حل امتحان السداسي الأول في مقياس أجهزة الكروماتوغرافيا

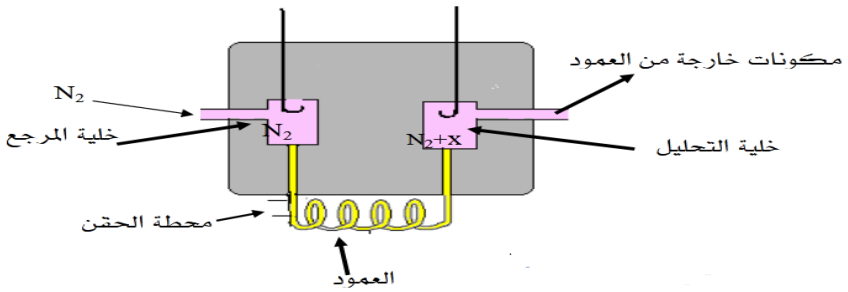
ماستر1 كيمياء تحليلية

2024 2025

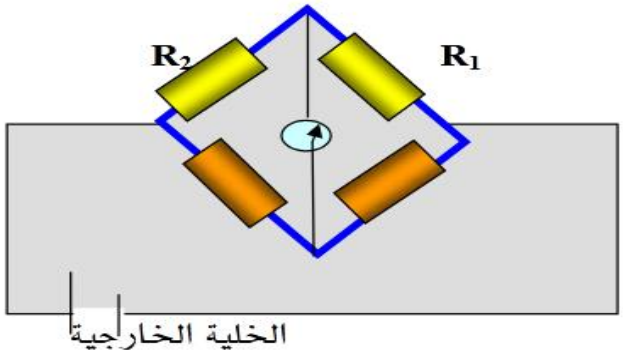
الجواب الأول نقطة7,5

مبدا عمل كاشف الناقبية في كروماتوعرافيا الغاز نقطة2,5

كاشف التوصيل الحراري يتكون من ممرين كل منهما يحتوي سلك ملفوف من البلاتين يسخنان كهربائيا و يكونان جزء من قنطرة ويتستون كما هو موضح في الشكل التالي



كاشف التوصيل الحراري



طريقة العمل

تمر المواد المفصولة من خلال خلية التحليل بينما يمر الطور المتحرك من خلال خلية التحليل و المرجع عندما يمر و تكون قنطرة ويتستون موزنة لا يمر تيار في R2=R1الطور التحرك فقط خلال خلية التحليل و المرجع يكون و هدا يحدث جهد كهربائي و تسجل R#1Rالدارة الكهربائية اما عند مرور الطور المتحرك و المادة المفصولة يكون 2 المقاومة و بالتالي الناقلية

مبدا عمل المضخة في كروماتوعرافيا السائلة عالية الأداء نقطة2,5

نضام الحقن حيثُ يتم حقن العينة المراد تحليلها في عمود التحليل بشكل آلي أو يدوي بواسطة محقن أو صمام حقن

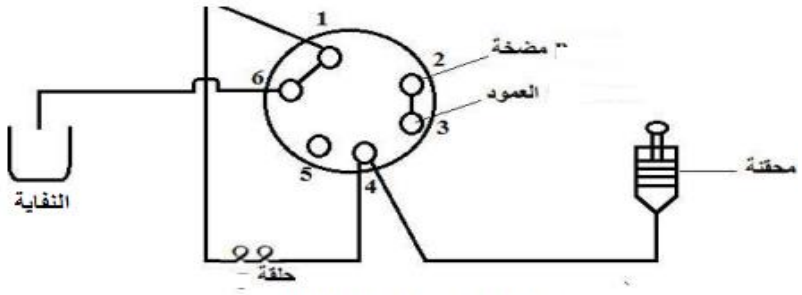
. وصمامات الحقن لها قدرة على الحقن عند الضغط العالي وهي ايضاً تحقن حجوم مضبوطة

ان ادخال النموذج الى المنظومة يتم عبر الطور المتحرك الجاري في قمة العمود ويستخدم الحاقن اللولبي

لمواجهة مشكلة الضغط العالي للمنظومة و يتكون الحاقن من صمام موصول بحلقة

يسمح بملئ النموذج السائل داخل الحلقة تحت الضغط المنخفض ثم يسمح للطور المتحرك بأخذ العينة بإتجاه العمود عن طريق تغير وضعية الصمام.

