على الرغم من ان الغاز الحامل ينقل جزيئات المادة المحللة خلال العمود ألا أن هذه الحركة يتم اعاقتها من خلال امتزاز جزيئات المادة المحللة إما على جدران العمود أو على مواد المعبأة للعمود .و يعتمد معدل انتقال الجزيئات في العمود على مدى قوة الامتزاز و الذي بدرة يعتمد على نوع الجزيء و على نوع المواد المعبأة للعمود . و حيث أن لكل مادة معدل انتقال خاص بها فإنه يمكن فصل مكونات العينة كل حسب سرعة انتقاله خلال العمود و بالتلي التفاوت في سرعة وصولها إلى طرف العمود .و يستخدم مكشاف للكشف عن المكونات التي تخرج من العمود فور خروجها و يتم الكشف عنها كل على حدة حسب زمن خروجها من العمود .

يوجد نوعان من الأعمدة تستخدم في كروماتوغرافيا الغاز :

١ – الأعمدة المعبأة و هي تحتوي على الطور الساكن أو على الطور الساكن مستندا إلى مادة صلبة داعمة و يبلغ طولها عادة من ١.٥ – ١٠ متر و القطر الداخلي للعمود من ٢-٤ ملم .

٢ – الأعمدة الشعرية و يبلغ قطرها الداخلي بضعة اعشار من المليمتر و يبلغ طولها عشرات الامتار و لها كفاءة عالية في فصل المزائج المعقدة . و بما ان زمن الاستبقاء أي الزمن بين حقن العينة و خروجها من العمود و اكتشافها بواسطة المكشاف يعتمد على درجة الحرارة و يتغير بتغيره توجب وضع عمود الفصل في فرن خاص يمكن ضبط درجة حرارته بشكل دقيق . و في كروماتوغرافيا الغاز يستخدم عدد من المكشافات و يمثل المكشاف العين الآلية التي تبصر مكونات العينة أثناء خروجها من عمود الفصل . فمن اشهر المكشافات استخداما هو مكشاف الموصلية الحرارية TCD و الذي يعين التغيرات في الموصلية الحرارية للمادة المتدفقة و الميزة الهامة لهذا المكشاف هو قدرته الفائقة للكشف عن أي مادة ما عدا الغاز الحامل . توجد انواع أخرى من المكشافات و هي مكشاف التأين اللهبي FID و يستخدم للكشف عن أغلب المركبات العضوية و مكشاف الإلتقاط الإلكتروني ECD للكشف عن الهاليدات و النترات و النيتريلات و البيروكسيدات و الأنهيدريدات و عضويات الفلزات . و يوجد مكشاف آخر يعرف باسم المكشاف الفوتومتري اللهبي FPD و يستخدم للكشف عن الكبريت ، الفوسفور ، القصدير ، البورون ، الزرنيخ ، الجرمانيوم ، السيلينيوم و الكروم .و هناك كمشاف آخر يعرف باسم مكشاف التأين الضوئي PID و يستخدم للكشف عن الهيدروكربونات الأليفاتية و الأروماتية و الكيتونات ، الأسترات ، الأمينات ، الحلقيات غير المتجانسة ، مركبات الكبريت العضوية و بعض عضويات الفلزات .

Important guidelines must be observed while using the fusion device

•The **melting point** of the solids is the degree at which the solid is converted to the liquid state. To measure the degree of fusion we use a device known as a melting point measurement device. Organic compounds have low melting points compared to inorganic compounds with high melting points. When measuring the degree of fusion, we use a thin capillary tube open from the tip and closed from the other end, where the material is filled to measure the degree of fusion and then put this tube capillary flour in the measurement of the degree of fusion

Method of using the device:

1 - Clean the surface of the metal piece

2 - Put an appropriate amount of material to know the degree of fusion in the capillary tube and place the tube in the place allocated to it accurately.

3 - raise the temperature gradually, and when the melting of the solids read the temperature immediately.

4. After completing the measurement process, disconnect the power from the device and pull the capillary from the device, and clean the device.

Ways to maintain the device:

The measurement of the degree of fusion is a sensitive device and therefore when dealing with it must be taken care and caution. The appliance should be cleaned from time to time. Heating should be done only from the designated area and the liquid in the tube should be replaced from time to time.

It should also be kept clean and kept away from chemicals. Make sure that the capillary tube is sealed from the bottom and resistant to heat.

When keeping the measuring devices of fusion degree, they should be kept in clean and non-wet cupboards. When storing the device, this should be kept vertically if it contains liquid. In the case of long-term preservation, the liquid should be emptied from the tube and thoroughly washed. And dried.

•Install heating panels on a stable surface, away from flammable materials or flammable materials, including wood and paper.

• Do not move the heating baths from their places only after the cooling of the internal fluid.

• Make sure the bathroom is equipped with an overheating unit or an automatic cutter that separates the power if it exceeds the specified heat.

• Use a heating bath with a temperature control that is much lower than the flash point of the liquid used in the bathroom.

• Provide the heating bath with a mercury thermometer to monitor the temperature by direct view.

Water bath is the most common types of heating baths in laboratories. Following the following guidelines when using a water bath:

• Clean the water bath regularly with disinfectant such as phenol cleaners, and can be added to the water.

• Avoid the use of NaN3 to prevent the growth of microorganisms, because it is explosive compounds with some minerals.

• Raise the water bath to 90 ° C or higher for 30 minutes once a week for sterilization.

• Unplug the unit from the power outlet before filling or discharging and check the power supply continuously.

Important guidelines must be observed while using a water bath

Important guidelines must be observed while using the balance

The scales vary according to the purpose for which they are used. These include accurate scales that give readings for four digits and decimal numbers. Both types are used to measure the mass of the material used in the chemical experiment. The scales are also different in design. The most common types are digital Balances or In which the value of the block is written on its final number. Even this type has many varieties, but the most used varieties is the top cuff top Loding and is used according to the following method:

• Please do not move the balance because it calibrates and any movement spoils the calibration and therefore invalid reading.

• The device is yellowed after it is turned on by pressing the beep. This means that if you place anything above the cuff and press the key, the balance is reset as if there is no above it. This is useful in the use of cups.

• When weighing, press zero (zero) until the zero (0.00 g) appears.

• Then put the material to be weighed and wait until the reading and then recorded.

• Do not press or touch any other alarms because this corrupts the calibration and therefore does not give correct readings.

Important guidelines must be observed while using the heater

It is a metal disc heated by an electric coiled coil and can be controlled by a temperature changer with an electric resistor on the face of the device. The hot plate should not be used to heat inflamed liquids, which are placed in unguarded containers because the fumes of these liquids ignite upon contact with the surface of the hot disc, The electric heater is used to evaporate some solutions. This heater is often used to heat the solution, and then a slowly soluble substance is added until the solution is completely saturated or used to solvent the solvent, such as soluble salt in the water.

Responsible lab

MS. Raja Nogali

Laboratories No:1