

## المحاضرة الثالثة

### أسس الفصل والتحليل الكروماتوغرافي

## Fundamentals of Separation & Chromatographic Analysis

### : Summary الخلاصة

يتضمن هذا الفصل طريقة جديدة للفصل والتحليل المباشر وهي الكروماتوغرافيا لذا لنتعرف على أسس الفصل والتحليل الكروماتوغرافي من خلال معرفة مفهوم وتصنيف الكروماتوغرافيا. حيث يوجد الكروماتوغرافيا العادية (النظامية) وفي الطور المعكوس (التقنية الحديثة في الكروماتوغرافيا السائلة العالية الأداء (HPLC)). وسوف نعالج في هذا الفصل أسس الكروماتوغرافيا المستوية وعلى وجه التحديد كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) والرحلان الكهربائي (EC) والتقنية التقليدية في كروماتوغرافيا العمود من خلال معرفة المبادئ النظرية والأجسام الدامصة.

### : Introduction مقدمة

وجدنا بالفصل الثاني أن إحدى طرق الاستخلاص كانت معتمدة على التجزئة بين طورين، وفي سياق ذكر تقنيات الفصل كانت الكروماتوغرافيا، وذكرنا أننا نعالج هذه التقنية ببعض من التفصيل نظراً لأهميتها بالفصل والتحليل، فالكروماتوغرافيا عبارة عن طريقة فصل وتحليل مباشر، وهي تقوم بالمبدأ على التجزئة بين طورين، لكن على خلاف الاستخلاص، يكون أحد الطورين في الكروماتوغرافيا ثابت ويدعى بالطور الساكن، أما الطور الآخر فهو متحرك ويدعى بالطور المتحرك.

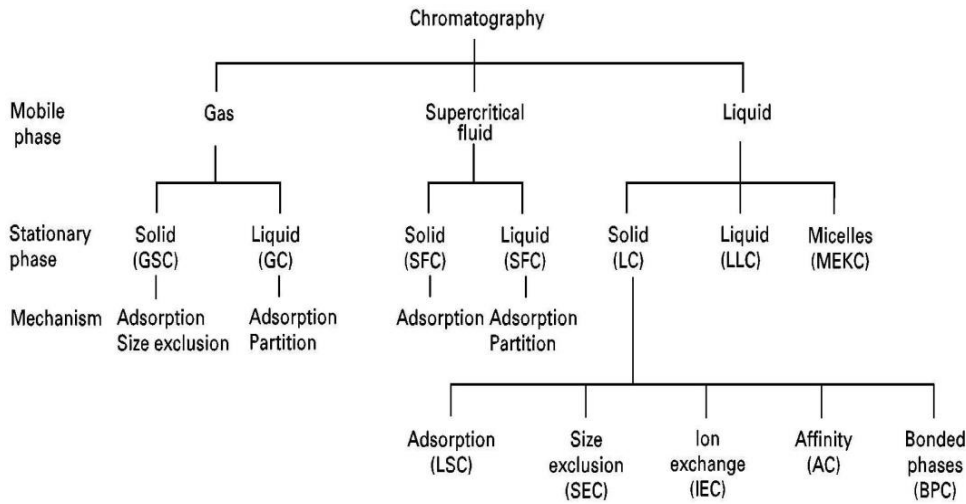
### 1-3 تعريف وتصنيف:

لقد استخدمت التقنيات المرتبطة بالكروماتوغرافيا لقرون من أجل فصل مواد مثل الأصبغة المستخلصة من النباتات، وفي آخر مقالات عالم الكيمياء والنبات الروسي " سويت " (Michael Tswett) عام 1906 قدم صياغة لتعريف الكروماتوغرافيا على الشكل التالي: " الكروماتوغرافيا هي طريقة يفصل فيها مزيج مركبات على عمود امتزاز (ادمصاص) في نظام تدفقي "، وقد تقدمت الكروماتوغرافيا منذ سويت بصورة ملحوظة وتسارع تطورها في منتصف القرن الماضي، وغدت تتضمن العديد من المتغيرات في عملية الفصل الأساسية

وتشمل الآن مجال تقنيات واسع أكثر مما عرّفت به كمصطلح. لهذا أخذت منظمات المقاييس في العديد من الدول مثل BSI و ASTM تعنى بوضع التعريفات للكروماتوغرافيا والتسميات لمصطلحاتها، لكن الاتحاد الدولي للكيمياء البحتة والتطبيقية (UPACI) وَّحد تعريف ومصطلحات الكروماتوغرافيا عام 1993 واقترح التعريف التالي للكروماتوغرافيا: " الكروماتوغرافيا هي طريقة فيزيائية للفصل تتوزع فيها المركبات المراد فصلها بين طورين أحدهما ساكن بينما الآخر يتحرك باتجاه محدد " .