.والشكل التالي يوضح تصميم الحاقن



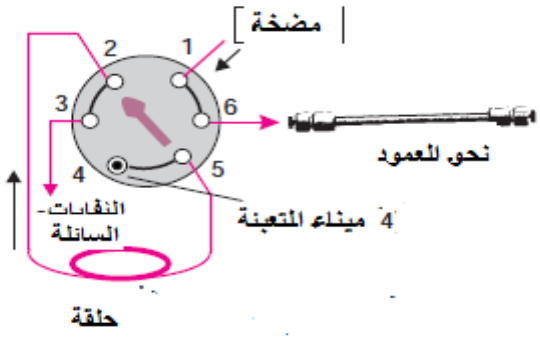
مخطط الحاقن في الـ HPLC

طريقة عمل الصمامات

المرحلة الاولى ملئ الحلقة بالمحقنة حيث تكون الصمامات في الوضع الحمل

Load

في هذا الوضع، يتم توصيل المحقنة بالحلقة ومن ثم سلة النفايات، مما يسمح بملء الحلقة بالكامل بالعينة كما هو مبين في الشكل التالي



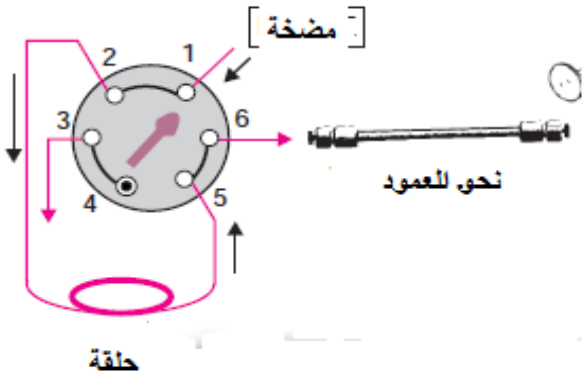
أثناء الحقن، يتم توصيل المحقنة بسلة النفايات مما يسمح بشطف الأخير. يعد شطف المحقنة بين حقنتين ضروريًا لتجنب التلوث المتبادل بين عينتين متتاليتين

.أثناء ملء الحلقة، يتم توصيل المضخة مباشرة بالعمود وتسمح للطور المتحرك بالدوران قبل الحقن

المرحلة الثانية حقن العينة الموجودة في الحلقة

Injection

حيث تكون الصمامات في وضع الحقن كما هو مبين في الشكل التالي

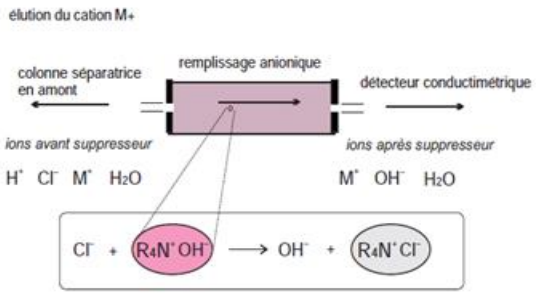


في هذا الوضع، يتم توصيل الحلقة بكل من المضخة والعمود. وبالتالي، من خلال دوران الطور المتحرك في الحلقة، يتم دفع العينة إلى العمود حيث سيتم فصل المركبات.

في هذا الوضع، يتم توصيل الحلقة بكل من المضخة والعمود. وبالتالي، من خلال دوران الطور المتحرك في الحلقة، يتم دفع العينة إلى العمود حيث سيتم فصل المركبات.

