

ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ ОЛИЙ ВА ЎРТА МАХСУС
ТАЪЛИМ ВАЗИЛИГИ

ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

«ОЗИҚ-ОВҚАТ МАҲСУЛОТЛАРИ ТЕХНОЛОГИЯСИ» ФАКУЛЬТЕТИ

«ОЗИҚ-ОВҚАТ МАҲСУЛОТЛАРИ ТЕХНОЛОГИЯСИ» КАФЕДРАСИ

Ёғ ва мойлар тадқиқотининг жиҳозлари фанидан маърузалар матни



Тошкент-2013

ЎЗБЕКИСТОН РЕСПУБЛИКАСИ ОЛИЙ ВА ЎРТА МАХСУС ТАЪЛИМ
ВАЗИРЛИГИ

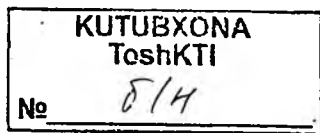
ТОШКЕНТ КИМЁ-ТЕХНОЛОГИЯ ИНСТИТУТИ

«ОЗИҚ-ОВҚАТ МАҲСУЛОТЛАРИ ТЕХНОЛОГИЯСИ» КАФЕДРАСИ



ЁҒ ВА МОЙЛАР ТАДҚИҚОТИНИНГ ЖИҲОЗЛАРИ

ФАНИДАН МАЪРУЗАЛАР МАТНЛАРИ



ТОШКЕНТ – 2013

Тузувчилар: катта ўқитувчи Ибрагимова М.С., ассистент Акрамов Р.Р.

«Ёг ва мойлар тадқиқотининг жиҳозлари» фанидан маърузалар матнлари 5A321001 «Озиқ-овқат маҳсулотлари ишлаб чиқариш ва қайта ишлаш технологияси» магистратура мутахассислиги бўйича таълим олаётган талабаларга, ўқув режасига асосан 20 ўқув соат ҳажмида ўқишга мўлжалланиб, тайёрланган 10 та маърузани ўз ичига олади. Маърузалар матнларида мойларни қайта ишлаб олинган маҳсулотлар кимёвий таркибини тўлиқ ва чуқур ўрганишга йўналтирилган илмий тадқиқот ишларида қўлланиладиган махсус, замонавий тадқиқот жиҳозлари тўғрисида маълумотлар берилган.

«Озиқ-овқат маҳсулотлари технологияси» кафедрасининг 2013 йил 20 августдаги 1-мажлисида муҳокама қилинган (баённома № 1).

«Озиқ-овқат маҳсулотлари технологияси» факультети 2013 йил 26 Августдаги (баённома №1) илмий-услубий кенгашида чоп этишга тавсия қилинган.

Тошкент кимё технология институтининг Илмий-услубий кенгашининг 2013 йил «30» «08» мажлисида (баённома № 1) тасдиқланган.

Тақризчи: ТДТУ қошидаги Олий муҳандислик педагогика институтининг профессори, т.ф.д., проф. С.А.Абдурахимов _____

МУНДАРИЖА

1-Маъруза	Кириш.....	4
2-Маъруза	Аффин хроматография усулининг назарий асослари....	8
3-Маъруза	Газли хроматографлар таркибий жихозлари. Газ хроматографлари детекторлари, колонкаларининг турлари ва тайёрлаш талаблари.....	14
4-Маъруза	Ҳарорати программалаштирилган хроматографлар.....	22
5-Маъруза	Газ хроматографларининг бошқа тадқиқот жихозлари биланқўлланилиши.....	27
6-Маъруза	Юқори унумдор суюқлик хроматографияси асослари....	36
7-Маъруза	Юқори унумдор суюқлик хроматографияси турлари.....	41
8-Маъруза	Электромиграцион тадқиқот усуллари асослари. Электрофорез ва изотахофорез жихозлари.....	44
9-Маъруза	Масс-спектрометрлар.....	48
10-Маъруза	ЯМР жихозлари.....	60
	Адабиетлар.....	67

1-МАЪРУЗА

КИРИШ

РЕЖА:

1.1. Кириш. Фаннинг мақсади ва вазифалари. Рейтинг тизими ҳақида.

1.2. Хом ашё, ярим тайёр ва тайёр маҳсулотлар сифатини баҳолаш усуллари. Намуна олиш ва унинг тадқиқот натижасига таъсири.

1.3. Тадқиқотда хатоликлар ва уларнинг турлари.

1.1. Кириш. Фаннинг мақсади ва вазифалари. Рейтинг тизими ҳақида

Мойларни ишлаб чиқариш ва қайта ишлаш жараёнларини техно-кимёвий назорат қилишда, ҳамда шу жараёнларни оптимал бошқаришда муҳим аҳамиятга эга бўлган илмий тадқиқот ишларида қўлланиладиган энг замонавий тадқиқот усуллари ва жиҳозлари билан таништиришдир.

«Ёглар ва мойли хомашёлар кимёси» курсларида ўсимликлар, хусусан, мойли хом ашёлар ёки мойли уруғлар кимёвий таркиби билан танишилди. Ушбу фан мойли хомашёлардан ажратиб олинган моддаларнинг микдор, сифат таркибини ўрганишнинг назарий ва амалий асосларини ўргатади. У липидлар кимёсини чуқурроқ таҳлил қилиш имкониятини яратади.

Кимё, фармацевтика ва озиқ-овқат саноатида ишлаб чиқариш жараёнини бошқариш, яъни хомашё, ярим тайёр маҳсулот ва тайёр маҳсулот сифатини баҳолаш лабораторияда амалга оширилади. Бунда қўлланиладиган тадқиқот усуллари қулай, содда ва тезкор бўлиши, ҳамда технологик жараённинг бузилганлигини ақс эттирувчи, асосий сифат кўрсаткичларини аниқловчи усуллар бўлиши керак. Ҳар бир технологик жараёнда мана шундай асосий микдор ва сифат кўрсаткичлар мавжуд. Масалан, мойларни ишлаб чиқаришда — уруғнинг мойлилиги, мойларни рафинация қилишда — кислота сони ва ранглилиги, гидрогенизация қилишда — эриш ва қотиш ҳарорати ва қаттиқлик даражаси ва ҳоказо.

Бу кўрсаткичларни аниқлаш усуллари «Ёг ва мойлар тадқиқотининг жиҳозлари» фанининг амалий машғулотида ўрганилади.

1.2. Хомашё, ярим тайёр маҳсулот ва тайёр маҳсулот сифатини баҳолаш усуллари. Намуна олиш ва унинг тадқиқот натижасига таъсири.

Ҳар қандай тадқиқот асосида тўлиқ, аниқ, ўртача намуна олиш ётади. Чунки, тадқиқот усули қанчалик мукаммал бўлмасин, ажратилган намуна таҳлил қилинаётган моддани тўлиқ характерламаса, тадқиқотнинг маъноси қолмайди. Намуна ажратиш бир қанча босқичда боради: намуналар йиғиш, умумий намуна ҳосил қилиш, лаборатория ва сўнгра таҳлил намунасигача қисқартириш.

Тўғри ажратилган намунани таҳлил қилишдан олдин, уни таҳлилга тайёрлаш жараёнлари амалга оширилади. Бу жараёнлар таҳлил қилинадиган намунанинг кимёвий таркиби, физик ҳолати, уларнинг миқдори каби кўрсаткичларини тўғри аниқлаш учун қулай имконият туғдириши керак. Бу жараёнларга қуритиш ёки чала қуритиш, майдалаш, эрувчан компонентларни ажратиб олиш, аралашмани компонентларга ажратиш операциялари бўлиши мумкин. Таҳлилга тайёрлаш жараёни операцияларига қўйиладиган асосий талаб - намуна таркибига кирувчи моддаларнинг ўзгармаслигини сақлаб қолишдир.

Қуритиш ёки чала қуритиш операцияси нам материалларни майдалаш жараёнидан олдин келади. Қуритишдан мақсад материал қаттиқлик коэффициентини бузувчи кучга тенглаштириш, ҳамда намликни оптимал даражагача пасайтириб, органик эритувчиларда эрийдиган моддаларни тўлиқ экстракциясини амалга ошириш учун шароит яратишдир. Агар қуритиладиган материал маълум, аниқ намлик даражасигача қуритилиши керак бўлмаса, унда материал ҳаво намлик даражасигача, ҳона ҳароратида қуритилади. Бошқа ҳолларда қуритиш шкафлари, контактли ва сублимацион қуритиш мосламалари, инфракизил ёки юкори частотали токда ишлайдиган қуритиш ускуналари қўлланилади. Қуритиш ускуналари ва шароитларини танлашда қуритиладиган материалнинг ўзига хос хусусиятлари ҳисобга олинishi керак. Оксидланиш жараёнининг олдини олиш учун вакуумда ёки инерт газ муҳитида қуритиш лозим.

Материални майдалашда шундай усул танлаш керакки, унда материал ниҳоятда майда дисперс ҳолатгача майдалансин ва унинг таркибидаги моддалар эса ўзгармасин. Моддаларнинг ўзгариши майдалаш жараёнида ажралиб чиқадиган иссиқлик ҳисобига бориши мумкин. Материалнинг майдаланиш хусусияти унинг қаттиқлиги ва пишқилигига боғлиқ. Материалга таъсир қилувчи кучнинг таъсир шароитига кўра: эзиб майдалаш, уриб, ишқалаб ва кесиб-синдириб майдалаш усуллари қўлланилиши мумкин. Уриб ва эзиб майдалаш мўрт қаттиқ материалларга қўлланса, эзиб, ишқалаб майдалаш қовушқоқ материалларга қўлланилади.

Шунинг учун мойли уруғлар липидларни тўлиқ кимёвий таркибини ўрганиш учун барча турдаги липидларни ажратиб олиш имкониятини берувчи махсус усулларнинг барчасидан фойдаланилади.

1.3. Тадқиқотда хатоликлар ва уларнинг турлари

Бу босқичларда тасодифий хатолар таҳлил натижаларининг ортиш ёки камайиш томонига аниқлигини бузади. Бу хатоларни инobatга олиб, махсус шароитларни танлаш орқали хато миқдори минимум даражасига кискартириш мумкин. Минимум хатога эга бўлган натижани олиш шароит танлаш, эҳтимоллар назарияси, хатолар ва математик статистика назариялари принциплари асосида амалга оширилиши мумкин.

Сурункали хатолар эса таҳлил натижасини фақат ортиш ёки фақат камайиш тарафига аниқлигини бузади. Бу хатолар намуна ажратиш ускуналарининг номукамаллиги ёки тадқиқот усулидан чекланишлар йўл қўйилиши натижасида, доимий равишда вужудга келади.

Таянч сўз ва иборалар:

Мойлар, оптимал бошқариш, илмий тадқиқот, мойли хомашёлар, кимёвий таркиб, липидлар кимёси, фармацевтика, озик-овқат саноати, кислота сони, ранглилиги, гидрогенизация, эриш ва қотиш, ўртача намуна, таҳлил, физик ҳолати

Такрорлаш учун саволлар:

1. Фаннинг мақсади ва аҳамияти нимада?
2. Ўртача намунанинг аҳамияти нимада?
3. Ўртача намуна олиш босқичларини айтинг.
4. Тасдиқий хатонинг натижага таъсири қандай?
5. Таҳлилга тайёрлаш босқичларини айтинг.

2-МАЪРУЗА

АФФИН ХРОМАТОГРАФИЯ УСУЛИНИНГ НАЗАРИЙ АСОСЛАРИ

РЕЖА:

2.1. Хроматографиянинг қисқача ривожланиш тарихи. Хроматографлар адсорбентлари.

2.2. Аффинли хроматография. Аффин лигандлари турлари. Аффинли хроматографияда умумий техник талаблар.

2.1. Хроматографиянинг қисқача ривожланиш тарихи.

Хроматография замонавий физик-кимёвий тадқиқот усули бўлиб, таркиби маълум ва хусусияти бир-бирига жуда яқин бўлган турли моддаларнинг мураккаб аралашмасидаги моддаларни бир-бирдан ажратиб, аниқлаб, уларнинг миқдори ва нисбатини таҳлил қилиш имкониятини беради. Хроматография латинча «хромос» - ранг ва «графо» - ёзмақ сўзларидан ташкил топган. Биринчи марта 1903 йили рус олими М.С.Цвет томонидан ўсимлик пигментларини адсорбцияланиш қобилиятига қўра ажратишда янги тадқиқот усули қўлланиб, усулнинг асосий принципи ҳамда техникаси тавсия қилинган ва «хроматография» деб номланган. Дастлаб хроматография фақат рангли сифар реакцияларига асосланган ва моддалар таркибининг аниқлаш имкониятини берадиган кимёвий усуллар жумласига кирган. (Қозғоли хроматография, юпқа катламли хроматография, колонкали хроматография) Бу усуллар билан бакалавриатурада танишилган. Ҳозирги вақтда бу усул ҳам рангли, ҳам рангсиз моддалар таҳлилида қўллansa ҳам, унинг бирламчи номи сақланиб келмоқда.

Газ-хроматографияси, газсуюқлик-хроматографияси ёки суюқлик хроматографиясида хроматографларнинг турли конструкция ва моделлари ишлатилади. Бу жиҳозлар такомиллаштирилиб хроматограф колонкалари ва детекторларнинг ўта сезгир конструкциялари, полимер ғовақ адсорбентларнинг турлари такомиллаштирилиб борилмоқда.

Замонавий хроматографиянинг ўз навбатида ҳар хил турлари мавжуд. Масалан, адсорбцион-молекуляр хроматография, колонкали хроматография, газ-суюқлик хроматография ва ҳоказо. Бу усулларнинг бир-бирдан фарқи

шундаки, айримлари моддаларнинг фақат физик ёки кимёвий ёки физик-кимёвий хоссаларига асосланган бўлса, бошқалари қўлланиладиган ускуна ва жихозлари ёки техник воситалари билан ажралиб туради. Чунки, ўрганиладиган махсулот турига кўра хроматографиянинг маълум тури қўлланилади.

Соха йўналишига мувофиқ, биз мойли уруғлар ва мойлар таркибини ўрганиш мақсадида кўп қўлланиладиган хроматографик усуллар билан танишамиз. Мойлар тадқиқотида хроматография липидларни глицеридларга ва йўлдош моддаларга ажратишда; глицеридларни тўйинмаганлик даражаси ва молекула оғирлигига кўра ажратишда; ёғ кислоталарни миқдор ва сифат жиҳатдан ажратишда; мураккаб ёғли аралашмалардан оксидланиш ва сополимеризацияланиш махсулотларини ажратишда, ҳамда шу моддаларни гуруҳларга бўлишда; стеролларни, каратинондларни, фосфатидларни ажратишда; аминокислоталарни, кантларни ва бошқа моддаларни ажратиш ва аниқлашда айниқса кенг қўлланилади.

Табиатига кўра хроматография динамик сорбцион жараён бўлиб, гетероген системанинг таъсирланувчи фазалари ҳаракатига нисбатан йўналгандир. Хроматография сорбция-десорбция жараёнларининг кўп марта қайтарилиши ва ионалмашиниш ёки моддаларнинг гетероген системадаги иккита ўзаро таъсирланувчи фазалари орасидаги қайта тақсимланиши билан характерланади.

Таъсир килувчи сорбцияловчи кучларнинг табиатига кўра хроматография куйидаги икки турга бўлинади: молекуляр ва хемосорбцион. Молекуляр хроматографияга адсорбцион ва тақсимловчи хроматография усуллари киради. Адсорбцион ва тақсимловчи хроматографияларда молекулалараро боғлар кучлари таъсир килиб, моддаларнинг таъсирланувчи фазалар орасидаги тақсимланиш характери шу кучлар энергиясига боғлиқ. Хемосорбцион хроматографияга эса ионалмашиниш ва чўкмага тушириш хроматография усуллари киради. Бу усулларда моддаларнинг тақсимланишига кимёвий боғлар кучлари таъсир килади.

Ундан ташқари хроматография усуллари хроматограммани ҳосил қилиш техникасига кўра қуйидаги учта тадқиқот услубиятига бўлинади: фронтал таҳлил, элюитив таҳлил ва сиқиб чиқарувчи таҳлил.

Фронтал таҳлилда тадқиқот қилинаётган эритма сорбентли колонка орқали филтрланиб, бунда бирламчи ёки фронтал хроматограмма олинади.