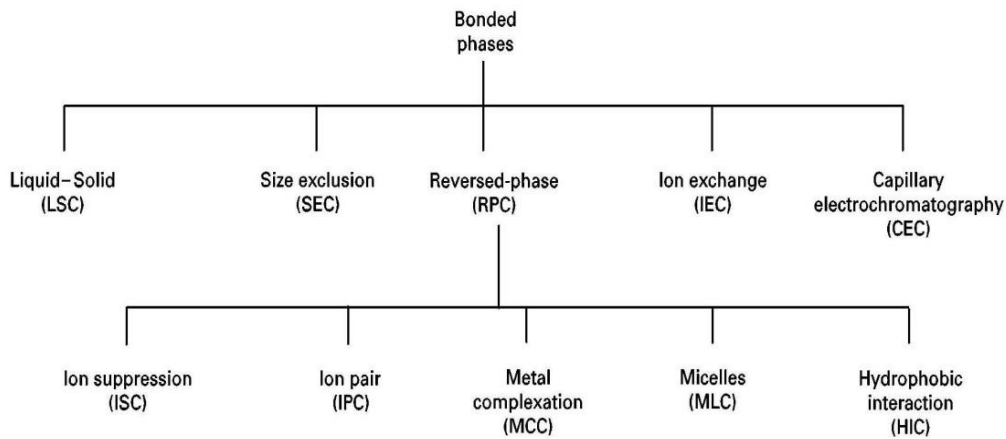
يكون أحد الأطوار بشكل فرشاة من جسم صلب مسامي، أو سائل حجمي ثلاثي الأبعاد أو فلم ثابت بالحالة العامة (*stationary phase*)، بينما الطور الآخر عبارة عن مائع (*mobile phase*) الذي يتخلل (ينفذ) عبر أو فوق الطور الساكن. وينتج الفصل عن تكرار عدد كبير من حوادث الامتزاز والانتزاز خلال حركة مكونات العينة على طول الطور الساكن بالاتجاه العام لهجرة الطور المتحرك. وتتطلب عملية الفصل بالعادة اختلافاً كافياً بقوة التأثيرات الفيزيائية المتبادلة لمكونات العينة بالطورين والمدمجة مع مساهمة مشجعة لخصائص نظام النقل التي تضبط حركة العينة داخل وبين الطورين.

إن التصنيف الأنسب لتقنيات الكروماتوغرافيا يعتمد على طبيعة الأطوار المستخدمة بالفصل شكل (1-3)، مع تقسيم فرعي يعتمد على آلية عملية التوزيع بين الطورين شكل (2-3) لكنه يتناول الأطوار المرتبطة (*Bonded phases*) التي يمكن أن نطلق عليها تسمية الأطوار الساكنة المطعمة، لأن عملية تثبيتها على جسم صلب مسامي حامل يتم من خلال تفاعل ربط كيميائي بينها وبين جسم صلب حامل شكل (2-3).



شكل (1-3) تمثيل تخطيطي لشجرة عائلة الكروماتوغرافيا

نلاحظ أن هذا التصنيف شامل لأنه يتضمن الأصناف المختلفة المتداولة من قبل الكروماتوغرافيين على اختلاف هدف ومجال استخدامهم لهذه الطريقة، فمنهم من يصنفها وفق طبيعة الأطوار المستخدمة في عملية الفصل، ومنهم من يصنفها وفق الآلية التي تتم بها التأثيرات المتبادلة في عملية الفصل ومنهم أخيراً من يصنفها وفق طريقة إظهار الكروماتوغرام أو بالاعتماد على وسيلة نظام الفصل وفيما إذا كان مستويًا أو على العمود.



شكل (3-2) التقسيم الفرعي لعملية تصنيف الكروماتوغرافيا

لا بد من الإشارة في نطاق الحديث عن تعريف وتصنيف الكروماتوغرافيا لبعض المفاهيم التي تترد في الكروماتوغرافيا مثل النظام الكروماتوغرافي أو الجملة الكروماتوغرافية بالإضافة للكروماتوغرافيا العادية وكروماتوغرافيا الطور المعكوس وتعريف مخرج عملية الفصل وجهازها.

