

**الربط المباشر بين تقانة الكروماتوغرافيا الادمصاصية
السائلة وتقانة تحويل فورييه لمطيافية تحت الحمراء
on - Line HPLC - FTIR coupling**

د. جهينة ديب

□ ملخص □

يتناول البحث دراسة فعالية طريقة الربط المباشر بين تقانة الكروماتوغرافيا الادمصاصية السائلة بالضغط العالي وتقانة تحويل فورييه لمطيافية الأشعة تحت الحمراء في التحديد النوعي للمزائج المعقدة. جرت الدراسة على مزيج من مأكبات ثنائي ميثيل الفينول. لقد بيّنت هذه الدراسة فعالية هذه الطريقة التحليلية في تحديد المركبات غير المنفصلة كروماتوغرافياً والمركبات النذرة الموجودة في العينة وبكل دقة.

مقدمة:

التحديد النوعي فقط من خلال تفريق هذه المزائج إلى مكوناتها وهذا ماتقدمه وتنفرد فيه في الواقع الطرائق الكروماتوغرافية السائلة. من هنا برزت أهمية طرائق الربط بين تقانة الكروماتوغرافيا السائلة تحت الضغط العالي وبين الطرائق الطيفية /11 - 8/.

الأجهزة المستخدمة:

1 — جهاز فصل كروماتوغرافي (Dokol/Carlzeiss Jena).

— كاشف أشعة فوق بنفسجية (254nm) UV-Detektor.

— مضخة.

— عمود فصل من السيلكاجل غير المعدلة. Lichrosorb-Si60 , 10mm , 250 X 4mm

— راسم.

— الطور المتحرك مؤلف من (ن-هبتان/ايتانول)

(2/98)

(v/v)

— العينة مؤلفة من خمس مراكبات من ثنائي ميثيل فينول (DMP).

(2.6-, 2.5-, 2.3-, 3.4-, 3.5-DMP)

تركيز 5mg من كل مركب في 1ml من الايتانول.

2 — مطياف الأشعة تحت الحمراء (بجهاز بكمبيوتر) (JRF-180/ZWG Berlin).

تتماز تقانة الكروماتوغرافيا الادمصاصية تحت الضغط العالي والتي هي أحد أنواع الكروماتوغرافيا السائلة ذات الفعالية العالية والمسماة (HPLC) بمقدرتها الفائقة على فصل وتحليل مجموعة كبيرة من المركبات المتواجدة سوية في مزيج معقد وبأن واحد، وتميز بالانتقائية العالية في الفصل إضافة إلى كونها من أسرع طرائق الفصل الكروماتوغرافي وخاصة بعد ربط جهاز الفصل الكروماتوغرافي بجهاز كشف متواصل الأمر الذي يؤدي إلى نتائج تحليلية سريعة تتميز بزمن قصير جداً.

لكن وعلى الرغم من هذه المزايا كلها تعدّ المعلومات المستثمرة من خلال كروماتوغرام الفصل الكروماتوغرافي للمزائج المعقدة عند استخدام كاشف الأشعة فوق البنفسجية غير كافية في بعض الحالات من أجل التحديد النوعي لمكونات هذه المزائج وخاصة المجهولة منها والحاوية على مركبات متماكية. لهذا كان لا بد من استخدام كاشف من نوع آخر وذو فعالية أعلى /7 - 1/.