Элюитив (ювиб чиқарувчи) таҳлил услуби энг кенг тарқалган хроматография усули бўлиб, бунда, таҳлил қилинаётган аралашма эритмаси сорбентнинг юқори қисмига берилиб, сўнгра колонка орқали тоза эритувчи ўтказилиб, аралашманинг айрим компонентлари ювиб чиқарилади.

Сиқиб чиқарувчи таҳлил эса, колонка орқали, ажратилаётган аралашманинг бошқа компонентларига нисбатан, кучлироқ сорбцияланувчи моддали эритмани ўтказишга асосланган. Натижада аралашманинг десорбцияланган компонентлари колонкадан сиқиб чиқарувчи фронтдан олдин чиқадилар.

Булардан ташқари хроматография усулларида ишлатиладиган сорбентларнинг турига қараб классификациялаш ҳам кенг тарқалган. Масалан, коғозли, юпка қатламли, газ-суюқлиги ва хоказо.

Хроматографиялаш жараёнини таърифловчи қонуниятларнинг умумий ҳулосаси шундаки, сорбцияланиш жараёнларида мувозанат турли табиатга эга бўлган кучларнинг бир вақтдаги таъсири туфайли амалга ошади. Шунинг учун хроматографияни таъсир қилувчи кучлар характерига кўра бўлиш ниҳоятда шартли бўлиб, бунда барча кучлардан энг кўп таъсир этувчи кучга асосланилган.

Ёғлар қимёсида юқорида кўриб чиқилган хроматография усулларидан энг кўп ишлатиладиганлари: адсорбцион, тақсимловчи ва ионалмашинув усуллари. Юпкақатламли хроматография тақсимловчи ёки адсорбцион услубларда ишлатилади.

Маълумки, хроматографиянинг туридан қатъий назар моддалар аралашмасини компонентларга ажратиш учун адсорбентлардан фойдаланилади. Ҳовак адсорбентларни яратиш билан бир вақтда унинг юзасида ҳаракатсиз,

адсорбцияланган ҳолатда турувчи харакатсиз суюқ фазани қўллаш имкониятлари ўрганилиб, аффин ёки биоаффин деб номланувчи хроматографик усул ҳам ишлаб чиқилди.

2.2. Аффинли хроматография. Аффин лигандлари турлари. Аффинли хроматографияда умумий техник талаблар

Аффинли хроматография усули ўзига хос бўлиб, биологик актив моддаларни ажратиб олишга мўлжалланган. Бу усул ўзига хос фақат биологик хусусиятига асосланган ҳолда бириктириш имкониятини берувчи “аффинатлар” ёки “аффин лигандлари” номи билан юритилувчи моддаларни қўллашга асосланган. Ҳозирги вақтда эримайдиغان аффин сорбертларини тайёрлашнинг кенг тарқалган усули уларни қаттиқ сорбент юзасига ковалент боғи билан боғлаб тайёрлашдир. Агар биологик актив моддаси бўлган аралашма аффин лигандли қаттиқ сорбент орқали филтрланса, айнан шу лигандга мойил бўлмаган моддалар филтрдан қаршиликсиз ўтиб кетади. Лигандга мойил яъни у билан боғланган моддалар колонкада ушланиб қолади. Ушланишнинг мустаҳкамлик даражаси аффин лиганд ва ажратилаётган модданинг бир-бирига мойиллик даражаси айна тажрибанинг шароитларига боғлиқ. Ўзига хос сорбцияланган моддалар сорбентдан эрувчан аффин лиганд ёки эритувчи таркибини ўзгартириб эритилиб, ўзига хос комплексни диссоциациялаб ажратиб олинади.

Аффинли хроматография усули ферментларни ажратиб олишда ишлатилиб, бунда аффин лигандлари сифатида шу ферментларнинг ингибиторлари ёки субстратлари ишлатилади. Ковалент боғланган ферментлар эса ингибиторларни ажратиб олишда қўлланилади. Махсус аффин лигандлари ёрдамида эса нуклеин кислоталарни, транспорт оксилларини, гормонларни ва бошқа бирикмаларни ҳам ажратиб олиш мумкин. Аффин хроматографиясини бажариш шароитлари ажратиб олиниши керак бўлган бирикмалар табиатига боғлиқ. Бироқ, қаттиқ тутувчи фаза хусусиятларига, аффин лигандининг турини танлашга ва уни қаттиқ фаза билан боғланишига, адсорбциялаш ва эритиб олиш каби жараёнларга бир қанча умумий талаблар мавжуд. Жумладан, қаттиқ

тутувчи фазани тўғри танлаш аффин хроматографиясини аниқ бажаришнинг муҳим шартларидан биридир. Идеал каттик тутувчи фаза кераксиз сорбцияланиши содир бўлмаслиги учун аввалом бор у ажратилаётган бирикмаларга нисбатан мутлақо нейтрал бўлиши керак. Бундай каттик фазаларга бир қанча фирмалар (Pharmacia Fine Chemicals AB /Швеция/) томонидан ишлаб чиқариладиган нейтрал полимерлардан сферозаларни (6В, 4В ва 2В маркалари) мисол қилиш мумкин. Сфероза-6В молекуляр массаси $10^5 - 10^6$ бўлган моддаларни; сфероза-4В молекуляр массаси $3 \cdot 10^5 - 3 \cdot 10^6$ бўлган моддаларни; сфероза-2В молекуляр массаси $2 \cdot 10^6 - 25 \cdot 10^6$ бўлган моддаларни фракциялаш учун ишлатилади. Сферозалар номланишидаги 6,4,2 рақамлари улар таркибидаги агарозанинг концентрациясини кўрсатади. “Биогель –А” деб номланган каттик фаза агарозанинг sanoatдаги номи бўлиб, уни Bio-Rad (Ричмонд, Калифорния) фирмаси бир неча хил концентрацияли, гранулалар кўринишида ишлаб чиқаради. Ишлаб чиқарувчи фирма кўратишича биогеллар рН 1-10 муҳитда турғун ишлайди. рН 10 дан юқори муҳитда структурасидаги амид гуруҳлари гидролизланиши мумкин. Биогель кучли оксидловчиларга чидамсиз бўлиб, аксинча барча оддий эритувчиларда турғун ишлайди. Гелларнинг хроматографияда қўлланилиши тадқиқотчилар тилида “гелли хроматография” номини ҳам келтириб чиқарган.

Шу билан бирга тутувчи каттик фазалар якши гидродинамик (суюклик оқимиغا минимал қаршилик кўрсатиш) хусусиятларга эга бўлиб, бу хусусиятларни аффин лиганди бириктирилгандан сўнг ҳам сақлаб қолиши керак. Аффин лигандини якши бириктириши учун каттик фазада етабли даражада кимёвий гуруҳлар бўлиши керак. Каттик тутувчи фаза мустаҳкамлиги ва кимёвий тургинлигини аффин лигандини бириктириш, муҳит ўзгариши, ион кучлари ва ҳарорат ўзгариши, ҳамда ажратилаётган моддани адсорбциялаш ёки эритиб олиш учун ишлатилиши мумкин бўлган турли денатурацияловчи агентлар таъсирида ҳам сақлаб қолиши керак. Каттик тутувчи фазанинг говаклилиги юқори даражада бўлиб, хатто катта молекулаларни ҳам говақларга

диффузияланишини таъминлаши керак. Каттик тутувчи фазанинг заррачалари сферасимон, бир хил ўлчамли ва мустахкам бўлиши керак.

Хроматографияни муваффақиятли ўтказиш аффин лиганди хусусиятлари ва унинг каттик фаза юзасига бириктириш шароитларига ҳам боғлиқ. Хусусан, аффин лигандлари сифатида ажратилаётган модда билан ўзига хос мустахкам бирикиб, уни тўхтата оладиган ва эритувчи таъсирида модданини қўйиб юборадиган турли бирикмалар қўлланилиш мумкин. Ажратилаётган бирикма аффин лигандига осон кириши учун, лиганднинг каттик тутувчи фаза юзасидаги концентрацияси юкори бўлиши керак. Каттик тутувчи фаза юзасига берилган ва у билан ковалент боғ хосил қилиб бирикмаган аффин лигандлари юзадан тўлиқ ювиб ташланиши керак. Бунда аффин лиганди ароматик бирикмалар жумласидан бўлса уни ювиб ташлаш учун, каттик тутувчи фазага таъсир қилмайдиган, органик эритувчилар, агар оқсиллар бўлса денатурацияловчи агентлар қўлланилиши мумкин.

Шундай қилиб, макроговакли полимер каттик тутувчи фазалар яратилиши билан аффин хроматографияси ривожланиб илмий тадқиқот ишларида кенг қўлланила бошлади.

Таянч сўз ва иборалар.

Хроматография, коғозли хроматография, юпка катламли хроматография, колонкали хроматография, газ-хроматографияси, газсуюклик-хроматографияси, хроматограф колонкалари, детекторлар, адсорбент, молекуляр ва хемосорбцион, элютив, аффин хроматография, биоаффин хроматография, аффин лигандалари.

Назорат учун саволлар:

1. Хроматографиянинг тарихи.
2. Хроматографлар адсорбентларидан қандайларини биласиз ?
3. Аффинли хроматография деганда нимани тушунасиз ?
4. Аффин лигандлари нималардан иборат?
5. Аффинли хроматография техник талаблари қандай ?

3-МАЪРУЗА

ГАЗЛИ ХРОМАТОГРАФЛАР ТАРКИБИЙ ЖИҲОЗЛАРИ

РЕЖА:

Газли хроматографлар таркибий жиҳозлари. Ташувчи-газлар.

Намунани киритиш мосламаси. Термостатлар.

Газ хроматографлари колонкалари.

Детекторларининг турлари.

1.1. Газли хроматографлар таркибий жиҳозлари. Ташувчи-газлар.

Бакалавриатурада газ-суюклик хроматографияси билан умумий танишилган эди. Бу маърузада мавзу чуқурлаштирилиб, ҳар бир мосламанинг тузилиши ва жиҳозларнинг замонавий такомиллаштирилган турлари кўриб чиқилади.

Газли хроматографлар конструкциялари принципи, хроматография тизими туридан қатъий назар, нисбатан содда бўлиб, асосан бу тизимга бир хил жиҳозлар киради. Булар: ташувчи-газ манбайи, газ йўналиши ва сарфининг ростлагичи, намунани киритиш мосламаси, хроматография колонкалари, детектор, термостат ва хатловчи қўрилма.

Ташувчи-газлар ҳаракатланувчи фаза вазифасини бажариб детектор туридан келиб чиққан ҳолда танланади. Бу газлар азот, электролитик водород, гелий, аргон бўлиши мумкин. Ҳар бир газни қўллашнинг афзалликлари билан бир қаторда камчиликлар ҳам мавжуд. Масалан, азотнинг афзалликлари арзон, тозаланиши осон, қўлланилиши хавфсиз, нисбатан юқори молекуляр массали эканлиги бўлса, камчиликлари паст иссиқлик узатувчанлигидир; электролитик водороднинг афзалликлари – юқори иссиқлик узатувчанлиги, паст ковушқоклиги, арзонлиги бўлса, камчиликлари – ажратилаётган моддаларнинг сезиларли диффузияланиши, портлаш хавфлигидир; гелийнинг афзалликлари – водородникига ўхшаш бўлса, камчилиги нархнинг баландлигидир; аргон доимий ионлаш манбайи бўлган ионизацияланувчи детекторлар учун унинг қўлланилиши муҳим бўлиб, нисбатан арзон ва осон тозаланади. Ташувчи-газларни совутиладиган

молекуляр элакли трубкалардан ўтказиш йўли билан тозалаш тавсия қилинади. Хроматографнинг тўғри ишлаши учун ташувчи-газ колонка ва детектодан бир хил тезликда ўтиши керак. Бунинг учун тезлик ростлагичлар қўлланилади. Бу тезликлар орасидаги фарк талабларга кўра $\pm 1\%$ дан ошмаслиги керак. Колдонкадан чиқаётган газлар аралашмаси детекторга келади ва унинг сигнали ёзувчи қурилмада қоғозга туширилади

Намунани киритиш мосламаси. Термостатлар.

Намунани киритиш мосламаси ташувчи-газ берилган хисм билан кетма-кет жойлашади. Намунани киритиш усули шу намунанинг агрегат ҳолатига боғлиқ. Намунани колонкага киритишнинг умумий талаблари қуйидагича: кам миқдорда буглатилган намуна дархол колонканинг бошланиш қисмига ўтказилиши керак; намуна киритиш вақтида колонкада мувозанат йўқотилмаслиги керак; намуна ва таҳлил қилиш услубияти аниқ қайтарилувчан бўлиши керак. Газсимон намуналар айланма пипетка ёки охириги вақтларда турли ҳажмдаги намуналар учун турли тизимлар краңлари қўлланилмоқда. Суюқ ҳолатдаги намуналар асосан микрошприцлар ёрдамида резинали тиркишдан махсус иситиладиган мослама орқали колонкага ўтади. Ташувчи-газ оқимида бир неча микролитр намуна киритилисада колонкага унинг бир қисми (бу қисм ҳажми ташувчи-газ берувчи трубка ва колонка қирқими юзалари нисбатига боғлиқ) ўтиб, кўп қисми эса атмосферага чиқариб юборилади. Замонавий стандарт таҳлиллар учун ишлатиладиган хроматографларда намунани автоматик тарзда меъёрловчи мосламалар қўлланилган.

1.3. Газ хроматографлари колонкалари

Хроматография колонкалари – хроматографларнинг “юрағи” ҳисобланиб, унда моддаларни бир-биридан ажратиш жараёни боради. Колонкалар конструкциялари нисбатан содда бўлиб, турли хроматографларда шишали, темирли, полиэтиленли, тефлонли ва айрим ҳолларда мисли бўлиши мумкин.

Шишали колонкалар тўлдирилиши қулайлиги афзаллигидир.

Тефлонли колонкалар шиша ва металл колонкаларни ишлатиб бўлмайдиган, олтингугуртли органик бирикмаларни таҳлил қилишда ишлатилади.

Мисли колонкаларни имкониятлари унинг каталитик актив хусусияти туфайли чегараланган. Колонкалар шакли ва ўлчамлари термостат ўлчамларига боғлиқдир. Колонкалар тўғри, спиралсимон ва бошқа шаклларда бўлиши мумкин. Газ-адсорбцион хроматографияда қўлланиладиган капилляр колонкалар диаметри ўлчами 0,1–0,3 мм дан ошмайди.

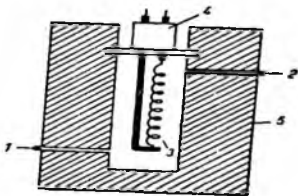
Термостатлар ажратилаётган моддаларнинг колонкадаги ҳаракатланишига ҳароратга боғлиқ бўлгани, маълум вақт чегарасида ўтказилиши учун колонкада белгиланган ҳарорат ушлаб турилиши керак. Турли хроматографларда ҳароратлар интервали суюқ азотнинг бугланиш ҳароратидан $+400^{\circ}\text{C}$ ва ундан ҳам юқори бўлиши таҳлил қилинаётган моддалар табиати ва хроматограф конструкциясига боғлиқ. Танланган ҳарорат $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ аниқликда ушлаб турилиши керак. Замонавий термостатлар ҳароратни айнан шундай аниқликда ушлаб туриш имкониятига эгадир. Хроматографлар термостатлари ҳаво иситкичлари ва вентиляторларига эга. Бундай термостатлар юқори ҳароратладаги ўта сезгирлиги билан ажралиб туради.

Детекторлар хроматографик ажратиш натижаларини хатловчи қўрилманинг ёзиши учун қулай шаклга (қўринишга) келтириб берувчи ускунадир. Масалан, массага сезгир детекторларда сигнал катталиги вақт бирлигида детектордан ўтган моддалар массасига пропорционал бўлиб, компонентнинг ташувчи-газдаги концентрациясига боғлиқ эмас. Ишлаш принципига кўра хроматографик детекторларнинг турлари кўп бўлганлиги сабабли уларни ўзаро солиштириш қийин. Бирок бир нечта умумий катталиқлар ва хусусиятлар мавжуд бўлиб, булар селективлиги, сезгирлиги, реакцияси, шовқини, аниқланиши мумкин бўлган энг кам модда микдори каби кўрсаткичларидир. Айнан шу кўрсаткичлар детекторлар сифатини баҳолашда қўлланилади.

