



جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة القادسية كلية العلوم
قسم الكيمياء / الدراسة الصباحية

**تقدير الايونات الفلزية في مجاميع المياه بأستخدام
كروموتوغرافيا العمود**

اعداد الطالب

مازن حسين علي

أشرف الدكتور

حسن محمد لعبيبي

بحث مقدم الى مجلس قسم الكيمياء /كلية العلوم – جامعة القادسية كجزء
من متطلبات نيل درجة البكالوريوس في علوم الكيمياء

بسم الله الرحمن الرحيم

((وقل ربي زدني علماً))

طه : 114

صدق الله العظيم

الاهداء

الى من جرع الكأس فارغاً ليسقيني قطرة حب
الى من كأت انامله ليقدم لنا لحظة سعادته
الى من حصد الاشواك عن دربي ليمهد لي طريق العلم
الى القلب الكبير (والدي العزيز)

الى من ارضعتني الحب والحنان

الى رمز الحب وبلسم الشفاء

الى القلب الناصع بالبياض (والدتي الحبيبه)

الى القلوب الطاهره الرقيقه والنفوس البريئه (اخوتي)

الان تفتح الاشرعه وترفع المرساة لتنتقل السفينه في عرض بحر واسع
مظلم هو بدر الحياه وفي هذه الظلمه لا يضيء الا قنديل الذكريات ذكريات
الاخوه البعيده الى الذين أحببتهم وأحبوني (أصدقائي)

شكر وتقدير

لابد لنا ونحن نخطو خطواتنا الاخيره في الحياة الجامعيه من وقفه
نعود الى أعوام قضيناها في رحاب الجامعه مع أساتذتنا الكرام
الذين قدموا لنا الكثير باذلين بذلك جهوداً كبيره في بناء جيل الغد
لتبعث الأمه من جديد ...

وقبل ان امضي اقدم أسمى آيات الشكر والامتنان والتقدير والمحبه
الى الذين جعلوا أقدس رساله في الحياة
الى الذين مهدوا لنا طريق العلم والمعرفة

الى جميع أساتذتنا الأفاضل

وأخص بالتقدير والشكر :

الدكتور حسن محمد لعبيبي

مقدمة

العناصر الفلزية

تُعرف العناصر الكيميائية التي تخسر عدداً من الإلكترونات حتى تصبح أيونات موجبة الشحنة بالعناصر الفلزية؛ وتمتاز ذرات هذه العناصر الفلزية بوجود رابطة فلزية فيما بينها، وتوصف العناصر الفلزية كيميائياً بأنها حزمة من الأيونات ذات الشحنة الموجبة في قلب سحابة من الإلكترونات. تنقسم العناصر الفلزية إلى ثلاث مجموعات رئيسية تتفاوت فيما بينها بتأينها وخواصها، فيكون موقعها في الجدول الدوري في أسفل اليمين عند تمرير خط مائل يبدأ من عنصر البورون وصولاً إلى البولونيوم في الجدول الدوري، بينما تقع أشباه الفلزات على الخط مباشرة، ومن أكثر العناصر الفلزية شيوعاً هي الذهب، والألمنيوم، والحديد، والرصاص، والزنك، واليورانيوم، والفضة، وغيرها الكثير. بشكل أدق فإن العناصر الفلزية تحلّ المجموعتين الأولى والثانية في الجدول الدوري، بينما تقع اللافلزية في المجموعتين السابعة والثامنة، وتتفاوت العناصر في المجموعات المحصورة ما بين الثالثة والسادسة ما بين فلزية، وشبه فلزية، واللا فلزية . (1)

الخواص الفيزيائية

الفلزات لها خواص فيزيائية مميزة: فهي غالباً ما تكون لامعة (لها بريق)، وذات كثافة عالية، ويمكن سحبها، يمكن طرقتها، وغالباً درجة انصهار عالية، كما أنها صلبة وجيدة التوصيل للكهرباء والحرارة. ويرجع هذا بصفة عامة لكثافتها القليلة، وطراوتها، بينما الفلزات ذات درجة حرارة الانصهار المنخفضة تكون نشيطة ونادراً ما يمكن تواجدها في حالتها العنصرية الفلزية.

وتحدث خاصية التوصيل غالباً لأن كل ذرة يكون بها إلكترونات غير مرتبطة جيداً في غلافها الأخير (إلكترون التكافؤ)، وعلى هذا يتكون ما يشبه البحر حول كاتيون نواة الفلز مما يسبب خاصية التوصيل.

معظم الفلزات غير ثابتة كيميائياً، تتفاعل مع الأكسجين في الهواء لتكوين أكاسيد بمرور الوقت (الحديد يصدأ على مر السنين، يحترق البوتاسيوم في ثواني، الفضة تفقد لمعانها في شهور). تتفاعل الفلزات القلوية أسرع، يتبعها الفلزات القلوية الترابية والتي توجد في أيمن الجدول الدوري. وتأخذ الفلزات الانتقالية وقت أطول لتتأكسد (مثل الحديد، النحاس، النيكل) بينما لا يتفاعل البلاتينيوم، الذهب، البلاتين مع الأكسجين الجوي على الإطلاق. بعض الفلزات تكون طبقة سائرة من الأكسيد على سطحها والتي لا يمكن اختراقها بجزيئات الأكسجين ولهذا فإنها تحتفظ بخاصية اللمعان والتوصيل لعقود عديدة (مثل الألومنيوم، بعض أنواع الصلب، التيتانيوم وغيرها). وبالنسبة للفلزات الأخرى يتم طلاؤها بالبويات، أو بالطلاء الكهربائي لمنع تأكسدها.

