

**O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O'RTA
MAXSUS TA'LIM VAZIRLIGI**

QARSHI MUHANDISLIK IQTISODIYOT INSTITUTI

SANOAT TEXNOLOGIYASI FAKULTETI

«OZIQ –OVQAT MAHSULOTLARI TEXNOLOGIYASI» KAFEDRASI

**“OZIQ-OVQAT MAHSULOTLARINI
TADQIQ QILISH USULLARI”**

fanidan electron majmua

Qarshi-2022

Oziq-ovqat mahsulotlarini ishlab chiqarish texnologiyasida xom ashyo sifati va tarkibi, ishlab chiqarish jarayonlarining samaradorligi, ekologik xavfsizligi, mahsulotlarning belgilangan standartlarga muvofiqligi, sanitariya-gigiyena talablariga muvofiqligi katta ahamiyatga ega. Bu barcha masalalarni hal qilish oziq-ovqat xom ashyosi va tayyor mahsulotlarni tadqiq qilish usullarini bilishni talab qiladi.

“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari” fani oziq-ovqat tizimlarini tahlil qilishning yangi tamoyillari va usullarini ishlab chiqishni, shuningdek, alohida moddalarning tuzilishini, ularning funktsiyalarini va boshqa komponentlar bilan aloqalarini o'rnatishni o'z ichiga oladi. Ushbu darslik “Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish asoslari” fanining dasturi asosida yozilgan bo‘lib, 5321000 – Oziq-ovqat texnologiyasi (mahsulot turlari bo'yicha) mutaxassisligi bo'yicha tahsil oluvchi bakalavriat talabalari va shu soha mutaxasislari uchun mo'ljallangan.

АННОТАЦИЯ

Большое значение в технологии производства пищевых продуктов имеют качество и состав сырья, эффективность производственных процессов, экологическая безопасность, соответствие продукции установленным стандартам, соблюдение санитарно-гигиенических требований. Решение всех этих вопросов требует знания методов исследования пищевого сырья и готовой продукции.

Наука о «методах исследования пищевых продуктов» включает в себя разработку новых принципов и методов анализа пищевых систем, а также установление строения отдельных веществ, их функций и взаимоотношений с другими компонентами. Учебник написан на основе программы науки «Основы пищевых исследований» и предназначен для студентов бакалавриата и специалистов в области 5321000 - Пищевая технология (масло-жировой продукции).

ANNOTATION

Of great importance in the technology of food production are the quality and composition of raw materials, the efficiency of production processes, environmental safety, product compliance with established standards, and compliance with sanitary and hygienic requirements. The solution of all these issues requires knowledge of the methods of research of food raw materials and finished products.

The science of "food research methods" includes the development of new principles and methods for the analysis of food systems, as well as the establishment of the structure of individual substances, their functions and relationships with other components. The textbook is written on the basis of the science program "Fundamentals of Food Research" and is intended for undergraduate students and specialists in the field 5321000 - Food technology (oil and fat products).

KIRISH

Zamonaviy bozor sharoitida oziq-ovqat mahsulotlarining sifatini, ozuqaviy qiymatini va iste'molchi afzalliklarini oshirish muammolari ularning tarkibini, fizik-kimyoviy va reologik xususiyatlarini zamonaviy tahlil usullaridan foydalangan holda chuqur o'rganish asosida hal qilinadi. Oxirgi paytlarda oziq-ovqat mahsulotlarini soxtalashtirish, sifatsiz mahsulotlar chiqarish keng tarqaldi.

Xom ashyo va ularni qayta ishlash mahsulotlari sifati ustidan samarali tahliliy nazoratni tashkil etish turli zamonaviy tahlil usullarini ishlab chiqish va amaliyotga joriy etishni rag'batlantirdi. Har qanday oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish yoki undagi elementlarni keng diapazonda va konsentratsiyalarda aniqlash uchun mos universal usullar mavjud emas, shuning uchun tahlil usullari odatda turli xil kombinatsiyalarda qo'llaniladi.

Hozirgi vaqtda oziq-ovqat sanoati korxonalari tomonidan ishlab chiqarilayotgan oziq-ovqat mahsulotlari assortimenti ancha katta bo'lib, sanoatning rivojlanishi quyidagi yo'nalishlarda rivojlanmoqda:

- oziq-ovqat xom ashyosini saqlash usullarini takomillashtirish;
- tayyor mahsulot uchun oziq-ovqat xom ashyosini saqlashning oqilona usullarini ishlab chiqish
- oziq-ovqat mahsulotlarini ishlab chiqarishning yangi ilg'or texnologiyalarini ishlab chiqish;
- oziq-ovqat mahsulotlari savdosini tashkil etishni takomillashtirish va boshqalar;

Tovarlarning hayot aylanishining barcha ushbu bosqichlarida iste'mol bozoriga kiruvchi oziq-ovqat mahsulotlari sifatining fizik-kimyoviy tahlili o'tkazilishi kerak.

Zamonaviy tadqiqot usullari qishloq xo'jaligi zararkunandalariga (pestitsidlarga), radioaktiv izotoplarga, shuningdek, sun'iy bo'yoqlarga, kimyoviy konservantlarga, polisiklik aromatik uglevodorodlarga, og'ir metallarga qarshi kurashda ishlatiladigan turli xil kimyoviy birikmalarning kirib kelishi bilan bog'liq holda mahsulot xavfsizligini aniqlashga imkon beradi.

Oziq-ovqat mahsulotlarini o'rganishning zamonaviy usullaridan foydalanish nafaqat ularning xossalari, sifati va ozuqaviy qiymatini o'rganish, balki organoleptik yoki an'anaviy fizik-kimyoviy usullar bilan aniqlanmagan tarkibdagi o'zgarishlarni aniqlash, sifat o'zgarishlarini bashorat qilish, o'zgarishlarni, saqlash usullari va foydalanish shartlarini aniqlash imkonini beradi..

Sanab o'tilgan muammolar texnologlar va tovar ekspertlarining kasbiy bilim, ko'nikma va malakalarining ajralmas qismi bo'lib, ular fan va texnikaning zamonaviy yutuqlarini hisobga olgan holda oziq-ovqat sifati muammolarini jiddiy o'rganishni va normativ-huquqiy bazani ishlab chiqishni talab qiladi.

**O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O'RTA
MAXSUS TA'LIM VAZIRLIGI**

QARSHI MUHANDISLIK IQTISODIYOT INSTITUTI

SANOAT TEXNOLOGIYASI FAKULTETI

«OZIQ –OVQAT MAHSULOTLARI TEXNOLOGIYASI» KAFEDRASI

“OZIQ-OVQAT MAHSULOTLARINI TADQIQ QILISH USULLARI”

fanidan

MA'RUZA MATNLARI TO'PLAMI



Qarshi-2022

Annotatsiya

Ushbu uslubiy qo'llanma "Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari" fanidan ma'ruza matnlari to'plami davlat standarti asosida tayyorlangan bo'lib, 5321000- Oziq-ovqat texnologiyasi (mahsulot turlari bo'yicha) bakalavr ta'lim yo'nalishi talabalari uchun mo'ljallangan.

Tuzuvchi

«Oziq-ovqat mahsulotlari texnologiyasi»
kafedrası dotsent
D.T.Atakulova

Taqrizchilar:

TKTI, "Go'sht, sut va konservalangan
mahsulotlar texnologiyasi" kafedrası
dotsenti v.b.
X.U.Usmonjonova
QarMII. "Oziq-ovqat mahsulotlari
texnologiyasi" kafedrası professori
Axmedov A.N.

Uslubiy ko'rsatma "Oziq-ovqat mahsulotlari texnologiyasi" kafedrasining __ sonli "____"
____2022 yildagi yig'ilishida, Sanoat texnologiya fakulteti Uslubiy komissiyasining __ sonli "____"
2022 yildagi yig'ilishida va instituti uslubiy kengashining __ sonli "____" 2022 yilidagi yig'ilishida
ko'rib chiqilgan va ma'qullanib chop etishga tavsiya etilgan.

MUNDARIJA

№	Ma’ruza mavzulari	betlar
	Kirish	7
1.	Kirish. Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilishning zamonaviy usullari va rivojlanish istiqbollari	8
2.	Xromotografiya va xromotografik tahlil usullari	17
3.	Kolonkali va yupqa qatlamli xromotografiya	22
4.	Gaz xromotografiyasi	27
5.	Yuqori samarali suyuqlik xromotografiyasi	35
6.	Spektroskopiya haqida tushuncha	42
7	Atom-adsorbsion spektroskopiya	50
8	Atom-emission va atom-fluoressensiya spektroskopiya	55
9	Infraqizil spektroskopiya	65
10	Mass-spektroskopiya	71
11	Ultrabinafsha va yadro magnit rezonans spektroskopiya	77
12	Refraktometriya	86
13	Kalorimetriya	91
14	Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilishning boshqa usullari	101
15	Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilishning luminessent usullari	105
	Glossariy	113
	Testlar	116
	Foydalanilgan adabiyotlar	136

Kirish

Zamonaviy bozor sharoitida oziq-ovqat mahsulotlarining sifatini, ozuqaviy qiymatini va iste'molchi afzalliklarini oshirish muammolari ularning tarkibini, fizik-kimyoviy va reologik xususiyatlarini zamonaviy tahlil usullaridan foydalangan holda chuqur o'rganish asosida hal qilinadi. Oxirgi paytlarda oziq-ovqat mahsulotlarini soxtalashtirish, sifatsiz mahsulotlar chiqarish keng tarqaldi.

Xom ashyo va ularni qayta ishlash mahsulotlari sifati ustidan samarali tahliliy nazoratni tashkil etish turli zamonaviy tahlil usullarini ishlab chiqish va amaliyotga joriy etishni rag'batlantirdi. Har qanday oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish yoki undagi elementlarni keng diapazonda va konsentratsiyalarda aniqlash uchun mos universal usullar mavjud emas, shuning uchun tahlil usullari odatda turli xil kombinatsiyalarda qo'llaniladi.

Hozirgi vaqtda oziq-ovqat sanoati korxonalari tomonidan ishlab chiqarilayotgan oziq-ovqat mahsulotlari assortimenti ancha katta bo'lib, sanoatning rivojlanishi quyidagi yo'nalishlarda rivojlanmoqda:

- oziq-ovqat xom ashyosini saqlash usullarini takomillashtirish;
- tayyor mahsulot uchun oziq-ovqat xom ashyosini saqlashning oqilona usullarini ishlab chiqish
- oziq-ovqat mahsulotlarini ishlab chiqarishning yangi ilg'or texnologiyalarini ishlab chiqish;
- oziq-ovqat mahsulotlari savdosini tashkil etishni takomillashtirish va boshqalar;

Tovarlarning hayot aylanishining barcha ushbu bosqichlarida iste'mol bozoriga kiruvchi oziq-ovqat mahsulotlari sifatining fizik-kimyoviy tahlili o'tkazilishi kerak.

Zamonaviy tadqiqot usullari qishloq xo'jaligi zararkunandalariga (pestitsidlarga), radioaktiv izotoplarga, shuningdek, sun'iy bo'yoqlarga, kimyoviy konservantlarga, polisiklik aromatik uglevodorodlarga, og'ir metallarga qarshi kurashda ishlatiladigan turli xil kimyoviy birikmalarning kirib kelishi bilan bog'liq holda mahsulot xavfsizligini aniqlashga imkon beradi.

Oziq-ovqat mahsulotlarini o'rganishning zamonaviy usullaridan foydalanish nafaqat ularning xossalari, sifati va ozuqaviy qiymatini o'rganish, balki organoleptik yoki an'anaviy fizik-kimyoviy usullar bilan aniqlanmagan tarkibdagi o'zgarishlarni aniqlash, sifat o'zgarishlarini bashorat qilish, o'zgarishlarni, saqlash usullari va foydalanish shartlarini aniqlash imkonini beradi..

Sanab o'tilgan muammolar texnologlar va tovar ekspertlarining kasbiy bilim, ko'nikma va malakalarining ajralmas qismi bo'lib, ular fan va texnikaning zamonaviy yutuqlarini hisobga olgan holda oziq-ovqat sifati muammolarini jiddiy o'rganishni va normativ-huquqiy bazani ishlab chiqishni talab qiladi.

Shu munosabat bilan darslikning maqsadi xomashyo va oziq-ovqat mahsulotlarini o'rganishning zamonaviy usullarini, zamonaviy analitik asboblarning konstruksiyasi va ishlash tamoyillarini o'rganishdan iborat.

1-MA'RUZA.KIRISH. OZIQ-OVQAT MAHSULOTLARINI TADQIQ QILISHNING ZAMONAVIY USULLARI VA RIVOJLANISH ISTIQBOLLARI

Reja:

1. Zamonaviy bozor sharoitida oziq-ovqat mahsulotlarining sifati.
2. Oziq-ovqat sifatini tadqiq qilish.
3. Tahlil qilish usullari.
4. Zamonaviy instrumental tahlil usullari

Zamonaviy bozor sharoitida oziq-ovqat mahsulotlarining sifatini, ozuqaviy qiymatini va iste'molchi afzalliklarini oshirish muammolari ularning tarkibini, fizik-kimyoviy va reologik xususiyatlarini zamonaviy tahlil usullaridan foydalangan holda chuqur o'rganish asosida hal qilinadi. Oxirgi paytlarda oziq-ovqat mahsulotlarini soxtalashtirish, sifatsiz mahsulotlar chiqarish keng tarqaldi.

Xom ashyo va ularni qayta ishlash mahsulotlari sifati ustidan samarali tahliliy nazoratni tashkil etish turli zamonaviy tahlil usullarini ishlab chiqish va amaliyotga joriy etishni rag'batlantirdi. Har qanday oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish yoki undagi elementlarni keng diapazonda va konsentratsiyalarda aniqlash uchun mos universal usullar mavjud emas, shuning uchun tahlil usullari odatda turli xil kombinatsiyalarda qo'llaniladi.

Hozirgi vaqtda oziq-ovqat sanoati korxonalari tomonidan ishlab chiqarilayotgan oziq-ovqat mahsulotlari assortimenti ancha katta bo'lib, sanoatning rivojlanishi quyidagi yo'nalishlarda rivojlanmoqda:

- oziq-ovqat xom ashyosini saqlash usullarini takomillashtirish;
- tayyor mahsulot uchun oziq-ovqat xom ashyosini saqlashning oqilona usullarini ishlab chiqish
- oziq-ovqat mahsulotlarini ishlab chiqarishning yangi ilg'or texnologiyalarini ishlab chiqish;
- oziq-ovqat mahsulotlari savdosini tashkil etishni takomillashtirish va boshqalar;

Tovarlarning hayot aylanishining barcha ushbu bosqichlarida iste'mol bozoriga kiruvchi oziq-ovqat mahsulotlari sifatining fizik-kimyoviy tahlili o'tkazilishi kerak.

Zamonaviy tadqiqot usullari qishloq xo'jaligi zararkunandalariga (pestitsidlarga), radioaktiv izotoplarga, shuningdek, sun'iy bo'yoqlarga, kimyoviy konservantlarga, polisiklik aromatik uglevododlarga, og'ir metallarga qarshi kurashda ishlatiladigan turli xil kimyoviy birikmalarning kirib kelishi bilan bog'liq holda mahsulot xavfsizligini aniqlashga imkon beradi.

Oziq-ovqat mahsulotlarini o'rganishning zamonaviy usullaridan foydalanish nafaqat ularning xossalari, sifati va ozuqaviy qiymatini o'rganish, balki organoleptik yoki an'anaviy fizik-kimyoviy usullar bilan aniqlanmagan tarkibdagi o'zgarishlarni aniqlash, sifat o'zgarishlarini bashorat qilish, o'zgarishlarni, saqlash usullari va foydalanish shartlarini aniqlash imkonini beradi..

Sanab o'tilgan muammolar texnologlar va tovar ekspertlarining kasbiy bilim, ko'nikma va malakalarining ajralmas qismi bo'lib, ular fan va texnikaning zamonaviy yutuqlarini hisobga olgan holda oziq-ovqat sifati muammolarini jiddiy o'rganishni va normativ-huquqiy bazani ishlab chiqishni talab qiladi.

Shu munosabat bilan darslikning maqsadi xomashyo va oziq-ovqat mahsulotlarini o'rganishning zamonaviy usullarini, zamonaviy analitik asboblarning konstruksiyasi va ishlash tamoyillarini o'rganishdan iborat.

Oziq-ovqat mahsulotlarini ishlab chiqarish texnologiyasida xom ashyo sifati va tarkibi, ishlab

chiqarish jarayonlarining samaradorligi, ekologik xavfsizligi, mahsulotlarning belgilangan standartlarga muvofiqligi, sanitariya-gigiyena talablariga muvofiqligi katta ahamiyatga ega. Bu barcha masalalarni hal qilish oziq-ovqat xom ashyosi va tayyor mahsulotlarni tadqiq qilish usullarini bilishni talab qiladi. Bu fan oziq-ovqat tizimlarini tahlil qilishning yangi tamoyillari va usullarini ishlab chiqishni, shuningdek, alohida moddalarning tuzilishini, ularning funktsiyalarini va boshqa komponentlar bilan aloqalarini o'rnatishni o'z ichiga oladi. Har qanday oziq-ovqat mahsulotini o'rganish murakkab tahliliy vazifadir. Tarkibning tabiati va mahsulotlarning ko'pkomponentlilik tufayli standart usullarni mahsulot tarkibi va fizik-kimyoviy tuzilishining xususiyatlariga moslashtirish kerak - ya'ni. har bir holatda analitik tadqiqotning qandaydir shakli talab qilinadi.

Oziq-ovqat sifati

Tarkibida zaharli moddalar bo'lmagan (yoki sanitariya me'yorlari tomonidan ruxsat etilgan minimal sifatga ega), inson organizmiga kanserogen, mutagen yoki boshqa salbiy ta'sir ko'rsatmaydigan mahsulotlar sog'liq uchun xavfsiz hisoblanadi.

Oziq-ovqat mahsulotlari va xom ashyo xavfsizligi mikroorganizmlar va ularning metabolik mahsulotlari, kimyoviy va biologik tabiatdagi moddalarning miqdoriy yoki sifat jihatidan baholanadi. Patogen mikroorganizmlar, sun'iy va tabiiy radionuklidlar, og'ir metallar tuzlari, nitritlar, nitratlar, nitrozo birikmalar, pestitsidlar, shuningdek, oziq-ovqat qo'shimchalari - konservantlar, bo'yoqlar va boshqalar inson salomatligi uchun xavf tug'diradi.

Qo'llaniladigan o'lchov vositalariga qarab, o'lchash usullar, ro'yxatga olish, hisoblash, sotsiologik, ekspert va organoleptiklarga bo'linadi.

O'lchash usullari o'lchash va nazorat qilish asboblari yordamida olingan ma'lumotlarga asoslanadi. O'lchash usullari yordamida massa, o'lcham, optik zichlik, tarkibi, tuzilishi va boshqalar kabi ko'rsatkichlar aniqlanadi.

O'lchash usullarini fizik, kimyoviy va biologik turlarga bo'lish mumkin.

Mahsulotlarning *fizik xossalari*- zichlik, sindirish ko'rsatkichi, qovushqoqlik, yopishqoqlik va boshqalarni aniqlash uchun fizik usullardan foydalaniladi. Bu usullarga mikroskopiya, polarimetriya, kolorimetriya, refraktometriya, spektroskopiya, reologiya, lyuminestsent analiz va boshqalar kiradi.

Kimyoviy usullar mahsulot tarkibiga kiradigan moddalarning tarkibi va miqdorini aniqlash uchun ishlatiladi. Ular miqdoriy va sifatga qarab analitik, organik, fizik va biologik kimyo usullariga bo'linadi.

Mahsulotlarning *ozuqaviy va biologik qiymatini* aniqlash uchun biologik usullar qo'llaniladi. Ular fiziologik va mikrobiologikga bo'linadi. Fiziologik ozuqa moddalarining assimilyatsiya va hazm qilish darajasini, zararsizligini, biologik qiymatini aniqlash uchun ishlatiladi. Mikrobiologik usullar mahsulotlarning turli mikroorganizmlar bilan ifloslanish darajasini aniqlash uchun ishlatiladi.