1.4. Хроматографлар детекторларининг турлари

Хроматографик детекторлар конструкцияси принципига кўра иссиқлик узатувчи детекторлар (катарометрлар), газ зичлигини ўлчашга асосланган (Мартин тарозлари) детекторлар, ионловчи детекторлар ва алангали-ионловчи детекторлар ва гелли детекторларга ажратилиши мумкин.

Катарометр – детекторларнинг ишлаш принципи қуйидагича: исситилган жисмнинг ўраб турувчи газ муҳитига ажратадиган иссиқлигининг миқдори газли муҳит таркибига боғлиқ. Шунинг учун канча иссиқлик (ток кучи) берилганлигини билган ҳолда, газ таркиби хақида фикр билдириш мумкин. Катарометрлар газли хроматографияда энг кўп қўлланиладиган детекторлар ҳисобланади. Қуйида катарометрнинг схемаси келтирилди.



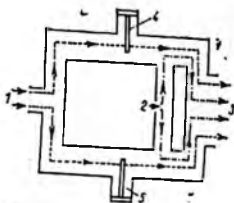
Расм. Катарометр схемаси

1- колонкадан газнинг кириши, 2- газнинг атмосферага чиқоши; 3- эл. қаршилик спирали; 4- электр изолятор; 5- темирли блок.

Темир блок (5) ичига жойланган электр спирал (3) орқали доимий ток ўтиши ҳисобига у қизийди. Тоza ва доимий тезликда қираётган газ таъсирида спирал доимий катталикда иссиқлик йўқотада ва мувозанатга эришилгандан сўнг спиралнинг ҳарорати ўзгармас бўлиб қолади. Бироқ, газ таркиби ўзгарса, масалан колонкада ажратилган модда буғлари ҳисобига, спирал ҳарорати ҳам ўзгариб, натижада спиралнинг электр қаршилиги ҳам ўзгаради. Бу ўзгарниш (ток кучининг ўзгариши) ўлчаниб, чиқиш сигнаliga айлантйрилади. Катарометр спираллари юқори термин коэффициентга эга бўлган ва кимёвий коррозияга чидамли бўлган платина, вольфрам ёки уларнинг қотишмаларидан ва

никельдан тайёрланади. Айрим хроматографларда бу спирал ўта сезгир, бироқ фақат паст ҳароратларда ишлаши мумкин бўлган термисторлар билан алмаштирилган. Катарометр – детектор сезгирлигига асосий иккита омил таъсир қилиши мумкин. Биринчидан, ток кучини ошириш, чиқувчи сигнални кучайтиради, иккинчидан, ишлатиладиган ташувчи-газ имкони борича максимал иссиқлик узатувчи газ бўлиши керак. Бунда энг яхши ташувчи газлар водород ва гелий ҳисобланиб, уларнинг ишлатилиши детекторнинг сезгирлик даражасини оширади.

Мартин тарозлари – детекторларнинг бир тури бўлиб, унда газ зичлиги ўлчанади. Бу детектор газ-хроматографда қўллаш учун энг қулай ҳисобланади. Чунки, биринчидан, бу детекторда намуна киздириш элементларига тегмайди; иккинчидан, ташувчи-газ сифатида энг арзон газларни ишлатиш мумкин (CO_2 , Ar , N_2) ва ниҳоят, детектор имкониятларинамунани парчаламайди. Қуйида Gow-Mac Instrument Inc. Фирмасида ишлаб чиқарилган соддалаштирилган Мартин тарозлари – детектори моделининг схемаси келтирилган.



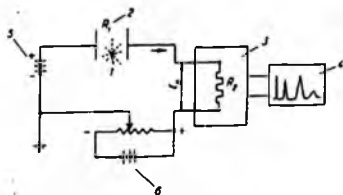
Расм. Мартин тарозлари – детектори

1-ташувчи-газнинг кириши; 2-газнинг колонкадан кириши; 3-газнинг атмосферага чиқиши;
4,5-қаршиликлар

Бу схема бўйича тоза ташувчи-газ детекторга (1) тикишдан киради. Колонкадан чиқаётган газ эса (2) тиркишдан кириб, аралашма детектордан (3) тиркиш орқали чиқади. Қаршилиқни ўлчовчи элементлар (4,5) тоза газ оқимида ўрнатилган бўлиб, Уитсон кўприкчаси билан уланган. Агар колонкадан чиқаётган газнинг зичлиги тоза ташувчи-газ зичлигига тенг бўлса, иккала елка

мувозанатда бўлади. Бирок, колонкадан чиққан газ зичлиги тоза газга нисбатан ошиқ бўлса, зичроқ газ пастки йўналиш бўйича бориб, 1-5 бўйича тоза газ окими камайиб, мувозанат бузилади. Детекторнинг сезгирлиги ташувчи-газ ва тахлил қилинаётган компонент зичликлари орасидаги фарқга боғлиқ. Водород ва гелий ташувчи-газ сифатида ишлатиш учун ноқулайдир.

Ионловчи детектоплаяда газнинг таркибидаги зарядланган заррачаларга пропорционал бўлган электрўтказувчанлигидан фойдаланилади. Қуйида ионловчи детекторнинг (ионловчи мослама схемада кўрсатилмаган) схемаси келтирилган.



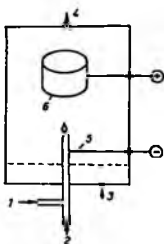
Расм. Ионловчи детектор схемаси.

1- ионлаш манбайи; 2-электродлар орасидаги мухит; 3-электромтр; 4-ўзи ёзиш мосламаси; 5-ионлаш кучланиши манбайи; 6-мувозанатловчи потенциал манбайи; E_0 - ўлчанадиган кучланиш; R_1 - мухитнинг электр қаршилиги; R_2 - ўлчанадиган қаршилик.

Хроматограф колонкасида чикаётган газларнинг айрим молекулалари ионлаш манбайидан ўтиб ионланади ва сўнгра электродлар орасидаги мухитдан ўтади. Газ таркибида зарядланган ионлар (заррачалар) бўлганлиги учун электродлар орасида ток хосил бўлади. R_1 да кучланишнинг ўзгариши R_2 да ҳам кучланишнинг ўзгаришга олиб келади. Кучланишнинг бу ўзгариши электромтрда кучайтирилиб, ўзи ёзиш мосламасида хатланади. Электродлар орасидаги мухитни қаршилик сифатида қабул қилиб, унинг катталиги зарядланган заррачалар миқдориға боғлиқ. Агар детектордан тоза газ ўтса, зарядланган заррачалар концентрацияси доимий бўлиб, R_1 дан ўтаётган ток ток ҳам ўзгармайди. Бирок, детектордан тахлил қилинаётган модда ўтса,

зарядланган (ионланган) заррачалар концентрацияси кўпайиб, ток миқдори ҳамда сигнал ортади ва бу ўзгариш хроматограммада чизилган чўкки куринишида хатланади.

Алангали-ионловчи детекторнинг принципиал схемаси қуйидаги расмда келтирилган. Схема бўйича хроматограф колонкасида чикаётган газ водород билан аралашиб детекторнинг ёқиш форсункасига келади. Аланганда хосил бўладиган ионланган заррачалар электродлар орасидаги мухитни тўлдирганлиги сабабли ток кучаяди. Алангали-ионловчи детектор деярли барча бирикмаларга таъсирланади. Бу детекторнинг ишлаш сифатига газларнинг тўғри танланган оқимига боғлиқ. Асосан ташувчи-газ оқими тезлиги 30-50мл/мин ни ташкил этганда детекторнинг энг яхши сезгирлиги ва доимийлигига эришилади



Расм. Алангали-ионловчи детектор схемаси.

1- водороднинг кўриши; 2- колонкадан газнинг кириши; 3-хавонинг кириши; 4- атмосферага чиқиши; 5- катод; 6- тўпловчи электрод.

Бунда водород оқими тезлиги 30мл/мин ва хаво оқими тезлиги 300-500 мл/мин. Ўта сезгир бўлганлиги учун алангали-ионловчи детектор жуда оз миқдордаги моддаларни аниқлаш учун қулай ҳисобланади.

Таянч сўз ва иборалар.

Газли хроматографлар, хроматография тизими, жихозлар, ташувчи-газ манбайи, газ йўналиши, сарфининг ростлагичи, хроматография колонкалари, детектор, термостат, хатловчи қўрилма.

Назорат учун саволлар:

1. Хроматографлар таркибий жихозлари.
2. Ташувчи-газлар.
3. Намунани киритиш мосламаси.
4. Термостатлар.
5. Газ хроматографлари колонкалари
6. Хроматографлар детекторлари.

4-МАЪРУЗА

ҲАРОРАТИ ПРОГРАММАЛАШТИРИЛГАН ХРОМАТОГРАФЛАР

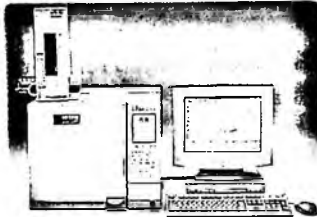
РЕЖА:

- 4.1. Хроматографлар моделлари
- 4.2. 2010 Газли хроматографияси таҳлили

4.1. Хроматографлар моделлари

Замонавий японияда ишлаб чиқилган хроматографлар моделлари имкониятлари билан таништириш

GC-2010



Революционера E³ лойихасигазли хроматографиянингянгиюз йилликасрига
одимлаб бормоқда

4.2. 2010 Газли хроматографияси таҳлили

Иқтисодий кўрсаткичи. 2010 Газли хроматографияси таҳлилнинг
эффektivлиги, тезкорлиги ва вақтнинг йўқотилишининг камайганлиги ваюқори
аникликдаги унумдоргикталабларига жавоб беради.

2010 Газли хроматографияси таҳлил қилиш тезлигини, Shimadzu AFC
учинчи авлоди (оқимнинг йўналтирилган назорати) майдалашга нисбатан
юқори босим ва юқори ҳаракат билан уйғунлашган вамаълумотларни максимум
даражада 4 мс (миллисекунд) тезкорлик билан олинishi билан изохланади.

Диагностика функциясининг ўзи барча вақтда ҳам системани оптимал
шароитда ушлаб туришда профилактик ишлашга ёрдам беради.

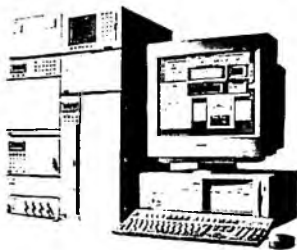
Ўз ўзидан диагностика қилиш натижалари автоматлаштирилганиш жойигажойлаштирилган, ва системанибошқаришда маълумотлар учун фойдаланиш мумкин.

Тезкор таҳлил ва Ўз ўзидан диагностика қилиш газли хроматография таъсирини ваунинг максимал ишлашини таъминлайди.

Ютуқлари. Газли хроматографларнинг қаерда ишлатилиши шартлигидан катъий назар, нефт саноати, озик-овқат саноати ва фармотефтика саноати бўладими, у ердаги текширишбўлими ёки изланиш бўлиמידан олинган маълумотларни барчаталабларга жавоб бериши учун 2010 Газли хроматографлар мустахкам иш ва GLP/GMP куллаб қувватловчи GLP/GMP киритилган холдатурли функцияларга, эга.

Енгил. 2010 Газли хроматографлар ЖКД (Gwindow). Нинг каттакўриниши билан жиҳозланган. Gwindowхроматограф статусини хроматограммас ингари тезкор назоратини кўрсатади.

VP Series



HPLC, ҳеч шубҳасиз барча лабораториялардаги аналитик усулларга нисбатан энг танилган вауниверсал бўлиш учун илгари бормоқда.

ShimadzuHPLCстўлик ечишгатавсия зади. Биз барчакомпонентларни кучимиз борицабирлаштиришимиз (комбнниялаш) мумкин эмас. Барча компотентлар Shimadzu, томонидан бирлашган система сифатида ишлаши учун ишлаб чиқилиб тайёрланган.

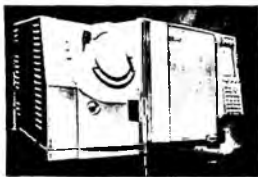
Shimadzu HPLC компонентлари узок муддат ишлаш репутацияси, аниқлиги ва ҳеч қандай ёрдамсиз ишлаш имкониятига эга.

Ҳар бир система модулининг лойиҳасининг яхшилиги VP бир бутун катори учун ишончли ишлаши билан тугатилади.

Лойиҳа бевосита таҳлилларнинг ишончилиги ва унумдорликнинг ошишига ёрдам беради. Система таъсирининг барча тармоқларида, VP каторининг ишончли ишлаши натижасида янги даражага ортмоқда.

Типовой Инъекция SIL-10ADvp автоматлаштирилган автоинжектор обеспечивает от 0.1µL-500µL* гача юкори унумдорлик ва чизиклик билан, паст намуна билан киритилган типовой инъекция билан таъминлайди. (*with қўшимча илгак)

Gas Chromatograph Mass Spectrometer GCMS-QP2010



Яхши GCMS • Қўриш сезгирлиги 1 pg OFN учун 60/1

- Тез таъсир этувчи GCMS дан ҳам ўзади.
- 20 Ҳарорат Скاتлари {Буйств} ва патентлаштирилганлиги оптимал ажратиш учун Доимий чизикли тезлик.
- Эгилувчанлик учун тўғридан-тўғри ишлатиш ва энгил ишлаш учун кулайлиги.
- 4 минутдан кам бўлмаган насос билан киритилади ва қириш 15 mL/min гача ионманбаъси га оқиб тушади.

QP2010 барча GCMS ўлчовлари учун оптимал таҳлил ишини амалга оширишга ёрдам беради. Тез таъсир этувчи GCMS ҳар бир QP2010 бўйича стандартларни оптимал равишда тақсимлаш хусусиятига эга. Бизнинг

программа билан таъминланган GCMS мизлаборатория ишларини ечишда бошқа хил буюмга нисбатан барча намуналарни қаровсиз қолганда ҳам кўпроқ таҳлил қилиш имкониятига эга.

Системанинг уникал текшируви QP2010 ва 2010 газли хроматографларни идеал ишлашини текшириб, ишлаш анаъналарини давом эттиради ва Shimadzu сотув маркасининг ишлатилиш қулайликларига эга.

QP2010 бир секундда 50 та намунани текшириш тезлигини таъминлайди. Бу илгари зришилмаган маълумотлар сифати билан унинг унумдорлигини яхшилаш учун микросколарнинг энг янги колонкаларини ишлатишга имкон беради.

Типовой программалаштирилган таъминотни ташкил этиш билан навбэтдаги минглаб намуналар аператорлар ёрдамисиз бошқарилиши мумкин. AOC-20 ва AOC-5000 авто намуналар кўп таҳлил усулларида ёрдам беради: Бевосита инъекция 1.5 мл дан ёки 4 mL PTV/LVI колонкасидаги (программалаштирилган хароратли бугланиш /ҳажмининг катта инъекцияси) Микро ажратишнинг қаттик босқичи, атроф, микротитрга ўхшаши сик headspace пластина асосидаги таҳлил. С 20 хароратли скат билан ва доимий чизикли тезлик билан , 2010 – газли хроматограф ажратишнинг тугал газли хроматографик система. Ушлаб қолиш; чизикли тезликни ўқиш, барча харорат профилларини доимий поперегни назарийлини яхшилаш балан бирга хақиқий ажратилишга мойиллигини таъминлайди.

QP2010 ион манбаъига олдинги кириш имкони бор. Йўналтирувчи Shimadzu юкори даражадаги сифатга ва ишлатилиш қулайлигига эга. Янгилиги Шимадзу QP2010 билан давом этади ва линзаларни аниқлиги ва ионларни қайта лоихалаштирилган оптикасидан иборат бўлиб, барча матрицаларда яхши бажарилиш ва узок муддат ишлаши билан яқунланади.