انواع الفلزات

الفلزات النبيلة

الفلزات النبيلة (أو المعادن الكريمة) هي تلك التي توجد كفلزات نقية في قشرة الأرض، لا كجزء من مركبات أخرى. وهذه الفلزات هي النحاس والبلاديوم والفضة والبلاتين والذهب. (2)

الفلزات النبيلة غير متفاعلة، ولا تتحد بسهولة مع عناصر أخرى لتشكيل مركبات. ونظراً لأن الفلزات النبيلة غير متفاعلة، فإنها لا تتآكل بسهولة وتستعمل في المجوهرات والنقود المعدنية، والذهب شديد اللاتفاعل، ولا تزال القطع الذهبية القديمة لماعة حتى الآن. (3)

الفلزات القلوية

الفلزات القلوية ستة فلزات شديدة التفاعل، تضم الصوديوم والبوتاسيوم، وتشكل المجموعة I من الجدول الدوري. نقاط انصهارها منخفضة، ينصهر البوتاسيوم عند -64 درجة مئوية، وهي طريقة ويمكن قطعها بالسكين، وهي تكوّن محاليل قلوية عندما تتفاعل مع الماء، ولذلك تسمى الفلزات القلوية. (4)

فلزات الأتربة القلوية

فلزات الأتربة القلوية ستة فلزات، تضم المغنيزيوم والكالسيوم والباريوم، وتشكل المجموعة II من الجدول الدوري، وتوجد هذه الفلزات في كثير من المعادن المختلفة في قشرة الأرض. مثال ذلك، يوجد الكالسيوم في الكلسيت، ويشكل عروفاً في الحجر الجيري والطباشير. فلزات الأتربة القلوية أقل تفاعلية من الفلزات القلوية، وهي أفسى ولها نقاط انصهار أعلى. (5)

الفلزات الانتقالية

يمكن اعتبار الفلزات الانتقالية فلزات مثالية، فهي قوية وصلدة ولماعة ولها نقاط انصهار عالية، وهي أقل تفاعلاً من الفلزات القلوية وفلزات الأتربة القلوية. الحديد والذهب والفضة والكروم والنحاس كلها فلزات

انتقالية. ومن السهل تشكيلها، ولها كثير من الاستخدامات الصناعية بمفردها وكسبائك. (6)

الفلزات الضعيفة

الفلزات الضعيفة مجموعة من تسعة معادن: الأنتيمون والألمنيوم والغالسيوم والإنديوم والقصدير والثاليوم والرصاص والبيزموث والبولونيوم. وهي مصنفة في مجموعة إلى يمين الفلزات الانتقالية في الجدول الدوري.

الفلزات الضعيفة طرية بشكل عام ولا تستخدم كثيراً بمفردها. ورغم ذلك يستخدم العديد منها في صنع مواد مفيدة. الألمنيوم أحد الفلزات الأقل كثافة. الرصاص بالمقابل كثيف جداً ويستخدم في المستشفيات كحاجز داري للأشعة السينية. (7)

السبائك

السبيكة هي خليط من الخواص الفلزية وتحتوى على الأقل عنصر فلزي واحد. مثال ذلك الصلب (الحديد والكربون)، النحاس الأصفر (النحاس والزنك)، البرونز (النحاس والقصدير)، دور ألومين (الألومنيوم والنحاس). يتم تصنيع السبائك غالباً للتطبيقات الخاصة، مثل المحركات النفاثة، والتي تحتوى على أكثر من عشر عناصر. (8)

الفلزات الحديدية

هي الفلزات التي تحتوي على الحديد.

(9)

الفلزات الخاملة

هي تلك التي تقاوم الأكسدة والتآكل . من الممكن إدراجها كفلزات نفيسة.
مثل (التانتالوم والبلاتين).

(10)

الفلزات النفيسة

هي فلزات لها قيمة اقتصادية عالية. تعدّ كيميائياً فلزات أقل نشاطاً من
الفلزات الأخرى، أكثر لمعانا وتوصيلاً للكهرباء. وكانت تاريخياً تستخدم
كعملة، لكن الآن تعد أساس الاستثمار والسلع الصناعية. مثل (الذهب،
والفضة، والبلاتين).

(11)

الروابط الفلزية

هي عبارة عن روابط كيميائية تحدث بين عنصرين من الفلزات ناتجة عن
تجاذب الأيونات الموجبة مع الإلكترونات السالبة، وهذه الروابط الفلزية
هي التي تربط البلورة الفلزية أو المعدنية بالكامل.

(12)

العوامل المؤثرة في الروابط الفلزية

1- كثافة الشحنة تساوي شحنة الأيون/ حجم الأيون: هي الشحنة التي يكتسبها الأيون عندما يفقد كل إلكتروناته الموجودة في المدار الأخير، والعلاقة بين كثافة الشحنة وقوة الرابطة الفلزية علاقة طردية أي أنه كلما زادت كثافة الشحنة على الأيون كانت الرابطة الفلزية أعلى وأقوى.