من جانب آخر تملك الطرائق التحليلية الطيفية المتنوعة (NMR, MS, JR) وغيرها) القدرة على التحديد النوعي ولكنها لا تتمتع بفعالية عالية عند تحليل المزائج المعقدة. يُمكن رفع فعالية هذه الطرائق في

القسم العملي:

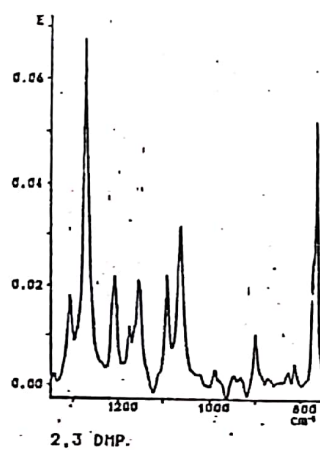
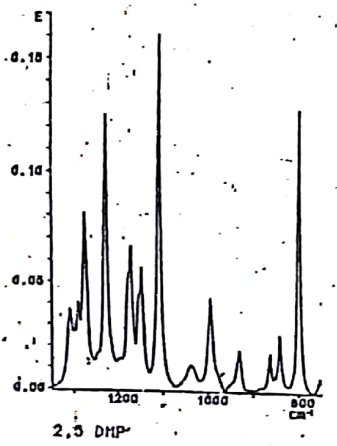
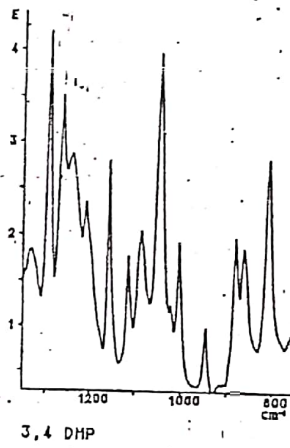
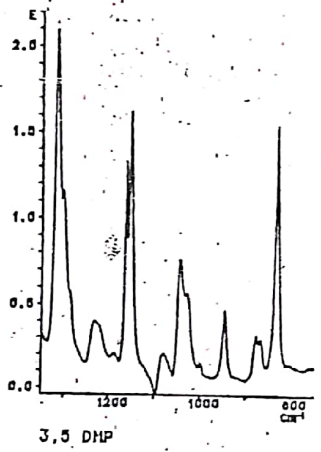
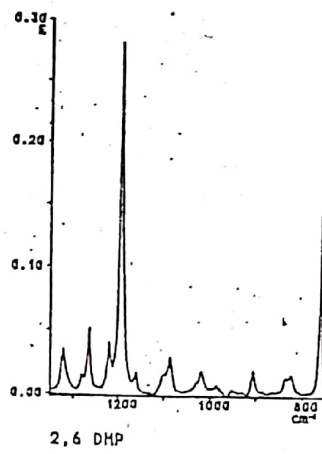
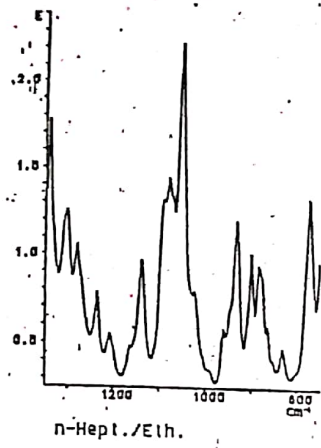
تدخل العينة المفصولة والخارجة من عمود الفصل الكروماتوغرافي مباشرةً إلى كاشف الأشعة فوق البنفسجية ومن ثم إلى خلية الجريان الموجودة داخل كاشف تحويل فورييه لمطياف الأشعة تحت الحمراء.

قبل البدء بعملية التحليل حصلنا على الطيف المقارن لكل من مركبات العينة الخمسة وللطور المتحرك. شكل رقم (1).

