1-عنوان الاختراع : طريقة تعيين المعادن الثقيلة بتقانة الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء في المجال المرئي

2- الوصف الفني للاختراع :

آ -الحالة التقنية السابقة :

1- ان تقانة الكروماتوغرافيا السائلة بكواشفها المتعددة صممت لفصل و تحديد المواد العضوية كيفيا وكميا بمختلف أصنافها فعند استخدام كاشف فوق البنفسجي و المرئي يمكن الكشف عن طيف واسع من المواد العضوية مثل الحموض الأمينية و الحموض العضوية و الفينولات والفلافونوئيدات كما أن كاشف الفلورة يكشف العديد من المركبات الصيدلانية التي تتمتع بروابط مرنة لكنها قوية مثل الانتراسين والنفتالين وبنزو بيرين وكاشف قرينة الانكسار الذي يكشف مركبات مقرون مفروق مثل السكاكر ولايوجد وحدة لتعقيد المواد وجعلها ملونة للكشف ضمن المجال المرئي و لايمكن تتبع تفاعل تعقيد وتحديد نواتج التفاعل مباشرة من خلال التحليل وهذا كله ضمن المجال العضوي....أيضا هذه التقنية بوضعها الحالي لايمكن استعمالها لكشف و تحديد المواد اللاعضوية مثل المعادن الثقيلة الثنائية التي عملنا على تطوير هذه التقانة و الاستفادة منها و تفعيلها لتحليل المعادن الثقيلة ثنائية التكافؤ .

ب - شرح الاختراع :

لذلك طورت طريقة لتعيين المعادن التالية Cu-Pb-Zn-Ni-Co- Cd-Fe-Mn بتقانة الـ HPLC. تميزت بدقة عالية وحساسية جيدة و كلفة أقل و بتحليل واحد نحدد هذه المعادن كيفيا وكميا وهي تعتمد على تعقيد المعادن المفصولة بالعمود التحليلي بوساطة الكاشف الانتقائي

4-(2-Pyridylazo) resorcinol) PAR* الذي يتفاعل مع المعادن المفصولة من العمود التحليلي ضمن وحدة الـ Reagent ثم يقاد المعدن المعقد إلى وحدة الكشف بالمجال المرئي ويقاس عند طول الموجة 500 nm**حيث تم تصميم وإنشاء وحدة تفاعل Reagent**خاصة عبارة عن عن لوب زجاجي مؤلف من عدة حلقات دائرية بقطر دقيق و متجانس بعدد لفات مناسب لضمان حدوث تفاعل التعقيد خلاله بين المعدن المفصول من العمود التحليلي و المعقد وهو متصل من جهة بتفريعة على شكل حرف T أحد فروعها متصل بوصلة تايكون لها نفس القطر و مرتبطة بالمضخة التي تضخ السائل المعقد **PAR*** و الفرع الآخر متصل بالعمود التحليلي لاستقبال المعدن المفصول من العمود بينما الفرع الثالث يتجه نحو اللوب الزجاجي

الذي يتم فيه التفاعل بين المعدن المفصول القادم من العمود التحليلي و المعقد الانتقائي PAR القادم من إحدى المضختين و يحدث تفاعل تعقيد المعدن المفصول مع المعقد داخل اللوب الزجاجي المتواجد بحمام مائي درجة حرارته ثابته بحدود 55 درجة مئوية لضمان تمام التفاعل على أكمل وجه بحيث يتعقد المعدن بشكل كامل من أجل دقة الحساب الكمي و يقاد المعدن الذي تعقد من خلال التدفق الثابت للطور المتحرك إلى وحدة الكشف Vis/UV ويقاس في المجال المرئي عند طول موجة 500نانومتر. شكل رقم (1)

تفصل المعادن الثقيلة وفق أزمنة احتباس نوعية لكل معدن ، المعدن الأكثر استقرارية مع السائل الحامل الذي هو صوديوم أوكتان سلفونات يكون أقل تبادل مع العمود التحليلي وبالتالي يكون له أقل زمن استبقاء مثل النحاس الذي يظهر أولا يليه الرصاص ثم التوتياء –النيكل- الكوبالت – الكادميوم – الحديد – المنغنيز . إن صوديوم أوكتان سلفونات تنقص من شحنة المعدن و تنقص من زمن الاستبقاء من خلال تشكيل معقدات مع المعادن شكل رقم (2) .