(13)

2- حجم الأيون: يتناسب حجم الأيون تناسباً طردياً مع عدد المدارات (14).

خصائص الروابط الفلزية

- 1- رابطة كيميائية تحصل بين عنصرين من الفلزات.
- 2- لا تفقد الفلزات إلكترونات التكافؤ ولا تشترك بها مع الذرات المجاورة بل تتداخل مجالات الطاقة الخارجية مع بعضها البعض مكونة نماذج الإلكترونات الحرّة.
- 3- الإلكترونات الموجودة في مجالات الطاقة الخارجية للذرات الفلزية لا ترتبط بسهولة مع أية ذرة محددة، إنما تنتقل بسهولة من ذرة لأخرى لتكوّن الأيونات الفلزية الموجبة.
- 4- الروابط في الفلزات تعتمد على التجاذب بين الجسيمات ذات الشحنات الموجبة والسالبة، وهذه خاصية مشتركة مع الروابط الأيونية.

5- في الحالات الصلبة تكوّن الفلزات والمركبات الأيونية شبكة بلورية
(15).

كروماتوغرافيا العمود

كروماتوغرافيا العمود في الكيمياء هو طريقة تستخدم لفصل مكونات مركبات كيميائية من خليط من المركبات. وغالبا ما تستخدم في التطبيقات التحضيرية على مقاييس دقيقة تبدأ من ميكروغرام وتصل إلى كجم. والميزة الرئيسية لكروماتوغرافيا العمود هو التكلفة المنخفضة نسبيا. يستعمل في الكروماتوغرافيا العمودية عادة الزجاج لدعم الطور الصلب ، حيث يشترى الطور الصلب مسبقاً وبنشط إذا لزم الأمر بتسخينه إلى درجة حرارة معينة ، ويغسل في حالة راتينج المبادل الأيوني أو يبلى بالماء لينتفخ في حالة الترشيح الهلامي وتضاف العينة المراد فصلها إلى أعلى العمود ثم تلفظ بمذيب ملائم . الكروماتوغرافيا العمودية تستخدم هذه الطريقة أساسا للفصل الكمي حيث يكون: عمود الفصل عبارة عن عمود من الزجاج يشبه السحاحة قطرة 3cm وطوله حوالي 50cm وفي نهايته صنبور (صمام) كما يوضع في طرفة السفلي قطعة من القطن أو الصوف الزجاجي ويملا العمود إما بحبيبات من الألومينا الصلبة أو السليكا جل والتي تمثل الطور الثابت أو الحبيبات الدعامية الصلبة المغطاة بطبقات رقيقة من سائل يمثل الطور المتحرك .

(16)

بعد ذلك توضع المادة المراد فصلها على هيئة محاليل مذابة في الماء في قمة العمود ويفتح الصنبور فينسب المذيب حتى يتم امتزاز أو تجزئة المواد المراد فصلها حسب نوع الطور الثابت المستخدم . بعد ذلك يضاف قليل من المذيب أعلى العمود فتأخذ المواد المراد فصلها في التحرك بسرعات نسبية مختلفة وتظهر بعد ذلك عدة مناطق ملونة بعد ان كانت منطقة واحدة أعلى العمود وبمرور الوقت يحدث الفصل التام لمكونات المادة المراد فصلها ويصبح لكل مادة منطقة خاصة بها وفي حالة استخدام مواد غير ملونة فان هذه المناطق لا ترى بالعين المجردة ولكن يستدل على وجودها باستخدام الكواشف الكيميائية. تصنيفها يعتمد على تقنية الفصل المستخدمة: و تتألف كروماتوغرافيا الأعمدة من :

(17)

العمود الكروماتوغرافي

العمود الكروماتوغرافي يتراوح طول العمود الكروماتوغرافي والذي غالباً ما يكون من الزجاج في الطرق الكروماتوغرافية التقليدية ما بين (10-30 cm) بقطر (1cm) أو أكثر. نجد انه لا بد من السريان المتجانس خلال العمود. المسافة التي ينتشر من خلالها المذاب في الطور المتحرك في مستوى الجسيمات. يسير الطور المتحرك من العمود بفعل الجاذبية أو بفعل ضغط منخفض ويعتمد معدل سريانه على حجم حبيبات الطور الساكن وعلى قطر العمود ولزوجة الطور المتحرك وقطبيته على وضع الصمام الموجود في نهاية العمود وفي أغلب الحالات يفضل أن يكون هذا المعدل في حدود (1 m/mint) ويوضع في نهاية العمود كمية من الصوف الزجاجي أو القطن الطبي لمنع خروج الطور الساكن من العمود.

وهناك نوعين من الأعمدة: (18)

أعمدة محشوة: Packed Column

وهي عبارة عن أنابيب معدنية من الفولاذ غير القابل للصدأ أو النيكل أو الألمنيوم أو الزجاج أو التيفلون وتنتج من قبل شركات معروفة.