النظام الكروماتوغرافي: يتألف النظام الكروماتوغرافي من ثلاثة عناصر وهي الطور الثابت والطور المتحرك والمزيج المراد فصله ولا توجد عملية كروماتوغرافية إذا لم تتوفر هذه العناصر الثلاثة.

الكروماتوغرافيا العادية (النظامية) وفي الطور المعكوس: الكروماتوغرافيا العادية هي تلك التي بدأت مع "سويت" باستخدام طور ساكن قطبي (كربونات الكالسيوم) وطور متحرك غير قطبي مثل ايتير البترول، أما كروماتوغرافيا الطور المعكوس فتستخدم طوراً ساكناً غير قطبي مع طور متحرك قطبي مثل الأسيتونتريل وسوف نتعرض لهذه الأنواع في معالجة الكروماتوغرافيا العالية الأداء (HPLC).

الكروماتوغرام: هو الصورة النهائية لاستثمار عملية الفصل وهو إما أن يكون مستويًا مثل الكروماتوغرام الورقي أو على طبقة رقيقة أو أن يكون على شكل قمم كروماتوغرافية غوصية الشكل تمثل كل قمة مفصولة فيه مركباً من مركبات المزيج المدروس وينتج عن كروماتوغرافيا العمود. ويدعى جهاز انجاز العملية الكروماتوغرافية بالكروماتوغراف.

وسوف نعالج في هذا الفصل أسس الكروماتوغرافيا المستوية وعلى وجه التحديد كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC) والرحلان الكهربائي (EC) والتقنية التقليدية في كروماتوغرافيا العمود مؤجلين التقنيات الحديثة في الكروماتوغرافيا السائلة العالية الأداء (HPLC) والرحلان الكهربائي الشعري (CEP) والكروماتوغرافيا الغازية (GC) إلى الفصل الرابع.

### 2-3 الكروماتوغرافيا المستوية: Planar Chromatography

لقد بدأت الكروماتوغرافيا المستوية مع طريقة الكروماتوغرافيا الورقية (PC) لكن محدودية استخدام الورق في عمليات الفصل جعل من طريقة كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة طريقة أعم وأشمل في عمليات الفصل المتنوعة حيث تتوفر فيها العديد من الأجسام الحاملة المتنوعة والصالحة لفصل مجال عريض من أنواع المركبات، لذلك نعالج بشيء من التفصيل طريقة كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة TLC، وفيها يتم فصل مزائج المركبات عن طريق تمليصها من فرشاة مستوية تمثل الطور الساكن بطور متحرك مناسب موضوع بحوض الإظهار، ومن ثم تشخيص المركبات المفصولة عن طريق الكشف عنها بطريقة كيميائية أو فيزيائية.

#### 1-2-3 المبادئ النظرية:

إن أهم الخصائص التي تضبط تباين المركبات على الطبقة الرقيقة هي حجم أو قياس البقعة الممثلة لمركب مفصول والأبعاد الهندسية للطبقة. فمع بقعة قطرها 0.5Cm وطبقة طولها 10Cm، يمكن استيعاب 20 مركب مفصول بصورة مثالية. من جهة أخرى تسمح الخاصة الشعرية كآلية لحركة الطور المتحرك على الطبقة ببلوغ عدد من الصفائح النظرية قيمة تتجاوز 4500 صفيحة، وإن كل مركب يمارس فعل الحركة والتوقف في هذه الصفائح التي يعبرها، وطالما تتغير سرعة الطور المتحرك خلال الحركة على كامل الطبقة فإن عدد المركبات المفصولة ينخفض عند تحركها لمسافة أكبر عن مبدأ هجرتها، لذلك فإنه من غير المحتمل أن يتجاوز عدد بقع المركبات المفصولة عملياً أكثر من ستة إلى ثمانية عند القيمة المثلى لمسار الإظهار على الطبقة.