فهناك توازنان الأول بين السائل الحامل و المعدن و التوازن الثاني بين المعدن و الريزين

(حشوة العمود) فهناك استقرارية مختلفة للمعادن مع صوديوم أوكتان سلفونات فمثلاً المنغنيز يشكل معقد ضعيف مع صوديوم أوكتان سلفونات وبالتالي يأخذ زمن نسبي أقل في السائل الحامل و يقضي زمن أطول بارتباطه مع الريزين لذلك زمن استبقائه أطول ويخرج متأخراً . شكل رقم (3)

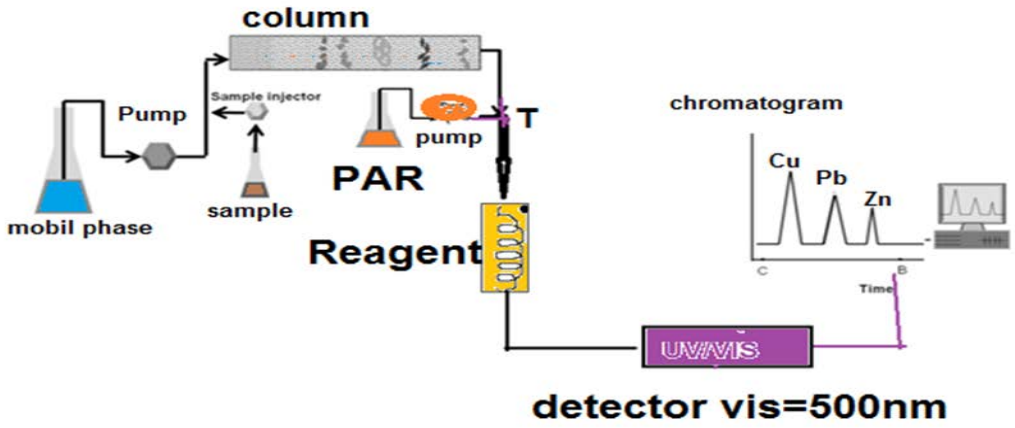
جرى تحضير عمود انتقائي خاص بفصل المعادن الثقيلة بتعبئة اسطوانة ستانلس ستيل بأبعاد 250mm*4.6mm*5micrometer من ريزينات تبادل أيوني وهي جسيمات مصنوعة من بوليمير الستيرين المتشابك مع ثنائي فينيل بنزن وتعتمد ألية الفصل على توازنات التبادل الأيوني ، وبذلك يمكننا الاستفادة من هذه التقنية بتحليل المعادن الثقيلة بشكل سريع و دقيق وغير مكلف اقتصاديا حيث يتم تحديدالمعادن الثنائية التالية Zn-Ni-Co- Cd-Fe- Cu-Pb-Mn بتحليل واحد وبالتالي يضاهي سرعة التقنيات الأخرى مثل تقنية الامتصاص الذري المكلفة اقتصاديا والتي تأحذ وقت أطول.إضافة لإستثمار هذه التقنية بنمط من التحاليل اللاعضوية الهامة وليتم ذلك كان لابد من إنشاء و تصميم وحدة اشتقاق لربط المعدن بالمعقد وتحويله إلى معقد ملون يكشف بالمجال المرئي.