أعمدة فارغة: Empty Column

وهي عبارة عن أعمدة من الزجاج أو الفولاذ تعبأ عادة في المخبر قبيل الاستخدام. (19)

الطور الساكن (الصلب -الثابت)

الطور الساكن (الصلب -الثابت) هو عبارة عن مادة قطبية ذات خواص امتزازية جيدة وتعتبر الألومينا وهلام السيليكا من أكثر المواد استخداماً على الرغم من أن هناك العديد من المواد التي يمكن استخدامها كطور ساكن مثل الفحم - كربونات الكالسيوم - النشاء ومسحوق السيلولوز.

(20)

الطور المتحرك

ان مهمة الطور المتحرك لا تنحصر في نقل المكونات عبر العمود فقط بل إن له تأثير على معامل التوزيع وذلك يعتمد على قوة إذابته بالإضافة إلى ذوبان المكونات في الطور المتحرك فإن هناك تنافس بين تلك المكونات

وجزيئات الطور المتحرك على الامتزاز على سطح الطور الساكن. ويشترط في المذيب لكي يستخدم كطور متحرك:

1- أن لا يخرج المكونات من العمود بسرعة لأن ذلك يؤدي إلى عدم فصلها.

2- ألا تكون سرعة التمليص بطيئة لأن ذلك يؤدي إلى الحصول على أزمان استبقاء طويلة . (21)

زمن المكوث (زمن الاستبقاء)

هي الفترة الزمنية التي تمضيها العينة داخل العمود من لحظة الحقن حتى وصول القمة الكروماتوغرافية إلى نهايتها العظمى وهي تستخدم لتمييز مادة عن مادة أخرى ويرمز لها بـ (t_R) وكلما كانت (t_R) كبيرة خرجت المادة من العمود في وقت متأخر وكان ارتباطها بالطور الساكن أقوى.

(22)

الأنظمة الآلية

نظام كروماتوغرافيا الأيونات الآلية.

عادة هذه النظم الآلية يمكن أن تفصل عينات من بضع ملليغرام إلى العديد في المدى الصناعي وحوالي عدة كيلوغرامات فهو يقدم حلا أرخص بكثير وأسرع على القيام حقن متعدد على الأنظمة الإعدادية .

(23)

طرق العمل

يمكن أن تكون الاعمده كبيرة أو صغيرة ، وفقاً لكمية المواد التي يجب تحميلها على العمود. في الصورة أدناه ثلاثة أعمدة زجاجية ، اثنان منها يستخدمان في معامل تدريس الكيمياء العضوية في جامعة كاليفورنيا.



يتم استخدام عمود الماصة باستور على اليسار لإجراء عمليات كروماتوغرافيا وميض الجاذبية الميكروسكال هذه الإجراءات عادة لا

تتطلب وسيلة للسيطرة على تدفق المذيبات الناجم عن الجاذبية من خلال العمود. في معامل تدريس الكيمياء العضوية في جامعة كاليفورنيا ، يكون العمود الأكثر استخدامًا هو ماصة باستور. أنها تعمل بشكل جيد في إجراءات الفصل العمودي microscale لأن لمبة الماصة تلائمها بشكل مريح لتكون بمثابة مصدر للهواء المضغوط .

يتم استخدام الإجراءات المجهرية في CU Boulder كلما كان ذلك ممكنًا لخفض إنتاج النفايات الكيميائية.

(24)

الخطوة 1: تحضير العمود

نقوم باغلاق نهايه الماصه بكمية قليله من القطن. احرص على عدم استخدام الكثير من القطن أو تعبئته بإحكام شديد لانه تحتاج فقط الى كميته قليله لمنع تسرب المكونات .

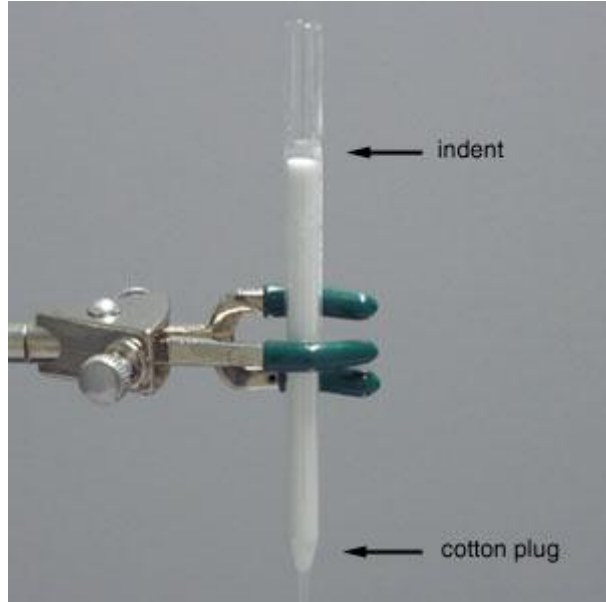
نقوم باضافه السليكا جل الى العمود من خلال صب الجل في العمود باستخدام ورق سعة 10 مل وهناك عدة طرق تستخدم للاضافه .

أيًا كانت الطريقة التي تستخدمها لملء العمود ، فيجب أن تضغط عليه في الأعلى لتعبئة هلام السيليكا. يمكنك أيضًا استخدام لمبة الماصة لإجبار الهواء على العمود وتعبئة هلام السيليكا.