GCMS-QP2010 Спецификацияси: Спектрометрнинг масса бирлиги числа 1.5 m/z к 1024 m/z бирликларнинг массовий чегараси. R> 2M Ечими Кўриш меъёри 10,000 ш/с мин. СИМ 64 каналнингх 64 гуруҳи(Макс). Иплар - икки кават иплар

Сезгирлиги: Ионлаш усуллари кўрсатувларнинг электрон обработкиси

Кўриш | pg SN> 60 OFN m/z=272

СИМ 100fg SN> 60 OFN m/z=272

Эвакуация системаси: Насос турлари. Ион манбаи молекуляр турбо насос 260 L/s билан насосли разряд. Тўртполюсниклар молекуляр турбо насос 65 L/s билан насос разряд

Тахлил датчиклари бирлиги: Массавий фильтрюкори аниқликдаги олд прутли тўртполюсниклар

Газовый хроматограф: Бирлиги Ахлат Йиғиш 2010 Шимадзу Ахлат Йиғиш
Программна билан таъминланганлик: Кўришларнинг ўлчаш усуллари СИМ 64 каналх 64 гуруҳлар. Тахлил натижалари сифат текширувлари, микдор текширувлари. Libraries*2 NIST, WILEY, ПРЕПАРАТ {НАРКОТИК}, VOC, Пестицидлар (EI/NCI). Калибровка каш 1000 максималъных составда эгилди ов, 64 сатх. Гурухлаш. Андi (AIA) маълумотларини жамлаш, ASCII маълумотларини жамлаш quantitation. Сифат текшириуви юборди /кайтга тиклаш баҳосини яқунлайди, дeградацияни текшириш, намуна ва бошқаларни спектрал текшириш.

Таянч сўз ва иборалар:

2010 Газли хроматографияси, тахлилнинг эффективлиги, Shimadzu AFC учинчи авлоди, диогностика функцияси, тезкор тахлил, GLP/GMP, типовой инъекция.

Назорат учун саволлар:

1. 2010 Газли хроматографияси тахлили кайдай амалга оширилади?
2. Типовой инъекция деганда нимани тушунаси?
3. GCMS-QP2010 Спецификациясинималардан иборат?
4. Shimadzu HPLC компонентларининг имкониятлари кандай?
5. AOC-20 ва AOC-5000 автономналарнинг вазифаси нималардан иборат?

5-МАЪРУЗА

ГАЗ ХРОМАТОГРАФЛАРИНИНГ БОШҚА ТАДҚИҚОТ ЖИҲОЗЛАРИ БИЛАН ҚЎЛЛАНИЛИШИ

РЕЖА:

5.1. Хроматографларнинг тузилиши ва ишлаш принципи

5.2. Моддаларни идентификациялаш.

5.3. Газ-хроматографларнинг масс-спектрометрлар билан қўшилиши.

5.4. Хроматографларнинг масс-спектрометрлар билан уловчи мосламалари.

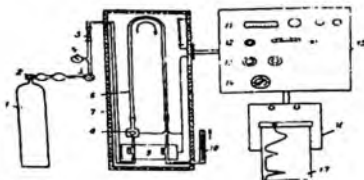
5.1. Хроматографларнинг тузилиши ва ишлаш принципи

1952 йилда ишлаб чиқилган газ-суюқлик хроматография усули кейинги вақтда липидлар тадқиқотида кенг қўлланилмоқда. Бунинг сабаби бу усул мураккаб таркибли бир-бирига яқин хусусиятли компонентлардан ташкил топган аралашмалар таркибидаги моддаларни яхши ажратиш ва уларни аниқ миқдор нисбатини аниқлаш имкониятига эга.

Газ-суюқлик хроматографиясининг бошқа таксимловчи хроматография усулларида асосий фарқи шундаки, ҳаракатланувчи фаза сифатида инерт газ ишлатилади, ҳаракатсиз фаза эса қаттиқ тўтувчига адсорбцияланган суюқликдир. Бу усулда аралашма таркибидаги моддаларни бир-бирдан индивидуал ҳолатда ажратиш махсус қурилма-газли хроматографларда амалга оширилади.

Хроматографнинг асосий қисмлари қуйидагилар: хроматография колонкаси, детектор ва ўз –ўзидан ёзувчи ускуна (самописец). Хроматографишлаши учун инерт газ балони уланади:

Қуйидаги суратда хроматографнинг принципал схемаси келтирилган.



Расм. Газ-суюклик хроматографнинг принципиал тузилиши.

- 1- инерт газли балон; 2-редуктор;3-аниқ бошқариш вентили; 4-манометр; 5-реометр;
6-хроматография колонкаси; 7-колонка учун термостат; 8-тадқиқот қилинаётган аралашмани
киритиш жойи; 9-детектор; 10-газ ўлчагич; 11-термостат бошқарувчиси; 12-детектор
бошқарувчиси; 13-сампосец асосий чизигини бошқарувчиси; 15-назорат жиҳозлари панели;
16-самописец; 17-хроматограмма.

Дунёда шу принципда ишловчи турли конструкциядаги қулай хроматографлар қўлланилади.

Газ-суюклик хроматографиясини газли хроматографда бажаришнинг мумкинлиги куйидагича:

Хроматограф колонкаси:харакатсиз суюқ фаза шимдирилган,кукунсимон қаттиқ тутувчи фаза билан тўлдирилади.

Термостатга жойланган колонка қиздирилиб, у орқали доимий тезликда инерт газ ўтказилади. Маълум температурага етганда колонкага, микрошприц ёрдамида, таҳлил қилинаётган моддалар аралашмаси юборилади. Аралашма юқори температура таъсирида тезда қайнаб, парга айланади. Парланган аралашма компонентларининг бир қисми инерт газ билан бирга ҳаракатланиб, ҳаракатсиз фазада зрийди, бошқалар эса колонка бўйлаб учини давом эттиради. Парланган компонентнинг ҳаракатсиз фазада эрувчанлиги канча кам бўлса, у шунчалик тез колонка орқали ўтиб кетади.

Хар бир компонентнинг ҳаракат тезлиги унинг газ ва суюқ фаза орасидаги тақсимланиш коэффициентига боғлиқ.

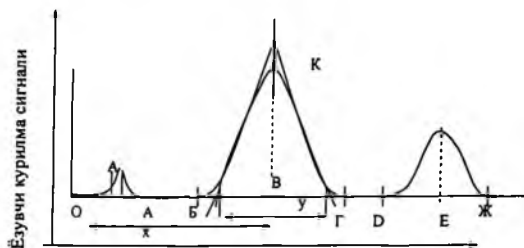
$$K = \frac{C_c}{C_r} = \text{const}$$

Бунда, K – компонентнинг тақсимланиш коэффиценти

C_c – компонентнинг суюқ фазадаги концентрацияси.

C_r – компонентнинг газли фазадаги концентрацияси.

Колонкадан чиқаётган инерт газ оқими бирин-кетин аралашма компонентларини олиб чиқади. Хар бир компонент парлари инерт газ хажми билан ажратилган. Колонкадан чиқаётган газ-пар оқимининг ўзгараётган физик ёки кимёвий хоссаи детекторда қайд қилинган сигнали кучайтирилиб, самописец – чизувчи мослама ёрдамида хроматограмма қуринишида чизиб борилади.



Вақт ёки газнинг доимий тезликдаги ҳажми

Хроматограммада O вақт колонкага аралашма юборилган вақтга тўғри келади.

$OA, AB, ГD$ ораликлар хроматограмма асоси бўлиб, бунда колонкадан фақат инерт газ чиқаётган вақтга мос келади. Хроматограммадаги OB оралик биринчи компонентнинг тўхташ вақти бўлиб, шу вақтдаги колонкадан ўтган газнинг ҳажми тўхталиш ҳажми (V_R) дейилади. Тўхталиш ҳажми хар бир компонентнинг ўзига хос кўрсаткичидир. Лекин, амалда кўпроқ нисбий тўхталиш ҳажми (V_R) тушунчаси қўлланилади ва қуйидаги формула билан ҳисобланади:

$$V_R = \frac{V_R}{V_{Rcm}}$$

бунда, V_R – айна компонентнинг тўхталиш хажми

$V_{R_{CT}}$ – худди шу колонкада, бир хил шaroитда ўлчанган стандарт модданинг тўхталиш хажми.

Аралашмадаги моддаларнинг ажралиши ёки бўлиниши бир-бирига боғлиқ бўлмаган шарт шaroитда боғлиқ: бўлиниш коэффициенти ва колонканинг унумдорлиги. Бўлиши коэффициенти хроматограммада чўккиларнинг бир-бирига нисбатан жойлашишини белгиласа, колонка унумдорлиги уларнинг шаклини белгилайди.

Бўлиниши коэффициенти қуйидаги формула билан ҳисобланади:

$$a = \frac{(V_R)_2}{(V_R)_1};$$

Бунда, $(V_R)_2$ ва $(V_R)_1$ – 2 ва 1 компонентларнинг тўхталиш хажми.

Агар $a=1$ бўлса, компонентлар (моддалар) чўккилари устма-уст тушиб қолади. Бундай ҳолатни ҳаракатсиз фазани еки температурани ўзгартириш орқали йўқотиши мумкин.

Агар $a > 1, 2$ бўлсагина компонентлар яхши ажралади.

Хроматограммадаги моддалар чўккиларининг энини ва иккала компонентнинг тўхталиш хажмини орқали, шу компонентларнинг ажралиш даражасини ҳисоблаш мумкин.

$$Ag = \frac{2\Delta y}{y_1 + y_2}$$

Бунда, y_1 ва y_2 – 1 ва 2 чўккиларнинг эни.

Δy – компонентлар тўхталиш хажмлари орасидаги фарқ.

Колонка унумдорлиги жуда кўп факторларга боғлиқ бўлиб, асосан колонка баландлиги сифатида тушуниладиган катталиқ – назарий тарелкага эквивалент баландлик орқали ҳисобланади. Бунинг учун НТЭБ ни топиш учун колонка узунлиги назарий тарелкалар сонига (n) бўлинади.

$$HTЭБ = \frac{H}{n}; H - \text{колонка узунлиги}$$

$$N = 16 \left(\frac{x}{y} \right)^2; x \text{ ва } y \text{ ухроматограммада кўрсатилган ўлчамлар, яъни, чўкки}$$

баладдлиги ва асосининг эни.

Газ-суюклик хроматографиясининг аниклигини хроматограммага караб билиш мумкин. Бунда харакатсиз фазанинг хоссалари ва миқдори, колонканинг узунлиги ва температураси чўккилар орасидаги масофага таъсир килса, инерт газ тезлиги ва босими, колонкадаги каттик тутувчи фаза зичлиги, унинг шакли ва кесим юзаси чўкки асосининг энини белгилайди.

Шунинг учун тадқиқот қилинаётган аралашма таркибидан келиб чиққан ҳолда колонка узунлиги ва шакли танланади. Колонкалар тўғри, U – шаклида ёки спиралсимон шиша, мис, латун каби материаллардан ясалган бўлиши мумкин. Амалда диаметри 4-8 мм ва узунлиги 2-3 метр бўлган колонкалар кўпроқ қўлланилади.

Колонкалар тўлдириладиган каттик тутувчи фазалар механик шишиқ, инерт, йирик говакли бўлиши шарт. Амалда кўпроқ целит 545, ўтга чидамли гишт С-22, тсермахол, «W» ва «Р» хромосорблари, диатомит ва каолинлар қўлланилади.

Харакатсиз суюк фазалар сифатида ҳам, тадқиқот қилинаётган аралашма таркибига кўра ва температурага кўра, ҳар хил моддалар қўлланилади. Асосий шарт фаза инерт ва айнаи температурада учмаслиги керак. Масалан: турли заржир узунлигидаги бир асосли карбон кислоталар метил эфирлари 300° С гача температурада тадқиқот қилинса, алиезол L – каттик фаза қўлланилса, ҳар хил тўйинганлик даражасига эга бўлган ёғ кислоталар метил эфирлари 200° гача температурада тадқиқот қилинганда полиэфирлардан: полиэтиленгликоль-адипат (ПЭГА) ёки полиэтиленгликольсукцинат (ПЭГС) ёки реоплекс 400 ишлатилади.

Ёғ кислоталари эфирлари ёғ шу ёғ кислоталарининг ўзига нисбатан анча паст температурада қайнайди, шунинг учун ёғ кислоталарининг метил эфирлари

қўлланилади. Қайнаш температураси ўз навбатида босимга боғлиқ бўлганлиги учун оптимал босим танланади.

Ёғ кислоталарнинг метил эфирлари эса турли усуллар билан тайёрланади. Масалан: водород хлорид иштирокида диэтил эфир таъсир эттириш, ёки диэзометан таъсирида метиллаш ёки глицидларни метанолиз усулида метиллаш.

Хроматограммани ҳисоблаш учун ҳар бир чўкки учбурчак шаклида кўрилиб, чўкки баландлиги асосига кўпайтирилиб иккига бўлинади:

$$S_n = \frac{x \cdot y}{2}; S_n - \text{чўкки (учбурчак) юзаси модда миқдори деб қабул}$$

қилинади.

Аралашма таркибидаги моддалар миқдор нисбатини юзалари йиғиндисини $\sum S_n \cdot 100\%$ деб қабул қилиниб, ҳар бир модданинг % миқдори қуйидаги формула билан аниқланади:

$$C_n = \frac{S_n}{\sum S_n} \cdot 100(\%)$$

Бунда, C_n – модданинг аралашмадаги % миқдори.

5.2. Моддаларни идентификациялаш.

Газ-хроматографияда моддаларни идентификациялашнинг янги услубларини ишлаб чиқилишининг асосий сабабларидан бири шундаки, вақт ўтиши билан хроматографиянинг асосий йўналиши, маълум нисбатан содда моддалар аралашмаларини эмас, балки табиий моддаларнинг мураккаб аралашмалари ва биоматериалларни тадқиқот қилиш эканлиги маълум бўлди. Бунда олдиндан ажратилган стандарт моддалар бўлмайди ва таҳлил қилинаётган аралашмадаги бир неча компонентлар номаълум бўлади. Шунинг учун хроматограммадаги маълум моддаларга ҳос айрим чўккиларнинг тўғри идентификацияланиши мумкин бўлмай қолади.

Айнан мана шунинг учун замонавий хроматографлар учун сезгир ёки селектив детекторлар ишлаб чиқиш ва худди шу сабабли хроматографик таҳлил спектрометрик таҳлил усули билан тўлдирилди, ва бу асосан масс-

спектрометрия бўлди. Бунда масс-спектрометр биринчидан, хроматографда олинган чўққиларни ҳисобга олувчи юқори унумдор детектор вазифасини бажарса, иккинчидан, бу усул айрим хроматографик чўққиларнинг масс-спекторларини ҳисобга олиш имконини берди. Бунда таҳлил қилинаётган аралашма айрим компонентларининг тўлиқ спектори олинади.

5.3. Газ-хроматографларнинг масс-спектрометрлар билан қўшилиши.

Хроматографик ва масс-спектрометрик маълумотларни умумлаштирган ҳолда мураккаб табиий аралашмаларни жуда унумли таҳлил қилиш мумкин. Замонавий масс-спектрометрлар жуда қисқа вақт (0,01 сек.) ва анча кенг спекторларни ҳисобга олиб, ташувчи-газнинг тўхтатилмаслиги масс-спектрометрга уланган колонкалар унумдорлигини доимий сақлаб туради. Газ хроматографи ва масс-спектрометри умуллатирувчи жиҳозда колонкани масс-спектрометрининг ионлаш манбайига уловчи мослама конструкциясининг ахамияти каттадир. Масс-спектрометр ионлаш манбайининг вакуум остида (10^{-3} мм.см.ус.) ишлаши хроматограф колонкалари унумдорлигини пасайтирган бўлар эди. Шунинг учун кўпгина замонавий ускуналарда хроматограф колонкалари масс-спектрометрлар билан “молекуляр сепаратор”уловчи мосламаси билан уланган. Бундай улаш колонкадан чиқиш ва ионлаш манбайи орасидаги босимни пасайтириб, аралашма таркибидан ташувчи-газнинг (асосан гелий ишлатилади) ажратилиши намунанинг бойитилишига олиб келади. Қуйидаги расмда молекуляр сепараторларнинг турли конструкциялари келтирилган:

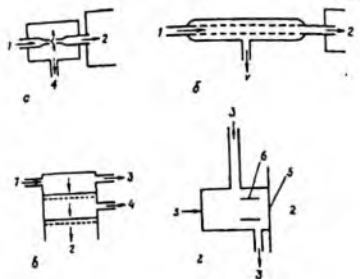


Рис. а - инпичка оқимли сепараторлар; б - капилляр сепараторлар;
 в - мембранали сепараторлар; г - масс-спектрометрга β -нонлаб киритушчи;
 1- колонкага киритувчи; 2 - масс-спектрометр; 3- ташувчи-газ; 4- вакуум насосга; 5-
 диффузияли киритувчи 25 мкм; 6- β -нурланиш манбайи;
 7- намуна киритиш

5.4. Хроматографларнинг масс-спектрометрлар билан ўлчовчи мосламалар.