حضرت سلسلة عيارية لكل معدن من هذه المعادن Cu-Pb-Zn-Ni-Co- Cd-Fe-Mn- بتراكيز من 1ppm -2ppm-3ppm-4ppm-5ppm ثم حضر مزيج منها مجتمعة و حللت و كانت معاملات الارتباط تتراوح بين 0.9989-0.9992 . جدول (1)

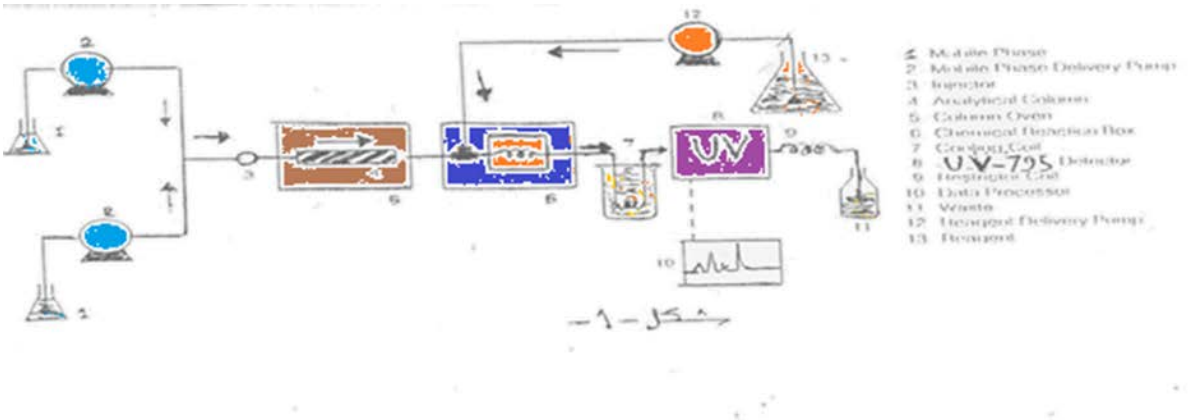
تعد طريقة تعيين المعادن الثقيلة Cu-Pb-Zn-Ni-Co- Cd-Fe-Mn- بالـHPLC من الطرق الدقيقة ذات الحساسية العالية و الكلفة القليلة و الوقت القصير إذا ما جرى التغلب على بعض العقبات على سبيل المثال تداخل النحاس مع الرصاص إذا كان تركيز النحاس عالياً و تركيزالرصاص منخفضاً وقد جرى التغلب على هذه المشكلة بتغيير تدفق السائل الحامل بما يتناسب وتدفق سائل الكاشف المعقد.

وعين الحديد الثلاثي عن طريق تعيين الحديد الثنائي في البداية ثم تعيين الحديد الكلي بعد الإرجاع بحمض الاسكوربيك ومن الفرق بين قيمة الحديد الكلي و الحديد الثنائي نحصل على قيمة الحديد الثلاثي