عندما يعبأ بشكل صحيح ، يملأ هلام السيليكا العمود إلى أسفل المسافة البادئة على الماصة. هذا يترك مساحة من 4-5 cm على أعلى المميزات

لإضافة المذيب. ثبت العمود المملوء بإحكام في حامل الحلقة باستخدام مشبك صغير ثلاثي الجوانب .

والصوره ادناه توضح الخطوه رقم (1) .



(25)

الخطوة 2: قم باضافة المواد الى العمود مسبقاً

أضف الهكسان الى الجزء العلوي من هلام السيليكا. يتدفق المذيب ببطء إلى أسفل العمود ؛ في العمود أعلاه ، تدفقت إلى النقطة التي تميز السهم.

راقب مستوى المذيبات ، حيث يتدفق عبر هلام السيليكا والمستوى في الأعلى. إذا لم تكن في عجلة من أمرك ، فيمكنك أن تترك المستوى العلوي ينخفض عن طريق الجاذبية ، ولكن تأكد من أنه لا يتراجع عن أعلى السيليكا. مرة أخرى ، يشير السهم إلى أي مدى تدفقت المذيبات أسفل العمود.

يمكنك تسريع العملية باستخدام لمبة الماصة لفرض المذيب من خلال هلام السيليكا. ضع لمبة الماصة أعلى العمود ، واضغط على المصباح ، ثم

اسحب المصباح من بينهما لا يزال مضغوطاً. يجب أن تكون حريصاً على عدم السماح للماصه بالتمدد قبل إزالته من العمود .

عندما يكون مستوى المذيب السفلي في أسفل العمود ، يتم الانتهاء من عملية ما قبل الشطف ويكون العمود جاهزاً للتحميل.

إذا لم تكن مستعداً لتحميل النموذج الخاص بك على العمود ، فلا بأس في ترك العمود في هذه المرحلة. فقط تأكد من عدم جفافه - احتفظ بمستوى المذيب العلوي أعلى الجزء العلوي من السليكا عن طريق إضافة المذيب حسب الضرورة.

والصغره ادناه توضح الخطوه رقم (2) .



الخطوة 3: تحميل العينة على عمود هلام السيليكا

يتم استخدام طريقتين مختلفتين لتحميل العمود: الطريقة الرطبة والطريقة الجافة.

1_ في الطريقة الرطبة :

تذوب العينة المراد تنقيتها في كمية صغيرة من المذيبات ، مثل الهكسانات ، الأسيتون ، أو المذيبات الأخرى. يتم تحميل هذا المذيبات على العمود. في بعض الأحيان يكون المذيب المختار أكثر قطبية من المذيبات المنقولة. في هذه الحالة ، إذا كنت تستخدم الطريقة المبللة لتحميل الأعمدة ، فمن الأهمية بمكان أن تستخدم بضع قطرات من المذيب لتحميل العينة. إذا كنت تستخدم الكثير من المذيبات ، فسوف يتداخل مذيب التحميل مع الشطف ومن ثم فصل الخليط. في مثل هذه الحالات ، يوصى بالطريقة الجافة لتحميل العمود..

بمجرد أن تكون العينة في العمود ، تتم إضافة مذيب التلاشي الجديد إلى الأعلى وتكون جاهزاً لبدء عملية الشطف.

(27)

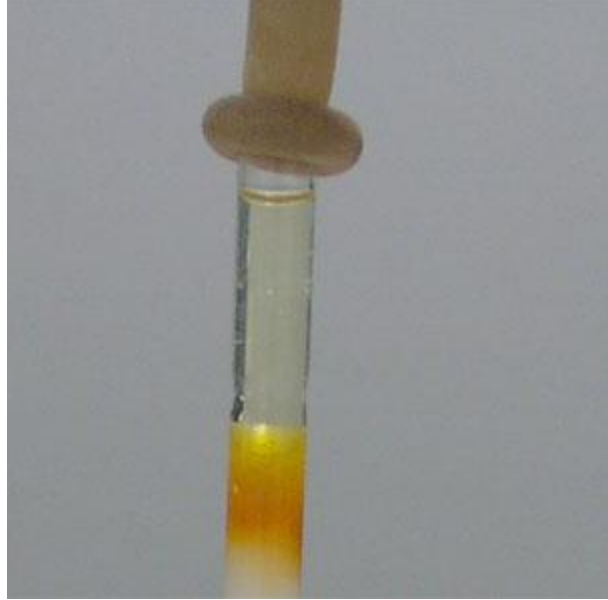
2- في الطريقة الجافة :

قم أولاً بإذابه العينة المراد تحليلها بأقل كمية من المذيب وإضف 1000 ml من هلام السيليكا.

راقب الخليط حتى يتبخر المذيب ولا يتبقى سوى مسحوق جاف.

ضع المسحوق الجاف على قطعة مطوية من ورقه جافه ووزنه وقم بنقله الى اعلى العمود ..

والصوره ادناه توضح الخطوه رقم (3) .