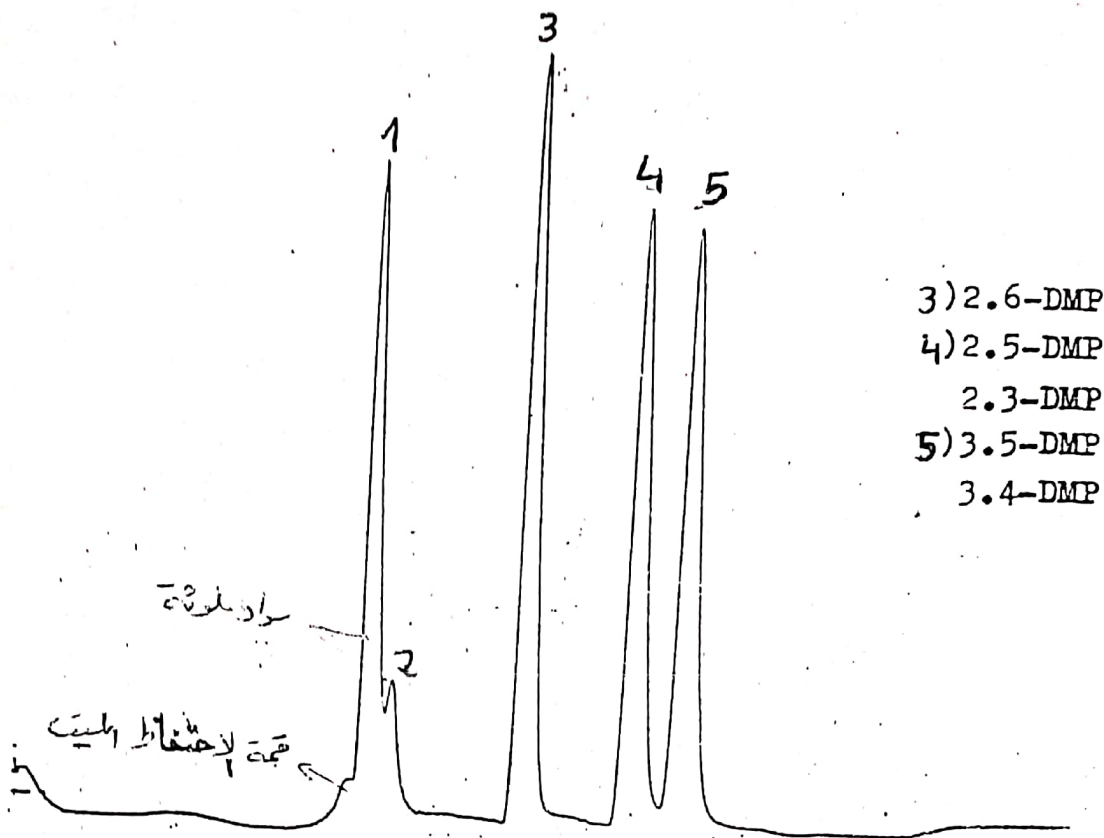
النتائج والمناقشة:

أظهر الفصل الكروماتوغرافي من خلال كاشف الأشعة فوق البنفسجية للعينة المدروسة والمؤلفة من خمس مركبات من ثنائي

ميتيل فينول (DMP) خمس قمم فصل كروماتوغرافية، يُظهر الشكل رقم (2) كروماتوغرام الفصل. عند مقارنة مخطط الفصل الكروماتوغرافي وكاشف الأشعة فوق البنفسجية مع مخطط طيف الأشعة تحت الحمراء. من خلال الكمبيوتر تبين أن القمة الأولى والثانية في كروماتوغرام الفصل تعود إلى مواد نزرمة موجودة في العينة تمتص الأشعة فوق البنفسجية. عولج الطيف الملتقط لكروماتوغرام الفصل في الكمبيوتر حيث نتج من خلال هذه المعالجة العرض البياني ثلاثي الأبعاد شكل رقم (3). أظهر هذا العرض خمس قمم واضحة للمركبات الخمسة المكونة للعينة وبمقارنة



شكل (1) طيف مقارن R-لماكبات ثنائي ميثيل الفينول (DMP) وللطور المتحرك (ن - هبتان/إيثانول)
(سحب الطيف تمَّ باستعمال طريقة كرية بروميد البوتاسيوم 5مغ من كل مركب من مركبات DMP)



شكل (2): فصل مماكبات ثنائي ميثيل الفينول (DMP)

– الطور الثابت: سيلكاجل 100 – Si

10mm , 250 X 4mm

– الطور المتحرك: ن – هبتان/اميتانول

(v,v) (2/98)

– سرعة تدفق الطور المتحرك: 1مل/دقيقة.