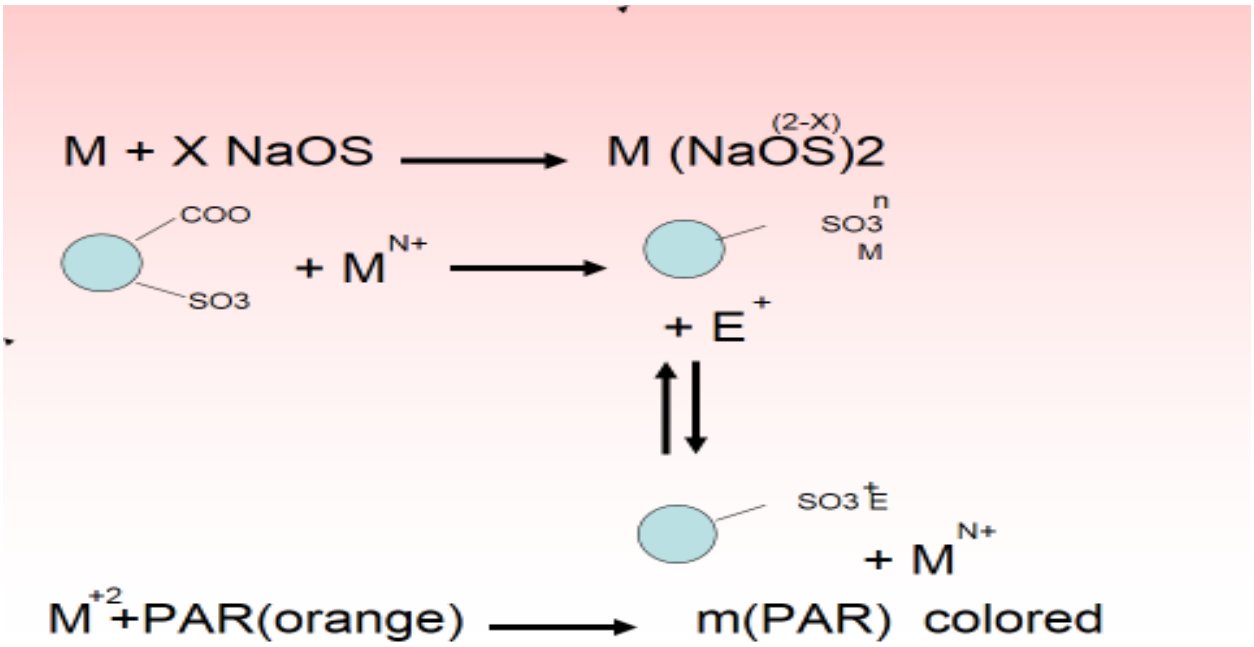
٣_ الرسوم و المخططات :



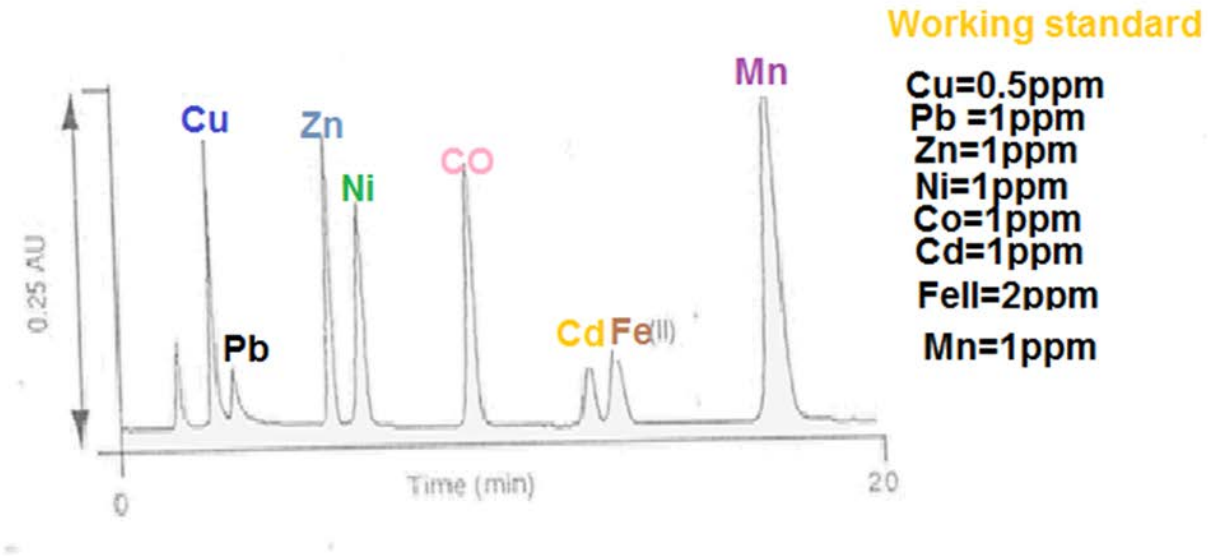
شكل رقم (1)



شكل رقم (1)



شكل رقم (2)



الشكل (3)