Ro'yxatga olish usullari - muayyan hodisalar, moddalar va xarajatlar sonini kuzatish va hisoblash asosida mahsulot sifati ko'rsatkichlarini aniqlash usullari. Ushbu usullar ma'lum hodisalarni ro'yxatga olish va hisoblash natijasida olingan ma'lumotlarga asoslanadi, masalan, partiyadagi nuqsonli buyumlar sonini hisoblash va hokazo.

Hisoblash usullari mahsulot sifati ko'rsatkichlarining parametrlariga nazariy va empirik bog'liqliklaridan foydalanishni aks ettiradi. Ushbu usullar, asosan, mahsulotlarni loyihalashda qo'llaniladi. Xuddi shu usul mahsulot sifatining individual ko'rsatkichlari o'rtasidagi bog'liqlikni o'rnatish uchun ishlatilishi mumkin.

Sotsiologik usullar mahsulotning haqiqiy va potentsial iste'molchilarining fikrlarini to'plash va

tahlil qilishga asoslangan bo'lib og'zaki, so'rovnoma yoki anketalarni tarqatish, konferentsiyalar, uchrashuvlar, ko'rgazmalar, degustatsiyalar va boshqalar orqali amalga oshiriladi. Ushbu usul og'irlik koeffitsientlarini aniqlash uchun ishlatiladi.

Ekspert usullari - bu mutaxassislar tomonidan qabul qilingan qaror asosida amalga oshiriladigan usullar. Bunday usullar menejmentning turli bosqichlarida hisobga olinadigan ko'rsatkichlar nomenklaturasini belgilashda, yagona va kompleks sifat ko'rsatkichlari kombinatsiyasi asosida umumlashtirilgan ko'rsatkichlarni aniqlashda, shuningdek mahsulotni sertifikatlashda sifat darajasini (ballarda) baholash uchun keng qo'llaniladi. Hisoblash yoki o'lchash usullarini qo'llash mumkin bo'lmagan yoki muayyan baholash shartlariga mos kelmagan hollarda mahsulot sifatini baholashning ekspert usullari qo'llaniladi. Ular mahsulot va mahsulot sifati bo'yicha me'yoriy-texnik hujjatlarni baholashda, mahsulot sifatini boshqarishda joriy etilgan eng yaxshi echimlarni tanlashda, shuningdek: mahsulotlar va baholanayotgan iste'molchilarni tasniflashda alohida yoki boshqa usullar bilan birgalikda qo'llaniladi; sifat ko'rsatkichlarining nomenklaturasi va vazn koeffitsientlarini aniqlash; asosiy namunalarni tanlash va asosiy ko'rsatkichlarning qiymatlarini aniqlash; sezgilar yordamida ko'rsatkichlarni o'lchash va baholash; qiymatlari hisoblash yoki o'lchash usuli bilan belgilanadigan yagona ko'rsatkichlarning baholari; kompleks sifat ko'rsatkichlarini aniqlash va boshqa hollarda.

Organoleptik usullar - sezgi a'zolarining sezgilarini tahlil qilishga asoslangan usul. Sifat ko'rsatkichlarining qiymatlari tajriba asosida olingan sezgilarni tahlil qilish orqali topiladi. "Organoleptik" atamasining talqini yunoncha "organon" (organ) va "leptikos" (qabul qilishga yoki qabul qilishga moyil) so'zidan kelib chiqqan bo'lib, "sezgilar yordamida ochilgan" degan ma'noni anglatadi.

Oziq-ovqat sifatini nazorat qilish odatda organoleptik va instrumental (yoki boshqa sezgir bo'lmagan) usullarning kombinatsiyasiga asoslanadi. Masalan, oziq-ovqatning yangiligini baholash uchun organoleptik ko'rsatkichlar bilan bir qatorda mikrobiologik ko'rsatkichlar ham qo'llaniladi.

Vazifaga qarab, turli xil usullar qo'llaniladi, ularni uch guruhga bo'lish mumkin:

- maqbullik va afzallik usullari (afzallik, naflilik, qoniqish);
- diskriminatsiya usullari (taqqoslash, farqlash);
- tavsiflash usullari.

Maqbullik va afzal ko'rish usullari iste'molchilarning mahsulot sifati haqidagi fikrini bilish zarur bo'lganda qo'llaniladi, shuning uchun tatib ko'rish odatda ko'plab iste'molchilarni o'z ichiga oladi.

Diskriminatsiya usullari baholanayotgan namunalar o'rtasida farq bor-yo'qligini aniqlash zarur bo'lganda qo'llaniladi. Ushbu guruhning ba'zi usullari mavjud farqni aniqlashga imkon beradi. Diskriminatsiya usullari degustlarning hissiy qobiliyatini tekshirishda ham keng qo'llaniladi.

Ta'riflash usullari yordamida mahsulotning xususiyatlarini aniqlaydigan parametrlarni umumlashtirish, bu xususiyatlarning intensivligini va ba'zi hollarda mahsulot xususiyatlarining alohida tarkibiy qismlarini amalga oshirish tartibini ko'rib chiqish mumkin, ya'ni. xossalarning profillarini qurish (masalan, mahsulotning ta'mi, hidi, mustahkamligi profillari).

Oziq-ovqat mahsulotlarini zamonaviy tahlil qilishning maqsadi oziq-ovqat mahsulotlarining tarkibi yoki oziq-ovqat xom ashyosi namunasi haqida ma'lumot beradigan natijalarni olishdir. Ushbu ma'lumotni olish turli darajalarda amalga oshirilishi mumkin. Bu darajalar quyidagilar bo'lishi mumkin: elementar, molekulyar va strukturaviy. Kimyoviy elementlarning darajasi (elementar) degani, berilgan namunada nimani (sifatli tahlil) va qancha (miqdoriy tahlil) topish mumkin degan

savolga javob berish mumkinligini anglatadi. Garchi molekulyar darajada qurilish elementlaridan namunalar qanday birikmalar va kristall shakllardan iboratligi haqida javob berish mumkin. Strukturani tekshirish molekularlarning joylashishini ham anglatishi mumkin (masalan: oqsildagi aminokislotalarning tartibini aniqlash). Analitik vazifaning qiyinlik darajalar orasida farq qiladi.

Oziq-ovqatlarni tahlil qilish uchun tanlangan har qanday texnika tadqiqotchi izlayotgan narsaga bog'liq va tanlash uchun ko'plab oziq-ovqat xususiyatlari mavjud. Oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilishda analitik usullarni ishlab chiqish va qo'llash iste'molchilarning oziq-ovqat tarkibidagi narsalar va ular iste'mol qiladigan oziq-ovqat xavfsizligi haqidagi tashvishlari bilan parallel ravishda o'sdi.

Oziq-ovqat sanoatida oziq-ovqat xavfsizligi va sifati hali ham butun dunyoda odamlar salomatligi va ijtimoiy taraqqiyoti bilan bevosita bog'liq bo'lgan muhim masala sifatida amalga oshirilmoqda. Iste'molchilar asta-sekin oziq-ovqat mahsulotlarida sifatli muhrlar va ishonch belgilarini izlaydilar va ishlab chiqaruvchilar va chakana sotuvchilardan yuqori sifatli mahsulotlarni taqdim etishlarini kutishadi. Bu omillarning barchasi oziq-ovqat sifatini baholash uchun ishonchli usullarga ehtiyoj borligini ta'kidlaydi. Protein, tola va yog' miqdori har qanday oziq-ovqat matritsalarining sifatini aniqlash uchun butun dunyoda qo'llaniladigan muntazam biokimyoviy oziq-ovqat sifati parametrlari hisoblanadi.

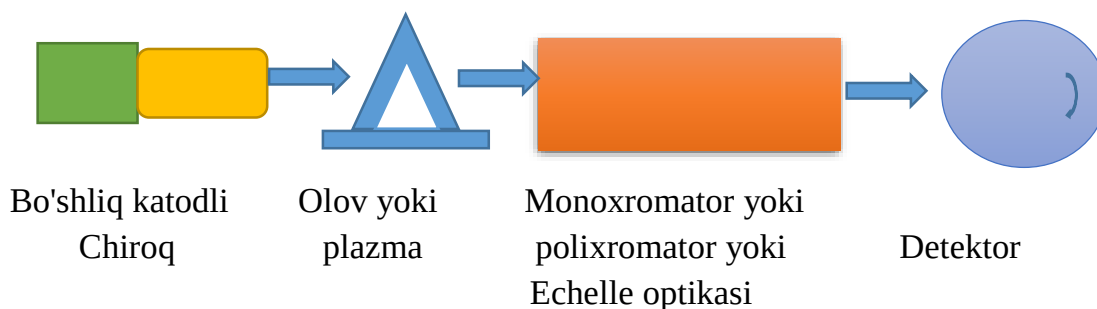
Tahlillarning ko'p qismi tekshirilishi kerak bo'lgan namunaning tarkibiy qismlarini bo'lish orqali amalga oshirildi. Ushbu jarayon davomida cho'ktirish, ekstraktsiya yoki distillash qo'llanilgan. Keyinchalik, sifat tahlili uchun mo'ljallangan bo'lingan komponentlar boshqa reagentlar tomonidan qayta ishlandi, ular yordamida kimyoviy reaksiya rangli birikma yoki uning qaynash-muzlash nuqtasi yoki eruvchanligi o'zgarishiga olib keladi. Bundan tashqari, qo'llaniladigan reaksiyalar turli xil seziladigan gazlarga (masalan: hidlar) yoki birikmaning optik xususiyatlari yoki optik faolligining o'zgarishiga olib keldi. Komponentlarni miqdoriy tahlil qilish uchun klassik analitik usul tanlanganda (uning nisbiy yoki mutlaq kontsentratsiyasini aniqlash uchun) gravimetrik yoki hajmli usuldan foydalanish mumkin. Gravimetrik o'lchovlarda ushbu namunadagi komponentlarning kontsentratsiyasini aniqlash tekshirilayotgan tahlil qiluvchi moddaning massasi yoki boshqa komponent bilan hosil bo'lgan cho'kma massasining o'zgarishiga olib keladi. Titrimetrik usullar hajmli bo'lsa, eritma shaklida tahlil qilinadigan komponent allaqachon standart eritmada bo'lgan va namunadagi reagentning barcha miqdori reaksiyaga kirishganidan keyin reagent bilan reaksiyaga kirishishi kerak. Standart eritma miqdorini yo'qotishdan (stexiometrik miqdorning mutanosib qiymatidan) konsentratsiyani hisoblash mumkin. Ushbu komponentlarni ajratish yoki aniqlash uchun ishlatilishi mumkin bo'lgan barcha klassik analitik usullar bugungi kunda ham bir qancha laboratoriyalarda qo'llaniladi; Ammo bu usullardan odatda foydalanadiganlar soni asta-sekin kamayib bormoqda, chunki instrumental tahlilning yanada rivojlangan va qulayroq qo'llaniladigan usullari paydo bo'ladi, bu yangi usullar asta-sekin, lekin shubhasiz yuqorida aytib o'tilganlarni almashtirmoqda.

Yigirmanchi asrning boshlarida olimlar o'lchangan komponentlarning fizik korrelyatsiyalari tomonidan taqdim etilgan turli imkoniyatlardan tobora ko'proq foydalana boshladilar. Ular yordamida ular klassik analitik usullarning bir qancha muammolari yechimini topadigan yaxshi va instrumental analitik usullarni ishlab chiqdilar. Bunday jismoniy xususiyatlar, masalan: o'tkazuvchanlik, elektrod potentsiali, yorug'lik yutilishi, yorug'lik emissiyasi, floresans va miqdoriy tahlil qilish uchun ishlatila boshlangan massa-zaryad nisbati kiradi.

Bundan tashqari, sifatli yoki miqdoriy aniqlashdan oldin oziq-ovqat yoki oziq-ovqat xom

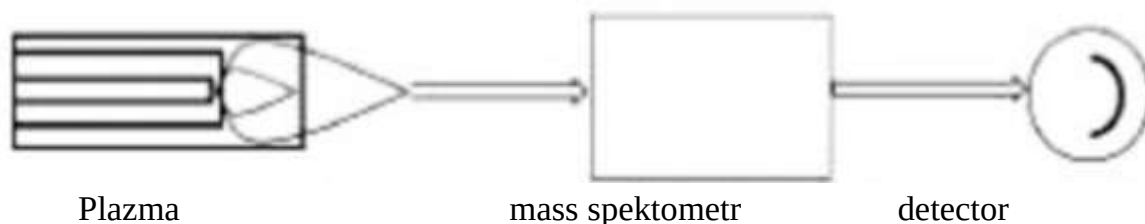
ashyosi namunalari tarkibiy qismlari aralashmasini g'ayrioddiy murakkab matritsaga bo'lish uchun qo'llaniladigan distillash, ekstraktsiya yoki cho'ktirishni almashtirish uchun yuqori samarali xromatografik va elektroforetik usullar ham qo'llanilgan. Turli komponentlarni ajratish va aniqlash uchun qo'llaniladigan yuqorida aytib o'tilgan yangi usullar instrumental analitik usullar deb ataladi. Kompyuter va elektronika sanoatining jadal rivojlanishi zamonaviy instrumental tahlil usullarini takomillashtirish va keng tarqalishiga katta yordam berdi. Bunday usullarga atom yutilish spektrometriyasi, induktiv bog'langan plazmali massa spektrometriyasi (ICP-MS), xromatografiya, gaz xromatografiyasi, superkritik suyuqlik xromatografiyasi, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi, gaz xromatografiyasi-massa spektrometriya (GC-MS), infraqizil (IR) spektroskopiyasi, yaqin infraqizil (NIR) spektroskopiyasi, furye transformatsion infraqizil (FTIR) spektroskopiyasi va boshqalarni misol tariqasida ko'rsatishimiz mumkin

Atom yutilish spektrometriyasida (AAS) tahlil qilinadigan element energiya almashinuvi bilan (olovli yoki grafitli pechda) erkin asosiy holat atomlariga aylanadi. Ushbu atom bug'i orqali yo'naltirilgan element uchun to'lqin uzunligi xarakteristikasi bo'lgan yorug'lik va yorug'lik intensivligining pasayishi o'lchanadi. Ishlatilgan yorug'likning to'lqin uzunligi tahlil qilinadigan materialning sifatini belgilaydi, yorug'lik intensivligining nisbiy kamayishi esa elementning nisbiy va mutlaq miqdorini belgilaydi.



1-rasm. Atom yutish spektrometrlarining ish printsipli

Elementar analitik o'lchovlar sohasida **induktiv bog'langan plazma massa spektrometriyasi (ICP-MS)** hozirgi kunda eng sezgir usullardan biridir. Induktiv bog'langan plazma massa spektrometriyasi - o'z nomidan kelib chiqqan holda - ikkita asosiy qismdan iborat. Ulardan birinchisi induktiv bog'langan plazma, ikkinchisi esa ajratish va aniqlashni amalga oshiradigan massa spektrometridir. ICP-MSda o'lchangan elementning ionlari (izotop) hosil bo'ladi va massa spektrometriga yo'naltirilganda ionlar magnit yoki elektrostatik maydonda massa/zaryad (m/z) bo'yicha ajratiladi. Izotopning massa-zaryad nisbati elementning sifati uchun xos bo'lib, hosil bo'lgan ion nurining nisbiy intensivligi o'lchangan elementning nisbiy yoki mutlaq miqdoriga proporsionaldir.



2-rasm. Induktiv bog'langan plazma massa spektrometrlarining ish printsipli

Xromatografiya oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish sohasida foydali ajratish usuli bo'lib, analitik kimyoda katta ta'sir ko'rsatadi. Ularning quyidagi turlari mavjud.

Gaz xromatografiyasi (GC) ustunli xromatografiya usuli bo'lib, bu erda harakatlanuvchi faza gaz, statsionar faza esa immobilizatsiyalangan suyuqlik yoki yopiq trubkaga o'ralgan qattiq moddadir. GC aralashmaning termal barqaror uchuvchi komponentlarini (masalan, yog 'kislotalari metil efirlari) ajratish uchun foydalidir. Gaz-suyuqlik GC paytida namuna bug'lanadi va ustun boshiga AOK qilinadi. Nazorat qilinadigan harorat gradienti yordamida namuna odatda inert gaz bo'lgan mobil faza orqali kolonna orqali tashiladi. Keyin uchuvchi komponentlar qaynash nuqtasi, molekulyar o'lcham va qutblilikka qarab ajratiladi.

GC yog 'kislotalari, triglitseridlar, xolesterin va boshqa sterollar, gazlar, erituvchi tahlillari, suv, spirtlar va oddiy shakarlarni, shuningdek oligosakkaridlar, aminokislotalar va peptidlar, vitaminlar, pestitsidlar, gerbitsidlar, antioksidantlar, nitrozaminlar, poliklorli bifenillar, dorilar, lazizatli birikmalar oziq-ovqat qo'shimchalarini va boshqalarni aniqlash uchun ishlatiladi.

Superkritik suyuqlik xromatografiyasi (SFC) mobil fazaning kritik bosimi (Pc) va kritik harorat (Tc) dan yuqori bo'lgan xromatografiyaga ishora qiladi. Superkritik suyuqlik (yoki siqilgan gaz) suyuqlik ham, oddiy gaz ham emas. Kompyuter va Tc kombinatsiyasi kritik nuqta sifatida tanilgan. Superkritik suyuqlik an'anaviy gazdan bosimni oshirish yoki an'anaviy suyuqlikdan haroratni oshirish orqali hosil bo'lishi mumkin.

Karbonat angidrid ko'pincha SFC uchun mobil faza sifatida ishlatiladi, chunki u qutbli va yuqori molekulyar og'irlikdagi birikmalar uchun yaxshi erituvchi emas. Boshqa superkritik suyuqliklar- azot oksidi, triflorometan, oltingugurt geksafторid, pentan va ammiak. Superkritik suyuqliklarning yuqori tarqalishi va past viskozitesi LC bilan solishtirganda tahlil qilish vaqtini qisqartirish va yaxshilangan ruxsatni anglatadi.

SFC bosim va haroratning o'zgarishi, shuningdek, mobil faza tarkibi va statsionar fazadagi o'zgarishlar orqali selektivlikni sozlashning keng diapazonini taklif etadi. SFC GCga mos kelmaydigan uchuvchan bo'lmagan, termal labil birikmalarni ajratish imkonini beradi. SFC qadoqlangan ustunlar yoki kapillyarlar yordamida amalga oshirilishi mumkin va asosan qutbsiz birikmalar uchun ishlatilgan. Yog'lar, yog'lar va boshqa lipidlar SFC tobora ko'proq qo'llaniladigan birikmalardir.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC) yuqori bosimli suyuqlik xromatografiyasining qisqartmasi bo'lib, dastlabki ustunlar tomonidan yaratilgan yuqori ish bosimini aks ettiradi. 1970-yillarning oxiriga kelib, erishilgan samarali ajratishni ta'kidlab, yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi afzal qilingan atama bo'ldi. HPLC mobil faza sifatida ishlatilishi mumkin bo'lgan suyuqlikda eruvchanligi bo'lgan har qanday birikmani tahlil qilish uchun qo'llanilishi mumkin. Ko'pincha analitik usul sifatida qo'llanilsa-da, HPLC tayyorgarlik rejimida ham qo'llanilishi mumkin.

HPLC ning an'anaviy past bosimli ustunli suyuqlik xromatografiyasiga nisbatan ko'plab afzalliklari bor: Tezlik darajasi ajralib turadi. Chunki ko'plab tahlillarni 30 daqiqa yoki undan kamroq vaqt ichida bajarish mumkin, turli xil statsionar fazalar, yaxshilangan piksellar soni va yuqori sezuvchanlik imkonini beradi, hamda turli detektorlardan foydalanish mumkin va olib tashlash uchun kamroq eluent hajmi tufayli namunani oson tiklash imkoni mavjud. Asosiy HPLC tizimi nasos, injektor, ustun, detektor va ma'lumotlar tizimidan iborat. HPLC shakar, vitaminlar va aminokislotalar kabi kichik molekulalar va ionlarni tahlil qilish uchun keng qo'llaniladi va oqsillar va polisakkaridlar kabi makromolekulalarni ajratish va tozalash uchun qo'llaniladi.