(28)

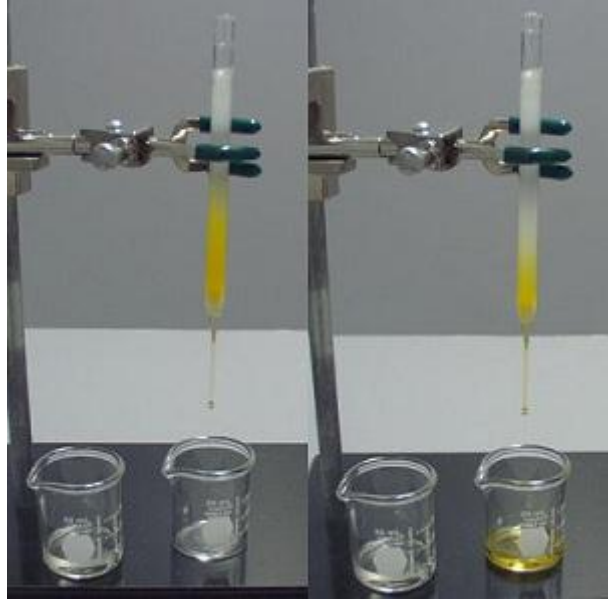
الخطوة 4: قم بأزالة العمود :

اضغط على المذيب من خلال العمود عن طريق الضغط على الجزء العلوي من الماصة باستور مع لمبة الماصة. قم فقط بإجبار المذيب على قمة السيليكا لا تدع السيليكا تجف أضف مذيباً جديداً حسب الضرورة.

سوف تنتقل الأشرطة الملونة إلى أسفل العمود بينما يتم شطب المركب.

بمجرد أن يبدأ المركب الملون في الغليان ، يتم تغيير ورق التجميع. تكون العملية معقدة إذا كان المركب غير ملون في مثل هذه التجارب ، يتم جمع الكسور متساوية الحجم بالتتابع وبناية لتحليلها في وقت لاحق.

والصوره ادناه توضح الخطوه رقم (4) .



(29)

الخطوة 5 (اختياري) : قم بإزالة العمود مع مذيب الشطف الثاني
إذا كنت تفصل خليطاً من مركب واحد أو أكثر ، في هذه المرحلة يمكنك
تغيير المذيب المزيج إلى نظام أكثر قطبيًا وفقًا لما تم تحديده مسبقًا بواسطة
TLC سوف يستمر الشطف كما في الخطوة 4 .

(30)

الخطوة 6 : تحليل الكسور

إذا كانت الكسور ملونة ، فيمكنك ببساطة الجمع بين الكسور ذات الألوان المتشابهة ، على الرغم من أن TLC قبل الجمع عادة ما ينصح به.

إذا لم يتم تلوين الكسور ، يتم تحليلها بواسطة TLC عادة . بمجرد معرفة تكوين كل جزء يتم دمج الكسور التي تحتوي على المركب (المركبات) المرغوبة.

وبهذا تكتمل عملية تقدير الايونات الفلزية باستخدام كروماتوغرافيا العمود

(31)

وهناك طريقه اخرى تستخدم للفصل حيث نستخدم عمود الجاذبية

تستخدم أعمدة الجاذبية فقط في دورات المختبرات العضوية التخصصية .
أعمدة الجاذبية أبطأ كثيراً في التشغيل من أعمدة الفلاش المجهرية. كما أنها أكثر صعوبة في الحزم مع الممتزات.

(32)

هناك طريقتان شائعتان لتعبئة عمود الجاذبية :

طريقة الملاط وطريقة التجفيف الجاف .

1- في طريقة الملاط لتعبئة الأعمدة : تقوم بخلط الممتزات مع المذيب ثم تصب هذه الملاط في العمود المعد. تختلف طبيعة الملاط قليلاً اعتماداً

على ما إذا كنت تستخدم هلام السيليكا أو الألومينا ؛ بعض الملاط أسهل في العمل مع غيرها. وقد كتب هذا الطريقة عن الملاط بالألومينا. تتمثل ميزة طرق الملاط في أنها تتخلص من فقاعات الهواء في العمود أثناء تعبئتها.

ضع قطعة من الصوف الزجاجي في أسفل العمود ، ثم قم بلف الصوف الزجاجي برفق بقضيب زجاجي وقم بتوصيل العمود بحامل الحلقة وتأكد من تثبيت العمود بأمان في وضع رأسي . ثم قم بإضافة المشبك إلى أسفل العمود وإغلاق المشبك . املاً العمود في منتصف الطريق بمذيب غير قطبي ، مثل الهكسانات. تزن 8 gm من الألومينا في دورق .

ضع 15 ml من الهكسانات في قارورة 125 ml وقم بإضافة مسحوق الألومينا ببطء ، قليلاً في وقت واحد ، أثناء الدوران ستخدم الماصة Pasteur لخلط الملاط . ضع قارورة Erlenmeyer أسفل العمود ، وافتح مشبك القرص ، واسمح للسائل بالتصريف فيه. استمر في نقل الملاط إلى العمود حتى تتم إضافة كل الألومينا. أضف المزيد من الهكسانات حسب الضرورة ؛ يمكن إعادة استخدام الهكسانات التي تم جمعها في قارورة Erlenmeyer لإضافة المزيد من الألومينا إلى العمود. عند الانتهاء من التعبئة ، استنزاف المذيب الزائد حتى يصل إلى المستوى العلوي من الألومينا. إغلاق المشبك قرصة العمود الآن معبأة وجاهزة للاستخدام وفي بعض الأحيان تتم إضافة كمية صغيرة من الرمال إلى أعلى العمود لمنع إزعاجها عند إضافة مذيب جديد .