– العينة: 50mg من كل مركب في 1مل من الايتانول.

– الكمية المحقونة: 10 µl

– كاشف أشعة فوق بنفسجي (254nm).

1 وهي قمة مركب 2,6-DMP (2,6) – ثنائي ميثيل فينول (12). تتضمن القمة الكروماتوغرافية الرابعة (4) مركبين، يظهر ذلك في العرض البياني ثلاثي الأبعاد، قمة امتصاص أعظمية أولى توافق 1122cm^{-1} وهي قمة مركب 2.5-DMP (12). والقمة

العرض البياني مع كروماتوغرام الفصل الكروماتوغرافي تمكنا من التحديد النوعي لقمم الفصل. تبين المقارنة أن قمة الفصل الكروماتوغرافية الثالثة تضم مركباً واحداً حيث تظهر له قمة امتصاص أعظمية في العرض البياني ثلاثي الأبعاد عند 1169cm^{-1}

الادمصاص السائلة تحت الضغط العالي وبين تحويل فورييه لمطيافية الأشعة تحت الحمراء إلى النتائج التالية:

1 امكانية تحديد المركبات النذرة الموجودة في العينة.

2 امكانية التحديد النوعي لمكونات العينة من خلال كاشف تحويل فورييه لطيف الأشعة

تحت الحمراء FTIR - DETECTION

3 امكانية كشف مركبات لم يتم كشفها مع

كاشف الأشعة فوق البنفسجية UV-

Detection وذلك من خلال العرض

البياني ثلاثي الأبعاد والتبوغرافي

لكروماتوغرام الفصل الكروماتوغرافي

الذي يقدمه كاشف تحويل فورييه لطيف

الأشعة تحت الحمراء باستخدام الكمبيوتر.

الثانية توافق 1280cm^{-1} وهي قمة مركب

DMP-2.3 (12). وتتضمن القمة

الكروماتوغرافية الخامسة (5) على

كروماتوغرام الفصل مركبين أيضاً وهذا ما

يوضحه العرض البياني ثلاثي الأبعاد، حيث

تظهر قمة مركب DMP-3.5 (12) عند

1168cm^{-1} وقمة مركب DMP-3.4 (3)