3-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC) ning ko`rinishi.

Gaz xromatografiyasi-mass spektrometriyasi (GC-MS) sinov namunasidagi turli moddalarni aniqlash uchun gaz-suyuqlik xromatografiyasining ajratish xususiyatlarini massa spektrometriyasining aniqlash xususiyati bilan birlashtirgan chiziqli analitik texnikadir. GC namunadagi uchuvchi va termal barqaror o'rnini bosuvchi moddalarni ajratish uchun ishlatiladi, GC-MS esa uning massasi asosida aniqlanishi kerak bo'lgan analitni parchalaydi. Unga massa spektrometrining keyingi qo'shilishi GC-MS/MS ga olib keladi. Yuqori ishlashga bitta va uch qutubli rejimlari orqali erishiladi.



4-rasm. Gaz xromatografiyasi-mass spektrometriyasi (GC-MS)

Oziq-ovqatlar va ichimliklar tabiiy sharoitda mavjud bo'lgan yoki qayta ishlash jarayonida hosil bo'lgan bir nechta aromatik birikmalarga ega. GC-MS faqat efirlar, yog 'kislotalari, spirtlar, aldegidlar, terpenlar va boshqalarni tahlil qilish uchun ishlatiladi. GCMS shuningdek, zararli bo'lishi mumkin bo'lgan oziq-ovqat, yog', sariyog ', sariyog'ning ifloslanishi va soxtaligini aniqlash va o'lchash uchun ishlatiladi. Davlat organlari tomonidan tartibga solingan tarzda nazorat qilinadi va tekshiriladi. U piperin, yalpiz moyi, lavanta yog'i, efir moyi, xushbo'y hid standartlari, parfyumeriya, efir moylaridagi chiral birikmalar, xushbo'y moddalar, mentol, allergenlar, zaytun moyi, limon moyi, yalpiz moyi, yang yog'i, somon mevasini, sirop, sariyog 'triglitsidlar, oziq-ovqat va vinodagi qoldiq pestitsidlar tahlil qilishda qo'llaniladi.

Infraqizil spektroskopiya namuna tomonidan so'rilgan yoki aks ettirilgan IQ nurlanishini

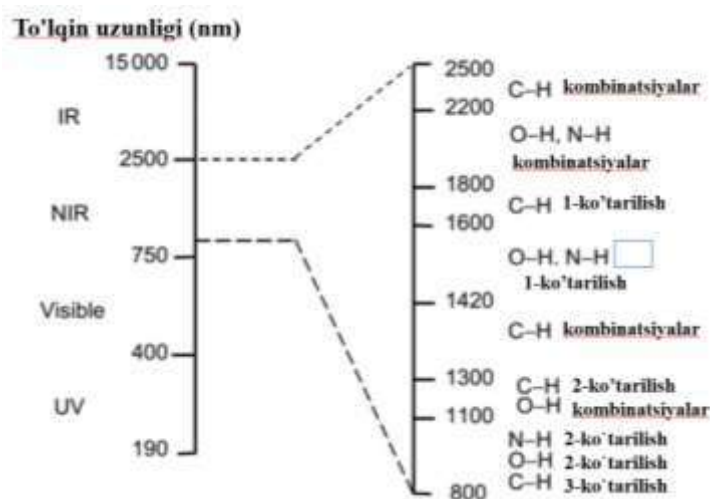
o'lchash uchun ishlatiladi. IQ nurlanishining yutilishi molekulalarning tebranish yoki energiya aylanish holatlarining o'zgarishi bilan bog'liq. Uning gazsimon, suyuq yoki qattiq namunalarni tahlil qilish, birikmalarni aniqlash va ularning miqdoriy tahlili va boshqalar uchun qo'llanilishi. Molekulalarning funktsional guruhlarini, molekulalarning tuzilishi va molekulalar orasidagi o'zaro ta'sir uchun olingan IQ spektri namunalar haqida ma'lumot beradi.

Asbobning asosiy komponentlari:

1. radiation source
2. o'lchash (va mos yozuvlar) katakchasi
3. to'lqin uzunligi selektori
4. detektor (transduser)

Asboblarning turlari

1. Filtirli oddiy asboblarning
2. Monoxromatorli klassik asboblarning
3. Interferometr (FTIR) asosidagi asboblarning



5-rasm. Yutilish zonalarining asosiy turlari va ularning joylar

Yaqin infragizil spektroskopiya (NIRS) biologik materiallarning tarkibiy qismlarini o'ziga namuna tayyorlash bilan o'lchash uchun muqobil, buzilmaydigan texnologiyani ta'minlaydi va bir vaqtning o'zida bir nechta xususiyatga ega bo'lgan kengroq diapazondagi namunalarning ishonchli va aniq natijalarini berishga qodir NIRS qishloq xo'jaligi va oziq-ovqat mahsulotlarida namlik, oqsil, yog' va yadro qattiqligi kabi sifat ko'rsatkichlarini miqdoriy aniqlash uchun keng qo'llaniladi. NIRS zamonaviy ilmiy birodarlikda oziq-ovqat, ichimliklar va boshqa turli matritsalarining sifatini baholashda keng qabul qilinadi. NIRS arpa somoni, sholi, yashil boshqoqli ekinlar, dukkakli butalar yem-xashak tolasi va suli qobig'i xususiyatlarini aniqlashning qabul qilingan usuli hisoblanadi.

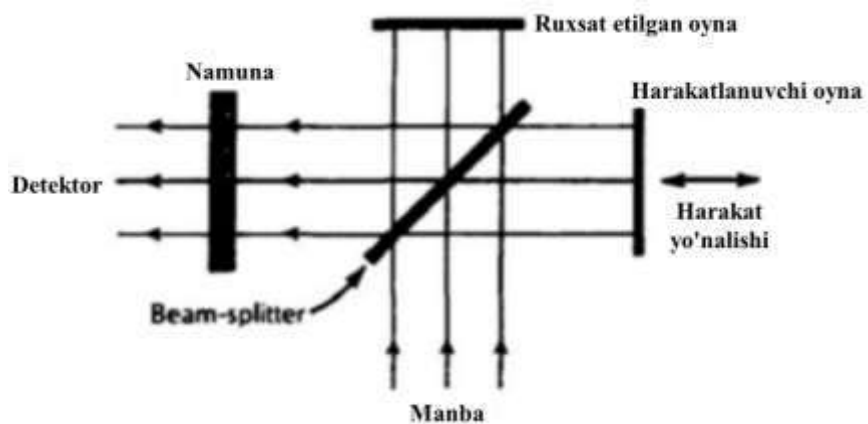
FT-IR - 2500 nm dan 25000 nm gacha bo'lgan to'lqin uzunliklari bilan aniqlangan tabiiy elektromagnit spektrdan foydalanadigan spektroskopik usul. Bu "o'rta infragizil" mintaqadir, shuning uchun usul "**o'rta infragizil**" deb ataladi. Umuman olganda, bu o'lchov ma'lumotlarini foydali natijaga aylantirish uchun ishlatiladigan texnikaning nomi, shuning uchun Fourier Transform Infragizil yoki qisqacha FTIR. Fourier transform infragizil spektroskopiyasi (FTIR) tadqiqotchilar uchun 1970-yillarning boshidan beri mavjud.

FTIR tahlilidan foydalanishning umumiy afzalliklari shundaki, u oziq-ovqat va qishloq xo'jaligi

ishlab chiqarish jarayonlarida yaxshiroq qaror qabul qilish uchun tezkor tahlil ma'lumotlarini taqdim etadi. Bu, ayniqsa, sut va sharob kabi suyuqlik namunalarini sinash uchun foydalidir. An'anaviy tahlil usullari bilan solishtirganda, u kam yoki umuman namuna tayyorlashni va kimyoviy moddalar yoki sarf materiallarini talab qilmaydi. Bu buzilmaydigan, operatorga qulay, tez, ishonchli va aniq.

FTIR qanday ishlaydi

- O'lchanadigan to'lqin uzunliklarining to'liq spektrini o'z ichiga olgan keng polosali yorug'lik manbasidan yorug'lik interferometr deb ataladigan qurilma orqali amalga oshiriladi.
- Interferometr yorug'likni maxsus tarzda o'zgartirib, ma'lumotlarni keyingi qayta ishlashga imkon beradi
- Nur namunaga bog'liq yutilish sodir bo'ladigan namunadan o'tkaziladi.
- Yorug'lik aniqlanadi va kompyuterga uzatiladi.
- Kompyuter har bir to'lqin uzunligida yutilish nima ekanligini aniqlash uchun barcha ma'lumotlarni qayta ishlaydi va Furye transformatsiyasi texnikasidan foydalangan holda ma'lumotlarga mos keladigan spektrni yaratadi.



6-rasm. Interferometrning asosiy komponentlarining sxematik diagrammasi

Oziq-ovqat mahsulotlarini proksimal tahlil qilish FTIRdan tahlil qilinishi mumkin bo'lgan sohadir, chunki oziq-ovqat tizimlari asosan yog'lar, oqsillar, uglevodlar va namlikdan iborat bo'lib, ularning barchasi olingan yalpi spektrga hissa qo'shadi. Xarakterli yutilish bantlari ushbu komponentlar bilan bog'liq, masalan. yog' bilan bog'liq bo'lgan karbonil, efir va CH signallari, oqsil uchun amid signallari, uglevodlar uchun COH chiziqlari va suvning HOH egilish yutilishi asosan tahlil qilinadi. Suv IQ spektri bo'ylab kuchli so'rilsa-da, boshqa komponentlar tufayli qoldiq yutilishlarni aniqlash uchun uni osongina nisbatlash yoki spektrdan chiqarib tashlash mumkin. Asosan, namunalar FTIR tahlili uchun mos bo'lishi uchun ko'pchilik oziq-ovqat komponentlarini suvda yoki boshqa erituvchida selektiv ekstraktsiya zarur bo'lganda eritib yuborish va tarqatish uchun oddiy standartlashtirilgan, miqdoriy tayyorlash protseduralari ishlab chiqilishi mumkin.

Takrorlash uchun savollar

1. O'lchash usullari yordamida qanaqa ko'rsatkichlar aniqlanadi?
2. Atom yutilish spektrometriyasida (AAS) tahlil usuli nimaga asoslangan?
3. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC) da qanaqangi tadqiqotlarni olib boorish mumkin?
4. Infraqizil spektroskopiya asbobining qanaqangi turlari bor va ularning farqi nimada?

2-MA'RUZA.XROMOTOGRAFIYA VA XROMOTOGRAFIK TAHLIL USULLARI

Reja:

1. Xromotografiyaning kelib chiqish tarixi.
2. Rang xromotografiyasi prinsipi.
3. Xromatografik tahlil usullari.
4. Ajratish mexanizmlariga ko'ra xromatografiya turlari.

Xromatografiya hozirgi vaqtda atrof-muhit ob'ektlarini o'rganishning eng keng tarqalgan usuli hisoblanadi. Xromatografiya murakkab ko'p komponentli aralashmalarni tahlil qilish uchun ishlatiladi. Xromatografik usullar organik moddalar, jumladan, uchuvchi uglevododlar va biologik suyuqliklarning sifat va miqdoriy tarkibini aniqlaydi. Oziq-ovqat, farmatsevtika, tibbiyot, neftni qayta ishlash, kimyo ishlab chiqarish va boshqa sanoat tarmoqlarida xomashyo va tayyor mahsulotlar sifatini nazorat qilish, shuningdek, ularning yordami bilan ekologik xavfsizlik standartlariga rioya etilishini ta'minlash uchun xromatograflardan foydalaniladi.



Mixail Semenovich Svit
(1872-1919)

Xromatografiya birinchi marta 1903 yilda xlorofill tuzilishini o'rgangan rus olimi Mixail Tsvit tomonidan ta'riflangan. Botanik yashil pigment bir nechta alohida komponentlardan iborat deb hisobladi va unga moddani tarkibiy qismlarga ajratish imkonini beradigan usul kerak edi. Buning uchun u xlorofill ekstraktini maydalangan bo'r bilan to'ldirilgan shisha ustundan o'tkazdi. Sorbentni efir bilan yuvgandan so'ng, olim turli rangdagi bir nechta zonalarini oldi, bu esa namunaning ko'p komponentli tarkibini tasdiqlash imkonini berdi. U shunday deb yozgan edi: "Aralashgan eritma adsorbent kolonnasi orqali filtrlanganda pigmentlar alohida, turli rangdagi zonalar shaklida tabaqalanadi. Spektrdagi yorug'lik nurlari kabi, murakkab pigmentning turli komponentlari adsorbent ustunida muntazam ravishda birin-ketin taqsimlanadi va sifatni aniqlash uchun mavjud bo'ladi. Men bunday rangli preparatni xromatogramma, tegishli tahlil usulini esa xromatografik usul deb atadim. Ishlab chiqilgan usul xromatografiya deb ataldi. M.S.Tsvetning ishlari har qanday muhitda ham rangli, ham rangsiz birikmalarni ajratish uchun xromotografiyaning boshqa turlarini ishlab chiqish uchun asos bo'lib xizmat qildi.

Rang xromatografiya printsipini quyidagicha ta'riflagan: mobil fazadagi modda doimiy ravishda adsorbentning yangi joylari bilan reaksiyaga kirishadi va qisman so'riladi, ammo adsorbsiyalangan komponentlar kiruvchi elyuentning yangi qismlari bilan "yuviladi". Ya'ni, olim ajratilgan komponentlar orasidagi o'zaro ta'sirning faqat bitta usulini kashf etdi: molekulyar adsorbsiya.

Shu sababli, botanik xromatografik tahlilni amalga oshirishning asosiy sharti alohida komponentlarning adsorbsiyasidagi farq deb noto'g'ri taxmin qildi. Biroq, zamonaviy xromatografiyada murakkab aralashmalarni o'rganish uchun molekulyar adsorbsiyadan tashqari, boshqa fizik-kimyoviy hodisalar ham qo'llaniladi. Natijada, turli xil xromatografik usullar paydo bo'ldi va ularni farqlash uchun umumiy qabul qilingan tasnif ishlab chiqildi.

Xromatografik tahlil usullari moddaning sifat va miqdoriy tarkibini belgilaydi. Sifatli testda namuna olingan parametrlarni ma'lumotlar kutubxonasida saqlangan mos yozuvlar qiymatlari bilan solishtirish orqali uning xromatogrammasi bilan aniqlanadi.

Tahlilning miqdoriy usuli aralashmalarning konsentratsiyasiga qarab hosil bo'ladigan pek

(tepalik)larni o'lchashga asoslangan. Laborant xromatogrammani quyidagi usullardan biri yordamida tekshiradi:

Mutlaq bitiruv usuli. Pik parametrlarining turli moddalar kontsentratsiyasiga bog'liqligi eksperimental tarzda aniqlanadi. Keyin grafiklar va jadvallar tuziladi, ular bilan keyinchalik xromatogramma solishtiriladi. Oddiyli va yuqori aniqligi tufayli usul mikroaralashmalarni aniqlash uchun asosiy hisoblanadi.

Ichki normalizatsiya usuli. Tanlangan tepalik parametrlarining yig'indisi (masalan, ularning balandligi yoki maydoni) 100% sifatida qabul qilinadi. Keyinchalik, individual o'rganilayotgan cho'qqining balandligining umumiy qiymatga nisbati hisoblab chiqiladi, buning natijasida namunadagi ma'lum bir komponentning massa ulushi aniqlanadi.

Ichki standart usul. Aralashmaga standart modda kiritiladi, buning uchun kalibrlash egri chizig'i oldindan ma'lum. Keyin o'rganilayotgan komponentlarning cho'qqilari "standart" ning cho'qqilari bilan taqqoslanadi. Usul o'zgaruvchan, ammo tahlil qilinadigan tarkibiy qismlarning ma'lum miqdori bo'lgan kompozitsiyalarni o'rganishda qo'llaniladi.

Usullar doimiy ravishda takomillashtiriladi, bu murakkab aralashmalarni tahlil qilishda aniqroq ma'lumotlarni olish va xromatogrammalarda shovqinni tekislash imkonini beradi.

Xromatografiya usuli moddalarni ajratish va aniqlash usuli komponentlarni ikki faza - mobil va statsionar o'rtasida taqsimlashga asoslangan. Statsionar (statsionar) faza qattiq gözenekli modda (ko'pincha sorbent deb ataladi) yoki qattiq moddaga yotqizilgan suyuq plyonkadir. Mobil faza statsionar fazadan, ba'zan bosim ostida oqadigan suyuqlik yoki gazdir.

Xromatografiya – bu fizik-kimyoviy ajratish, ya'ni aralashmadagi moddalarni aniqlash usuli bo'lib, bunda komponentlarni ikki aralashmaydigan – qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalarga ajratishga asoslangan. Qo'zg'almas (stasionar) faza bo'lib qattiq modda (ko'pincha sorbent deb ataladi) yoki inert qattiq moddaga surtilgan suyuqlik plyonkasi xizmat qiladi. Qo'zg'aluvchi faza qo'zg'almas faza yuzasidan o'tuvchi suyuq yoki gaz modda bo'ladi.



Xromatografiyada tahlil qilinayotgan aralashma qo'zg'aluvchi faza bilan birgalikda statsionar faza bo'ylab harakat qiladi. Uni odatda (doim emas) kolonka deb ataluvchi shisha (yoki metall) quvurchaga joylashtiriladi. Sorbent yuzasi bilan ta'sirlashish kuchiga qarab (adsorbsiya yoki boshqa mehanik kuch hisobiga) komponentlar quvurchada turli tezlik bilan harakatlanadi. Sorbent bilan yuqori ta'sirlashuvga ega komponentlar kolonkaning yuqori qatlamida, past ta'sirlashuvga ega komponentlar pastgi qatlamda qoladi, ba'zilar kolonkadan qo'zg'aluvchi faza bilan kolonkadan chiqib ketadi. Shu tarzda aralashma komponentlarga ajraladi.

Komponentlarni fazalarga ajratishga asoslangan boshqa usullardan farqli tarzda, xromatografiya – bu *dinamik* usul hisoblanadi, qo'zg'aluvchi faza oqimida ajraluvchi komponentlarning sorbsiya-

desorbsiya jarayonini bir necha marta takrorlanishini ta'minlaydi. Bu ko'p marta takrorlanish boshqa statik sharoitda sorbsiya va ekstraksiyalash usullariga qaraganda yuqori samaradorlikni beradi. Aynan shuning uchun xromatografiya kimyoviy o'xshash komponentli murakkab aralashmalarni tez ajratishga imkon beradi. Xromatografiyaning afzalliklari - universallik, tezlik va yuqori sezuvchanlik hisoblanadi.

Xromatografik usullar solishtirilgan parametrlarga qarab bir necha guruhlariga bo'linib, fazalarni yig'ish holatiga ko'ra, xromatografik tahlil usullariga quyidagilarga bo'linadi:

- **Gaz-suyuqlik.** Mobil faza suyuq sorbent orqali o'tadigan inert gaz oqimidir.
- **Gazning adsorbsiyasi.** Gaz holatidagi namuna qattiq jismdan o'tkaziladi, uning yuzasida adsorbsiya sodir bo'ladi.
- **Suyuqlik - suyuqlik.** Suyuq muhitlar eluent va statsionar faza sifatida ishlatiladi.
- **Suyuqlik-adsorbsiya.** Reagent erituvchi bilan birga oziqlanadi va qattiq g'ovakli materialdan o'tadi.
- **Suyuq gel.** Ushbu usulda statsionar faza gelga o'xshash modda bilan ifodalanadi.