(33)

2- طريقة الحزم الجافة :هذه الطريقة أسهل ولكن يمكن أن تؤدي إلى فقاعات في العمود. وللحصول على عمود فارغ ، قم بتوصيله بقطعة صغيرة من الصوف الزجاجي ، ثم قم بلصق قرصة في أسفل العمود. ثبت العمود في وضع رأسي ، وأغلق pinchclamp ، وقم بملء العمود

بالمذيب باستخدام قمع جاف ، قمع 8 gm من الألومينا في المذيب واترك المذيب في التصريف من العمود لمنع الفيض. اسمح للألومينا بالاستقرار وانقر بلطف على العمود حتى يتم تثبيت الألومينا بإحكام في العمود. استنزاف المذيب حتى يصبح مستوى المذيب متساوياً مع سطح الألومينا.

تذوب العينة المراد تحليلها في كمية صغيرة جداً من المذيبات وتضاف إلى الجزء العلوي من العمود. يتم فتح المشبك ويسمح للمذيب بالاستنزاف فقط إلى الجزء العلوي من العمود وتتم إضافة كمية صغيرة من المذيب الذي يتم استخراجها ويسمح له بالتصريف حتى يصبح المزيج قليلاً في الماصة ، ثم يتم ملء العمود إلى الأعلى بمذيب التذويب. العمود جاهز للتشغيل الآن - تابع إضافة المذيبات من الأعلى وجمع الكسور في الأسفل حتى تضعف المركبات في الأسفل. إن أمكن ، قم بتغيير مذيب التبييض إلى مذيب أكثر قطبية أثناء عملية التصفية ولا تدع مستوى المذيبات ينخفض أسفل الجزء العلوي من الممتزات. ويتم إيقاف العملية عندما يكون (المركب) المطلوب خارج (العمود) خارج العمود.

المصادر

1- John V. (2013-02-15). Earth's Natural Resources (باللغة الإنجليزية). Walther Jones & Bartlett Publishers. ISBN 9781449632342

2- A+heavy+metal+is+any+relatively+dense+metal+or+metalloid

alloy&hl=en&sa=X&ved=0ahUKEwis9MyO88zUAhVS-GMKHdW4BpoQ6AEIMjAD#v=onepage&q=A%20heavy%20metal%20is%20any%20relatively%20dense%20metal%20or%20metalloid&f=false Metal Editions Quae. 2006. ISBN (باللغة الإنجليزية) contamination .9782759200115

3- Mortimer, Charles E. (1975). Chemistry: A Conceptual Approach (الطبعة) New York:: D. Van Nostrand company .

4- Setting up a flash chromatography column نسخة محفوظة 16 يوليو 2017 على موقع واي باك مشين.

5- Still, W. C.; Kahn, M.; Mitra, A. J. Org. Chem. 1978, (43(14), 2923-2925. (doi:10.1021/jo00408a041

6- Laurence M. Harwood, Christopher J. Moody (1989). Experimental organic chemistry: Principles and Practice

(الطبعة Illustrated) صفحات 180–185. ISBN 978-0-632-02017-1.

7- Isolation of Three Components from Spearmint Oil:
An Exercise in Column and Thin-Layer Chromatography
Davies, Don R.; Johnson, Todd M. J. Chem. Educ. 2007
Abstract 84 نسخة محفوظة 09 نوفمبر 2008 على موقع واي باك
مشين.

8- Setting up a flash chromatography column
Still, W. C.; Kahn, M.; Mitra, A. J. Org. Chem. 1978,
(43(14), 2923-2925. (doi:10.1021/jo00408a041.

9- Laurence M. Harwood, Christopher J. Moody (1989).
Experimental organic chemistry: Principles and Practice
(Illustrated ed.). pp. 180–185. ISBN 978-0-632-0201

10- ترجمة Water cycle حسب بنك باسم للمصطلحات العلمية نسخة
محفوظة 04 مارس 2016 على موقع واي باك مشين

1- I. Aust, S. D. Metal ions, oxygen radicals and
tissue damage. Bibl. Nutr. Diem 43:266-277; 1989.

2. Minotti, G.; Aust, S. D. The role of iron in the
initiation of lipid peroxidation. Chem. Phys. Lipids
44:191-208; 1987. 3

3- . Alleman, M. A.; Koster, J. F.; Wilson, J. H. P.;
EdixhovenBosdijk, A.; Slee, R G.; Kross, M. J.; Eijk, H.
G. V. The involvement of iron and lipid peroxidation

in the pathogenesis of HCB-induced porphyria.

Biochem. Pharmacol. 34:161-166; 1985. 4

14- . Ryan, T. P.; Aust, S. D. The role of iron in .3

oxygen-mediated toxicities. Crit. Rev. Toxicol.