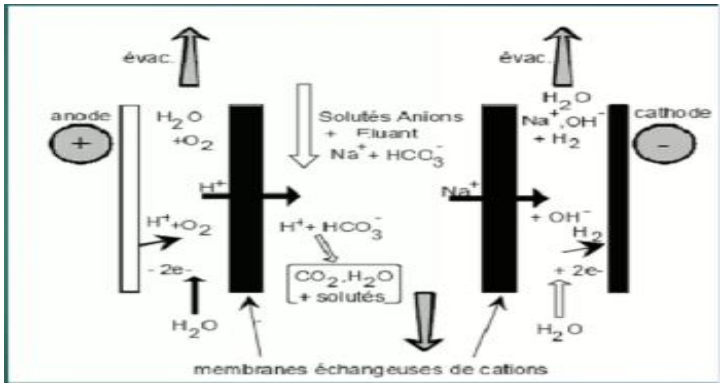
المعزز **نقطة2,5**

نضرا للموصلية العالية للطور المتحرك فان تخفيض من الموصلية العالة للطور المتحرك امر مهم لكفاءة الفص و ابسط طريقة هو وضع عمود معاكس لعمود الفصل بين عمود الفصل و الكاشف مثلا من اجل عمود فصل كاتيوني نضع عمود انيوني و الدي يتفاعل مع الشوارد السالبة الموجودة في الطور المتحرك و يحرر بورتونات الهيدروجين التي تتفاعل مع الهيدروكسيد لتكوين الماء كما هو مبين في الشكل التالي



اما في الوقت الحالي قاصبح يستعمل ما يسمى معززات الألياف أو الأغشية الدقيقة

معززات الألياف أو الأغشية الدقيقة



الجواب الثاني نقطة4,5

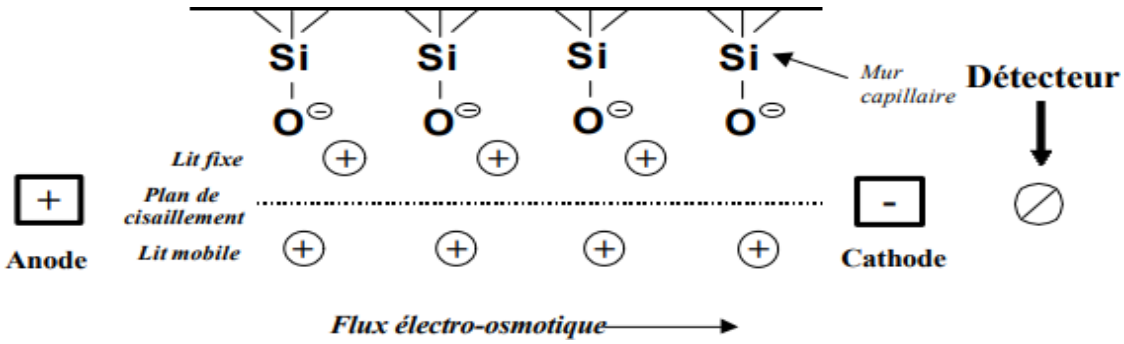
طريقة الفصل مثال في حالة فصل اصناف مشحونة ايجابا

عند درجة حموضة اكبر من اثنان

فان مادة السيالنول الموجودة جانب العمود الشعري تأخذ شحنة سالبة

و الاليونات السالبة على (المصعد)و تتكون في جانب العمود الشعري طبقة سالبة ثابتة و الطبقة الثانية تتكون من الشحنات الموجبةو تتحرك نحو القطب السالب قلتها تقوم هده االيونات الموجبة بجدبها و تتجه نحو القطب السالب حيت تنسحب الايونات دات الكثافة الاقل ثم دات الكثافة الاعلى