Ko'pgina usullarda ustunli xromatograf qo'llaniladi: adsorbsiya statsionar faza bilan to'ldirilgan ustunlarda amalga oshiriladi. Ammo ba'zida sorbentning yupqa qismi yoki maxsus qog'ozdan foydalaniladigan planar xromatografiya qo'llaniladi. Shuningdek, yaqinda suyuqlik plyonkasida ajralish sodir bo'ladigan kapillyar xromatografik usul va tahlil uchun qo'shimcha magnit, markazdan qochma yoki boshqa kuchlarni yaratishni talab qiluvchi maydon xromatografiyasi keng tarqaldi.

Xromatografik tahlil usullari eluent va adsorbentning o'zaro ta'sirining xususiyatlari bilan farqlanadi. Ajratish mexanizmlariga ko'ra, xromatografiya quyidagilarga bo'linadi:

- adsorbsiya** - namuna tarkibiy qismlarining so'rilish qobiliyatidagi farqga asoslangan;
- distributiv** - fazalardagi moddalarning turli xil eruvchanligi tufayli kelib chiqadi;
- ion almashinuvi** - ion almashinuvi muvozanat konstantalariga erishish hisobiga amalga oshiriladi;
- penetratsion** - molekulalarning shakli va o'lchamlaridagi farqga asoslangan;
- cho'kindi** - erimaydigan birikmalarning cho'kishi tufayli yuzaga keladi;
- adsorbsion-komplekslash** - statsionar faza yuzasida turli kuchlilikdagi koordinatsion birikmalar hosil bo'lishi hisobiga amalga oshiriladi.

Quyidagi tasnif so'rilgan komponentlarni adsorbsion qatlam bo'ylab harakatlantirish usullariga ko'ra tahlilning xromatografik usullarini uch guruhga ajratadi. Rivojlanayotgan (yoki eluent), frontal va siljish usullari mavjud.

Ko'p sonli xromatografiya usullari klassifikatsiyasi turli belgilarga qarab belgilanadi.

1. Xromatografiya maqsadiga ko'ra quyidagilarga ajratiladi: *analitik* xromatografiya – aralashmani moddalarga ajratish, ularni sifat va miqdoriy tahlil qilish uchun; *preparativ* xromatografiya –moddalarni toza holda olish, mikroaralashmalarni konsentrlash va ajratish uchun; *sanoat* xromatografiyasi – jarayonni avtomatik boshqarish uchun.

2. Bajarish texnikasiga ko'ra quyidagilarga ajratiladi: *kolonkali* xromatografiya – ajratish maxsus quvurchalar (kolonkalarda) o'tkaziladi, va *tekislik* xromatografiyasi – ajratish maxsus qog'ozda (*qog'oz xromatografiya* (QX)) yoki sorbentning yupqa qatlamida (*yupqa qatlamli xromatografiya* (YQX)) o'tkaziladi. Kolonkali xromatografiyada nasadkali va kapillyar kolonkalar qo'llaniladi. Nasadkali kolonkalarda quvurning ichki hajmi qo'zg'almas faza bilan to'ldiriladi,

kapillyar kolonkalarda u ichki yuzaga surtiladi (yupqa qatlam sifatida).

3. Qo'zg'almas faza bilan ajratiluvchi moddalarning ta'sirlashuviga qarab xromatografiya bir necha turga bo'linadi: *taqsimlovchi* – ajratiluvchi moddalarning suyuq faza plyonkasida erishining farqlanishiga asoslanadi; *adsorbsion* – moddalarning sorbentga adsorbsiyalanishining farqlanishiga asoslanadi; *ion almashuv* – ajratiluvchi moddalarning qo'zg'almas faza va qattiq ionalamshinuvchi orasida turli ion almashinish qobiliyatiga asoslanadi; *eksklyuzion (molekulyar-elakli)* – ajratiluvchi moddalar molekulalari o'lchamlari va shakllari har xilligiga asoslanadi (sorbent g'ovaksimon bo'ladi, va zarra o'lchamiga qarab ushbu g'ovaklarga kiradi yoki o'tib ketadi).

4. Qo'zg'aluvchi fazaning agregat holatiga qarab *gaz* yoki *suyuqlik* xromatografiyasiga bo'linadi. Qo'zg'almas fazaning agregat holatiga qarab xromatografiya usullari quyidagicha farqlanadi: gaz-suyuqlik (GSX), gaz-qattiq faza (yoki gaz-adsorbsion, GAX), suyuqlik-suyuqlik (SSX), suyuqlik-qattiq faza (yoki suyuqlik-adsorbsion, SAX).

5. Qo'zg'aluvchi fazaning harakatlanishiga qarab frontal, elyuyent, va siqib chiqaruvchi tahlil usullari.

Xromatografiya qilishda moddalarni ajratish bilan birgalikda ajraluvchi komponentlar zonolari parchalanishi sodir bo'ladi. Xromatografiya nazariyasi cho'qqilarni parchalanish sabablarini aniqlashi va moddalarni ajralish samaradorligi darajasini bashorat qilishi mumkin.

Nazariy tarelkalar nazariyasi. Bu nazariya komponent zonasi harakatini tasvirlash, chiziqlar kengligini tajribaviy va kolonka samaradorligini baholash imkonini beradi. Samaradorlik to'liq ajratish qobiliyatini ko'rsatadi va xromatografik chiziqni parchalanish darajasini aks ettiradi.

Ushbu nazariya quyidagi taxminlarga asoslanadi:

1) xromatografiya kolonkasida aniq miqdorda yupqa qatlamli sorbent mavjud bo'ladi ("nazariy tarelka");

2) har bir tarelkada qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi faza orasidagi muvozanatga qo'z'galuvchi faza keyingi tarelkaga o'tguniga qadar erishiladi deb hisoblanadi, ya'ni muvozanat darhol sodir bo'ladi.

Nazariy tarelkalar qancha ko'p bo'lsa, muvozanatlar soni shuncha ko'p bo'ladi, va ajratish samaraliroq bo'ladi. Biroq bu nazariya faqat rasmiy hisoblanadi, chunki haqiqiy jarayon tanaffussiz va muvozanatsiz bo'ladi, xromatografiyada nazariy tarelkalar haqidagi fikr taxminiy xususiyatga ega. Shunga qaramay nazariy tarelkalar (N) kolonka samaradorligini miqdoriy o'lchami bo'lib xizmat qilishi mumkin. Samaradorlikni baholash uchun nazariy tarelkalarga ekvivalent bo'lgan balandlikdan foydalaniladi (NTEB, N) bu kattalik kolonka balandligi (L) va nazariy tarelkalar soni (N) bilan bog'liq:

$$N = NTEB = L/N,$$

Ya'ni, N qancha kichik va N qancha katta bo'lsa kolonka samardorligi shuncha yuqori bo'ladi.

Nazariy tarelkalar nazariyasi turli kolonkalar samaradorligini solishtirish, sorbent sifatini baholash va kolonkani to'ldirish imkonini beradi. Biroq bu nazariya xromatografiya sharoitiga qarab N va H ning miqdorini aniqlash imkonini bermaydi, xromatografik cho'qqilarni parchalanishini bartaraf etish uchun amaliy maslahatlar bera olmaydi.

Xromatografiya kinetik nazariyasi. Kinetik nazariyaga binoan, xromatografik cho'qqilarni parchalanishi uch mustaqil jarayonga asoslangan: aylanma diffuziya, molekulyar diffuziya va massa uzatishga qarshilik. Bu jarayonlarning ta'siri quyidagi boshqarib bo'ladigan o'zgaruvchilar bilan aniqlanadi: oqim tezligi, kolonka to'ldiruvchisining zarralari o'lchami va qo'zg'almas suyuq fazaning

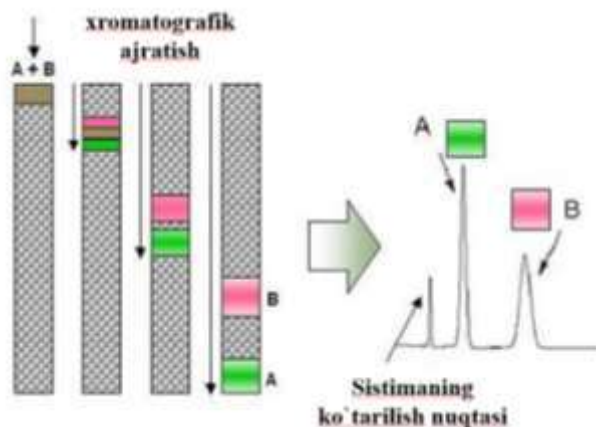
plyonkasi qalinligi.

Yuqoridagi nazariyalardan ko'rish mumkinki, xromatografiya samaradorligi murakkab tarzda qo'zg'aluvchi faza tezligi bilan bog'liq. Tajriba o'tkazuvchi oqimning optimal tezligini topishi kerak.

Umuman, kolonka samaradorligini oshirish uchun zarralar o'lchamini kichiklashtirish, qadoqni yaxshilash, oqimning optimal tezligini tanlash va past qovushqoq qo'zg'aluvchi fazani (ularning qalinligi kichik bo'lishi lozim) tanlash lozim.

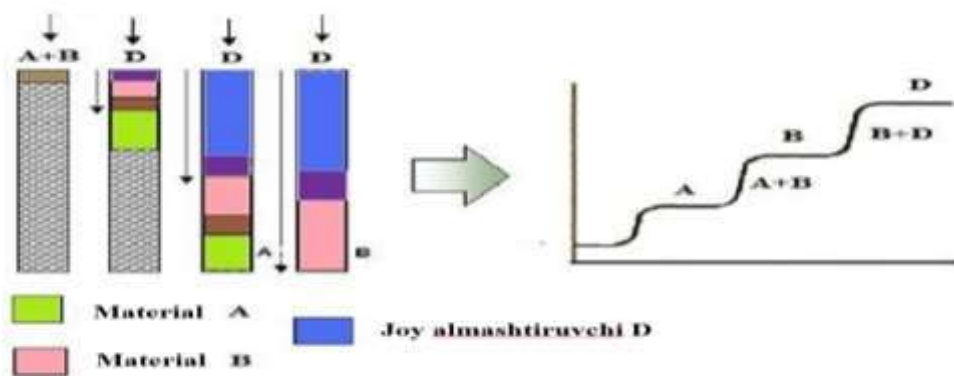
Eng oddiy xromatografik tahlil usullari frontalni o'z ichiga oladi, bunda eluentning roli minimallashtiriladi. Faraz qilaylik, namuna ikki komponentni o'z ichiga olgan Solv erituvchisi: A va B. Analit doimiy oqimda sorbsiya ustunidan o'tkaziladi. Xromatografik uskunadan o'tgandan so'ng, chiqish eritmasidagi A va B konsentratsiyasi o'lchanadi va Solv ning boshlang'ich hajmi hisobga olinadi. Olingan ma'lumotlarga asoslanib, qaramlik grafigi tuziladi, bu chiqish egri chizig'i (xromatogramma).

A va B komponentlarning statsionar faza tomonidan singdirilishi tufayli birinchi navbatda kolonnadan erituvchi, so'ngra sorbsiya koeffitsienti pastroq bo'lgan modda (aytaylik, A) va shundan keyingina B. Natijada ma'lum vaqt o'tgach, bir xil tarkibga ega bo'lgan eritma xromatografik uskunadan oqib chiqadi (solv, A va B ning bir xil nisbati). Analizning bu xromatografik usuli nafaqat murakkab moddalarni o'rganish, balki ularni reaktivning asosiy elementlaridan yaxshiroq so'rilishi sharti bilan ularni aralashmalardan tozalash uchun ham qo'llaniladi.



Laboratoriya sinovlarida ko'pincha rivojlanayotgan yoki eluent xromatografik usul qo'llaniladi. Mutaxassis A va B komponentlari bilan erigan Solv reaktivining namunasini ustunga qo'shadi, shundan so'ng u doimiy bosim ostida mobil fazani etkazib beradi. Jismoniy va mexanik kuchlar ta'sirida kompozitsiya ajratiladi. Eng yaxshi sorbtsiyaga ega bo'lgan modda ustunning yuqori qismini, kamroq sorbtsiyaga ega bo'lgan pastki qismini egallaydi. Uskunaning chiqish joyida birinchi navbatda A komponenti, keyin sof Solv, so'ngra xromatogrammada aks ettirilgan B elementi paydo bo'ladi. Miqdoriy tahlil cho'qqilarning balandligi va maydonini o'lchash yo'li bilan amalga oshiriladi: ular qanchalik katta bo'lsa, tarkibdagi o'rganilayotgan moddaning konsentratsiyasi shunchalik yuqori bo'ladi.

Eluent xromatografik usulning asosiy afzalligi murakkab ko'p komponentli reagentlarni ajratish imkoniyatidadir. Biroq, xromatogrammani o'rganayotganda, harakatchan faza bilan suyultirish tufayli chiquvchi eritmalar konsentratsiyasining pasayishini hisobga olish kerak.



Uchinchi usul - siljish. Bu xromatografik ustunga kiritilgan Solv eritmasiga doimiy ta'sir ko'rsatadigan joy o'zgartirgichdan (preparat D) foydalanishni o'z ichiga oladi. D sorbsiya koeffitsienti tahlil qilinadigan namunaning har qanday tarkibiy qismlaridan yuqori bo'lishi kerak. Shu sababli, preparat eng yomon sorbsiyaga ega bo'lgan moddani asta-sekin siqib chiqaradi, bu aralashma ustunni tark etganda o'rnatiladi. O'zgartirish usuli tashuvchi gazdan foydalanishni talab qilmaydi, bu esa tadqiqot xarajatlarini kamaytiradi. Ammo shuni esda tutish kerakki, olingan ma'lumotlarni tahlil qilish turli moddalar zonalarining bir-birining ustiga tushishi tufayli qiyin, chunki ular erituvchi zona bilan ajratilmagan.

Nazorat savollari

1. Xromatograflardan nima maqsadda foydalaniladi?
2. Xromatografiyaning kelib chiqishi haqida ma'lumot.
3. Xromatografik usullar solishtirilgan parametrlarga qarab bir necha guruhlariga bo'linadi?
4. Xromatografiya kinetik nazariyasi haqida ma'lumot bering.

3-MA'RUZA.KOLONKALI VA YUPQA QATLAMLI XROMATOGRAFIYA

Reja:

1. Kolonkali va yupqa qatlamli xromatografiyaning kelib chiqish tarixi.
2. Yupqa qatlamli xromatografiya.
3. Xromatografik kolonka.

Yupqa qatlamli xromatografiya - xromatografik usul bo'lib, unda yupqa qatlam adsorbent statsionar faza sifatida ishlatiladi. Usul ajraladigan moddalar sorblovchi qatlam va undan oqib o'tuvchi elyuent o'rtasida turlicha taqsimlanishiga, buning natijasida bu moddalarning qatlam bo'ylab bir vaqtning o'zida siljish masofasi o'zgarib turishiga asoslanadi. Yupqa qatlamli xromatografiya moddalarni tahlil qilish va ajratish uchun katta imkoniyatlar yaratadi, chunki sorbent ham, eluent ham keng diapazonda farq qilishi mumkin. Turli sorbentlarga ega bo'lgan plitalar sotuvda mavjud bo'lib, bu usulni tez va muntazam ravishda ishlatish imkonini beradi. Yupqa qatlamli xromatografiyaning o'zgarishi - bu maxsus plitalar va murakkab uskunalardan foydalanadigan yanada ishonchli va takrorlanadigan yuqori samarali nozik qatlamli xromatografiyadir.

Usulni yaratishning zaruriy sharti 1861 yilda Schönbein tomonidan qog'oz xromatografiyasidan foydalanish edi. Bu usul 19-asrning 80-yillarida Schönbein shogirdi Goppelsrederning asarlarida ishlab chiqilgan. O'sha paytdagi texnika kapillyar tahlil deb nomlangan. Ish deyarli unutilgan va 1944

yilda tsellyuloza xromatografiyasi Consden va boshqalar tomonidan qayta kashf etilgan. Yupqa qatlamli xromatografiya usuli, deyarli hozir ma'lum bo'lgan shaklda, birinchi marta 1889 yilda golland biologi Martin Beyjerink tomonidan qo'llanilgan. Jelatindagi sulfat va xlorid kislotalarning tarqalishini o'rganib, Beyerink xlorid kislotaning sulfat kislotaga qaraganda tezroq harakat qilishini aniqladi. U o'z tajribalarida qatlamga kumush xlorid eritmasini qo'shib xlorid kislota zonasini, bariy xlorid eritmasini qo'shib sulfat kislota zonasini aniqladi. 1898 yilda Wijsman solod diastazasida fermentlarni aniqlash uchun xuddi shunday usulni qo'lladi va birinchi bo'lib floresan aniqlashni qo'lladi; o'sha paytdagi usulning sezgirligi 40 pg miqdorida moddaning mavjudligini aniqlashga imkon berdi. Shunga qaramay, 20-asr boshlarida M.S.Tsvet tomonidan ishlab chiqilgan ustunli xromatografiya ham, yupqa qatlamli xromatografiya ham 1930-yillargacha qo'llanilmagan.

1938 yilda Izmailov va Shrayber shisha plastinkaga yotqizilgan alyuminiy oksidi qatlamida dumaloq xromatografiya o'tkazganliklari haqida xabar berishdi. Bunda ajratilgan moddalar qatlamlari konsentrik doiralar shaklini oldi. Tadqiqotchilar ushbu usuldan sorbentlar va eluentlarni ustun xromatografiyasi uchun sinash uchun foydalanish mumkinligini ko'rsatdi.

TLC usulini ishlab chiqishda sezilarli yutuqlarga J.Kirshner va hamkasblari erishdilar, ular 1945-1954 yillarda sitrus mevalaridan xromatografik usullar bilan hidli moddalarni ajratib olish ustida ishladilar. Qog'oz xromatografiyasining o'z maqsadlari uchun qo'llanilmasligiga ishonch hosil qilgan holda, ular qog'oz va ustunli xromatografiyaning afzalliklarini birlashtirgan usulni ishlab chiqdilar, ammo u Desaga va Merck tomonidan reklama qilinmaguncha ko'p e'tiborni jalb qilmadi.

1950-yillarning o'rtalarigacha usulni tavsiflash uchun "tasma xromatografiyasi", "plastinkali xromatografiya", "yupqa plyonkali xromatografiya", "ochiq ustunli xromatografiya" atamalari ishlatilgan bo'lsa, "yupqa qatlamli xromatografiya" atamasi 1956-yildagi E.Stalem shu qadar muvaffaqiyatli bo'ldiki, u barcha boshqalarini siqib chiqardi. Taxminan bir vaqtning o'zida nufuzli Chemical Abstracts jurnali ushbu mavzu bo'yicha nashrlarni alohida indeks sifatida ajratib, uni analitik kimyoning mustaqil usuli sifatida tan oldi.

Yupqa qatlamli xromatografiya 1889 yilda kashf etilgan bo'lib, 20-asrning o'rtalarida sezilarli darajada rivojlangan va hali ham farmatsevtika, tibbiyot, oziq-ovqat sohalarida, shuningdek, akademik va sanoat fanlarida keng qo'llaniladi.

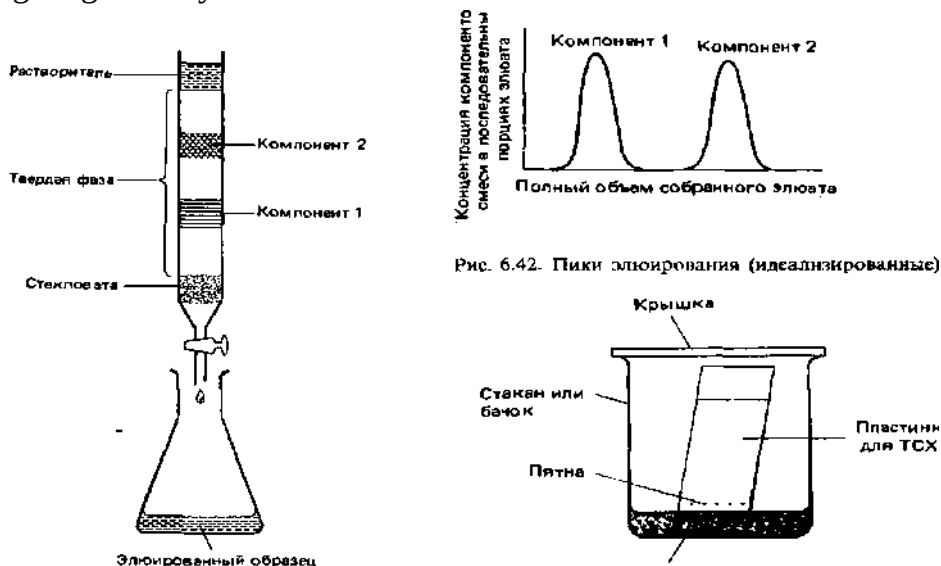
Ustunli xromatografiya adsorbsion xromatografiyaning eng oddiy variantidir. U qattiq moddalarning aralashmalarini ajratish uchun ishlatiladi.