22:119-141; 1992. 5

15- , Imlay, J. A.; Chin, S. M.; Linn, S. Toxic DNA .4

damage by hydrogen peroxide through the Fenton

reaction in vivo and in vitro. Science 240:640-642;

1988. 6. Halliwell, B.; Gutteridge, J. M. C, Iron and

free radical reactions: Two aspects of antioxidant

protection. Trends Biochem. Sci. 11:372-375; 1986.

16- 7. Halliwell, B.; Gutteridge, J. M. C. Role of free
radicals and catalytic metal ions in human disease:

An overview. Meth. Enzymol 186:1-85; 1990. 8.

17- Bacon, B. R.; Britton, R. S. Hepatic injury in

chronic iron 334 S.J. STOHS and D. BAGCHI

overload. Role of lipid peroxidation. Chem. Biol.

Interact. 70:183-226; 1989. 9

18- . Morel, I.; Lescoat, G.; Cillard, J.; Padeloup, N.;

Brissot, P.; Cillard, P. Kinetic evaluation of free

malondialdehyde and enzyme leakage as indices of

iron damage in rat hepatocyte cultures. Biochem.

Pharmacol. 39:1647-1655; 1990

19- . 10. Carini, R.; Parola, M.; Dianzani, M. U.; Albano, E. Mitochondrial damage and its role in causing hepatocyte injury during stimulation of lipid peroxidation by iron nitriloacetate. Arch. Biochem. Biophys. 297:110-118; 1992. 11

20-. Puntarulo, S.; Cederbaum, A. I. Interactions between paraquat and ferric complexes in the microsomal generation of oxygen radicals. Biochem. Pharmacol. 38:2911-2918; 1989. 12

21-. Burkitt, M. J.; Kadiiska, M. B.; Hanna, P. M.; Jordan, S. J.; Mason, R. P. Electron spin resonance spin-trapping investigation into the effects of paraquat and desferrioxamine on hydroxyl radical generation during acute iron poisoning. Mol. Pharmacol. 43:257-263; 1993. 13

22. Minotti, G. NADPH- and adriamycin-dependent microsomal release of iron and lipid peroxidation. Arch. Biochem. Biophys. 277:268-276; 1990. 14.

23- Miller, D. M.; Grover, T. A.; Nayini, N.; Aust, S. D. Xanthine oxidase- and iron-dependent lipid peroxidation. Arch. Biochem. Biophys, 301:1-7; 1993. 15

24. Linseman, K. L.; Larson, P.; Braughler, J. M.; McCall, J. M. Iron-initiated tissue oxidation: Lipid

peroxidation, vitamin E destruction and protein thiol oxidation. *Biochem. Pharmacol.* 45:1477-1482; 1993. 16.

25- Al-Bayati, Z. A. F.; Stohs, S. J. The role of iron in 2,3,7,8-tetrachlorodibenzo-p-dioxin (TCDD)-induced lipid peroxidation in rat liver microsomes. *Toxicol. Lett.* 38:115-121; 1987. 17.

26- Wahba, Z. Z.; Al-Bayati, Z. A. F.; Stohs, S. J. Effect of 2,3,7,8-tetrachlorodibenzo-p-dioxin on the hepatic distribution of iron, copper, zinc, and magnesium in rats. *J. Biochem. Toxicol.* 3:121-129; 1988.

27- 18. Bagchi, D.; Bagchi, M.; Hassoun, E.; Stohs, S. J. Effect of endrin on the hepatic distribution of iron and calcium in female Sprague-Dawley rats. *J. Biochem. Toxicol.* 7:37-42; 1992. 19

28-Wahba, Z. Z.; Murray, W. J.; Stohs, S. J. Altered hepatic iron distribution and release in rats after exposure to 2,3,7,8-tetrachlorodibenzo-p-dioxin (TCDD). *Bull. Environ. Contain. Toxicol.* 45:436-445; 1990.

29- 20. Smith, A. G.; Francis, J. E.; Carthew, P. Iron as a synergist for hepatocellular carcinoma induced by polychlorinated biphenyls in Ah-responsive C57BL/10ScSn mice. *Carcinogenesis* 11:437-444; 1990. 21

- 30-. Cerutti, P. A. Response modification in carcinogenesis. *Environ. Health Perspect.* 81:39-43; 1989. 22. Stal, P.; Hultcrantz, R. Iron increases ethanol toxicity in rat liver. *J. Hepatol.* 17:108-115; 1993. 23.
- 31- Shaw, S.; Jayatilleke, E. Acetaldehyde-mediated hepatic lipid peroxidation: Role of superoxide and ferritin. *Biochem. Biophys. Res. Commun.* 143:984-990; 1987. 24
- 32-. Younes, M.; Strubelt, O. The role of iron and glutathione in t-butyl hydroperoxide-induced damage towards isolated perfused rat livers, *J. Appl. Toxicol.* 10:319-324; 1990. 25
- 33-. Younes, M.; Wess, A. The role of iron in t-butyl hydroperoxide-induced lipid peroxidation and hepatotoxicity in rats. *J. Appl. Toxicol.* 10:313-317; 1990.
- 34- 26. Rosenthal, R. E.; Chanderbhan, R.; Marshall, G.; Fiskum, G. Prevention of postischemic brain lipid conjugated diene production and neurological injury by hydroxyethyl starch-conjugated deferoxamine. *Free Radic. Biol. Med.* 12:29-33; 1992. 27..