يعرّف معامل التوزع  $K_D$  في الكروماتوغرافيا لمركب معين بالعلاقة:

$$K_D = \frac{C_{SP}}{C_{MP}}$$

حيث  $C_{SP}$  تركيز المركب في الطور الساكن و  $C_{MP}$  تركيز المركب في الطور المتحرك. ويعبر  $K_D$  عن الإلفة النسبية لمركب بالنسبة للطورين، لذلك فإنه يربط المسافة والسرعة التي يتحركها المركب خلال الطبقة في عملية التمليص. إلا أنه يصعب تقدير قيمة معامل التوزع وسرعة الهجرة بتأكيد مناسب في التحليل الروتيني، لذلك

يكون التقدير التجريبي من الكروماتوغرام متطلباً، ويعبر عن النتائج في TLC والكروماتوغرافيا الورقية بقياس قيم الـ  $R_f$  التي تنسب مسافة هجرة المركب لجبهة الطور المتحرك، والتي ترتبط بمعامل توزع المركب:

$$R_f = \frac{\text{المركب قبل المقطوعة المسافة}}{\text{جبهة المذيب قبل المقطوعة المسافة}}$$

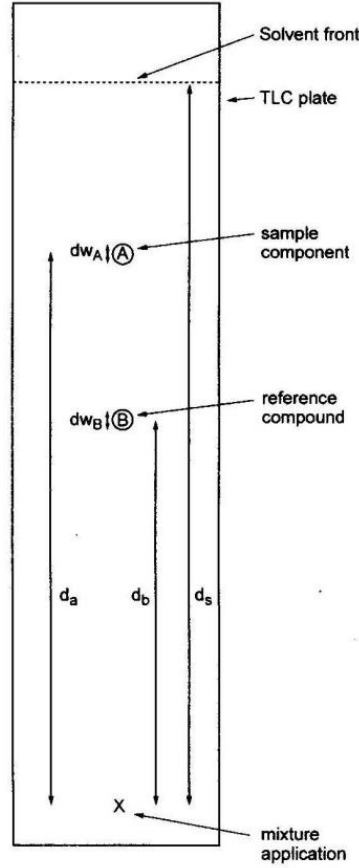
إن قيمة  $R_f$ ، القوية الارتباط مع قيمة عامل التأخير  $R$ ، غير متساويتين تماماً طالما كانت نسبة المسافات المتحركة مقارنة مع نسبة السرعة. ففي الكروماتوغرافيا المستوية تهاجر جبهة المذيب بصورة متقدمة أكثر بقليل عن الطور المتحرك الثلاثي الأبعاد (الحجمي) ولهذا السبب يكون عامل التأخير  $R$  مساوياً تقريباً  $1.15R_f$ ، وعلى الرغم من أن قيمة  $R_f$  ليست قيمة فيزيائية مطلقة لمركب إلا أنها تساعد في عملية تشخيص المركبات (تحديد الهوية) عند العناية بضبط شروط الفصل، وبسبب عدد ملحوظ من المتغيرات التي تؤثر بقيمة  $R_f$ ، كحالة الاختلافات الدقيقة في: تركيب المذيب، درجة الحرارة، حجم حوض الإظهار ودرجة إشباعه ببخار الطور المتحرك، طبقة الجسم الصلب وطبيعة المزيج المدروس فإن تطابق قيم الـ  $R_f$  حتى في أكثر من نظام مذيب واحد لا تؤخذ كدليل على وجود مركب معين.

#### نظرية الصفائح plate theory

يمكن أن تمتد الكروماتوغرافيا المستوية لتشمل باستخدامها مختلف أنواع المذيبات كأطوار متحركة واستعمال طبقات تتألف من مزيج من الأطوار الساكنة، إلا أن الوصول إلى نتائج مثلى يتطلب تخفيض العوامل المؤدية إلى تعريض البقع من أجل الحصول على تباين أفضل. ويعبر عن كفاءة الفصل بالكروماتوغرافيا المستوية بعدد الصفائح النظرية بالمقارنة مع رفوف برج التقطير، ويعطى عدد الصفائح النظرية بالعلاقة:

$$N = 16 \left( \frac{d_A}{d_w} \right)^2$$

حيث  $d_A$  المسافة المقطوعة حتى مركز البقعة و  $d_W$  عرض البقعة (امتدادها من جانب إلى آخر)



شكل (3-3) يبين تعيين  $R_f$  و  $R_{st}$  على كروماتوغرام طبقة رقيقة

ويعبر عن احتفاظ (retention) مركب من قبل الطور الساكن واحتفاظه من قبل الطور المتحرك بنسبة