Alumin (alyuminiy oksidi) kabi ba'zi qattiq adsorbentlar statsionar faza sifatida, ba'zi erituvchilar esa mobil faza sifatida ishlatiladi. Shisha ustun birinchi navbatda bu ikki fazaning suspensiyasi bilan to'ldiriladi. Süspansiyonun chiqib ketishiga yo'l qo'ymaslik uchun ustunning pastki qismida shisha yünü yostig'i qo'yiladi (6.41-rasm). Suspensiya cho'kib ketgandan so'ng, erituvchi uning darajasi qattiq faza darajasidan biroz yuqoriroq bo'lguncha ustundan chiqariladi. Keyin qattiq aralash oz miqdorda erituvchida eritiladi va hosil bo'lgan eritma yuqoridan ustunga quyiladi. Eritma ustundan o'tgandan so'ng, hal qiluvchi darajasi statsionar fazadan yuqori bo'lishini ta'minlash uchun kolonkaga bir necha bo'lak sof erituvchi qo'shiladi. Erituvchini kolonka orqali o'tkazish jarayoni elyusiya deb ataladi. Elutsiya uchun ishlatiladigan erituvchi eluent deb ataladi. Aralashmaning turli tarkibiy qismlarini ajratish asta-sekin ustun bo'ylab harakatlanayotganda sodir bo'ladi. Agar aralashmaning tarkibiy qismlari rangli bo'lsa, masalan, pigmentlar yoki bo'yoqlar, ularning ajralishini vizual tarzda kuzatish mumkin. Shaklda. 6.42 ikki komponentli aralashmaning ajralishi qanday sodir bo'lishini ko'rsatadi. 1-komponent yuqori bo'linish koeffitsientiga ega va shuning uchun ustundan

tezroq o'tadi. Aralashmaning har qanday komponentining ustundan o'tishi uchun zarur bo'lgan vaqtga ushbu komponentning elutsiya vaqti deyiladi. Elutsiya qilingan komponentlarning ketma-ket qismlari kolba yoki probirkalarda yig'iladi. Erituvchi distillash yo'li bilan olib tashlanishi mumkin, natijada toza komponent paydo bo'ladi. Shaklda. 6.42 ikkita komponentni to'liq ajratishning ideallashtirilgan holatini ko'rsatadi.

Yupqa qatlamli xromatografiya

Yupqa qatlamli xromatografiya (TCX) adsorbsion xromatografiyaning bir turi hisoblanadi. U organik kimyoda birikmalarni aniqlash va ularning tozaligini aniqlash uchun keng qo'llaniladi. Odatda qattiq adsorbent faza sifatida silika jeli, alumina yoki kraxmal kabi ba'zi birlashtiruvchi moddalarni o'z ichiga olgan tsellyuloza ishlatiladi.



Yupqa qatlamli xromatografiyaning ko'lami amalda cheksizdir, bu turli sorbentlar qatlamlarining katta tanlovi imkoniyati bilan izohlanadi. Adsorbentlar qatlamlari qutbli moddalarni ajratish uchun, gidrofil moddalar uchun tsellyuloza yoki silikagelda bo'linish xromatografiyasi, gidrofob moddalar uchun singdirilgan qatlamlar (teskari fazalar) qo'llaniladi. Yupqa qatlamda ion almashinuvi yoki jel xromatografiyasidan ham foydalanishingiz mumkin. Hozirgi vaqtda yupqa qatlamli xromatografiya usuli asosan sifat tahlili maqsadida qo'llaniladi. Qog'oz xromatografiyasida bo'lgani kabi miqdorni aniqlash ham mumkin. Aniqlashlarni amalga oshirishda juda oz miqdordagi moddalar bilan ishlash mumkin, ajratish tez va o'rtacha narxda amalga oshiriladi. Shu munosabat bilan yupqa qatlamli xromatografiya kolonnali xromatografiya yordamida katta miqdordagi moddalarni ajratish uchun fazalarni tanlash bo'yicha dastlabki tajribalar uchun ishlatilishi mumkin.

Qattiq tayanchning tabiatiga va suyuq statsionar fazaning xususiyatlariga, shuningdek, xromatogrammalarni olish usuliga qarab, bo'linish xromatografiyasining uchta varianti ma'lum: ustun, qog'oz va yupqa qatlam. [154-yilda]

Xromatografiyaning tekislikli turlariga qog'oz (QX) va yupqa qavatli xromatografiya (YuQX) kiradi. Ularda xromatografik ajratish huddi kolonkaga o'xshab, qo'zg'aluvchi fazaning ajratiluvchi komponentlarining qo'zg'almas faza bo'ylab o'tishiga asoslanadi. QXdan qo'zg'almas faza tashuvchisi bo'lib xromatografiya qog'ozi yoki iflosliklardan tozalangan filtr qog'ozi xizmat qiladi, YuQX da – shisha yoki metall taglikka surtilgan turli sorbentlar (alyuminiy oksidi, silikagel va h.k.). Adsorbent zarralari o'lchami juda kichik bo'ladi, odatda 15 mkm dan kichik.



Ikkala usul ham bajarilishi oson va tezkor, lekin YuQX ko‘proq ishlatiladi, chunki ajralish tezroq sodir bo‘ladi, olinadigan zonalar zichroq, sezuvchanlik va natijalarni qayta ishlash yuqori, sorbent yuzasi agressiv muhitlarga chidamliroq va uni tanlash imkoni bor.

Suyuqlik xromatografiyasidagi elyuyent – bu shunchaki eritilgan moddani qo‘zg‘almas fazadan o‘tkazuvchi erituvchi emas. U namuna komponentlari bilan sorbent qatlamida o‘rin egallash uchun raqobatlashib, sorbsiya jarayonida faol ishtirok etadi. Shu sababli, elyuyentning tabiati katta darajada ajratish muvafaqqiyatini belgilab beradi. Bu qog‘oz xromatografiyasiga ham tegishli bo‘lib, yupqa qavatli dan farqli ravishda, asosan adsorbsion mexanizm bo‘yicha emas, balki taqsimlash mexanizmi bo‘yicha ishlaydi.

Xromatografiyalashni yuqoriga harakatlanish, pastga harakatlanish va aylanib harakatlanish usullarida o‘tkazish mumkin. Bu farqlanishlar prinsipial emas: farqi shundaki, qo‘zg‘aluvchi faza qo‘zg‘almas faza bo‘yicha pastdan tepaga yoki tepadan pastga yoki markazdan aylanib harakatlanadi.

Yupqa qatlamli xromatografiya usulida ko‘pincha yuqoriga harakatlanish usuli qo‘llaniladi. Bunda plastinkaning bir uchini qo‘zg‘aluvchi fazali kyuvetaga bir necha mm chuqurlikka tushiriladi, suyuqlik kapillyar kuchlar ta’sirida plastinkadan yuqoriga ko‘tariladi. Namunani oldindan kichik dog‘ sifatida suyuqlikka tushirilgan plastinkaga u qirrada joylashadigan qilib surtiladi. Namunani suyuq faza elyuirilganda uning komponentlari adsorbent qatlami bo‘yicha yuqoriga harakatlanadi. Xromatografiya qo‘zg‘aluvchi fazaning old qismi plastinkaning yuqori qirrasiga deyarli yetganda to‘xtatiladi.

Ba’zi holatlarda ikki o‘lchamli xromatografiya yuqori afzallikka ega bo‘ladi. Agar bir martada ba’zi komponentlarning to‘liq ajralishi sodir bo‘lmasa, plastinka kameradan olinadi va quritiladi, so‘ng uni 90° ga aylantirib boshqa erituvchiga tushiriladi.

Ko‘p birikmalar bo‘yalgan va bevosita xromatografiya plastinkasida (yoki qog‘ozda) aniqlanadi, yoki ultrabinafsha lampasi yorug‘ligida fluoressentlanadi (yonadi, ko‘rinadi). Biroq ko‘p birikmalar rangga ega emas, shu sababli ularni aniqlash uchun maxsus usullar qo‘llash talab qilinadi. Odatda plastinkaga aniqlanayotgan modda bilan rangli dog‘lar hosil qiluvchi maxsus reagentlar aralashmasi sepiladi. Organik birikmalar bilan ishlash uchun “universal” reagent – konsentrlangan sulfat kislota mos keladi; istalgan organik birikmani 100°C haroratga qizdirilganda qora kuygan zona sifatida ko‘rinadi.

Sifat tahlilini standart uchun va tahlil qilinayotgan aralashma uchun ko‘chish tezligini qiyoslash orqali amalga oshiriladi.

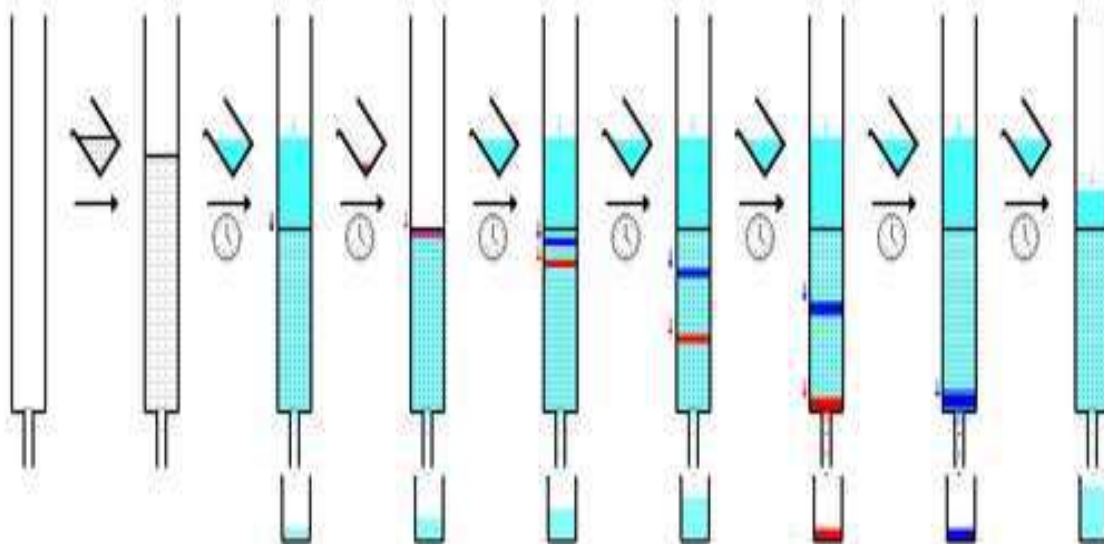
Sifat tahlili ikki usulda amalga oshiriladi:

- 1) To'g'ridan-to'g'ri xromatogrammada dog' o'lchamiga ko'ra (yarim miqdoriy tahlil);
- 2) Tahlil qilinayotgan modda zonasi qirqib olinganidan so'ng sorbent qatlamidan yuvib olinadi va boshqa bir usul bilan tahlil qilinadi.

Shunday qilib, kolonkali xromatografiya va yupqa qatlamli xromatografiya usulida murakkab bo'lmagan aralashmalarni tahlil qilishga mos keladi, bir biriga yaqin tarkibli birikmalarni ajratishda oddiy analitik usullar kam qo'llaniladi.

Suyuqlik xromatografiyaning klassik usulida sorbent bilan to'ldirilgan kolonkaga tahlil qilinayotgan aralashma kiritiladi va elyuyent o'tkaziladi. Tahlilni o'tkazish vaqti uzoq bo'lishiga qaramasdan, bu usul laboratoriya amaliyotlarida qo'llab kelinmoqda, va bu usul qimmat uskuna talab qilmaydi.

Xromatografik kolonkani doimiy tarzda boshqa ajratiluvchi moddalarga qaraganda past sorbsiyalanuvchi elyuyent (suyuqlik xromatografiyasi erituvchisi) bilan yuvib turiladi. Keyin kolonkaga tezda ajratiluvchi modda kiritiladi va doimiy elyuyent o'tkazishda davom etiladi (elyuirlash jarayoni). Bunda ajratiluvchi moddalar kolonka bo'ylab turli tezliklarda harakatlanadi (sorbsiyalanish darajasiga qarab). Agar komponentlar tezligi yetarli darajada farqlansa, kolonkadan avval eng sorbsiyalanuvchi komponent (elyuyentli aralashma) chiqadi, so'ng toza elyuyent, keyingi komponent va h.k. Kolonkadan chiqayotgan aralashmani odatda elyuat deb ataladi.



Elyuyentli usulning kamchiligi shundaki, elyuyent bilan eritilgani sababli kolonkadan chiquvchi komponentlar konsentratsiyasi pasayadi.

Ba'zi hollarda qiyin ajraluvchi aralashmalarni ajratishda bosqichli yoki gradiyentli elyuirlash usuli qo'llaniladi, bunda xromatografiya vaqtida elyuyent tarkibi bosqichma-bosqich (diskret) yoki doimiy tarzda o'zgarib boradi. Bu holatda kuchli sorbsiyalanuvchi moddalarni ushlab turish vaqtini qisqartirish va aralashmani ajralishini yaxshilashga erishiladi.

Moddalar aralashmasini ajratishda kolonkali xromatografiyadan foydalanishda, ko'pincha (nazorat uchun) yupqa qatlamli xromatografiyadan foydalaniladi.

Nazorat savollari

1. Tsellyuloza xromatografiyasining kelib chiqishi va ishlatilishi.
2. "Yupqa qatlamli xromatografiya" atamasining kelib chiqishi.
3. Yupqa qatlamda ion almashinuvi yoki jel xromatografiyasidan ham foydalanish.

4. Kolonkadan chiqayotgan aralashmani odatda nima deb ataladi?

4-MA'RUZA:GAZ XROMATOGRAFIYASI

Reja:

1. Qo'llaniladigan statsionar faza turiga ko'ra gaz xromatografiyasi.
2. Tashuvchi gaz manbai.
3. Xromatografik kalonkalar va detektorlar.
4. Detektorlarning parametrlari.

Gaz xromatografiyasi - moddalarni ajratishning fizik-kimyoviy usuli bo'lib, tahlil qilinayotgan aralashmaning tarkibiy qismlarini ikki aralashmaydigan va bir-biriga nisbatan harakatlanuvchi fazalar o'rtasida taqsimlashga asoslangan, bunda harakatlanuvchi faza gaz (tashuvchi gaz), statsionar faza esa - inert qattiq tashuvchiga yoki ustunning ichki devorlariga yotqizilgan qattiq sorbent yoki suyuqlik.

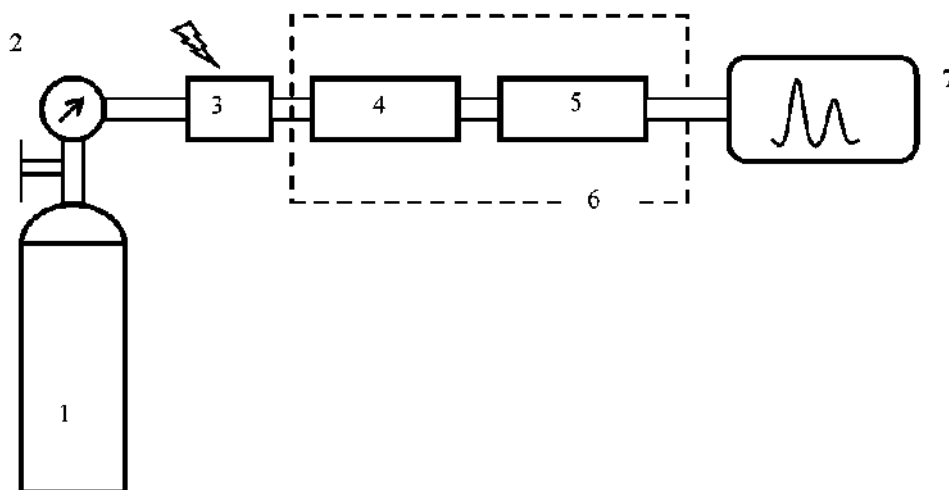
Qo'llaniladigan statsionar faza turiga ko'ra gaz xromatografiyasi gaz-adsorbsion (xorijiy ilmiy adabiyotlarda u odatda gaz-qattiq faza deb ataladi) va gaz-suyuqlik xromatografiyasiga bo'linadi. Birinchi holda, statsionar faza qattiq tashuvchidir (silikagel, uglerod, alyuminiy oksidi), ikkinchi holda, u inert tashuvchining yuzasiga yotqizilgan suyuqlikdir.

Gaz-suyuqlik xromatografiyasi - bu namuna komponentlarining suyuqlikdagi eruvchanligi yoki hosil bo'lgan komplekslarning turli barqarorligi tufayli gaz aralashmasini ajratish hisoblanadi.

Statsionar faza - inert tashuvchiga yotqizilgan suyuqlik, **mobil faza** - gaz.

Ajratish, ajratilayotgan aralashmaning tarkibiy qismlarining uchuvchanligi va eruvchanligi (yoki so'rilishi)dagi farqlarga asoslanadi.

Bu usul yordamida molekulyar og'irligi 400 dan kam bo'lgan gazsimon, suyuq va qattiq moddalarni tahlil qilish mumkin, ular ma'lum talablarga javob berishi kerak, ularning asosiylari uchuvchanlik, issiqlik barqarorligi, inertlik va tayyorlash qulayligi. Qoida tariqasida, organik moddalar ushbu talablarni to'liq qondiradi, shuning uchun gaz xromatografiyasi organik birikmalarni tahlil qilishning ketma-ket usuli sifatida keng qo'llaniladi.



1-rasm. Gaz xromatografining blok-sxemasi:

- 1 – gaz-tashuvchili ballon (yelyuyentli);
- 2 – manometr;
- 3 – dozator-bug'latgich;
- 4 – kolonka;
- 5 – detektor;

6 – termostat;

7 – registrator (yozish uskunasi, kompyuter)

Tashuvchi gaz manbai

Ko'pincha, bu siqilgan yoki suyultirilgan gazli 40 litrli silindr bo'lib, u odatda yuqori bosim ostida (150 atmosferagacha), reduktor yordamida chiqish bosimi xromatografning ish bosimiga tushiriladi (odatda xromatograflar). 4 dan 10 atmosferagacha bosim ostida ishlaydi). Ko'pincha geliy xromatografiyada, kamroq argon va azot, hatto kamdan-kam hollarda vodorod va boshqa gazlarda ishlatiladi.

Vodorod yoki azotni tashuvchi gaz sifatida ishlatganda, silindrlarga qo'shimcha ravishda, mos ravishda vodorod yoki azot generatorlari gaz manbalari bo'lib xizmat qilishi mumkin.

Gaz	Balonni rangi	Gaz nomi bilan yozuvning rangi
Azod	Qora	Sariq
Vodorod	to'q yashil	Qizil
Geliy	jigarrang	Oq
Argon (texnik)	Qora	Moviy
Argon (toza)	Kulrang	Yashil
Kislород	Moviy	Qora
Yonuvchan gazlar	Qizil	Oq

Gaz oqimi regulyatori

Gaz xromatografining ushbu komponentining maqsadi tizimdagi gaz oqimini nazorat qilish, shuningdek tizimning kirish qismida zarur gaz bosimini ushlab turishdir. Odatda, gaz oqimi regulyatori sifatida reduktor yoki gaz kallagi ishlatiladi.