اما الايونات المعتدلة فتخرج حسب القوة الكهربائية وحدها



$$\mu app = \mu EP + \mu EOS$$

$$\mu EOS = \frac{qE}{4\pi nr}$$

$$\mu app = \mu EP + \frac{qE}{4\pi nr}$$

الشحنات الموجبة تكون قيمة

$$\mu app = \mu EP + \left[\frac{qE}{4\pi nr}\right]$$

كلما كانت اشحنة اكبر كلما كانت القيمة اكبر و تخرجاولا الشحنات دات القيمة الأكبر

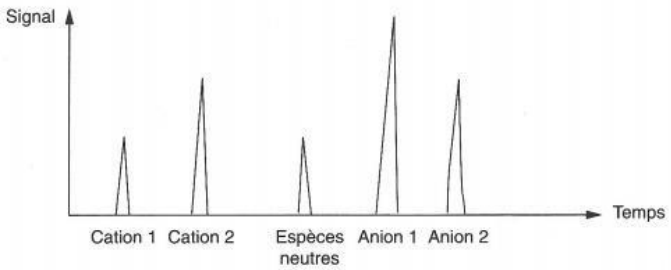
و الشحنات السالبة تكون قيمتها اصغر و كلما زادت الشحنة قلت قيمة التنقل الفعلي و تخرج أخيرا

$$\mu app = \mu EP - \left[\frac{qE}{4\pi nr}\right]$$

و االافراد الغير مشحونة تخرج مع بعض يقيمة

$$\mu app = \mu EP$$

ويكون االلكتروغرام من الشكل التالي



■ Séparation d'un mélange par électrophorèse capillaire.

حل التمرين الثالث 8 نقاط

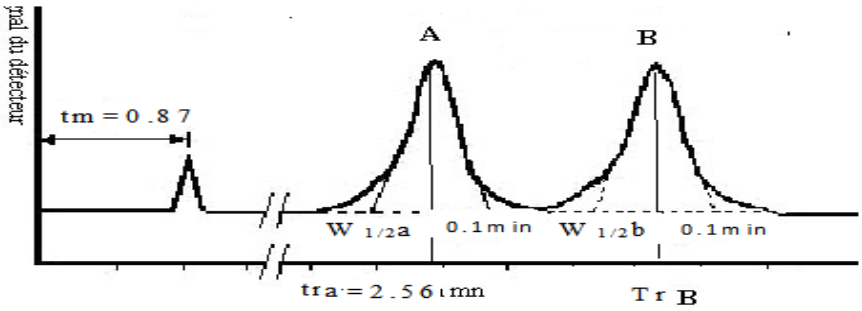
نوع الكروماتوغرافيا المستعملة وأي المكونين يخرج الأول

- بمان الطور الثابت غير قطبي فان الكروماتوغرافيا تسمى كروماتوغرافيا السائلة عالية أداء دات الطور العكوس و المركب الأكبر قطبية يخرج أولا 1 نقطة

- **حساب الحجم الميت**

$D = \frac{V_r}{t_r}$ $vr = Dtr = 0.87 * 1 = 0.87ml$ 0.5نقطة

اكبر قطبية فهة يخرج أولا a في حالة المركب



نقطة 5, 1

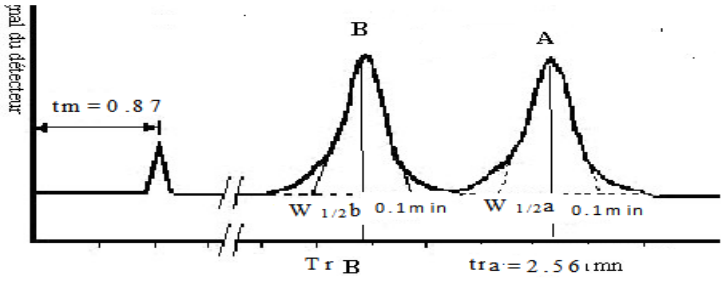
Tr=2.90min 1نقطة

$\alpha = \frac{K'b}{K'a} = \frac{trb-tm}{tra-tm} = \frac{2.90-0.87}{2.56-0.87} = 1.20$ 0.5نقط

$Na = 5.54\left(\frac{2.56}{0.1}\right)^2 =$ 0.25نقط

Nmoy=4145 0.25نقط

يخرج أولا bاقل قطبية في هده الحالة المكون a حالة المركب



نقطة 5, 1

Trb=2.22min 1 نقطة

$$\alpha = \frac{K'a}{K'b} = \frac{tra - tm}{trb - tm} = \frac{2.56 - 0.87}{2.22 - 0.87} = 1.25$$

$Nb = 5.54\left(\frac{2.22}{0.1}\right)^2$ 0.25نقط

Nmoy=3180 0.25نقط