الاحتفاظ التي تدعى بعامل السعة (Capacity factor) التي تعطى بالعلاقة:

$$k = \frac{t_R}{t_M}$$

ففي كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة والورقية يتناسب الزمن الذي يمضيه مركب في الطور الساكن مع (مسافة جبهة المذيب - مسافة مركز بقعة المركب)، بينما يتناسب الزمن الذي يمضيه مركب في الطور المتحرك مع

مسافة مركز بقعة المركب لذلك يمكن أن نعبر عن عامل السعة بالشكل الآخر التالي:

$$k = \frac{d_{\text{Solvent}} - d_A}{d_A} = \frac{1 - R_f}{R_f}$$

ويعبر عن التباين  $R_s$  (resolution) بين زوج متجاور من البقع عامل الفصل  $\alpha$  بمفاهيم المسافات المقطوعة من قبل مكون ومذيب وفق العلاقتين التاليتين:

$$R_s = 2 \frac{(d_B - d_A)}{d_{WA} + d_{WB}}$$

$$\alpha = \frac{k_B}{k_A} = \frac{d_A(d_{Solvent} - d_B)}{d_B(d_{Solvent} - d_A)}$$

نظرية المعدل (السرعة) في تعريض الشريط **Rate theory of band broadening**

لقد اقترح فاندميتر Van Deemter علاقة مختصرة تربط بين الارتفاع المكافئ لصفحة نظرية واحدة والسرعة من أجل الكروماتوغرافيا المستوية وتأخذ الشكل التالي:

$$H = A + \frac{B}{u} + (C_s + C_M)u$$

يمثل الحد الأول في المعادلة السابقة  $A$  مساهمة تعدد القنوات التي يسلكها المركب على الطبقة في تعريض البقعة خلال عملية الإظهار، أما الحد الثاني  $B/u$  فيمثل مساهمة الانتشار الطولاني في تعريض البقعة ويُعدّ مهماً في تخفيض الانتشار المذكور عن طريق إشباع جو حوض الإظهار ببخار الطور المتحرك ورفع الطبقة من حوض الإظهار قبل الوصول إلى قمة الطبقة، وإن الأخطاء بإتباع هذه الوسائل تقود إلى تعريض البقعة المنسوب إلى انتشار منطقة تركيز المركب وتتناسب هذه الأفعال مع الزمن المنقضي في الطور المتحرك. أما الحد الثالث والأخير في معادلة فاندميتر فيمثل التوازن البطيء أو أفعال نقل الكتلة بين الطورين المساهمة في تعريض البقع، ويمكن تخفيض هذه الأفعال باختيار طور متحرك ذي لزوجة منخفضة، كما أن الحبيبات الأصغر للطور الساكن تقود إلى تحسينات في هذا المجال لأنها تزيد من مقاومة تدفق الطور المتحرك.

معدل تدفق الطور المتحرك: تعدّ الكروماتوغرافيا المستوية مثلاً غير نموذجي عن الطرق الكروماتوغرافية الأخرى من حيث تدفق الطور المتحرك، إذ من الصعوبة أن يضبط فيها معدل تدفق الطور المتحرك، بالإضافة إلى أنه ينجر بصورة غير متناسقة عبر حشوة الطبقة. ويعتمد معدل تدفق الطور المتحرك على عدد من الخصائص مثل اللزوجة والتوتر السطحي للمذيب وقياس حبيبات وسماحية الحشوة. ففي تقنية الإظهار الصاعدة حيث يُجر الطور المتحرك بالقوى الشعرية تبيّن أن سرعة الطور المتحرك تتناسب عكساً مع مسافة جبهة المذيب المتحركة وعند الحد الأدنى تكون صفراً عند النقطة التي يبدأ عندها الانتشار الجانبي وتبدأ البقعة بالتعرض مع ملازمة الخسارة بالتباين.