Injektor namunasi

Tahlil qilingan aralashmaning namunasini xromatografik ustunga etkazib berish uchun mo'ljallangan.

Xromatograf suyuqlik namunalarini tahlil qilish uchun mo'ljallangan bo'lsa, namunani quyish moslamasi evaporatator bilan birlashtiriladi.

Namuna evaporatatorga mikroshprits yordamida elastik muhrni teshish orqali kiritiladi. Evaporatator odatda ustunning o'zidan 50°C yuqori haroratgacha isitiladi. Inyeksiya hajmi 0,1 dan bir necha mikrolitrgacha

Gazsimon namunalar bo'lsa, namunani 2 usulda yuborish mumkin:

1. Namuna bug'latgichga gazli shprits (gazsimon namunalarni bug'latgichga quyish uchun, odatda hajmi 1 ml bo'lgan maxsus gaz bilan yopilgan xromatografik shprits) yordamida elastik qistirmani teshish orqali kiritiladi.

2. Evaporatator o'rniga yoki undan oldin "gaz klapan" ning gaz pallasiga kiritilishi. Gaz klapanining 2 pozitsiyasi bor: "namuna olish" va "tahlil". "Namuna olish" holatida gaz tashuvchisi to'g'ridan-to'g'ri ustunga kiradi, shu bilan birga, pastadir bir uchida namuna olish moslamasiga, ikkinchi uchida esa namunani tushirish moslamasiga (atmosfera) ulanadi. Gaz xo'rozi "tahlil" rejimiga o'tkazilganda, gaz oqimlari almashtiriladi: endi tashuvchi gaz

namuna olish halqasi orqali ustunga kiradi (odatda 1 yoki 2 ml halqa ishlatiladi), shu bilan namunani ustunga kiritadi, bir vaqtning o'zida namuna olish moslamasi namuna olish halqasini chetlab o'tib, atmosfera bilan bog'lanadi.

Xromatografik kalonkalar

Kalonka - uzunligi diametridan ancha katta bo'lgan idish. Gaz xromatografiyasi uchun 2 turdagi kalonkalar qo'llaniladi - kapillyar va qadoqlangan. Qadoqlangan ustunlar tashqi diametri 2 dan 4 mm gacha va uzunligi 1 metrdan 4 metrgacha. Kapillyar ustunlarning ichki diametri (ID - ichki diametri) 0,15-0,53 mm, uzunligi esa 15-100 m. Ustunlarni ishlab chiqarish uchun material shisha, zanglamaydigan po'lat, mis, ba'zan floroplastikdir. So'nggi paytlarda statsionar fazaga ega eritilgan kremniydan yasalgan kapillyar ustunlar eng keng tarqalgan. Bunday ustunlarning uzunligi yuzlab va hatto minglab metrlarga etishi mumkin, garchi uzunligi 30-60 m bo'lgan ustunlar ko'proq ishlatiladi.

Kalonkalarni statsionar faza bilan zich qilib to'ldirish, shuningdek, butun xromatografiya jarayonida ustun harorati doimiy bo'lishini ta'minlash juda muhimdir. Haroratni saqlashning aniqligi 0,05-0,1°C bo'lishi kerak. Termostatlar haroratni aniq nazorat qilish va ushlab turish uchun ishlatiladi.

Detektorlar

Detektorlar xromatografik kalonkaning chiqish joyidagi moddalar kontsentratsiyasini uzluksiz o'lchash uchun mo'ljallangan. Detektorning ishlash printsipli mobil fazada mavjud bo'lmagan analitik komponentning xususiyatini o'lchashga asoslangan bo'lishi kerak.

Gaz xromatografiyasida quyidagi turdagi detektorlar qo'llaniladi:

- olovni ionlash detektori
- issiqlik o'tkazuvchanlik detektori (katarometr)
- elektron tortishish detektori
- olov fotometrik detektori
- termion detektori
- fotoionizatsiya detektori
- massa spektrometri
- FT-IR spektrometri

Gaz xromatografiyasi nisbatan past haroratlarda (odatda 250°C dan baland emas) gaz holatiga oson o'tadigan moddalar aralashmasini ajratish va aniqlashda qo'llash mumkin. Gaz xromatografiyasining gaz-qattiq faza turidan ko'ra gaz-suyuqlik turi keng tarqalgan.



Gaz-suyuqlik xromatografiyasida aralashmani komponentlarga ajratish, qo'zg'almas suyuq faza plyonkasida ajratiluvchi komponentlarning turli erish (absorbsiyalanish) darajasiga asoslanadi. Gazning suyuqlikda erishi Genri qonuni bilan aniqlanadi:

$$C_s = K \cdot C_G$$

bu yerda C_s va C_G – suyuq faza va gaz fazadagi komponentning muvozanatli konsentratsiyasi; K – Genri konstantasi.

K kattaligi qancha baland bo'lsa, ushbu komponent yaxshi eriydi. Qo'zg'almas suyuq faza ajratilayotgan moddalar tabiatiga qarab tanlanadi. Uglevodorodlarni tahlil qilishda qo'zg'almas sifatida skvalendan foydalaniladi, aromatik va galogenlangan birikmalarni taxlil qilishda – benzildifenil, ko'p qutubli moddalar tahlilda – polietilenglikol, FOS (fosforoorganik birikmalar) tahlilda – silikon moyi va h.k. Kolonkadan doimiy tarzda inert gaz tashuvchi (elyuyent) oqimi yuboriladi. SX dagi elyuyentdan farqli ravishda, GX da gazni tanlash ixtiyoriy.

Belgilangan vaqtda gaz tashuvchiga kolonkaga kirishidan oldin oz miqdorda tahlil namunasi kiritiladi. Gaz-tashuvchi uni tortadi va kolonka bo'ylab tashiydi. Kolonkada joylashgan suyuqlik bilan ta'sirlashib namuna komponentlari suyuqlikda qisman eriydi. Kolonkadan doimiy gaz-tashuvchi o'tganligi sababli, komponent zonasi kolonka bo'ylab harakatlanadi. Bunda zonaning old qismida (front zona) komponent absorbsiyasi, orqa qismida esa – desorbsiya sodir bo'ladi.

Ushbu komponent qo'zg'almas suyuqlikda qanchalik yaxshi erisa, uning kolonkadagi harakat tezligi shuncha past bo'ladi. Boshqa so'z bilan aytganda, komponent eruvchanligi qancha yuqori bo'lsa, u kolonka suyuqligida shuncha ko'p ushlanadi. Shu sababli komponentning kam eruvchi zonalari oldinga o'tadi, yaxshi eruvchi zonalar – orqada qoladi. Shu tariqa, kolonkada alohida komponentlarning ajralishi sodir bo'ladi.

Hozirgi kunda turli xromatografiya usullarida qo'llanishi mumkin bo'lgan ko'plab xromatograflar ishlab chiqarilmoqda.

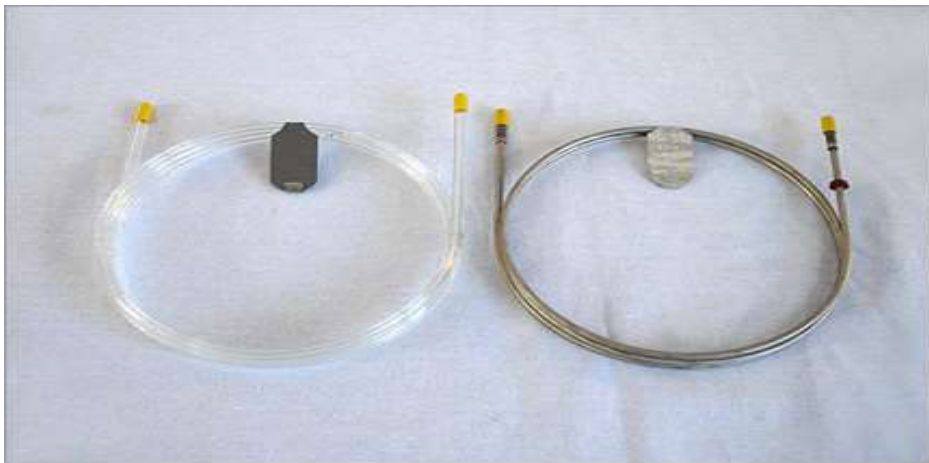
Xromatografning asosiy qismi – bu kolonka: aynan kolonkada ajratish jarayoni sodir bo'ladi. Kolonkadan chiqayotgan modda miqdori detektor orqali qayd qilib boriladi, yozuvchi (yoki ekran)

lentaga (yoki ekranga) detektor signalini xromatogrammaga yozib boradi.

Eng zamonaviy xromatograflar bir nechta kolonkalar, turli detektorlar to'plami, namunani avtomatik tayyorlash va kiritish qurilmasi, shuningdek, kompyuterni o'z ichiga oladi. Unda ma'lumotlar banki bo'lib, keng axborot bilan ta'minlaydi.

Saqlovchi qurilmalar va kuchli prossessorlarni kiritish hozirgi kunda xromatografik cho'qqilarni aniqlashni yaxshilash va miqdoriy tahlil qilish imkonini beradi, shuningdek uskunani keyinchalik rivojlantirish imkonini beradi. Buning uchun butun xromatografik tizimning qat'iy izchil ishlashi talab etiladi: namunani kiritishdan boshlab, qo'zg'aluvchi faza va detektorni oqilona tanlashgacha, shuningdek subektiv xatolarni bartaraf qilish va natijalarni qayta ishlash tezligini oshirish uchun jarayonni to'liq avtomatlashtirish.

Xromatografning yuragi – bu xromatografik kolonka. Kolonkalarining ikki turi mavjud: nasadkali va kapillyarli.



Nasadkali kolonkalar



Kapilyarli kolonkalar

Gaz xromatografi uchun nasadkali kolonkalar shisha, plastmassa yoki metall quvurchalar bo'lib, uzunligi 1 dan 50 m gacha, ichki diametri 1.5 dan 6 mm gacha bo'ladi. Uzunroq kolonkalar yaxshiroq ajralishni ta'minlaydi biroq, bosim o'zgarib turishi sababli bir qator qiyinchiliklar tug'dirishi mumkin. Kolonka "nasadka" bilan – qattiq sorbent yoki qo'zg'almas suyuq faza surtilgan qattiq asos bilan to'ldirilgan bo'ladi. Inert qattiq tashuvchi zarralarining o'rtacha o'lchami 160 mkm. Suyuq plyonka notekis surtilganligi sababli, uning qalinligini aniq aytib bo'lmaydi. Tahliliy kolonkalarda 100g qattiq tashuvchiga 0.5dan 5 g gacha suyuq qo'zg'almas faza to'g'ri keladi.

Kapillyarli kolonkalarda kolonka devorini o'zini qattiq asos sifatida qo'llash mumkin. Bunda metall, neylon yoki kvarsdan tayyorlangan kolonka (odatda 10-100 m uzunlikda) devoriga yupqa qilib surtilgan qo'zg'almas faza qo'llaniladi. Bu texnologiya aralashmalarni ajratish ko'rsatgichlarini

sezilarli darajada yaxshilash imkonini berdi. Kapillyar kolonkalar diametri kichik (0.25 mm gacha). Kolonka ichki qoplamasini surtishni bir necha usuli mavjud. Masalan, kolonkaning 1% uzunligi uchuvchan eritmada eritilgan 10% li eritma bilan to'ldiriladi, so'ng ushbu suyuqlik kapillyar bo'ylab havo bilan haydaladi (bunda devorda yupqa qatlam qoladi) va qoldiq eritma gaz oqimi bilan tozalanadi.

Xromatografiya – gibrid tahlil usuli bo'lib, bunda ajratish va o'lchash birgalikda amalga oshiriladi. Bu usul ko'p komponentli aralashmalarni ajratish, komponentlarni va uning miqdoriy tarkibini aniqlash imkonini beradi. Shu sababli signalni aniqlash (shuningdek uni yozish va qayta ishlash) muhim hisoblanadi.

Detektor – doimiy ishlovchi, aniqlanayotgan moddalarga tahliliy signal beruvchi qurilma hisoblanadi. Tahliliy signal qo'zg'aluvchi fazadagi modda paydo bo'lishi bilan bog'liq bo'lgan har qanday o'zgarish hisobiga paydo bo'ladi. Detektorlar turli xususiyatlarga ko'ra sinflanadi.



1) Ular quyidagicha bo'lishi mumkin:

universal–ko'p moddalarni qayd qiluvchi;

selektiv – faqat aniq kimyoviy birikmalariga nisbatan sezuvchan; **spesifik** – yuqori selektivlikka ega bo'ladi.

2) xromatogrammaga yozish usuliga qarab detektorlar quyidagilarga bo'linadi:

Integral (bunday detektorlar kolonkadan ma'lum vaqt oralig'ida chiqqan komponentlarning umumiy miqdorini qayd qiladi)

Differensial (qo'zg'aluvchi fazadagi modda paydo bo'lishi bilan bog'liq bo'lgan har qanday o'zgarishni darhol qayd qiladi).

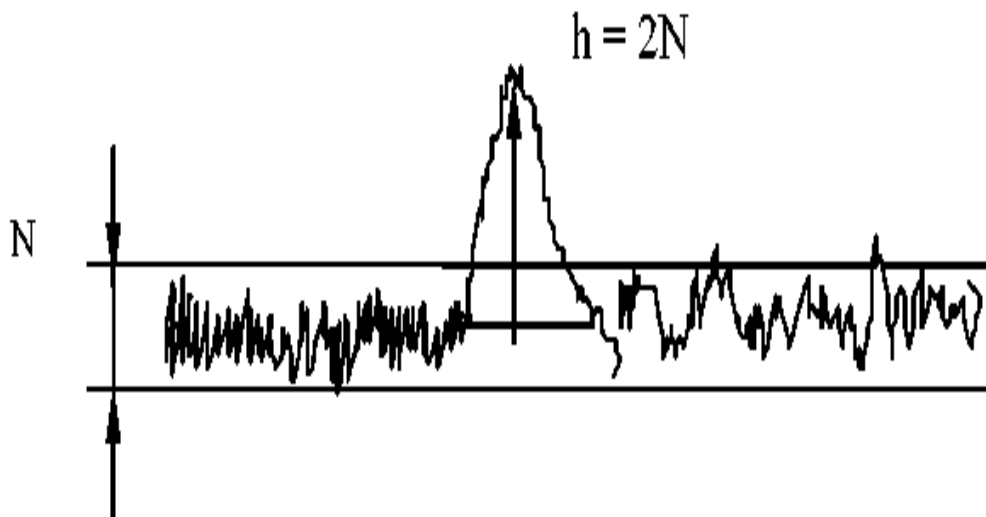
Barcha detektorlar quyidagi parametrlar bilan ifodalanadi:

1.Syezuvchanlik – detektorning aniqlangan modda miqdoriga munosabati: ushbu munosabat qancha ko'p bo'lsa, detektorning sezuvchanligi shuncha yuqori bo'ladi;

2.Natijalarni qayta ishlash – miqdoriy qiymat bo'lib, xromatografga bir xil namunani qayta kiritilgandagi signallar farqlanishi xizmat qiladi;

3.Ishning barqarorligi – harorat o'zgarishlariga va qo'zg'aluvchi faza oqim tezligiga past sezuvchanlik;

4.Aniqlash chegarasi – aniqlanayotgan moddaning minimal miqdori, bunda ikkiga (ba'zida uchga) ko'paygan signal shovqiniga (N) teng signal (h) hosil qiladi:



5. Chiziqli signal diapazoni – namunadagi modda konsentratsiyasiga tahliliy signal kattaligining chiziqli bog‘liqligi intervali. Har bir detektor aniq konsentratsiya diapazonidagi chiziqli signalga ega bo‘ladi.

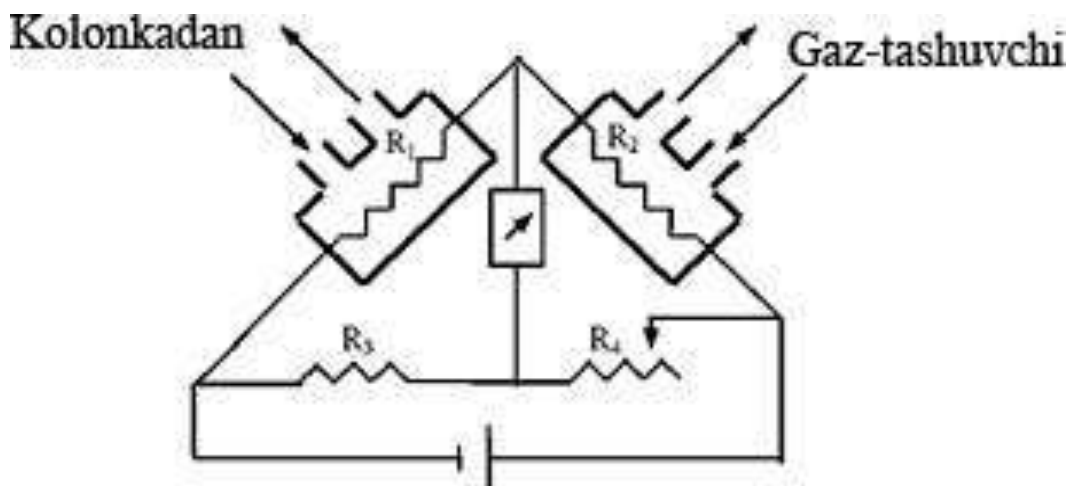
Bundan tashqari detektorlarga ikkilamchi talablar ham qo‘yiladi: ular oddiy, ishlatishga qulay, havfsiz ishlashi, ishonchli va oson topiladigan qurilma bo‘lishi kerak.

Xromatografiyaning har xil turlarida har xil detektorlar qo‘llaniladi. Masalan gaz xromatografiyasi uchun bir necha o‘nta detektorlar tasvirlangan, lekin qurilma to‘plamiga odatda 4-6 ta detektor kiradi. Eng keng qo‘llaniladigan detektorlar universal detektorlar – katarometr va alanga-ionizatsion detektor (AID), shuningdek selektiv – elektron tutish va yorqin-fotometrik. Suyuqlik xromatografiyasi ko‘pincha spektrofotometrik, lyuminissiyent va elektrokimyoviy (konduktometrik, qutbgrafikli) detektorlar qo‘llaniladi.

Issiqlik o‘tkazuvchanligi bo‘yicha detektor (katarometr). Bu universal detektorlar ko‘pincha gaz xromatografiyasida keng qo‘llaniladi. U quyidagicha tuzilgan: metall blok bo‘shlig‘iga yuqori termik qarshilikka ega metall spiral joylashgan bo‘ladi (ular platina, volfram, ularning qotishmasi, nikel bo‘lishi mumkin).

Spiral bo‘ylab doimiy tok o‘tadi, va u qiziydi. Agar katarometrqa faqat gaz-tashuvchi kelib tushsa, tashuvchi va spiral orasida issiqlik almashinish sodir bo‘ladi, va harorat o‘zgarmaydi. Agar gaz tarkibi o‘zgarsa gazning issiqlik o‘tkazishi o‘zgaradi va spiral harorati o‘zgaradi. Buning hammasi Uitston ko‘prigi yordamida o‘lchaydigan ipning qarshiligini o‘zgartiradi (1-rasm).

Bu sxemada – ikki o‘xshash kamera, birinchisiga kolonkadan gazli aralashma, ikkinchisiga ballondan (solishtirish uchun) toza gaz-tashuvchi keladi. Ikkala kameradan gaz-tashuvchi o‘tayotganda, detektor nolga sozlanadi. Ishchi kamerada aralashma komponentlari paydo bo‘lishi bilan ko‘prik muvozanati yo‘qoladi, va qayd qiluvchi moslama chiquvchi egri chiziqni qayd qilib boradi.