Молекуляр сепараторларда молекулалари турли ўлчамда бўлган ташувчи-газ ва таҳлил қилинаётган аралашма компонентларининг хусусиятлари орасидаги фарқдан фойдаланилган. Бир кадамли ёки кўп кадамли инпичка оқимли (струйный) сепараторлар мателлдан ёки шишадан ишланган. Уларда форсункалар диаметри ва форсункалар орасидаги масофа шундай белгиланганки, молекуляр массаси кичик бўлган модда (ташувчи-газ) сепаратордан вакуум насос билан тўртиб олиниб, бойитилган намуна ионлаш манбайига тўртилиши керак. Иккинчи хил конструкциядаги молекуляр сепараторда ташувчи-газ шиша ёки тефлондан тайёрланган говакли материал орқали диффундирланади. Учинчи хил молекуляр сепараторларда органик молекулаларнинг ажратувчи мембранада танловчан эрувчанлиги ва у орқали ионлаш манбайига диффузияланишидан фойдаланилган.

Кейинги ишланган хроматографни масс-спектрометрга улаш мосламаларини яратишда мураккаб янги ёндошилиб, бу мосламада молекуляр

сепаратор хусусиятлари билан масс-спектрометрларнинг махсус ионлаш афзалликлари умумлаштирилган (Юқоридаги расмда 2-қўриниш). Колонкадан чиқаётган тахлил қилинаётган модда молекулалари β -нурланиш билан нурлантирилиб, сўнгра масс-спектрометрнинг ажратиш қисмига киритилади (ионлаш манбайи ўчирилган). Шунинг учун тахлил қилинаётган бирикма спекторида амалда фақат дастлабки молекуляр массага эга бўлган ва бир хил зарядланган ионлар қўринади. Бу эса маълум даражада бирикмаларни идентификациялаш ва масс-спектрограммани ўқишни осонлаштиради.

Оддий масс-спектрометрнинг сезувчанлиги атига 10^{15} - 10^{16} г/с. Бундай шароитда идентификациялаш деярли мумкин эмас. Сезувчанлик 10^{13} - 10^{14} г/с бўлса масс-спектрни тахлил қилиб ишлаш мумкин. Шунинг учун масс-спектрометрни хроматограф билан қўшиб ҳозирги кунда энг юқори унумли аналитик усуллардан ҳисобланади. Бундай умумлаштириш идентифи-кациялаш (аниклаш) учун ҳисоблаш техникаси ва компьютерларни қўллаш имкониятини берди. Замонавий компьютерли тизимга эга бўлган жиҳозлар, компьютер хотирасидаги хроматограммалар ва мос равишдаги спектрограммалардан фойданланиб, тажриба ёки тахлил натижаси билан солиштирган ҳолда, олинган натижани идентификациялаш имкониятига эга.

Таянч сўз ва иборалар

Идентификациялаш, детекторлар, масс-спектрометр, молекуляр сепаратор, ташувчи-газ, диффундирлаш, сепаратор, ионлаш манбайи, спектрограмма, тажриба.

Назорат учун саволлар:

1. Моддаларни идентификациялаш деганда нимани тушунасиш ?
2. Газ-хроматографларнинг қандай турларини биласиз ?
3. Масс-спектрометрлар қандай хусусиятга эга ?
4. Хроматографлар ва масс-спектрометрларнинг ўловчи мосламалари нималардан иборат ?
5. Газ-суюқлик хроматографиясининг ўзига хослиги нимада ?
6. Хроматографиянинг тузилиши ва ишлаш принципи қандай ?
7. Хроматограммани ўқиш ва ҳисоблаш қандай амалга оширилади ?
8. Қаттиқ тутувчи, ҳаракатсиз суюқ фазаларга қандай талаблар қўйилади ?

6 -МАЪРУЗА

ЮҚОРИ УНУМДОР СУЮҚЛИК ХРОМАТОГРАФИЯСИ АСОСЛАРИ

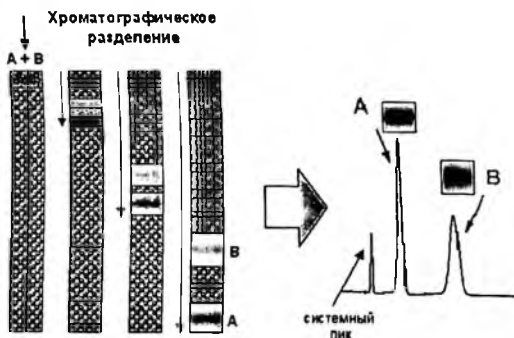
РЕЖА:

6.1. Юқори босимли суюқлик хроматографининг тузилиши ва имкониятлари.

6.2. Суюқлик хроматографида фенолли бирикмаларни аниқлаш.

6.1. Юқори босимли суюқлик хроматографининг тузилиши ва имкониятлари

Хроматография турлари – суюқликли, адсорбционли, ионалмашинувли, капиллярли, тақсимловчи, меъёрфазали, анион алмашинувли, катион алмашинувли, обращенно фазали, абсорбционли.



Обращеннофазали ВЭЖХ бирикмаларни ажратилиши уларни гидрофоблик хусусиятига кўра содир бўлади. Элтувчи заррачалар, бирикма аралашмасини ажратишни таъминловчи, говаксимон сферик кисмларданиборат (одатдасиликагелдан) бўлиб, уларнинг пришти функциональ гурухларбириккан (алкильли, фенильли, циано, amino ва бошқалар).

Хроматографларнинг барча модулларининг ўзаро боғлиқлигисифат тахлилларининг тўғрилигини ва микдор тахлилларига мос келишини

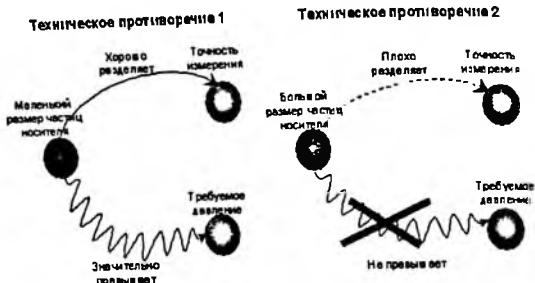
(беспрецедентные точность), хроматограммаларни сифатли ажралишида (непревзойденную воспроизводимость) таъминлайди хроматограмма. Юкори сезгирликка эга бўлган детекторлар таркиби бўйича энг мураккаб бўлган намуналардаги микдор изларини ҳам сезади.



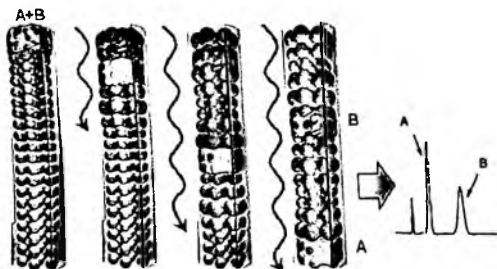
ВЭЖХ нинг хусусияти фарқ қилиш шундаки юкорибосимни(400 бар гача) ва майда доначали сорбентлар (одатда3-5 мкм, hozирда 1.8 мкм. гача). Қўлланиши. Бу мураккаб модда аралашмаларини тез ва бутунлай ажратишга имкон беради. (тахлилнинг ўртача вақти3 минутдан30 минутгача).

ВЭЖХ усули шулар каби: кимё, нефткимеси саноати, биология, биотехнология, тиббиёт, озик-овқат саноати, атроф мухит муҳофазаси, дори препаратлари ишлаб чиқариш ва бошқа кўпгина тармоқларда кенг қўлланилмоқда .

Ажралиш механизмига кўра тахлил қилинаётган ёки ажратилаётганВЭЖХ моддалари куйидагиларга бўлинади:адсорбцион, тақсимловчи, ионалмашинувчи ,эсклюзив, лиганд алмашинувчи ва бошқалар.



Ажратилиш механизми



Обращеннофазалихроматография учун қўлланиладиган

Силикагельодатда куйндаги параметрларга эга: ўртачадиаметрлитешиклари 10-13 нм; Солиштирма юзасиоколо 300 м²/г.атрофида ВЭЖХ нинг фарқловчи хусусияти шундан иборатки, бунда юкори босимни қўлланилиши (400 бар гача) ва майда доначали сорбентларни (одатда 3-5 мкм, хозирда 1.8 мкм. Гача) ишлатиш хисобланади. Бу мураккаб моддалар аралашмасини тез ва бутунлай ажратишга имкон беради. (тахлилнинг ўртача вакти 3 минутдан 30 минутгача).

Юкори вакуумли ЖХ усулларни янги қўлланишини намоён этади. Юкори эффективликка этилишининг ва ВЭЖХ рухсат этилишининг бош

омилларидан бири- Бу сорбент доначалари ўлчамининг кичрайтирилиши, ва узун ўлчамли колонкаларни қўллашдан иборат.

Янги хроматографларни Agilent 1200 Rapid Resolution серияли трларида ғоваклилиги 1,8 мкм бўлган Zorbax сорбентли узун колонкаларни қўлланилиши таркибига кўра жуда мураккаб бўлган компонентларни ажратиш бўйича янги сорбентларни бутунлай қўллаши мконини беради.

Намуналарни киритувчи мосламанинг йўқлигида ҳам намуналарни ўта аниқлик билан киритилишини таъминлайди.

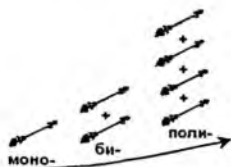
Автосамплерларни қўлланилиши ўртача квадрат оқишувлар бирлигини 01 дан 2000 мкл. Гача бўлган намунани киритишда 0,5%, дан ошмаган натижа олишга эришишга имкон беради.

Бир неча хил эритувчида игнани ювиш билан биргаликдаги оқим конструкциясининг бебаҳолиги юқори сорбцион хусусиятга эга бўлган бирикмаларга намуналарни киритишни ман этади.

Закон перехода в надсистему

Объединение однородных систем

•Для увеличения эффективности разделения, вместо одной колонки используют последовательное соединение из нескольких одинаковых колонок



•Для увеличения эффективности разделения, вместо одного насоса используют два насоса (позволяет врырывать состав элюента во время анализа)



Аникланётганкомпонент	Пастки чегара, мг/кг
АфлатоксинларВ1, В2, G1, G2	0,0002 (по В1)
афлатоксин М1 (в молоке)	0,00002
Эстрадиол-17b	0,00025
диэтилстильбэстрол	0,00025
Учувчинитрозаминлар	0,0005
бенз[а]пирен	0,0002
витамин А	0,2
витамин Е	1

Масштабируемые решения
 Эти функции расширяют возможности
 интегрированной системы и позволяют
 в полной мере использовать

Современная система управления
 Система управления
 Система управления
 Система управления

7-МАЪРУЗА

ЮҚОРИ УНУМДОР СУЮҚЛИК ХРОМАТОГРАФИЯСИ ТУРЛАРИ

РЕЖА:

7.1. Товарларни синфлаш ва сертификатлашда қўлланиладиган лабораторияси ускуналар хақида маълумот

7. 2.Суюқлик – Хроматографи «Shimadzu» - Япония

7. 3.Инфракизил – Спектрометр «Shimadzu» - Япония

7.1. Товарларни синфлаш ва сертификатлашда қўлланиладиган лабораторияси ускуналар хақида маълумот

Товарларни синфлаш ва сертификатлашда қўлланиладиган лабораторияси ускуналар хақида маълумот

Хроматомасс – Спектрометр «Shimadzu» - Япония

Вазифаси:

1. Прекурсорлар;
2. Нефтинг энгил фракциялари – бензин, керосин, солярка;
3. Суюқ хушбўй моддалар – атир-упа, эфир мойлари;
4. Ўсимлик мойлари – пахта, писта ва ловия ёғлари каби мураккаб таркибли маҳсулотларни таркиби ва миқдори тўғрисида тўлиқ ахборот беради.

Ишлаш усули: Юқорида кайд этилган мураккаб аралашмаларини аввал алоҳида тоза моддаларга ажратади. Сўнг ҳар бир моддани масс спектрини ўлчабўзининг базасида мавжуд бўлган моддалар кўрсаткичлари билан таққослаб қайси моддага мансублигини кўрсатади. Базада 25000 модда спектрлари мавжуд.

7. 2.Суюқлик – Хроматографи «Shimadzu» - Япония

Вазифаси:

1. Спиртли ичимликлар – вино, коньяк ва шу каби маҳсулотлар ;
2. Фармацевтика маҳсулотлар – дори воситалар ва субстанциялар ;
3. Органик брикмалар – кислоталар, алдигидлар, кетонлар ва шу каби маҳсулотлар;

4. Гербецидлар ва пестецидларни каби мураккаб таркибли маҳсулотларни таркиби ва миқдори тўғрисида ахборот беради;

Ишлаш усули:

Аввал юкорида қайд этилган мураккаб аралашмаларини алоҳида тоза моддага ажратади. Ҳар бир моддани мавжуд стандарт моддага нисбатан таққослаш йўли билан қайси моддага мансублиги аниқланади.

7.3. Инфракизил – Спектрометр «Shimadzu» - Япония

Вазифаси:

1. Полимер брикмалар – полиэтилен, полипропилен, поливинилхлорид ва шу каби маҳсулотлари;
2. Суний ва синтетик толалар – Нейлон, капрон, полиэфир, акрил, вискоза, ацетат ва шу каби маҳсулотлар;
3. Кўкинсимон органик брикмалар каби маҳсулотлар тўғрисида тўла ахборот беради;

Ишлаш усули:

Юкорида қайд этилган маҳсулотларни Инфракизил спектрометрларини чизиб, ўзининг базасида мавжуд бўлган моддаларнинг спектри чизилари билан таққослаб қайси модда эканлигини аниқ кўрсатиб беради. Базада 17000 дан ортиқ спектрлар мавжуд.

4. Суюқлик -Хроматографи Вазифаси:

«Shimadzu» - Япония

Вазифаси:

1. Нефтниң оғир фракциялари – мойловчи воситалар, керасин, солярка;
2. Озиқ-овқат маҳсулотлари таркибидаги витамин ва шунга ўхшаш мураккаб моддалар;
3. Ўсимликлар актив моддалари маҳсулотларни таркиби тўғрисида маълумот беради;

Ишлаш усули: Юкорида қайд этилган мураккаб аралашмаларни аввал алоҳида тоза моддаларга ажратади. Ҳар-бир моддани мавжуд стандарт моддага нисбатан таққослаш йўли билан қайси моддага мансублиги аниқланади.

Таянч сўз ва иборалар

Товарларни синфлаш, сертификатлаш, Хроматомасс – Спектрометр «Shimadzu» - Япония, гиёхвандлик воситалари, психотропик моддалар, прекурсорлар, нефтнинг енгил фракциялари, Суюклик – Хроматографи «Shimadzu» - Япония, инфрақизил – Спектрометр «Shimadzu» - Япония, Полимер брикмалар, суний ва синтетик толалар.

Назорат учун саволлар:

1. Товарларни синфлаш ва сертификатлашда қўлланиладиган лабораторияси ускуналаридан қандайларини биласиз ?
2. Суюклик – Хроматографи «Shimadzu» нинг вазифаси нимадан иборат?
3. Инфрақизил – Спектрометр «Shimadzu» нинг ишлаш принципини айтиб беринг.
4. Нефтнинг оғир фракцияларига нималар кирди ?

8-МАЪРУЗА

ЭЛЕКТРОМИГРАЦИОН ТАДҚИҚОТ УСУЛЛАРИ АСОСЛАРИ

РЕЖА:

8.1. Мойли уруғлар оксилларининг электрофоретик тахлил

8.2. Электрофорез ва изотахофорез жихозлари.

8.1. Мойли уруғлар оксилларининг электрофоретик тахлил

Оксиллар усимляклар уруғларидан, поя, барг тукималаридан, хайвон тукималаридан махсус усуллар ёрдамида ажратиб олинади.