خلاصة الطريقة: في الكروماتوغرافيا المستوية يطبق (يقع) محلول العينة في مذيب طيار بالاستعانة بأنبوب شعري على مسافة 1-2Cm من الحافة السفلى لطبقة رقيقة متجانسة مطلية بجسم دامص خامل مثل السيليكاجل

أو الألو مينا الذي ينشر بصورة متجانسة على صفيحة حاملة من الزجاج أو البلاستيك ومجففة تحت شروط نظامية. وبعد تجفيف البقعة توضع الطبقة عمودياً في حوض إظهار يحوي بقاعه الطور المتحرك المختار حتى ارتفاع 1Cm تقريباً يبدأ المذيب بالصعود بالفعل الشعري (Capillary action) ويبدأ حصول الفصل بما يسمى تقنية الكروماتوغرافيا الصاعدة التي تفصل المركبات عن بعضها على شكل بقع منقطعة. وفي نهاية عمل المذيب (توقفه) يتم إخراج الطبقة لتجفيفها من المذيب لتبدأ بعد ذلك عملية تحديد مواقع البقع الممثلة للمركبات المفصولة ومن ثم تعيين هويتها (التحليل النوعي) سواء بطرق فيزيائية مثل التشخيص المرئي أو الفلورة أو المراقبة الإشعاعية أو بطريقة كيميائية يستخدم فيها تفاعلاً كيميائياً بين كاشف انتقائي ومركبات العينة. وفي الكروماتوغرافيا المستوية التحضيرية حيث تستخدم فيها طبقات سميكة التي تستوعب كمية أكبر من المادة يمكن كشط بقعة العينة من الكروماتوغرام وإخضاعها لعملية استخلاص بمذيب مناسب ومتابعة التحليل النوعي والكمي بإحدى الطرق الطيفية.

**عملية الإدمصاص (الامتزاز) السطحية وشكل البقعة: إن التأثيرات المتبادلة الممكنة الحدوث التي تؤدي إلى**

**إدمصاص جزيئات العينة هي التالية:**

- قوى تشتت لوندن أو قوى فاندر فالس
- التأثيرات المتبادلة ثنائي قطب-ثنائي قطب
- الترابط الهيدروجيني بين الجزيئات
- الإدمصاص الكيميائي

فعندما تكون قوفاندر فالس هي التي تحكم التأثيرات المتبادلة نحصل على منحنى إدمصاص متساوي الدرجة (isotherm) يحوي مجالاً خطياً واسعاً تكون البقع بالنتيجة متناظرة الأبعاد. يشير الشكل S لمنحنى الإدمصاص المتساوي الدرجة إلى أن المذاب نفسه يعمل كجسم دامص معطياً طبقات إدمصاص مضاعفة التي تؤدي إلى بقع على هيئة دمة teardrop-shaped بالمقارنة مع تذييل القمم في الكروماتوغرافيا الغازية. وفي الوضع الذي تكون فيه جميع مواقع الإدمصاص المتاحة على السطح مشغولة فإن الجزيئات الأكثر من المذاب تعاق مع اقتراب تغطية السطح بطبقة وحيدة الجزيئه ونقول عن السطح أنه بلغ الإشباع، وفي مثل هذه الحالة نحصل على بقع مغزلية الهيئة مماثلة لجهة القمم المنتشرة في الكروماتوغرافيا الغازية. ويمكن تجنب العديد من المشاكل المرافقة لشكل البقعة، بتخفيض حمولة العينة على الطبقة حيث نضمن العمل في المنطقة الخطية عند قاعدة منحنى الإدمصاص المتساوي الدرجة.



مقارنة تقنية الطبقة الرقيقة مع الصيغ الأخرى للكروماتوغرافيا:

إن تقنية العمود الكروماتوغرافي المفتوح (LC) تعاني من العجز بالمقارنة مع تقنية TLC لأنها بطيئة إذ تتطلب مقادير كبيرة من مواد الحشوة والطور المتحرك والمزيج المراد فصله، وإن أكبر سيئات طريقة العمود هي السرعة وسلم العمل بالإضافة إلى تمييز المركبات.

في السنوات اللاحقة من تقدم الكروماتوغرافياً أصبحت طريقة الـ HPLC من الطرق ذات الاختيار الأهم للتحليل السريع سواء من الناحية النوعية أو الكمية، ومع ذلك فإن طريقة الـ TLC تقدم دائماً من المحاسن:

- تتطلب العينات اللازمة للـ TLC تحضيرات أصغرية
- يمكن إجراء تحليل عدة مواد معيارية مع العديد من العينات سوية تحت ظروف متماثلة بزمن مقارن مع الـ HPLC

- وبالمقارنة مع الكروماتوغرافيا الورقية (PC) فإن طريقة الـ TLC تفوقها بالمحاسن من حيث السرعة الأكبر وفي العديد من الحالات بتباين أفضل. إذ يكون الزمن المتوسط اللازم لإظهار طبقة مع مسافة هجرة 10Cm على السيليكاجل لا يتجاوز 20-30min وفق طبيعة الطور المتحرك، بينما تأخذ هذه العملية مدة 2h في حالة الـ PC.