Alanga-ionizasion detektor (AID). Bu detektorda kolonkadan chiqayotgan gaz vodorod bilan aralashadi va gorelka forsunkasiga kiradi, u yerda zarralar ionlashuvi sodir bo‘ladi. Ular detektorning elektronlar orasidagi bo‘shliqni to‘ldiradi, natijada alanganing elektr qarshiligi pasayadi va tok keskin ko‘payadi. AID yordamida faqat alangada ionliziyaalanadigan birikmalar, ya’ni C-C va C-N bog‘lar bilan bo‘lgan uglerod tutuvchi birikmalarni aniqlash mumkin.

Elektron tutish detektor (ET). Bu detektorni ishlash prinsipi ko‘p molekulalar barqaror anionlar hosil bo‘lishi bilan elektronlar bilan ta’sirlasha olishiga asoslangan. Bu detektor o‘zida galogenlar, fosfor, oltingugurt, nitratlar, qo‘rg‘oshin, kislorod tutuvchi birikmalarni aniqlashda qo‘llanishi mumkin, ammo u ko‘plab uglevodorodlarni aniqlay olmaydi.

Atom-emission detektor. Bu detektor hozirda juda kam uchraydi: atom-yemission spektrometrini gaz xromatografiga ulash ancha vaqt natija bermadi. Detektorning ishlash prinsipi, namuna sepilganidan so‘ng atomlar yuqoriroq energetik darajaga qo‘zg‘aladi, so‘ng oldingi holatiga qaytadi, o‘zidan xususiy to‘lqin uzunliklarda yorug‘lik chiqaradi.

Atomlarni qo‘zg‘atish uchun mikroto‘lqinli nurlanish bilan indusirlangan plazma qo‘llaniladi. Detektorning spektral sxemasiga difraksion to‘r kiradi. Tahliliy signalni qayd qilish kompyuterda amalga oshiriladi.

Atom-emission detektor bilan 40 dan ortiq elementlarni aniqlash mumkin, shuningdek turli uglerod, vodorod, kislorod va azot izotoplarini aniqlash mumkin.

Amaliy qiyinchiligi shundaki, plazma tayyorlash uchun juda toza geliydan foydalanish kerak (gaz-tashuvchi): uning tozaligi 99.9999% dan kam bo‘lmasligi kerak.

Alanga-fotometrik detektor vodorod alangasida moddalarning nur tarqatish intensivligini o‘lchaydi (ya’ni alanga-emission prinsipi bo‘yicha ishlaydi). Moddalar yonganda hosil bo‘ladigan atomlar qo‘zg‘aladi, va o‘z holiga qaytganidan so‘ng o‘ziga xos nur tarqatadi. Detektorda qo‘llaniladigan optik filtrlar (odatda - interferension), aniqlanayotgan birikmalarga xos spektral chiziqlarni ajratadi. Detektor ko‘proq fosfor tutuvchi va oltingugurt tutuvchi moddalarni yaxshi sezadi (to‘lqin uzunligi 526 va 394 nm). Nurlanish fotoko‘paytirgich bilan qabul qilinadi va kuchaytiriladi.

Bunday selektiv detektorni qo‘llash namunalarni o‘lchashga tayyorlashdagi mehnatga bo‘lgan ehtiyojni pasaytiradi. Biroq alangada sodir bo‘ladigan kimyoviy reaksiyalar gaz oqimi tezligi va haroratiga bog‘liq bo‘ladi.

Detektorning barqaror ishlashiga ta’sir qiluvchi eng muhim omil bu vodorodning havo bilan nisbati va detektor kallagining harorati hisoblanadi.

Mass-selektiv detektor. Gaz-suyuqlik xromatografiyasi uchun detektorning boshqalariga

qaraganda bir qator afzalliklari mavjud. U faqat tahlil qilinayotgan birikmani xromatografik kolonkada ushlanish vaqtiga qarab aniqlabgina qolmay, uning mass-spektrini etalon namuna mass-spektri bilan ham solishtiradi. Bundan tashqari standart namuna bo'lmaganda bu metod birikma spektrlari va ma'lumotlar bankidagi birikma spektrlari bilan solishtirib birikma tarkibini aniqlay oladi (ushbu ko'rsatgich kolonkaning ekspluatatsiya vaqtiga bog'liq bo'lishi mumkin, shuning uchun bu holatda standart namuna zarur bo'ladi).

Shuni ta'kidlash lozimki, mass-selektiv detektorli gaz-suyuqlik xromatografiyasini oldin noma'lum bo'lgan birikmalar bilan qo'llash ham mumkin.

Nazorat savollari

1. Xromatografiyadagi detektorlarning asosiy turlari.
2. Mass-selektiv detektorning xususiyatlari va afzalliklari.
3. Alanga ionizasion detektor.
4. Katarometr.
5. Alanga-fotometrik detektor.

5-MA'RUZA.YUQORI SAMARALI SUYUQLIK XROMATOGRAFIYA USULI

Reja:

1. Suyuq xromatografiyaning printsipi
2. HPLC ning ishlatilish sohalari.
3. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida qo'llaniladigan adsorbentlar.
4. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasining turlari.
5. HPLC ning ishchi qismlari.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC, Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi) moddalarning murakkab aralashmalarini ajratishning samarali usullaridan biri bo'lib, u ham analitik kimyoda, ham kimyoviy texnologiyada keng qo'llaniladi. Xromatografik ajratishning asosi ajralayotgan aralashmaning tarkibiy qismlarining fazalar chegarasida van-der-Vaals o'zaro ta'sirining murakkab tizimida (asosan molekulalararo) ishtirok etishidir. Tahlil qilish usuli sifatida HPLC o'rganilayotgan ob'ektlarning murakkabligi tufayli dastlabki murakkab aralashmani nisbatan sodda bo'lganlarga oldindan ajratishni o'z ichiga olgan usullar guruhining bir qismidir. Keyin olingan oddiy aralashmalar an'anaviy fizik-kimyoviy usullar yoki xromatografiya uchun ishlab chiqilgan maxsus usullar bilan tahlil qilinadi.

Suyuq xromatografiyaning printsipi aralashmaning tarkibiy qismlarini bir-biriga aralashmaydigan ikkita faza o'rtasidagi muvozanat taqsimotidagi farqdan kelib chiqqan holda ajratishdan iborat bo'lib, ulardan biri statsionar, ikkinchisi harakatchan (eluent).

HPLC ning o'ziga xos xususiyati yuqori bosimli (400 bargacha) va nozik taneli sorbentlardan (odatda 3-5 mkm, hozir 1,8 mkmgacha) foydalanishdir. Bu moddalarning murakkab aralashmalarini tez va to'liq ajratish imkonini beradi (o'rtacha tahlil vaqti 3 dan 30 minutgacha).

HPLC usuli kimyo, neft kimyosi, biologiya, biotexnologiya, tibbiyot, oziq-ovqat sanoati, atrof-muhitni muhofaza qilish, dori vositalari ishlab chiqarish va boshqa ko'plab sohalarda keng qo'llaniladi.

Tahlil qilinayotgan yoki ajratilgan moddalarni ajratish mexanizmiga ko'ra, HPLC adsorbsion, taqsimlash, ion almashish, chiqarib tashlash, ligand almashish va boshqalarga bo'linadi.

Shuni yodda tutish kerakki, amaliy ishda ajratish ko'pincha bitta emas, balki bir vaqtning o'zida bir nechta mexanizmlar bilan amalga oshiriladi. Shunday qilib, istisno ajratish adsorbsion effektlar, adsorbsiya - taqsimlash va aksincha murakkablashishi mumkin. Bunda namunadagi moddalarning ionlanish darajasi, asoslilik yoki kislotalilik, molekulyar og'irlik, qutblanish qobiliyati va boshqa ko'rsatkichlari bo'yicha farqi qanchalik katta bo'lsa, bunday moddalarning turlicha ajratish mexanizmi ehtimoli shunchalik yuqori bo'ladi.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya suyuqlik xromatografiyasi usulining bir ko'rinishi bo'lib, bunda qo'zg'aluvchan faza - elyuyent kolonkadagi sorbentdan katta tezlikda yuqori bosim ostida o'tadi. Usul yuqori va quyi molekulyar issiqlikka chidamsiz moddalarni ajratib olishga, ularning chinligini va miqdorini aniqlashga imkon beradi.



Hozirgi zamon xromatografiyalari quyidagi qismlardan tashkil topgan: yuqori samarali kolonka, dozator, yuqori bosimli nasos, yozuv qurilmali detektor, mikroprotsessor. Xromatograflar, shuningdek namunalarni avtomatik ravishda kolonkaga yuborish, reja asosida xromatografiyalash muhitini ushlab turish, ajratish jarayonining qulay sharoitini avtomatik tanlab berish, tahlil qilinayotgan aralashma tarkibidagi moddalarning chinligi va miqdorini aniqlab beruvchi moslamalar bilan ta'minlangan.

Yuqori bosimli nasos (200-500 atm gacha) elyuyentni berilgan doimiy tezlikda kolonkaga yetkazib beradi. Ba'zida mikrokolonkali xromatograflarda nisbatan past bosimli nasoslar qo'llaniladi (1-20 atm gacha). Xromatografik kolonkalar zanglamaydigan po'lat (yoki shisha)dan tayyorlangan bo'lib, uzunligi 10-25 sm, ichki diametri 0,3-0,8 sm (ko'pincha 0,4-0,5 sm) ga teng. Kolonkalar diametri 5-10 mkmbolgan dumaloq yoki notekis shakldagi adsorbent bilan yuqori bosimda suspensiyon usul yordamida to'ldiriladi. Suspensiyon usul bilan to'ldirilganda sorbent kolonkada bir

tekis bo'lib zich joylashadi. Mikrokolonkali xromatograflarda kolonkalarining uzunligi va ichki diametri kichik bo'ladi (0,1-0,2 sm va undan ham kichik).

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida qo'llaniladigan adsorbent zarrachalari yuqori bosim ostida parchalanmasligi kerak. Zich joylashgan kichik diametrli (5-10 mkm) adsorbent bilan to'ldirilgan kolonkalar aralashmalarni yuqori samarali xromatografik taqsimlash xususiyatiga ega. Xromatografiyalash jarayoni ketayotgan vaqtda kolonka harorati $\pm 0,1^{\circ}\text{S}$ aniqlikda ushlab turiladi. Xromatografik taqsimlanish ko'pincha 20-25 $^{\circ}$ da olib boriladi.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida ko'pincha refraktometrik yoki flyuorimetrik, to'lqin uzunligi o'zgaruvchan (190-900 nm) yoki o'zgarmaydigan (ko'pincha 254 nm) spektrofotometrik, shuningdek, alanga-ionlanish, elektro-kimyoviy, mass-spektrometrik va boshqa detektorlar ishlatiladi.

Adsorbent sifatida ko'pincha gidroksil guruhlar bilan qoplangan silikagel, turli funksional guruhlar bilan ishlangan silikagel, alyuminiy oksidi, polimerlar, amaliyotda esa tayyor kolonkalar ishlatiladi. Silikagel bilan to'ldirilgan kolonkalar bilan ishlashda elyuyent sifatida uglevodorodlar, ba'zida esa turli erituvchilar yoki spirt bilan aralashtirilgan uglevodorodlardan foydalaniladi.

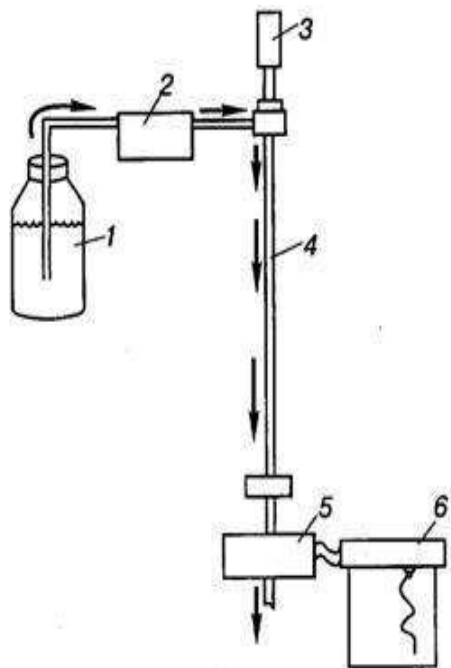
Gidrofob guruhlar bilan qoplangan silikagel bilan to'ldirilgan kolonkalarni yuvishda esa tarkibida quyi spirtlar yoki atsetonitril bo'lgan suvli eritmalar ishlatiladi. Ba'zida erituvchilar ikki marta tozalangan bo'lishi kerak. Tuz, kislota va asos ko'rinishidagi organik birikmalarni ajratishda juft-ion xromatografik usuldan foydalaniladi. Bunda gidrofob guruhlar bilan qoplangan silikagel adsorbenti, anion yoki kation tarkibida gidrofob guruh saqlovchi ionli birikmalar qo'shilgan suv-spirtli yoki suv-atsetonitrilli elyuyentlar ishlatiladi.

Organik tuzilishga ega bo'lgan anion va kationlarni ion-almashinish suyuqlik xromatografiyasi yordamida ajratiladi. Adsorbentlar sulfo-, karboksil- yoki aminoguruhlar bilan qoplangan bo'lishi kerak. Elyuyent sifatida ma'lum pH muhitga va ion kuchiga ega bo'lgan suvli bufer eritmalar ishlatiladi.

Metal kationlari bilan kompleks hosil qiluvchi moddalarni ajratishda ligand almashinish xromatografiyasi usulidan foydalaniladi. Taqsimlanish yoki moddalarning ajralishi tekshirilayotgan birikmalarning koordinatsion bog'lar hosil qilish xususiyatlari o'rtasidagi farqqa asoslangan bo'lib, ko'pincha aminokislotalarning izomerlari tahlil qilinadi. Adsorbentlar metal ionlari va ajralayotgan modda bilan kompleks birikmalar hosil qiluvchi guruhlar bilan qoplangan bo'ladi.

Moddalarning ajralish darajasi xromatogrammadagi ikki qo'shni cho'qqilarning balandliklari o'rtasidagi masofa va xromatografik chizmaning kengligi bo'yicha aniqlanadi. Cho'qqilar balandligi o'rtasidagi masofa aniqlanuvchi moddaga nisbatan adsorbentning selektivligiga, kengligi esa adsorbentning joylashishiga va elyuyentning quyuqlik darajasiga bog'liq. Yuqori samarali kolonka adsorbentning selektivligi kichik bo'lsa ham moddalarni ajratib berish xususiyatiga ega.

Moddalar miqdorini aniqlashda xromatogramma mutlaq kalibrlash yoki ichki standartlar (gaz xromatografiyasi usuli kabi) usullari yordamida tahlil qilinadi. Yot moddalar xromatogrammadagi cho'qqilarni solishtirish bo'yicha aniqlanadi. Bir hil muhitda moddaning kolonkadan chiqish vaqti bir xil va doimiy bo'ladi va bu xususiyatdan aniqlanuvchi birikmaning chinligini aniqlashda foydalaniladi. Miqdoriy tahlilda cho'qqilar yuzalari hisoblanadi, chunki cho'qqi yuzasi moddaning miqdoriga to'g'ri mutanosib.



1-rasm . Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilish chizmasi

- 1 - qo'zg'aluvchan faza solingan idish,
- 2 - nasos,
- 3 – tekshiriluvchi namunani kiritish joyi,
- 4 – xromatografiyalash kolonkasi,
- 5 - detektor

Hozirgi kunda YuASX ning bir necha turlari rivojlanib bormoqda.

Adsorbsion xromatografiya. Suyuqlik xromatografiyasining adsorbsion turida qo'zg'almas faza va qo'zg'aluvchi fazaning qutbiga bog'liq holda normal fazali (NFX) va teskari fazali (TFX) xromatografiyaga ajratiladi. NFX da qutbli qo'zg'almas faza va qutbsiz qo'zg'aluvchi faza qo'llaniladi, TFX da aksincha. Ikkala usulda ham qo'zg'aluvchi fazani tanlash muhim hisoblanadi. Odatda qo'zg'aluvchi faza elyuirlovchi kuchi o'zgarganda ajralish sodir bo'ladi.

Taqsimlanuvchi xromatografiya. Bu usulda modda ikki bir-biriga aralashmagan suyuqlikda erish darajasiga qarab taqsimlanadi. Hozirgi kunda qo'zg'almas tashuvchi yuzasiga kimyoviy ulangan qo'zg'almas fazadan foydalaniladi.

Ion almashinuv, ionli, ion-juftli xromatografiya. Bu usul qattiq fazaga bog'langan ionlarning kolonkaga tushadigan elyuyent ionlari bilan surib chiqaruvchi dinamik jarayonga asoslanadi. Bunda organik va noorganik ionlarni ion almashgichda bir belgi zaryadi bilan ajratish amalga oshiriladi.

Eksklyuzion xromatografiya – komponentlarni ajralishi molekulalarning sorbent g'ovaklaridagi erituvchi va kolonkadan o'tuvchi erituvchida o'lchamiga muvofiq holda taqsimlanishiga asoslanadi. ajratish jarayonida mayda zarralar polimer to'rda ushlab qolinadi, kattalari qo'zg'aluvchi faza bilan yuvib chiqariladi. Avval katta zarralar, so'ng o'rtacha, oxirida mayda zarralar elyuirilanadi.

Asbob odatda gazzizlantirish tizimiga ega bo'lgan mobil faza tayyorlash moslamasidan, nasos tizimidan, mobil fazali aralashtirgichdan (agar kerak bo'lsa), namuna quyish moslamasidan (injektor), xromatografiya ustunidan (haroratni nazorat qilish ustunidan foydalanish mumkin) iborat. detektor va ma'lumotlarni yig'ish va qayta ishlash tizimi (birlashtiruvchi qurilma yoki magnitafon). Bundan tashqari, xromatograf quyidagilarni o'z ichiga olishi mumkin: namuna tayyorlash tizimi va ustundan oldingi reaktor, ustunni almashtirish tizimi, ustundan keyingi reaktor va boshqa jihozlar. Bir yoki bir nechta konteynerlardan harakatlanuvchi faza odatda doimiy tezlikda ustun orqali, keyin esa detektor orqali oqadi.

NASOSLASH TIZIMI

Mobil fazaning boshqariladigan oqim tezligini ta'minlash uchun nasos tizimi talab qilinadi. Bosim tebranishlarini kamaytirish kerak, masalan, bosimli mobil fazani damping qurilmasi orqali

o'tkazish. Kapillyarlar va bog'lovchi tugunlarning o'tkazuvchan tizimi nasos tizimining ishlashi paytida paydo bo'ladigan bosimga bardosh berishi kerak. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida ishlatiladigan nasos tizimlari degazatorlar bilan jihozlanishi mumkin.

Mikroprotsessor bilan boshqariladigan mobil fazani etkazib berish tizimlari ma'lum bir dasturga muvofiq doimiy (izokratik elyusiya) yoki o'zgaruvchan (gradient elyusiya) tarkibining mobil fazasini aniq etkazib berishni ta'minlashi kerak. Gradientli elyusiya holatida erituvchi (lar)ni bir nechta tanklardan etkazib beradigan nasos tizimlari qo'llaniladi, ularning aralashuvi nasoslar tomonidan yaratilgan past yoki yuqori bosimda sodir bo'ladi.

NAMUNA KIRISH BIRLIGI (INJEKTOR)

Sinov namunasi eritmasi yuqori bosimli namuna quyish moslamasi yordamida ustunning mobil fazali oqimiga kiritiladi. Namunani in'ektsiya qilish uchun qo'lda yoki avtomatik ravishda boshqarilishi mumkin bo'lgan qattiq hajmli dispenserlar yoki sozlanishi hajmli qurilmalar qo'llaniladi. Dispenser halqasini qo'lda qisman to'ldirish AOK qilingan namuna hajmining aniqligini pasaytiradi.