Пахта чигити альбумин оксилларини ажратиб олиш учун дастлаб чигит қобиғидан ажратилиб, чигит мағзи майдаланиб (гомоген) ҳолатга келтирилади. Кўпинча бу майдалаш махсус гомогенизаторларда ёки фарфор хавончаларда амалга оширилади. Майдаланган чигит мағзининг уни махсус филтр қоғозига ўралиб, Сокслет ёки Зайченко аппаратларида аввал диэтил эфири кейин ацетон ёрдамида ёғсизлантирилади (10соат:5соат – диэтил эфир : ацетон). Сўнгра ёғсизлантирилган чигит уни Мурили шкафида қуритилади.

Қуритилган чигит унидан альбумин оксилларини ажратиб олиш учун дистилланган сувда 1:10 нисбатда (100мг чигит уни ва 1мл дистилланган сув) аралаштириб экстракция қилинади. Экстракция жараёни 35-40⁰С да 1 соат давом этади. Экстракция вақтида стаканлар вақти-вақти билан аралаштирилиб турилади. Экстракни ажратиш учун айланиш тезлиги 5000 ай./секунд бўлган центрифугада 10 минут центрифугаланади.

Оксилларни чўктириши. Турли реактивлар оксилларнинг физик-кимёвий хоссаларига таъсир этиб, макромолекулалар структурасининг ўзгаришига олиб келади. Оксилларни чўктириш реакциялари иккита усулда амалга оширилади: оксилларни денатурациясиз чўктириш (нейтрал ишқорий металл тузлари эритмалари ёрдамида) ва денатурациялаш йўли билан чўктириш (харорат, минерал ва органик кислоталар, оғир металл тузлари ёрдамида).

Оксилни чўкмага тушиши унга боғланган сув пардасининг бузилишига боғлиқ. Гидрофил моддалар, органик эритувчи – ацетон, этил спирти, ишқорий металллар нейтрал тузларининг концентрланган эритмалари оксилнинг сув

пардасини бузиб, унинг эрувчанлигини камайтиради. Органик эритувчилар, аммоний сульфат, натрий хлорид, натрий сульфат, натрий фосфат ва бошқа эритмалар оксил эритмасига таъсир эттирилганда оксил чўкмага тушади.

Оксил эритмаларига турли тузлар қўшилганда, оксил молекулалари гидрат пардаларидан холи бўлиб, бир-бири билан осон қўшилади. Молекулалар критик массага эга бўлиб чўкмага туша бошлайди. Оғир металл тузлари оксил молекуласидаги сульфгидрил группа билан бирикма ҳосил қилиш ҳисобига унинг структурасини ўзгартиради. Оксилларни оғир металллар тузлари билан чўкмага тушириш қайтмас жараёндир, яъни чўкмага тушган қсилни қайтадан эритма холига келтириб бўлмайди.

Оксил тузланиш натижасида қўпинча табиий ҳолатини ўзгартирмайди. Чўкмадан туз ионлари диализ йўли билан четлатилганда оқсил қайтадан эритмага ўтади. Аммоний сульфат ва натрий сульфат тузлари билан тузлаш усули қўпинча оксилларни натив ҳолатини бузмай ажратиб олишда қўлланилади.

Альбумин оқсилни аммоний сульфат таъсирида чўктириб тозалаш.
Бунинг учун пробиркадаги 2-3мл альбумин экстрактига тенг ҳажмда аммоний сульфатнинг тўйинган эритмасидан қўшилади ва яхшилаб аралаштирилади. Натижада, агар альбумин экстрактида глобулинлар бўлса, пробиркада ҳосил булган аммоний сульфатнинг ярим тўйинган эритмасида заррачалари альбуминларга нисбатан катта бўлган глобулинлар чўкмага тушади. Чўкмадаги глобулинлар филтрлаб ажратиб ташланади.

Филтратда қолган альбуминларни яна ҳам тоза ҳолда ажратиш учун пробиркадаги эритмага аммоний сульфатнинг майдаланган кукунидан тузнинг тўйинган эритмаси ҳосил бўлгунча қўшилади. Бу эритма энди альбуминларни чўкмага туширади. Тоза альбумин чўкмаси филтрлаб ажратиб олинади.

Эритмада оқсилнинг қолган-қолмаганлиги биурет реакцияси ёрдамида текширилади.

Ажратиб олинган тозаланган альбумин кукуни 4-5мл дистилланган сувда эритилади ва таҳлил қилишдан олдин минерал туз қолдигидан диализ қилиб тозаланadi.

Альбуминларни диализлаб тозалани. Оксилларнинг коллоид заррачалари йирик бўлгани учун улар ярим ўтказгич пардалардан (мембраналардан) ўтмайди. Оксилларнинг сувдаги эритмаси таркибида бўлиши мумкин бўлган кичик молекулали органик ва минерал тузлар эса бу ярим ўтказгич пардадан осонгина ўтиб кетади. Бунинг учун оксил эритмаси ёки кукуни ярим ўтказгич хусусиятли мембранадан тайёрланган халтачага солиниб, узок вақт дистилланган сувда ювилади. Диализни янада тезлаштириш учун ярим ўтказгич халтача яқинига электр қутблари ҳам жойлаштирилади. Бу эса зарядланган ионларнинг ярим ўтказгич пардадан ўтишига ёрдам беради. Диализловчи махсус мосламанинг номи диализатор дейилади.

Альбумин экстрактини диализлаш учун ярим ўтказгич хусусиятига эга бўлган халтачага 10-15мл чигит альбумини экстракти солинади ва халтача оғзи иккита шиша таёқча билан қисиб боғланади. Сўнгра халтача хажми 1-2 литрли кимёвий стаканга солинган дистилланган сувга ботиб турган ҳолда осиб қуйилади.

Диализнинг тез ва яхши кетиши учун стаканга солинган дистилланган сув ҳар 15-20 дақиқада алмаштирилиб турилади. Иш давомида диализнинг қандай тезликда кетаётганини билиш учун вақти-вақти билан стакандаги дистилланган сувдан

1-2мл олиб оксил ва сульфатларга сифат реакцияси ўтказиб турилади. Ташқи эритмада биурет реакцияси бормаслиги керак. Шундагина диализ шартлари тўғри бажарилган бўлади. Сульфатларга хос сифат реакциясининг маълум вақтдан кейинги кузатилмаслиги диализ тугаганлигининг белгисидир.

Альбумин оксилни электрофорезга тайёрлаш. Диализ усули билан органик ва минерал тузлардан тозаланган чигит альбумини экстракти ярим ўтказгичли қопчадан пробиркага ўтказилиб, 10 минут центрифугаланади. Альбумин оксили чўкмаси устидаги сув эҳтиётлик билан оксил қисмидан

ажротилади. Альбумин чўкмасидан 100мг олиниб 1мл дистилланган сувда эритилади. Тайёр бўлган тоза альбумин экстрактидан 20 мкл олиниб, электрофоретик усулда фракцияларга ажратиб тахлил қилиш учун ишлатилади.

Бу электрофоретик усулдан электрод буфер сифатида ишқорий (рН-7,5-8) шаронгда, 0,25М трис-0,192М глицин буферидан фойдаланилади. Электрофорез усулида гель тайёрлаш учун 29,2% акриламид ва 0,8% метиленбисакреламид моддаларини сувли эритмалари ишлатилади. Гель полемиризацияси тез кетиши учун катализатор сифатида 0,04% ТЭМЭД ва 0,08% аммоний персульфат тузларини сувли эритмалари қўлланилади. Электрофорезнинг 180-200 Вольт токдаги давомийлиги 3 соатни ташкил этади. Электрофорездан кейин гель 15% ТХУ билан 20 минут фиксацияланиб, кора amid бўёгининг 0,02% ли сувли эритмаси билан 5-7 минут бўйайди. Бўялган гель 24 соат давомида 7% ли уксус кислотасини сувли эритмасида сакланиб, бўёги ювилади. Олинган натижалар нисбий электрофоретик юрувчанлиги (НЭЮ) бўйича тахлил қилинади.

Таянч сўз ва иборалар

Оксиллар, альбумин, гомогенизатор, Сокслет ёки Зайченко аппаратлари, Экстракция жараёни, денатурация, гидрофил моддалар, глобулинлар, биурет реакцияси, дистилланган сув, диализ, электрофоретик усул,

Назорат учун саволлар:

1. Мойли уруғлар оксилларини ажратиб олиш қандай амалга оширилади ?
2. Оксиллар гурухларининг эрувчанлиги қандай?
3. Альбумин оксиллини электрофорезга тайёрлаш қандай амалга оширилади?
4. Электрофорез шароитлари қандай ташкил этилади?

9-МАЪРУЗА МАСС-СПЕКТРОМЕТРЛАР

РЕЖА:

9.1. Асосий усуллари ва тадқиқот техникаси.

9.2. Масс-спектрометрияни липидлар ва сирт актив моддалар тадқиқотида қўллаш.

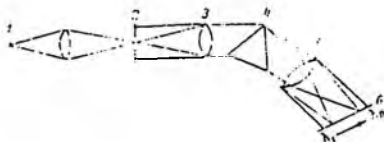
МОЙЛАР ТАДҚИҚОТИДА СПЕКТРОСКОПИЯНИНГ ҚЎЛЛАНИЛИШИ.

Спектрларни ўлчаш спектрал ўлчаш жихозлари ёрдамида амалга оширилади. Унинг асосий қисмлари: коллиматор, дисперловчи система, камера объективи ва хатловчи мосламадир. (Қуйида схемаси келтирилган).

Климатор ёруғлик манбаъидан (1) климатор объектив фокусида (3) жойлашган ускуна тирқишига (2) келаётган ёруғлик окимини дисперловчи системага (4) тушувчи папаллел харакатланувчи ёруғлик тутамига айлантиради.

Дисперловчи система параллел ёруғлик тутамига турли тўлқин узунликларига эга бўлган параллел тутамларга бўлиб, ўздан хар хил бурчақларда чиқаради. Камера объективи (5) чиқаётган бу тутамларни фокуслаб, фокал текистликда (6) кириш тирқишининг монохроматик кўринишини турли тўлқин узунликларига мавофик равишда акс эттиради.

Хатловчи мосламалар ишлаш принципи бўйича уч хил турда бўлиши мумкин: спектрографлар, спектрофотометрлар, спектрометрлар. Дисперловчи системалар турига кўра ускуналар икки гуруҳга бўлинади: призмали синдирувчи системалар ва ботик ёки текис акс эттирувчи системали ускуналар.



1- Схема. Спектрал ускуна схемаси.

Расм. 1-Ёруглик манбаъи, 2-ускуна тиркиши, 3-коллиматор объективи, 4-дисперловчи система,5-камера объективи,6-фокал текстлик.

Спектроскопнинг сифати ёруглик кучи, тақсимлаш қобилияти ва чизикли дисперсиялаш катталиги билан баҳоланади. Ёруглик кучи катталиги камера нисбий ўтказиш юзаси D/f квадратига пропорционал, бунда D -диаметр, f -камера объективининг фокус масофаси.

Тақсимлаш қобилияти энг яқин спектр чизиклари тўлқин узунликлари орасидаги фарк $\Delta\lambda$, билан характерланади.

$\Delta\lambda$



Бу катталик дисперловчи система ва хатловчи мослама тақсимлаш қобилиятлари йиғиндисидан ташкил топади. Призмали синдирувчи системали спектроскоплар тақсимловчи кучи призмалар хусусияти ва ўлчамларига боғлиқ ва қуйидаги формула билан аниқланади.

$$\frac{\lambda}{\Delta\lambda} = t \frac{dn}{d\lambda}$$

t -призма асосининг катталиги

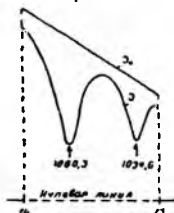
$\frac{dn}{d\lambda}$ -призма материалнинг (шиша, кварц) дисперсияси.

Молекуляр спектрал анализ молекулаларнинг ёруглик ютиш қобилиятига, қайсики улар валент электронларининг бошқа молекуляр орбитага ўтишидан келиб чиққан хусусият бўлиб, молекуланинг ютиш электрон спектрига асосланган. Ҳар бир органик боғ ёки группа маълум тўлқин узунлигини ютади. Масалан, $C=C$ - ники $\lambda=193\text{нм}$, $COOH$ - ники $\lambda=204\text{нм}$, $C=C$ - ники $\lambda=173\text{нм}$. Булар хромофорлар дейилади.

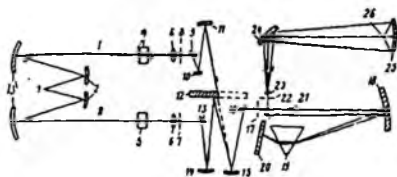
Тўйинмаган ёғ кислоталарнинг цис- ва транс- изомерлари ҳам шундай турли тўлқин узунлигини ютади. Масалан, цис изомер учун $\lambda_{\min} = 264\mu\text{м}$, транс изомер учун $\lambda = 273\mu\text{м}$.

Инфракизил спектрофотометрлар (ИКС) бир нурли ва икки нурли типда ишланган. Уларнинг асосий қисмлари: автоколимацион жойланган призмали ва фокусловчи ойнали монохроматор, қабул қилувчи, қучайтирувчи ва хатловчи усқуналар.

Бир нурли спектрометрда кетма-кет нурланиш манбаи спектри $Y_0(\lambda)$ ва таҳлил қилинаётган модда туфайли сусайтирилган манба спектри $Y(\lambda)$ ёзиб борилади. Хатловчи усқуна сигнали ёруғлик оқимига пропорционал бўлгани учун, ўтказиш катталиги $T = \frac{Y}{Y_0}$ ҳар бир тўлқин узунлиги λ учун $\frac{i}{i_0}$ нисбат билан аниқланади. Бунда i ва i_0 спектрограммадаги маълум нукталарнинг ноль чизикдан ўлчанган ординатасидир.



Икки нурли инфракизил спектрофотометрларда (ИКС) ишлаш принципи қуйидагича: ёруғлик манбаидан келаётган ёруғлик иккита канал бўйича йўналтирилиб, алмашилиб-алмашилиб монохроматорга йўналтирилади. Бир каналга таҳлил қилинаётган моддали кювета фотометрик пона ва солиштириш кюветаси жойланади. Иккита оқим орасида тадқиқот қилинаётган мода туфайли фарқ пайдо бўлса, автоматик тарзда, самописец билан уланган, фотометрик пона киритиш орқали тенглаштирилади. Натижа, яъни ўтказишнинг фоиз (%) қиймати, коғоз лентага чизиб борилади. Қуйидаги расмда икки нурли ИКС-14 русумли инфракизил спектрофотометр схемаси келтирилган.



Расм. ИКС-14 нинг схемаси.

Расм. 1- глобар; 2,3-ёруғлик манбаининг фокусловчи ойнаклари; 4- намунали кювета; 5-эритмали кювета; 6,23-коллективлар; 7-фотометрик пона; 8-ростловчи пона; 9,10,11,13,15,16 – нурларни нўналтирувчи ва фокусловчи ойнаклар; 12,17-тўхтатувчилар; 18-параболик ойнак; 19-призма; 20-ясси ойнак; 21,24,25-йўналтирувчи ва фокусловчи ойнаклар; 22-чиқарувчи тиркиш.

Инфракизил спектрларнинг 2-15 μ оралиғида ёғ кислоталарнинг ютиш хусусияти уларни намоён қилади. Ёғ кислоталари спектрлари уларнинг агрегат ҳолати ва ишлатиладиган эритувчи турига ниҳоят боғлиқдир.

Ёғ кислоталар CH_2 группалари сонининг ўзгариши спектрни ўзгартиради. Масалан: $(\text{CH}_2)_4$ учун $\gamma=731\text{см}^{-1}$ бўлса, $(\text{CH}_2)_{11}$ учун $\gamma=721\text{см}^{-1}$ га тенг. Углеводород, занжирининг тармокланиши ҳам худди шундай таъсир қилади.

Бир тўйинмаган ёғ кислоталарда кўшбоғнинг узоклашиши 1670-1650 см^{-1} спектрда сезилса, яқинлашиши 15-20 $^{-1}$ см га борниши кузатилади.