### 2-2-3 الأقسام الدامصة Adsorbents

إن الخصائص العامة للأقسام الدامصة المستخدمة في الـ TLC مماثلة لتلك المستخدمة في تقنية العمود، وهناك خاصتان أساسيتان هامتان للجسم الدامص المستخدم وهما قياس حبيبه ودرجة تجانسه، لأن التصاق الجسم الدامص بحامل الطبقة يعتمد بصورة أساسية عليهما. لذلك تستخدم عادة أجساماً دامصة ذات أبعاد حبيبات 10-20µm، وإن الأقسام ذات الحبيبات الكبيرة لا تقود إلى طبقات مرضية، لأن أحد أسباب استخدام الحبيبات الصغيرة هو تعزيز التباين في عملية الفصل على الطبقة. بينما لا يقود استخدام الحبيبات الصغيرة في العمود إلى تدفق مقبول، لكن استخدام الحبيبات الصغيرة في الطبقات الرقيقة يقود إلى سرعة تدفق أكبر للمذيب. ويتضمن الجدول (1-3) أمثلة نموذجية عن أقسام دامصه مستخدمة في طريقة الـ TLC مع أمثلة عن استخدامها لفصل الأنواع المختلفة من مزائج المركبات.

جدول (1-3) الأجسام الدامصه المستخدمة في TLC مع أمثلة عن استخدامها

استخدام الجسم في الفصل	الجسم الصلب الدامص
الحموض الأمينية، الألكالويدات، السكريات، الحموض الدسمة، الليبيدات، الزيوت الأساسية، الستيروئيدات والأيونات اللاعضوية	السيليكاجل
الألكالويدات، الأصبغة الغذائية، الفينولات، الستيروئيدات، الفيتامينات، الكاروتينيدات والحموض الأمينية	الألو مينا
السكريات، الأوليغوساكاريد، الحموض الثنائية، الحموض الدسمة، الغليسيريديت الثلاثية، الحموض الأمينية و الستيروئيدات	الكيسلغير
الستيروئيدات و الكاتيونات اللاعضوية	السيليت
الحموض الأمينية، الأصبغة الغذائية، الألكالويدات النكليوتيدات	بودرة السيليلوز
النكليوتيدات وأيونات الهاليد	سيليلوز التبادل الأيوني
الحموض الأمينية	النشاء

إن طريقة تحضير الطبقة ذات أهمية كبيرة من أجل الحصول على نتائج مثلى ومنتاسخة، وإن وجود آثار من الشوائب تؤثر بصورة كبيرة على سلوك مواقع الإدمصاص التي تشغل سطح الجسم الدامص، ويشكل الماء احد أهم الشوائب المألوفة. لذلك يجب تنشيط الجسم الدامص من خلال تسخينه لعزل الرطوبة ليقود بالنتيجة إلى عمليات فصل جيدة مع بقع ممثلة أفضل للمركبات.