عند 1298cm^{-1} (12). بالإضافة إلى ما تقدم

تمكنا باستخدام الكمبيوتر الموجود داخل

كاشف تحويل فورييه لطيف الأشعة تحت

الحمراء التقاط صور طبوغرافية للعرض البياني

ثلاثي الأبعاد، تُعطي هذه الصورة، شكل رقم

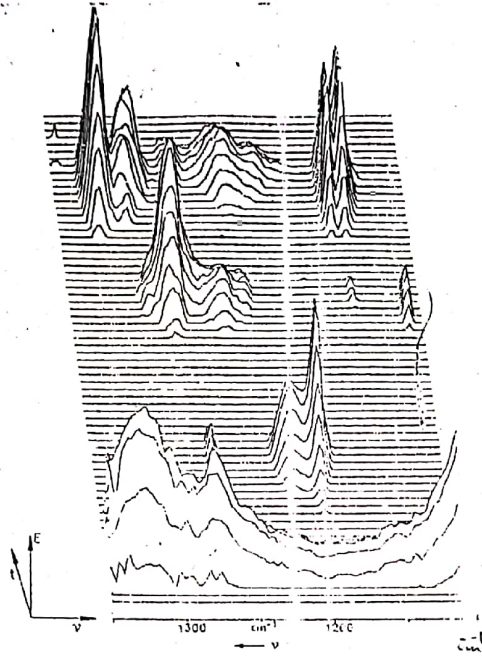
(4) كما هو واضح إمكانية تحديد النهاية

العظمى لكل قمة بدقة ووضوح لجميع

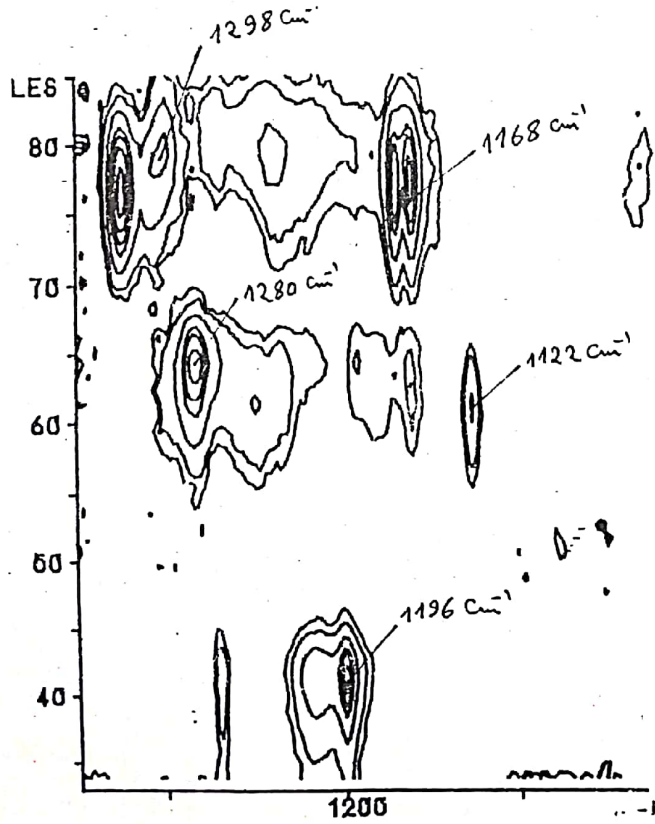
مكونات العينة المفصلة (3).

توصلنا نتيجة هذا البحث إلى أن

طريقة الربط المباشر بين كروماتوغرافيا



شكل (3) العرض البياني ثلاثي الأبعاد - 3D
لكروماتوغرام الفصل الكروماتوغرافي
لماكيات ثنائي ميثيل الفينول (DMP).



شكل (4): صورة تبوغرافية للعرض البياني
ثلاثي الأبعاد (شكل 3).

ABSTRACT

The sensitivity of the on-line HPLC/FTIR coupling technique for specific identification of complex mixture was reported.

Our study was concentrated on the measurement complex-mixture-model of the dimethylphenol isomers-components. the results obtained show the high sensitivity of the analytical method, we used for chromatographical identification of the nonseparated compounds and the other poluted compounds in the samples.

المراجع

- /1/: Levin, S. Grushka, E, Anal. chem. 58(1986)1602 .
- /2/: Brown, R.S, Amaseis, P. G, Taylor, L. T: chromatographia 18(1984) .
- /3/: Conory, C.M, Graffiths, P.R.: Anal. chem. 57(1985)822 .
- /4/: Combellas, C. and Bayarl, H.: J. Chromasogr. 259(1983)211 .
- /5/: Yenng, E.S.: "Detector for liquid chromatography" ,Ed. by Yeung E.S, John wiley and Sons, New York (1986)64.
- /6/: Johnson, C.C., Taylor, L.T: Anal. chem. 55(1983)436 .
- /7/: Sabo, M. < Gross, J., Wang, Jia-Stem, Rosenberg, I.E. Anal. chem. 57(1985)1822 .
- /8/: Vidrine, D.W., J. chromatogr. sci. 17(1979)477 .
- /9/: Vidrine, D.W., Mattson, D.R., Applied spectroscopy .
- /10/: Wilcox, C.D., phelan, R.M: J. chromatogr. 24(1986)1 .
- /11/: Taylor, L.T.: J. chromatogr, sci. 23(1985)265 .
- /12/: DMS - Karlei, weinheim, Verlagchemie 1956 .