Цис-изомер $\gamma=700\text{см}^{-1}$ да кузатилса, транс-изомер $\gamma=968^{-1}$ да аниқланади. Транс-изомерларни аниқлаш учун спектрофотометр юкорида келтирилган шароитга мосланади. Тахлил қилиниши керак бўлган, ёғнинг учглицирид фракциясидан ажратиб олинган, ёғ кислоталар аралашмасидан 1 мл ўлчамли пикнометрга 0,1г ўлчаб олиб, 1 мл белгисигача CCl_4 куйилади. Эритма спектрофотометрнинг намуна солинадиган кюветасига куйилади. Худди шундай иккинчи солиштириш кюветасига худди шу эритувчи солинади. 850-1030 см^{-1} частоталардаги намуна спектрлари ёзуви олинади. Спектрограммани

хисоблаш учун спектрограммада 930 см^{-1} ва 1000 см^{-1} частоталарига мос келувчи нуқталардан асос ўтказилади.



$U_1 = 930 \text{ см}^{-1}$ (D_1); $U = 968 \text{ см}^{-1}$ (D); $U_2 = 1000 \text{ см}^{-1}$ (D_2) частоталардаги эритма оптик зичлиги топилади.

Кўпчилик спектрофотометрилар шкаласи ёруклик ўтказувчанлик катталигида (T) белгиланганлиги сабаби D киймат қуйидагича ҳисобланади:

$$D = \lg \frac{100}{T};$$

968 см^{-1} частотаси максимумига мос келувчи формула бўйича ҳисобланади: $D_0 = D - \frac{D_1 + D_2}{2}$;

Ёғ кислоталар ютиш коэффициенти ҳисобланади:

$$K_0 = \frac{D_0}{C \cdot d};$$

Бунда, C – ёғ кислотали эритма концентрацияси, г/л.

D – кювета қалинлиги (0, 106 см)

Тарнс-изомер кислоталарнинг % миқдори қуйидагича ҳисобланади:

$$X = \frac{K_0}{K_{\text{cr}}} \cdot 100,$$

Бунда, K_{cr} – элаидин кислотанинг ютиш коэффициенти.

Шу тариқа модда таркибидаги компонентлар идентификацияланади.

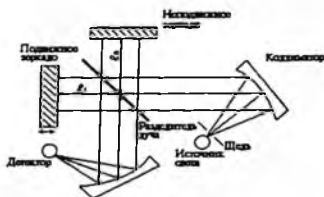
Бу таҳлил усулида мойлар таркибидаги турли моддалар таркиби турли хил максатда ўрганилиши мумкин. Масалан: оксидланган, оқланган ва доғланган ёғлардаги ёпишган қўшбоғли тўйинмаган ёғ кислоталар изомерларини аниқлаш мумкин, ёки 1,2-ди ва 1,3-диглицеридлар аралашмасида ҳар бирининг

микдорини аниқлаш мумкин, ёки мойлардаги каратиноидлар микдорини аниқлаш ва ҳоказо. Бу ишларни амалга ошириш жуда катта услубий тажрибани талаб қилади.

Тузилиши ва ишлаш принципи. Фурье преобразователи бўлган инфракизил спектрофотометрлар интерферограммаларни Фурье-преобразовалаш йўли билан ИК-спектрларни ўлчашга имкон беради.

Фурье преобразовасяси билан биргаликдаги спектрофотометрларнинг принципи. FTIR. Сериясидаги приборларнинг бир неча хиллари мавжуд.

IRPrestige-21 модели спектрофотометрларнинг оптик системасида Майкельсон интерферометри (рис. 1.1). қўлланилади.



Расм - 1 Майкельсонинтерферометри

Тиркишдан ёруғлик ўтгандан сўнг, коллиматор кўриш ойнагида акс эттирилиб, параллел оқимга айланади, кейинчалик у рақсимловчи нурлар орқали ўтади. Нурларни тақсимланиши германий билан сайқалланган калийброматдан иборат. У ёруғлик нурини иккига ажратади: бири кўзғолувчи кўриш ойнагига тушади, иккинчиси эса – кўзғолмаскўриш ойнагига тушади. Кўзғолмас ойнагида акс этган нур, ажраткич орқали ўтади ва коллиматор ойнагига боришда кўзғолувчи ойнақдан акс этган нурлар устига йиғилади, интенсивликки ошириб ёки камайтириш йўли билан интерференцияни чақиради.

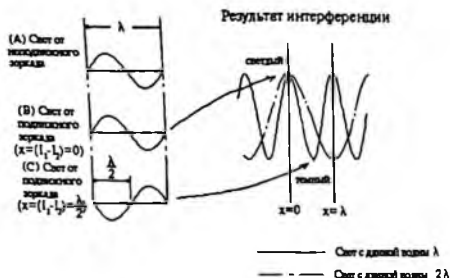


Рис. 2. Интерференция

Детекторга тушаётган λ тўлқин узунлидаги ёруклик интенсивлиги $I^*(x)$ света с длиной волны λ , қуйидагига тенг:

$$I^*(x) = 4RTS(\lambda) \left[\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \cos 2\pi \frac{x}{\lambda} \right] \quad (1.1)$$

Бу ерда: R - Нур ажратилишининг акс этган энергияси;

T - Нур ажратилишининг ўтказилиш энергияси;

$S(\lambda)$ - Ёруклик манбаъининг энергетик спектри;

Детекторга тушаётган ёруклик интенсивлиги, (1.1) тенгламасидаги ўзгарувчан катталиқ ҳисобланади ва у $\varphi(x)$ билан белгиланади, тўлқин узунлиги λ нитўлқинликсон σ (см^{-1}).га ўтказамиз. У ҳолда:

$$I(x) = 4RTS(\lambda) \cdot \frac{1}{2} \cos 2\pi\sigma x = B(\sigma) \cos 2\pi\sigma x, \quad (1.2)$$

Бу ерда: $B(\sigma) = 4RTS(\lambda) \cdot \frac{1}{2}$

Детектор томонидан қабул қилинаётган $I(x)$, сигнали интерферограмма деб аталади, $4RT$ доимий эса нурларни ажратувчининг эффективлигига ўхшаб аниқланади.

Агарда манбаъ полихроматик ёрукликни ўтказса, у ҳолда $\varphi(x)$ катталиги интегралланган тенглама (1.2) (мос равишдаги тўлқинсимон сон бўйича) билан ҳосил қилинади.

$$I(\chi) = \int_0^{\infty} B(\sigma) \cos 2\pi\sigma\chi d\sigma \quad (1.3)$$

Бу тенглама шуни кўрсатадики, бунда $I(\chi)$ Фурье-преобразованием спектри $B(\sigma)$ ҳисобланади, вазундан келиб чиққан холда, с помощью кайтма (тескари) преобразования Фурье ёрдамида по ряду косинуслар қаторида зарур бўлган спектрни олиш мумкин $B(\sigma)$. Яъни.

$$B(\sigma) = \int_{-\infty}^{\infty} I(\chi) \cos 2\pi\sigma\chi d\chi \quad (1.4)$$

Шу йўсинда, преобразованияли Фурье спектрофотометрда детектор интерферограмми $I(\chi)$ регистрация қилади, у спектор ҳосил қилиш учун Фурье преобразованиясига йўналтирилади, шу вақтни ўзида оддий дисперсион спектрофотометрға ўхшаб берилган тўлқин сонидан преобразованию интенсивликни $B(\sigma)$ оширади.

Аниқлаш ва ечиш (1.4) тенгласига кўра интерферограмма $-\infty$ дан $+\infty$. Гача бўлган оптик йўл чегарасида ёзилиши шарт. Бунинг бўлиши мумкин бўлмаганлиги сабабли, кўзголувчи ойнанинг харакатланиш диалозонига боғлиқ бўлган холда интеграллаш оптик йўл L нинг охириги натижаси бўйича амалга оширилади.

Шунга кўра экспериментал йўл билан олинган $B'(\sigma)$ спектри ростоакам спектори $B(\sigma)$ дан фарқ қилади.

$$B'(\sigma) = \int_{-L}^L I(\chi) \cos 2\pi\sigma\chi d\chi$$

$$B'(\sigma) = \int_{-\infty}^{\infty} A(\chi) I(\chi) \cos 2\pi\sigma\chi d\chi, \quad (1.5)$$

$$\text{где } A(\chi) = \begin{cases} 1 & \text{если } |\chi| \leq L \\ 0 & \text{если } |\chi| > L \end{cases} \quad (1.6)$$

В соответствии с Конволюцион теоремага кўра

$$B'(\sigma) = B(\sigma) \bullet F(\sigma), \quad (1.7)$$

Бу ерда: $e F(\sigma)$ - (1.6) тенгламасидаги функциясидаги Фурье преобразованияси

$$F(\sigma) = 2L \sin(2\pi\sigma L) / (2\pi\sigma L) = 2L \operatorname{sinc}(2\sigma L) \quad (1.8)$$

Яъни: хосил бўлган $V(\sigma)$ спектри $F(\sigma)$ функцияси ёрдамида хақиқий спектор $B(\sigma)$ нинг конволюция кўринишида бўлиб, у $A(x)$ функциясининг Фурье преобразованияси бўлиб ҳисобланади ва прибор функциясиёки (ИФЛ). тизимининг инструментал шакли деб аталади.

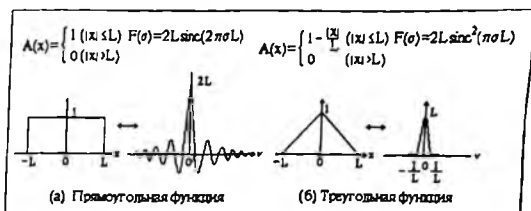
(1.6) и (1.8) тенгламаларда баён этилган $A(x)$ и $F(\sigma)$ функциясининг кўриниши 1-3 (а). расмида кўрсатилган. $\sigma = \pm(1/2L)$ бўлганда $F(\sigma)$ функцияси нолга тенг, унинг кенглиги баландлигининг ярмига тенг $0.605/L$. L оптик йўлининг ошиши унинг кенглигини баландлигининг ярмигача камайтиришга ёрдам беради, харакатланувчи ойнанинг харакат диапазонинг ортишида бузилиш (разрушение) яхшиланади.

3- расмда кўрсатилгандек $F(\sigma)$ приборининг функцияси ён елкалар деб аталувчи яккол қўшимча максимумларни ўз ичига олади. Агарда (1.6) тенглама билан бериладиган $A(x)$ функциясини (1.9) тенглама билан аникланаётган учбурчак функция ёрдамида преобразовать қилинса, у холда Фурье-тенгламасининг кўриниши (1.10) тенглама билан берилади

$$A(x) = \begin{cases} 1 - |x/L| & \text{для } |x| \leq L \\ 0 & \text{для } |x| > L \end{cases} \quad (1.9)$$

$$F(\sigma) = L \sin^2(\pi\sigma) / (\pi\sigma L)^2 = L \operatorname{sinc}^2(\sigma L) \quad (1.10)$$

1-3 (б) расмда кўрсатилгандек (1.10) тенглама билан аникланаётган прибор функцияси коникарли ечимга эга бўлади, аммо берилаётган (1.8) тенглама билан берилаётган преобразованиега кўра қўшимча максимумлар камрок кўринганлиги сезилади. Мос равишдаги $A(x)$ функцияларни қўлланилиши туфайли мослама функцияларининг қўшимча максимумларни камайиши, аполизация дейилади, $A(x)$ функцияси эса аполизация функцияси дейилади.



Расм. Тўғри бурчакли ва учбурчакли функция аподизацияси

1.1 жадвалда FTIR-8201 PC серияли приборнинг аподизация функциялари ва уларнинг характеристикалари келтирилган.

1.1, жадвалда кўринишича тўғри тўртбурчакли функция (None) газларни ўзгариш холларида қўлланиши мумкин, у холда юкори ечим талаб этилади, кам қўшимча максимуми бўлган Гаппа-Гензеля (Harr) функцияси эса бошқа хил ўлчовларга қўлланиши мумкин.

Таблица 1.1

Аподизация функцияси

Параметрлар	Аподизация функцияси (а) $A(x) (x \leq L)$	Прибор функцияси $F(\sigma)$	Баландлиқяр мидаги кенглик	Қўшимча максимум қолдиги (б)
None	$A(x)=1$	$2L \operatorname{sinc}(2\pi\sigma L)$	$0.605/L$	-21%
Triang	$A(x)=1- x /L$	$L \operatorname{sinc}^2(\pi\sigma L)$	$0.88/L$	+4.5%
Sqr. Triang	$A(x)=(1- x /L)^2$	$\{4L/(2\pi\sigma L)^2\} 1-\operatorname{sinc}(2\pi\sigma L)$	$1.18/L$	0.7%
Bessel	$A(x)=\{1-(x/L)^2\}^2$	$L(2\pi\sigma)^{3/2}$	$0.952/L$	-4.1%
Cos	$A(x)=1/2\{1+\cos(\pi x/L)\}$	$\operatorname{Sinc}(2\pi\sigma L)/2\pi(1-4L^2\sigma^2)$	$1.00/L$	-2.7%
Harr	$A(x)=0.54+0.46\cos(\pi x/L)$	$\{0.54/\pi\sigma + \{0.46 \cdot 4\pi\sigma L^2 / (\pi^2 - (2\pi\sigma L)^2)\} \sin(2\pi\sigma L)$	$0.91/L$	-0.6%

Изох : (а) $A(x)=0 (|x| > L)$, (б) Қўшимча максимумнинг гликбўрлигининг максимал

кўрсаткичининг марказийликка нисбатини (% дав).

Жадвал 1.1. да келтирилган маълумотлардан келиб чиққан холда намунани ўлчаш учун юкори вакуум керак бўлади, масалан газлар учун None ёки Vox Sag (Тўгрибурчаклифункция) параметри керак бўлади. Агарда юкори вакуум талаб этилмаса, у холда, оз микдорда қўшимча пики бўлган Нарр (Функция Гаппа-Генцеля) параметр ишлатилади.

FTIR . Инфракизилспектрофотометрия с преобразованием Фурье нинг афзаллиги шундаки, у камида учта афзалликга эга:

Мультиплициролаш (Фелжет ютуғи), апертурналик диафрагма (унумдорлик бўйича ютук(Жакино)) ва тўлкин узунлигини ўрнатишдаги аниклик(Выигрыш Конна).

Мультиплициролашнинг афзаллиги шундаки, маълумотларни тўлдириш ва саклашдир. Бир секундда, битта сканерлаш вақтида, FTIR барча тўлкинлибирликларда спекторни олишни амалга оширади. Продолжение Сканерлашнинг маълум бир вақт оралиғи давомида, масалан 1 минутда, натижаларни йиғишга олиб боради васигнал/шовкин нисбатини оширади.

Апертурналик диафрагманинг авзаллиги FTIR диафрагмасининг катта тешигига асосланган. FTIR тахлили натижалари зависят диафрагманинг тешик майдонига ва ёругликнинг тушиш бурчагига боғлиқ. диафрагманинг катта тешиги қўлланилганда, юкори нисбатдасигнал /шовкинни спектрларини берадиган кўпроқ унумдорликка эга бўлган оптик системасини хосил қилиш учун янада кувватли нурланиш манбаъини ўрнатилиши мумкин., Тўлкинли сонлар аниклиги ёки Конна ютуғи, IRPrestige-21 He-Ne лазернинг мавжудлиги билан асосланади. Лазер жуда стабилли кмонохроматик ёругликни тарқатиб, аник тўлкинли сонлари бўлган спекторни олишга олиб келади

FTIR нинг учта афзаллиги бўлиб, кўпфойда келтиради:

1. Ўлчашдаги юкорисезгирлик
2. Кичик ўлчамдаги намуналар, паст ўтказувчанликка эга бўлган намуналарни ёкиюзадагиюпка плёнкаларни тахлил қилиш мумкинлиги
3. Ўлчашдаги юкоритезлик.
4. Тўлкинли сонни ўрнатишдаги юкорианиклик.

5. Спекторларниюхори аниқликда ўқилиши.

Таянч сўз ва иборалар.

Спектрал таҳлил, липидлар таҳлили, спектроскопия, адсорбцион, эмиссион, молекулалар, спектроскопия, принципиал схема, тадқиқот техникаси, масс-спектрометрия, сирт актив моддалар.

Назорат учунсаволлар:

1. Спектрал таҳлил нимага асосланган?
2. Липидлар таҳлили асослари
3. Спектроскопия нима?
4. Тўхтовсиз спектор тушунчасини таърифланг
5. Адсорбцион ва эмиссион молекулалар спектроскопия асослари
6. Спектроскопнинг принципиал схемасини тушинтиринг
7. Асосий усуллари
8. Тадқиқот техникаси
9. Масс-спектрометрияни липидлар тадқиқотида қўллаш
10. Масс-спектрометрияни сирт актив моддалар тадқиқотида қўллаш.