جدول (1) يظهر نتائج تحليل العينات والفرق بين القيمة النظرية والمقاسة

المعدن	القيم		عينة1	عينة2	عينة3	عينة4
CU	النظرية	القيمة	3	3	4	5
	المقاسة	القيمة	2.8	2.9	4.2	4.7
Pb	النظرية	القيمة	2	2	4	3
	المقاسة	القيمة	2.1	1.9	4.2	2.8
Zn	النظرية	القيمة	1	3	2	5
	المقاسة	القيمة	1.1	2.9	1.8	4.8
Cd	النظرية	القيمة	5	3	1	2
	المقاسة	القيمة	5.1	3.2	1.2	1.9

4- مطالب الحماية :

1- طريقة تعيين المعادن الثقيلة بتقانة الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء في المجال المرئي ....تتضمن الخطوات التالية:

- تعقيد المعادن المفصولة بالعمود التحليلي بوساطة الكاشف الانتقائي

4-(2-Pyridylazo resorcinol) PAR*

- وحدة تفاعل Reagent خاصة عبارة عن لوب زجاجي مؤلف من عدة حلقات دائرية بقطر دقيق ثابت و متجانس مناسب لضمان حدوث تفاعل التعقيد خلاله بين المعدن المفصول من العمود التحليلي و المعقد الانتقائي .

- تفريعه على شكل حرف T أحد فروعها متصل بوصلة تايكون لها نفس القطر و مرتبطة بالمضخة التي تضخ السائل المعقد *PAR و الفرع الآخر متصل بالعمود التحليلي لاستقبال المعدن المفصول من العمود بينما الفرع الثالث يتجه نحو اللوب الزجاجي الذي يتم فيه التفاعل بين المعدن المفصول القادم من العمود التحليلي و المعقد الانتقائي PAR القادم من إحدى المضختين و يحدث تفاعل تعقيد المعدن المفصول مع المعقد داخل اللوب الزجاجي

- حمام مائي يحدث فيه تفاعل تعقيد المعدن المفصول مع المعقد داخل اللوب الزجاجي درجة حرارته ثابته بحدود 55 درجة مئوية لضمان تمام التفاعل على أكمل وجه بحيث يتعقد المعدن بشكل كامل من أجل دقة الحساب الكمي و يقاد المعدن الذي تعقد من خلال التدفق الثابت للطور المتحرك إلى وحدة الكشف Vis/UV ويقاس في المجال المرئي عند طول موجة 500نانومتر

- عمود تحليلي وهو خاص لفصل المعادن الثقيلة وذلك بتعبئة اسطوانة ستانلس ستيل بأبعاد 250mm*4.6mm*5micrometer بريزينات تبادل أيوني وهي جسيمات مصنوعة من بوليمير الستيرين المتشابك مع ثنائي فينيل بنزن وتعتمد ألية الفصل على توازنات التبادل الأيوني

ما الغاية من هذا التصميم :

تحديد المعادن الثقيلة الثنائية .... بتحليل واحد نستطيع أن نحدد كميا تركيز كل معدن من المعادن المذكورة وهذا التحليل نوعي دقيق وسريع و اقتصادي و أسرع من التحليل على تقانة الامتصاص الذري

لذلك تم تصميم وحدة التفاعل Reagent التي يتم فيها تفاعل المعدن المفصول مع المعقد الانتقائي من لوب زجاجي بقطر دقيق 0.2 سم و بطول 10 سم لضمان التفاعل التام بين المعدن المفصول و المعقد وهذا اللوب موصول مع وصله شكل حرف T تضمن ثلاث مداخل 1- مدخل المعدن المفصول من العمود التحليلي ومدخل الكاشف المعقد و مخرج باتجاه اللوب الزجاجي الذي يتم فيه التفاعل و مخرج هذا اللوب يذهب للكاشف ضمن المجال المرئي 500 نانو متر لكشف المعدن المعقد

الادعاء الرئيسي :