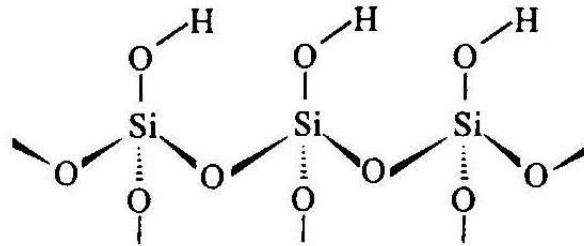
### المضافات Additives

يتوفر العديد من الأجسام الدامصه في الأسواق التجارية مع رابط أو بدون رابط ومع أو بدون مشعرات فلورة، وتكون مثل هذه الأنواع المضافة عادة متضمنة في الجسم الدامص من أجل تحسين أداء الالتصاق الجيد مع حامل الطبقة وعدم تعريض مقاومتها للعطب من جهة وملاءمة الكشف عن البقع المفصولة على الكروماتوغرام من جهة أخرى. وعلى أية حال هناك بعض القيود على استخدام مثل هذه الطبقات، فمثلاً عندما تكون المادة الرابطة هي النشاء أو بعض المواد البوليميرية تكون هذه الطبقات غير مناسبة لاستخدام كواشف ذات فعل إتلافي مثل حمض الكبريت المركز لتشخيص مواقع البقع، أما الطبقات التي تحوي كبريتات الكالسيوم كمادة رابطة فهي غير منسجمة مع طور متحرك مائي نظراً لذوبانيتها ولو الضعيفة. أما إضافة مادة مفلورة فهي عملية مفيدة في عملية التشخيص وليس لها أي فعل تخريبي، لهذا فإن إضافة المنغنيز المفعل بسيليكات التوتياء ذي الحبيبات المماثلة في أبعادها لحبيبات الجسم الدامص يجعله يمتص الإشعاع الـ UV عند 254nm ويصدر

فلورة خضراء اللون حيث تظهر البقع داكنة بالنسبة لخلفية الطبقة وينسب ذلك لإطفاء فلورة المشعر. ونستعرض فيما يلي خصائص أهم الأجسام الدامصه.

### السيليكا جل Silica gel

تعد السيليكا جل (شكل 3-4) الجسم الدامص الأكثر استخداماً في دراسات الـ TLC.



شكل (3-4) يمثل بنية قالب السيليكا جل

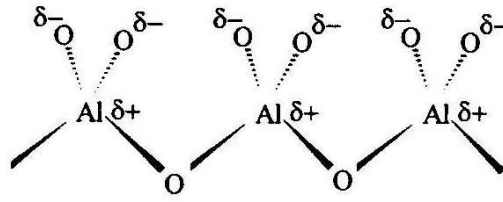
ويحضر بحلمهة سيليكات الصوديوم إلى حمض متعدد السيليس الذي يعطي مادة السيليكا جل، ويضاف له عادة رابط من الجبس  $CaSO_4 \cdot 5H_2O$  بحدود 10% من وزن الجسم الدامص بالحالة العامة من أجل تماسك الطبقة على حاملها، كما يتوفر في الأسواق التجارية طبقات جاهزة مع مادة مفلورة. ومن الممكن أيضاً تعديل الخصائص الإدمصاصية للسيليكا جل عن طريق حشر مواد مثل الأسس أو واقيات ذات pH محدد، وبصورة مماثلة يمكن إضافة نترات الفضة حيث يمكن لمثل هذه الإضافة أن تغير الخصائص الإدمصاصية لتسمح بزيادة فصل وتمييز المركبات غير المشبعة وبصورة خاصة الألكينات.

### الكيسلغير (celite) Kieselguhr

الكيسلغير أو السليبت عبارة عن تربة دياتوميت مؤلفة من سيلكا غنية بهياكل متحجرة متبقية من متعضيات ميكروسكوبية تدعى بثنائيات الذرة. تتمتع هذه المواد بمسامية عالية وسطح نوعي كبير، كما تبدي خصائص إدمصاصية ضعيفة جداً، ومن أجل هذه الخصائص استخدمت أولاً كحامل للطور السائل الساكن في كروماتوغرافيا التجزئة، ويضاف لها في تطبيقات الـ TLC عادة كبريتات الكالسيوم كمادة رابطة بواقع 15%. ويمكن تخفيض سعة الإدمصاص بمعالجتها مع الحموض أو الأسس أو السيلنة.

### الألومينا Alumina

يمكن تحضير الألومينا بنفس الدرجة من النقاوة التي تحضر بها السيليكا عن طريق عمليات النزع غير المتجانس للماء منتشكيات بلورية متنوعة من أكسيد الألمنيوم، بالإضافة إلى أنه يمكن ضبط شروط التفاعل للحصول على أكسيد الألمنيوم ذي سطح حمضي أو قلوي أو معتدل شكل (3-5).



شكل (3-5) بنية جزئية للألومينا

ومن أجل الحصول على نتائج متناسخة وعمليات فصل مثلى من الضروري تنشيط الألومينا لضبط مقدار الماء المد مص الذي يمكن أن يحجب مواقع الإدمصاص على سطح الألومينا، ويتم التنشيط بصورة نموذجية عن طريق التسخين لدرجة حرارة 125-150°C لمدة محددة.  
هناك أجسام دامصه أخرى أقل استخداماً على الطبقة الرقيقة نذكر منها بودرة السيليلوز، بالإضافة إلى المناخل الجزيئية (Molecular sieve).