10-МАЪРУЗА

ЯМР ЖИҲОЗЛАРИ

РЕЖА:

10.1. Электрон парамагнит резонанс.

10.2. Ядро магнит резонанс.

10.3. Ядро магнит резонанс спектроскопларини липидлар тадқиқотида қўллаш.

10.4. Ядро магнит резонанс спектроскопларида уруғлар мойлигини аниқлаш.

Лаборатория ЯМР-анализатори АМВ-1006 мойли хом ашёлар ва уларни қайта ишлаш маҳсулотларидаги намлик ва мойлиқни бир вақтда аниқлашга мосланган.



Расм. Мойлихом ашёлар уруғи ва уларни қайта ишлашдаги маҳсулотларнинг ёғдорлигини ва намлигини таҳлил қилувчи АМВ-

1006 типидagi лаборатория ЯМР-ўлчагич

Ёғ-мой саноати корхоналарида, илмий – текшириш институтларида ва селекция станцияларида қўлланилади.

Анализаторнинг иши приборнинг ишлаш принципида ядрели магнитли резонанснинг (ЯМР) импульсли усулини қўлланилиши билан аниқланади

Аниқланаётган намуна, помещенный внутрь катушки датчика ЯМР датчигининг ички галтагига жойлаштирилиб, бир вақтнинг ўзида поляровчи доимий магнит майдон ва радиочастотали импульс таъсир эттирилади. Ушбу

радио импульсларни ва доимий магнит майдон катталикларини тўлдириш частотаси нисбати нинг аниқлаш учунва шу билан биргарадиоимпульс амплитудалари уларни узунлигидаЯМР эффеќти хосил бўлади ,бунинг натижасида датчикнинг ғалтак ўрамларидатахлил килинаётган намунадагисув ва ётга пропорционал равишдаЯМР сигнали берилади.

ЯМР сигнали кейинчалик усилителга келиб тушади , у ерда кучланади ва амплитудалик детектор билан детекторланади. Аналого-ракамлипреобразователь (АЦП) кейинчалик ЯМР сигнали ракамлик кодга беради. АЦП дан чиқиши билан ракамликкод, ЯМР сигнали амплитудасига пропорционал бўлган сигнал, кейинчалик ўлчаш учун бошқарув блокига келиб тушади. Ўлчов натижаларини хужжатлаштириш учунБошқарув блокига -Щ 68000К русумли маълумотлар хулосаларини печатловчи ускуна ёкилади .

Конструктив жихатдан анализатор ягона устун кўринишида бўлиб, ўнг томонидан тумба кўринишида ишланган столдан иборат.

Бошқарув блоки ваи кучланиш манбаъини назорати учун тормоюса улаш учун мўлжалланган кнопкалар стол таѓига жойлаштирилган прибор корпусига жойлаштирилган. Тахлил килинаётган намуна солинган пробиркани ЯМР датчиги ичидаги ғалтакга тушириш учун столнинг устига махсус тешиқлар назарда тутилган. Стол таѓида анализаторни таъминлаш манебаъи жойлаштирилган. Анализатор таянчи тумбасининг юкори қисмида ЯМР датчикли электромагнит мавжуд. Тумбанинг пастки қисмида анализаторнинг бошқа қисмлари: программалаш ускуналар, радиоимпульсларни шаклловчи, ЯМР сигнали кабул килиш блоки, протонли стабиллаш блоки жойлашган. Блокларга таъминот блокларнинг орка деворнда жойлаштирилган, ўйиб киритилган мослама оркали берилади.

Юкори частотали сигналлар блокга ажраттичли коаксиалли кабеллар байонет кулфи бўлган ВЧ – ажраттичли коаксиалли кабеллар оркали берилади.

Анализатор устунини блоклар билан ўзаро электрик боғланиши анализаторларни эксплуатация килиш бўйича қўлланмада кўрсатилган бириктириш (улаш) схемасига асосанамалга оширилади, Анализатор устунини

барча томонидан вентиляторли решёткалари кўзда тутилган, олиб қўшиладиган деворлоар билан беркитилади.

ЯМР сигналларни қабул қилишдаги, радио импульсларнинг программали шакллантириш ускунасининг блоклари, протонли стабилизаторнинг электромагнит таъминоти, БП-1, БП-2 таъминот блоклари УТК лойихаси базаси асосида ясалган.

Ушбу блоклар устунга махсус фиксаторлар билан махкамланади. Блокларни ажратиш олиннадиган ручкалар ёрдамида амалга оширилади. Таъминот блоклари ва ЯМР датчигни совутиш мажбурий ва вентилятор ёрдамида амалга оширилади.

Анализаторнинг асосий қисмларидан бири: магнитли система, ЯМР датчиги, программалаш ускунаси, радиоимпульсларни шакллантирувчи, ЯМР сигналлини қабул қилиш блоки, протонлистабилизатор блока, бошқарув блон, БП-1 таъминот блоки, БП-2 таъминот блоки, питания электромагнитни таъминот блоки, таъминот кучланишини назорат қилиш блоки ускунаси.

Магнит системаси аниқланаётган намуна хажмида бир текисда полярловчи магнит майдон ҳосил қилиш учун мўлжалланган.

Анализаторда магнит системаси сифатида броневой типдаги тўғри бурчак шаклидаги ярмаси бўлган кичик габаритли электромагнит қўлланган.

Зарур бўлганбир хил магнит майдон ҳосил қилиш учун электромагнитнинг ишчи хажмида полюсли наконечникларга елимланган пўлат халкалардан иборат пассив шиналар қўлланган,

Электромагнит кутубларига икки жуфт ғалтаклар жойлаштирилган.

Магнитловчи ғалтаклар электромагнитнинг таъмитон блокига уланади, уларнинг хар бири диаметри 1,9 ммдан иборат бўлган ПЭВ-2 симли 850 витокданиборат

Ростловчи ғалтаклар резонанс шартли протонли стабилизатор блокига уланади, уларнингхар бири диаметри 0,8 мм. Бўлган ПЭВ-2 симли 300 витокли мавжуд.

ЯМР датчиги тахлил қилинаётган намуна ёки стандарт намуна жойлаштиришга, импульсли радиочастотали майдон хосил қилишга ва ЯМР сигналлини қабул қилиш учун мўлжалланган,

ЯМР сигналлари датчиги параллел тебранувчи контур кўринишида бўлиб, галтақдан, контурли конденсатордан ва подстроечкиконденсатордапн иборати.

Турли намликка эга мбўлган намуналарни тахлил қилишда датчик контурини салбий томонга ўзгаришини олдини олиш мақсадида контурга параллел равишда шунтирловчи резистор уланган. Датчики контурини радио импульслар формироваатели билан боғланиши кондесатор ёрдамида амалга оширилади. Унга параллел равишда подстроечный конденсаторуланган.Тормоқ кабели орқали датчикдан чиқиш ЯМР сигналларини қабул қилиш блоки билан бириктирилган.

Протонли стабиллаш системаси датчиги протонстабилизатор ЯМР сигналлини қабул қилиш учунмўлжалланган.

Кўрсатилган датчик ЯМР нинг бир галтақли елкалик дитектор асосидаги хўприкли сигналлар дитектори кўринишига эга. У галтақ ва иккита конденсатордан иборат. Частотаси 400 Гц га эжга бўлган модуловчи сигнал датчикнинг биринчи галтагига берилади. ЯМР датчиги ўзгарувчи электромагнит майдонидаги паразит наводкалар таъсирида зарарланади, шунинг учун уни яхшилаб экранлаштириш талаб этилади. Шу мақсадда датчик галтаги алюмин қотишмадан иборат экранган жойлаштирилади, бу шу билан бирга юқори частоталик майдонни бир хиллигини яхшилайдди. Датчик корпуси ҳам алюмин қотишмадан тайёрланган ва галтақ контрукциясига нисбатан симметрикдир. Датчик контурининг галтақ каркаси фторопластан тайёрланган.

Протон стабилизацияси датчиги тўғри бурчақли корпусга бевосита ЯМР датчиги галтагига яқин қилиб жойлаштирилади. Протонн стабилизациясининг ЯМР датчигининг галтаги резинадан ясалган стерженга ўралган. Датчикни юқори частота бўйича радио импульслар шаклантирувчиси ва ЯМР сигналлини

кабул килувчи блоки билан коаксиаль кабелни уланиши сигналлар стабиллигини ошириш ва шовкинни пасайтириш мавсадида датчиктомониданажралмас килибтайёрланган.

Фото датчикни кучлантирувчиси, конструктив жихатдан ЯМР датчиги билан биргаликда, компараторда йигилган бўлиб. Унинг чикишида паст ёки юкори сатх хосил бўлиб, шунга боғлиқ холда ёритилган ёки фотодиот йўқ бўлиб, бу ўз навбатида ЯМР датчиги контурида пробиркани мавжудлиги ёки йўқлигига боғлиқ.

Программалаш ускунаси блоклар ишкни ва анализатор бирикмаларини бошқаришда видео импульсларни шакллаштириш учун мўлжалланган. Ускуна таркибига частоталар ажратгичи ва шакллаштиргич киради. Шассага иккита частота ажратгичли ва шакллантиргичнинг печатловчи платалар жойлаштирилган. Ускунанинг олдинги панелида коаксиалли кабелга улаш учун байонетли ажратгичлар ва импульсни ўчириш учун кнопка жойлашган. Осциллограф синхронизациялаш ажратгичи ЯМР сигналиги ташки синхронлаш учун қўлланилади. Орқа панелда таъминот ва паст частотали сигналларни ажратгичи ўрнатилган.

Радиоимпульслар шакллантиргичи КПМГ сериясидаги радио импульсларни шакллаш ва уларни қувватига кўра кучайтиришга мўлжалланган. Конструктив жихатдан шакллантиргич учта печатловчи платадан ясалган. Шакллантиргичлардан хосил бўладиган помехларни пасайтириш мақсадида печатловчи платалар айниқса шакллантиргичлар ва қувват кучайтиргичлар экранлаштирилган. Шакллантиргичнинг олдинги панелида ВЧ ажратгич коаксиллар, орқа панелда таъминот ажратгичи жойлашган.

ЯМР сигналлари кабул килиш блоки ЯМР сигналларини амплитудалик детектирлашни кучайтириш учун мўлжалланган. Конструктив жихатдан блок корпус УТКда ясалган. Сигналларни кучайтириш бешта печатланган платаларда жойлашган бўлиб, уларнинг хар бири каскадларорасидаги ўзаро таъсирини камайтириш учун алохида отсекарда жойлашган. Блокларни

таъминоти кучланиши 5 ± 15 ва 27 В бўлган стабиллашган манбаъдан амалга оширилади. Кучайтиргичларни ВЧ бўйича каскадларни ажратиш ва унинг ишини стабиллиги ошириш учун, ҳар бир каскадни таъминоти ажраладиган занжир орқали ва кам қувватли параметрик стабилизатор орқали амалга оширилади. Протонли стабилизатор блоқи ўзининг ЯМР сигнали датчиги билан ўзгармайдиган резонанс шароитларни таҳлил қилинаётган намунанинг магнит майдонинг кучайганлигини оқишуви ва резонанс бирлик орқали берилётган генератор частотасини бир маромда ушлаб туриш учун мўлжалланган.

Блокнинг таъминоти стабиллашган манбаълардан $5 \text{ ва } \pm 15$ В қувватда амалга оширилади. Таъминот занжирда узилувчан LC-филтрлар қўлланган. Конструктив жиҳатдан блок УТК тўртта печатланган платадан ясалган, бунда УВЧ, УНЧ платалар ва частота ажратгичи экранлаштрилган отсекада жойлаштирилган.

Бошқарув блоқи анализатор ишини бошқаришга ва МР сигналига ишлов беришга мўлжалланган. Блок таркибига қуйндагилар киради: контроллер, бошқарув пулти.

Контролёр БИС Қр 580 сериядаги микропроцессорли комплекс асосидаги ҳисоблагичдан иборат.

БП-2 таъминот блоқи анализаторнинг бошқарув блоқини таъминлашдан иборат бўлиб, 4 та стабиллашган таъминот манбаъидан иборат. Конструктив жиҳатдан таъминот блоқи УТК конструктив базаси асосида 4 та платада ясалган.

Блокнинг олдинги панелиданазорат тешиқлариваёруғлик тарқатувчи индикаторлар жойлашган. Блокнинг орқа панелида блока р предохранитель ва ажратгич жойлашган.

Электромагнитнинг таъминот блоқи электромагнит ғалтакларини юқори стабилликдаги доимий ток билан таъминлаш учун мўлжалланган. Таъминот блоқи кучланиш стабилизатори ва ток стабилизаторининг кетма – кетликдаги уланганлигидан иборат.

Таъминот кучланишининг назорат ускунаси
 СВЧ генераторининг ишчи частотаси $9,4 \pm 0,4$ ГГц.
 Сезгирлиги $1 \cdot 10^{15}$ спин/Тл. Кўп эмас
 Нисбий вакуум хосил қилиш хусусияти 2-10. кўп эмас.
 Резонансных шаронларнинг ностабиллиги $5 \cdot 10^5$ 1/ч. кўп эмас
 СВЧ генератори қуввати 50 мВт. кам эмас
 СВЧ генератори қувватининг сусайиши 40 дБ. Дан кам эмас
 Диапазон изменения Поляризация майдони индукциясининг ўзгариш диапазони
 $0,025 \dots 0,7$ Тл.
 Магнит майдонининг модуляция частотаси 100 кГц.
 Спектрограмми рўйхатта олишнинг дискретлиги 4096 точек.
 Таъминот- ўзгарувчан ток тармоғидан: кучланиши 220 В, частота 50 Гц. Зарур
 бўлган қувват (без рўйхатта олувчи ускунависиз) 700 В·А.
 Электромагнитли ва микропроцессорли блокнинг Габарит ўлчамлари 420
 450×270 мм.
 Оғирлиги 80 кг дан кўп эмас.
 Тўхтовсиз ишлаш 2000 соатдан кам эмас.
 Қайта тиклашнинг ўртача вақти 6 соатдан кўп эмас.

Ишлатилишнинг ўртача муддати 4 йилдан кам эмас.

Комплект таркибига қийдагилар киради: блок спектрометрик блок,
 микропроцессорли блок, рўйхатта олувчи ускунаустройство, КЗН5 столи, улаш
 учун кабель, таъминот учун кабель, ЗИП комплекти, эксплуатациялаш
 ҳужжатлари.

Таянч сўз ва иборалар

Электрон, парамагнит, резонанс, Ядро магнит, ЯМР спектроскоплари,
 липидлар, уруғлар мойлилиги, датчик, система, стабилизация, сигналлар
 детектори.

Назорат учун саволлар:

1. Электрон парамагнит резонанс нималардан иборат?
2. Ядро магнит резонанси нималардан иборат?
3. ЯМР спектроскопларини липидлар тадқиқотида қандай қўлланилади?
4. ЯМР да уруғлар мойлилигини аниқлаш қандай амалга оширилади?

АДАБИЁТЛАР

1. Руководство по методам исследования,технохимическому контролю и учету производства в масложировой промышленности ВНИИЖ, 1977. Т.1. книги 1, 2 . –1042с.
2. В.Ш.Салиджанова. «Ўсимлик мойларини физик-кимёвий тадқиқ қилиш усуллари» фаниданмаърузалар матилари. Тошкент, 2000. - 68б.
3. В.Ш.Салиджанова, А.И.Глушенкова «Ўсимлик мойларини физик-кимёвий тадқиқоти усуллари» фанидан лаборатория ишлари учун услубий қўлланма. Тошкент. Кимё-технология институти; 2005.-25 б.
4. Кичигин В.П. «Технология и технохимический контроль производства растительных масел» М.: Пищ. Пром-сть, 1976. -178 с.
5. Широпов К.П. Богуславский М.Г. Международная система единиц.,Изд. Стандартов,1984.
6. Кейтс М. Техника липидологии М.: Мир, 1975. -322с.
7. [http: // WWW. Britannica.com](http://WWW.Britannica.com).
8. http://www.mobilenmr.com/downloads/oil_moisture_in_seeds_ru.pdf
9. Резонансные системы. Информационные материалы. – Пищевая промышленность. 2007 г.