تطوير طريقة تحليلية جديدة على جهاز من خلال تطوير عمل وأداء الجهاز

جهاز الكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء خصص لتحليل المواد العضوية بكل كواشفه طورنا على هذا الجهاز وحدة لتعقيد المعادن تتألف من لوب زجاجي بأبعاد وقطر محدد لضمان تمام التفاعل ووضع هذا اللوب المحكم بوعاء حاوي على سخان مع منظم حراري لضبط درجة الحرارة بحيث نضمن حدوث التفاعل بشكل كامل

مبدأ الفصل

يعتمد على هجرة تفاضلية لمكونات العينة داخل العمود الكروماتوغرافي حيث يؤدي التآثر الذي يحصل بين الطور الثابت (مادة العمود) و الطور المتحرك (السائل الحامل بما فيه العينة) إلى هجرة تفاضلية تقود إلى الفصل بين مكونات العينة الموجودة في السائل الحامل وذلك عن طريق تأخير هجرة مركب من العينة بالنسبة للمركبات الأخرى الداخلة في تكوينها ، إن التفاعل المتبادل بين الطور الثابت والمتحرك يحدث وفق نمط :

فعل التبادل الأيوني.

الشروط التحليلية:

جهاز HPLC مزود بمضختين وكاشف Vis/UV

حاقن يدوي

عمود تحليلي يحوي ريزين مبادل شاردي

الطور المتحرك : صوديوم أوكتان سلفونات مع أسيتونتريل

معدل التدفق :0.8 مل/د

حجم الحقنة 100 مايكرو

السائل المعقد :يضخ بتدفق 0.5 مل/د

PAR-pyridylazoresorcinolيحضر بهيدروكسيد الامونيوم مع حمض الخل المركز

ملخص الاختراع :

جرى تصميم وحدة الاشتقاقReagent لتعقيد المعادن و هي عبارة عن لوب زجاجي بأبعاد ثابتة كطول وقطر وعدد حلقات كاف بحيث تضمن تعقيد المعدن المفصول من العمود التحليلي بشكل كامل وتام من أجل دقة الحساب الكمي و آلية حدوث هذا التفاعل من خلال ضخ السائل المعقد من مضخة مستقلة بتدفق ثابت يضمن حدوث التفاعل بشكل كامل و من خلال وحدة الربط التي على شكل حرف T زجاجية لتؤمن تلاقي المعدن المفصول مع السائل المعقد وتسوقهم إلى اللوب الزجاجي من خلال تدفق الطور المتحرك بمعدل محسوب لضمان حدوث التفاعل بشكل كامل والذي يعطي معقد ملون للمعدن ومن ثم إلى وحدة الكشف ضمن المجال المرئي بالطول الموجي 500 نانومتر للكشف عن المعادن الثقيلة الموجودة بالعينة .

فكرة تصميم اللوب الزجاجي بأبعاده الثابتة و فكرة التوصيل من خلال الوصلة على شكل حرف T بشكل محكم وضبط درجة حرارة التفاعل على الحرارة 55 درجة مئوية واختيار مادة التعقيد ومعدل تدفق هذه المادة بما يتوافق مع معدل تدفق الطور المتحرك الذي يحمل

المعدن المفصول والذي يضمن فصل المعادن الثقيلة كل معدن على حدا جميعها بارامترات هامة تضمن تحديد دقيق كيفيا وكميا للمعادن الثقيلة المذكورة آنفا وبالتالي أصبحت طريقة معتمدة من حيث الدقة و السرعة لتحديد هذه المعادن .

وتصنيع عمود تحليلي خاص بفصل المعادن الثقيلة وذلك بتعبئة اسطوانة ستانلس ستيل بأبعاد 250mm*4.6mm*5micrometer بريزينات تبادل أيوني وهي جسيمات مصنوعة من بوليمير الستيرين المتشابك مع ثنائي فينيل بنزن وتعتمد ألية الفصل على توازنات التبادل الأيوني وأحكم مدخل العمود ومخرجه بفلاتر ميكروية 0.22 ميكرو متر .

اسم المرجع :

لا يوجد