STATSION FAZA

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi statsionar fazalarning ko'p turlaridan foydalanadi:

- normal fazali xromatografiyada ishlatiladigan silikagel, alumin yoki g'ovakli grafit, bunda ajratish adsorbsiya va massa taqsimotidagi farqlarga asoslanadi (bo'linish xromatografiyasi);

- oddiy fazada (adsorbsion xromatografiya) va teskari fazali xromatografiyada qo'llaniladigan polimerlar, silikagel yoki g'ovakli grafitdan tayyorlangan ko'p sonli kimyoviy modifikatsiyalangan tashuvchilar, bunda ajratish harakatlanuvchi va statsionar faza o'rtasidagi molekulalarni ajratishga asoslangan;

- kislotali yoki asosli guruhlar bilan o'zgartirilgan, ion almashinadigan xromatografiyada qo'llaniladigan qatronlar yoki polimerlar, bunda ajratish ajratiladigan ionlar va harakatlanuvchi faza ionlari o'rtasidagi raqobatdosh o'zaro ta'sirga asoslangan;

- g'ovakli silikagel yoki o'lchamni istisno qilish xromatografiyasida ishlatiladigan polimerlar, bunda ajratish sterik chiqarib tashlashga mos keladigan molekulyar o'lchamdagi farqga asoslanadi;

- kimyoviy modifikatsiyalangan maxsus statsionar fazalar, masalan, tsellyuloza yoki amiloza hosilalari, oqsillar va peptidlar;

- siklodekstrinlar va boshqalar enantiomerlarni ajratish uchun ishlatiladi (xiral statsionar fazalarda xromatografiya);

- turli turdagi suyuqlik xromatografiyasining yuqori samarali modifikatsiyalarida qo'llaniladigan boshqa statsionar fazalar.

Ko'pgina ajralishlar statsionar faza sifatida kimyoviy modifikatsiyalangan silika gel va mobil faza sifatida qutbli erituvchilar o'rtasidagi bo'linish mexanizmiga asoslanadi. Tashuvchining yuzasi, masalan, silikagelning silanol guruhlari turli silan reagentlari bilan reaksiyaga kirishib, tashuvchining yuzasida har xil miqdordagi faol guruhlarni qoplaydigan kovalent bog'langan silil hosilalarini hosil qiladi. Bog'langan fazaning tabiati xromatografik tizimning ajratish xususiyatlarini aniqlaydigan muhim xususiyatdir.

Quyida eng ko'p ishlatiladigan bog'langan fazalar keltirilgan:

Oktil	– Si-[CH ₂] ₇ -CH ₃	C ₈
Oktadesil	– Si-[CH ₂] ₁₇ -CH ₃	C ₁₈
Fenil	– Si-[CH ₂] _n -C ₆ H ₅	C ₆ H ₅
Sianopropil	– Si-[CH ₂] ₃ -CN	CN

Aminopropil – $\text{Si}-[\text{CH}_2]_3-\text{NH}_2$ NH_2

Diolli – $\text{Si}-[\text{CH}_2]_3-\text{O}-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{OH}$

Agar ishlab chiqaruvchi tomonidan boshqacha tartib belgilanmagan bo'lsa, kolonkalaridagi silika asosidagi teskari fazali statsionar faza 2,0 dan 8,0 gacha bo'lgan pH qiymatlarida mobil fazalarda barqaror hisoblanadi. G'ovakli grafit yoki polimer materiallarning zarralari bo'lgan ustunlar, masalan, divinilbenzol bilan stirol kopolimeri kengroq pH diapazonida barqarordir.

Ba'zi hollarda tahlil qilish uchun normal fazali xromatografiya qo'llaniladi, unda statsionar faza sifatida modifikatsiyalanmagan silikagel, g'ovakli grafit yoki kimyoviy modifikatsiyalangan qutbli guruhlar (masalan, siyanopropil yoki diol) bilan silikagel ishlatiladi.

Amaldagi statsionar fazalarning ko'pchiligi uchun zarracha hajmi 2 mkm dan 10 mkm gacha. Zarrachalar sharsimon yoki tartibsiz shaklga, har xil g'ovaklikka va o'ziga xos sirt maydoniga ega bo'lishi mumkin. Bu parametrlar muayyan statsionar fazalarning xromatografik harakatini aniqlaydi. Teskari fazali xromatografiyada qo'shimcha hal qiluvchi omillar statsionar fazaning tabiati, uglerod miqdori bilan ifodalangan bog'lanish darajasi va endkapping (ya'ni, qolgan silanol guruhlarining sililatsiyasi) hisoblanadi. Qoldiq silanol guruhleri, ayniqsa, asosiy moddalar uchun cho'qqining orqa tomonining bulg'anishiga sabab bo'lishi mumkin.

G'ovakli zarrachalarga qo'shimcha ravishda, sirt g'ovakli yoki monolitik materiallardan foydalanish mumkin.

Monografiyada boshqa ko'rsatkichlar bo'lmasa, analitik xromatografiyada turli uzunlikdagi va ichki diametrli zanglamaydigan po'latdan yasalgan ustunlar qo'llaniladi. Ichki diametri 2 mm dan kam bo'lgan ustunlar ko'pincha mikro ustunlar deb ataladi. Tahlil paytida mobil faza va ustunning harorati doimiy bo'lishi kerak. Ko'pgina tahlillar xona haroratida amalga oshiriladi, ammo ustunning optimal ishlashi uchun boshqa haroratlar talab qilinishi mumkin.

MOBIL FAZA

Oddiy fazali xromatografiyada odatda mobil fazaning elutsiya kuchini tartibga soluvchi qutbli organik birikmalarning kichik qo'shilishi bilan past qutbli organik erituvchilar (geksan, siklogeksan, geptan va boshqalar) ishlatiladi. Oddiy fazali xromatografiyada takrorlanadigan natijalarni olish uchun mobil fazada ishlatiladigan erituvchilarning suv tarkibini qat'iy nazorat qilish kerak.

Teskari fazali xromatografiya organik erituvchilarni o'z ichiga olgan yoki bo'lmagan suvli harakatlanuvchi fazalardan foydalanadi. Organik qo'shimchalar odatda qutbli organik erituvchilardir (asetonitril va metanol). Ajratishni optimallashtirish uchun ma'lum bir pH qiymatiga ega bo'lgan suvli eritmalar, xususan, bufer eritmaları, shuningdek, mobil fazaga turli qo'shimchalar qo'llanilishi mumkin: kislotali birikmalarni ajratishda fosforli va sirka kislotalari; asosiy birikmalarni ajratishda ammiak va alifatik aminlar va boshqa modifikatorlar.

Ko'chma faza komponentlari odatda 0,45 mkm dan katta zarrachalarni (yoki statsionar faza 2 mkm dan kichik zarrachalardan iborat bo'lsa, shuningdek, yorug'lik tarqalish detektor kabi maxsus detektorlar ishlatilsa, 0,2 mkm) olib tashlash uchun filtrlanadi. Ko'p komponentli mobil fazalarni tayyorlashda alohida komponentlarning o'lchangan hajmlari (agar massalar ko'rsatilmagan bo'lsa) aralashtiriladi. Bundan tashqari, erituvchilar o'lchash klapanlari bilan jihozlangan alohida nasoslar bilan ta'minlanishi mumkin, ular orqali erituvchilar kerakli nisbatlarda aralashtiriladi. Gaz pufakchalari paydo bo'lishining oldini olish va ularning detektor hujayrasiga kirishiga yo'l qo'ymaslik uchun erituvchilar odatda geliyni ular orqali o'tkazish, sonikatsiya qilish va on-layn membrana-vakuum modullari yordamida gabsizlanadi.

Ko'chma fazalarni tayyorlash uchun erituvchilar odatda stabilizatorlarni o'z ichiga olmaydi va ultrabinafsha detektorlardan foydalanganda aniqlash to'lqin uzunligida shaffof bo'lishi kerak. Solventlar va boshqa mobil faza komponentlari maqbul sifatga ega bo'lishi kerak. Agar kerak bo'lsa, pH ni aralashmalar emas, balki faqat mobil fazaning suvli komponenti yordamida sozlang. Xromatografiya oxirida tuzlarning kristallanishiga yo'l qo'ymaslik uchun bufer yoki sho'r eritmalaridan foydalanganda tizim suv aralashmasi va mobil fazaning oz miqdordagi organik qismi (5%) bilan yuviladi.

Mobil fazalar boshqa komponentlarni o'z ichiga olishi mumkin, masalan, ion juftlik xromatografiyasi uchun qarshi ionlar yoki axiral statsionar fazalardan foydalangan holda xromatografiya uchun chiral selektorlar kiradi.

DETEKTORLAR

Ko'pincha ultrabinafsha / ko'rinadigan hududda ishlaydigan spektrofotometrlar detektor sifatida ishlatiladi. Spektrofotometrik detektor o'zining ish diapazonidagi (odatda 190-600 nm) har qanday to'lqin uzunligida aniqlash imkonini beradi. Bir vaqtning o'zida bir nechta to'lqin uzunliklarida aniqlash imkonini beruvchi ko'p to'lqinli detektorlar va butun ish to'lqin uzunligi diapazonida (odatda 190-950 nm) bir vaqtning o'zida optik zichlikni ro'yxatga olish uchun ishlatilishi mumkin bo'lgan diodli massiv detektorlari ham qo'llaniladi. Bu detektor hujayradan o'tuvchi komponentlarning yutilish spektrlarini qayd etish imkonini beradi. Bundan tashqari, maxsus detektorlardan foydalanish mumkin.

Floresan detektori floresan birikmalar yoki lyuminescent bo'lmagan birikmalarni ularning floresan hosilalari shaklida aniqlash uchun ishlatiladi va juda yuqori sezuvchanlik va selektivlikka ega. Spektrning ultrabinafsha va ko'rinadigan hududlarida (masalan, uglevodlar) zaif so'rilgan birikmalarni aniqlash uchun refraktometrik detektorlar (refraktometrlar) qo'llaniladi. Ushbu detektorlarning kamchiliklari ularning nisbatan past sezuvchanligi va signal intensivligining sezilarli haroratga bog'liqligi (detektor termostatlangan bo'lishi kerak), shuningdek ularni gradient elyusiya rejimida ishlatishning mumkin emasligi.

Bundan tashqari, elektroaktiv birikmalar uchun elektrokimyoviy detektorlar (amperometrik, kondüktometrik), yorug'lik tarqalish detektorlari, zaryadlangan aerosol detektorlari, sezgirligi va selektivligi juda yuqori bo'lgan massa spektrometrik detektorlari, Fyur-IR detektorlari, radioaktivlik detektorlari va boshqalardan foydalanish mumkin.

MA'LUMOTLARNI TO'PLASH VA QAYTA QILISH TIZIMI

Zamonaviy ma'lumotlarni qayta ishlash tizimi - xromatogrammani ro'yxatdan o'tkazish va qayta ishlash, shuningdek, xromatografning ishlashini nazorat qilish va xromatografik tizimning asosiy parametrlarini kuzatish imkonini beruvchi o'rnatilgan dasturiy ta'minot bilan xromatografga ulangan shaxsiy kompyuter.

Nazorat savollari

1. Suyuqlik xromatografiyasi turlari.
2. Tahlil o'tkazish bosqichlari.
3. Erituvchilarning yeluyirlovchi kuchi.
4. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usullari.

6-MA'RUZA.SPEKTROSKOPIYA HAQIDA TUSHUNCHA

Reja:

1. Spektroskopiyaning kelib chiqishi va usulning tasnifi.
2. Yadro spektroskopiya.
3. Spektroskopiya qo'llash.
4. IQ-spektrometrik tahlil usullari.

Spektroskopiya - modda va elektromagnit nurlanish o'rtasidagi o'zaro ta'sirni nurlanishning to'lqin uzunligi yoki chastotasiga bog'liq holda o'rganadigan fan. Tarixiy jihatdan spektroskopiya gazsimon fazadagi moddaning to'lqin uzunligiga prizma orqali sochilgan ko'rinadigan yorug'likning yutilishining to'lqin uzunligiga bog'liqligini o'rganish sifatida paydo bo'lgan.

Spektroskopiya, birinchi navbatda, elektromagnit spektrda, fizika, kimyo va astronomiyada fundamental tadqiqot vositasi bo'lib, moddaning tarkibi, fizik tuzilishi va elektron tuzilishini atom, molekulyar va makroshkalalarda, shuningdek, astronomik miqyosda o'rganish imkonini beradi. masofalar. Biomedikal spektroskopiyaning muhim qo'llanilishi to'qimalarni tahlil qilish va tibbiy tasvirlash sohalarida paydo bo'ladi.

Spektroskopiya - moddaning tuzilishi va xossalari haqida ma'lumot olish uchun spektrografik asbob-uskunalar va boshqa usullar bilan o'lchanadigan elektromagnit nurlanish spektrlarini to'lqin uzunligi yoki chastotaga bog'liq holda o'rganadigan fan sohasi. Spektral o'lchovlar uchun asboblari spektrometrlar, spektrofotometrlar, spektrograflar yoki spektr analizatorlari deb ataladi. Laboratoriyadagi spektral tahlillarning aksariyati tahlil qilinadigan namunadan boshlanadi, so'ngra yorug'lik spektrining istalgan diapazonidan yorug'lik manbai tanlanadi, so'ngra yorug'lik namuna orqali dispersiya panjarasiga (diffraksiya panjarasi bo'lgan asbob) o'tadi va ushlanadi. fotodiod orqali. Astronomik maqsadlar uchun teleskop yorug'lik dispersiyasi moslamasi bilan jihozlangan bo'lishi kerak. Foydalanish mumkin bo'lgan ushbu asosiy o'rnatishning turli xil o'zgarishlari mavjud.

Spektroskopiya fan sifatida Isaak Nyutonning yorug'likni prizma bilan parchalashi va optika deb atalishi bilan boshlangan. Shunday qilib, dastlab biz rang deb ataydigan ko'rinadigan yorug'likni o'rganish edi, ammo keyinchalik Jeyms Klerk Maksvell tadqiqotlari ta'siri ostida butun elektromagnit spektrni o'z ichiga boshladi. Rang spektroskopiya ishtirok etsa-da, u elementlar yoki ob'ektlarning rangiga teng kelmaydi, bu ob'ektlarga ko'zlarimizga rang hissi berish uchun ma'lum elektromagnit to'lqinlarning yutilishi va aks etishini o'z ichiga oladi. Aksincha, spektroskopiya yorug'likni prizma, diffraksiya panjarasi yoki shunga o'xshash asbob yordamida har bir element turiga xos bo'lgan "spektr" deb ataladigan o'ziga xos diskret chiziqlar hosil qilish uchun bo'linishni o'z ichiga oladi. Aksariyat elementlar birinchi navbatda gazsimon fazaga joylashtiriladi, shunda spektrlar tekshirilishi mumkin, ammo bugungi kunda turli fazalarda boshqa usullardan foydalanish mumkin. Prizmaga o'xshash asbob bilan difraksiya qilingan har bir element elementning sovuqligi yoki qizdirilishiga qarab yutilish spektrini yoki emissiya spektrini ko'rsatadi.

Yaqin vaqtgacha barcha spektroskopiya chiziqli spektrlarni o'rganish bilan bog'liq edi va aksariyat spektroskopiya hali ham ularni o'rganadi. Vibratsiyali spektroskopiya - spektrlarni o'rganadigan spektroskopiya bo'limi. Biroq, spektroskopiya so'nggi yutuqlar ba'zan dispersiya usulidan voz kechishga imkon beradi. Biokimyoviy spektroskopiya biologik to'qimalar haqida ma'lumot yorug'lik yutilish va sochish usullari yordamida to'planishi mumkin. Yorug'likning

tarqalishi spektroskopiyasi - elastik sochilishni o'rganish orqali to'qimalarning tuzilishini aniqlaydigan aks ettirish spektroskopiyasining bir turi. Bunday holda, diffraksiya yoki dispersiya mexanizmi vazifasini bajaradigan to'qimadir.

Spektroskopik tadqiqotlar kvant mexanikasining rivojlanishida markaziy o'rin tutdi, chunki birinchi foydali atom modellari vodorod spektrlarini tasvirlab berdi, ular orasida Bor modeli, Shredinger tenglamasi va matritsa mexanikasi mavjud bo'lib, ularning barchasi vodorod spektral chiziqlarini hosil qilishi mumkin, shuning uchun ular uchun asos bo'ladi. vodorodning diskret spektriga mos keladigan diskret kvant o'tishlari. Shuningdek, Maks Plank qora jismning nurlanishini spektroskopiya bilan tushuntirdi, chunki u fotometr bilan yorug'likning to'lqin uzunligini qora jismning harorati bilan taqqosladi. Spektroskopiya fizik va analitik kimyoda qo'llaniladi, chunki atomlar va molekulalar noyob spektrlarga ega. Natijada, bu spektrlar atomlar va molekulalar haqidagi ma'lumotlarni aniqlash, aniqlash va miqdorini aniqlash uchun ishlatilishi mumkin. Spektroskopiya astronomiya va Yerni masofadan zondlashda ham qo'llaniladi. Ko'pgina tadqiqot teleskoplari spektrograflar bilan jihozlangan. O'lchangan spektrlar astronomik ob'ektlarning kimyoviy tarkibi va fizik xususiyatlarini (masalan, ularning harorati, yulduzdagi elementlarning zichligi, tezligi, qora tuynuklar va boshqalar) aniqlash uchun ishlatiladi. Spektroskopiya biokimyoda muhim dastur topadi. Turlarni va energiya tarkibini aniqlash uchun molekulyar namunalarni tahlil qilish mumkin.

Spektroskopiyaning markaziy nazariyasi yorug'lik turli to'lqin uzunliklaridan iborat va har bir to'lqin uzunligi boshqa chastotaga mos keladi. Spektroskopiyaning ahamiyati shundan iboratki, davriy sistemaning har bir elementi o'ziga xos yorug'lik spektriga ega bo'lib, u chiqaradigan yoki yutadigan yorug'lik chastotalari bilan tavsiflanadi, yorug'lik diffraksiyalanganda elektromagnit spektrning bir xil qismida ketma-ket paydo bo'ladi. Bu atomlarni o'z ichiga olgan barcha narsalarni, ya'ni barcha moddalarni o'rganish uchun butun maydonni ochdi. Spektroskopiya barcha moddalarning atom xususiyatlarini tushunishning kalitidir. Spektroskopiya fanning ko'plab yangi, hali ochilmagan sohalarni ochdi. Har bir atom elementining o'ziga xos spektral belgisi borligi haqidagi g'oya spektroskopiyaning turli xil spektroskopik protseduralar orqali erishilgan aniq maqsadga ega bo'lgan keng sohalarda qo'llash imkonini berdi. Har bir element uchun ushbu noyob spektral chiziqlar fanning ko'plab sohalari uchun shunchalik muhimki, hukumat atom spektrlarining ommaviy ma'lumotlar bazasini saqlaydi, u doimiy ravishda NIST veb-saytida aniqroq o'lchovlar bilan yangilanadi.

Spektroskopiya maydonining kengayishi elektromagnit spektrning infraqizildan ultrabinafshagacha bo'lgan istalgan qismidan namunani tahlil qilish uchun ishlatilishi mumkinligi bilan bog'liq, bu olimlarga bir xil namunaning turli xil xususiyatlarini aytadi. Masalan, kimyoviy analizda spektroskopiyaning eng keng tarqalgan turlari atom spektroskopiyasi, infraqizil spektroskopiya, ultrabinafsha va ko'rinadigan spektroskopiya, Raman spektroskopiyasi va yadro magnit-rezonansidir. Yadro magnit rezonansida nazariya shundan iboratki, chastota rezonansga va unga mos keladigan rezonans chastotasiga o'xshaydi. Chastotadagi rezonanslar birinchi marta mashhur Galiley tomonidan qayd etilgan harakat chastotasiga ega bo'lgan mayatnik kabi mexanik tizimlarda tavsiflangan.

Usullarning tasnifi

Spektroskopiya juda keng soha bo'lib, unda ko'plab kichik fanlar mavjud bo'lib, ularning har biri o'ziga xos spektroskopik usullarning ko'plab tatbiq etilishiga ega. Turli xil ilovalar va texnikalarni bir necha jihatdan tasniflash mumkin.

Chiqariladigan energiya turi

Spektroskopiya turlari o'zaro ta'sirda ishtirok etadigan nurlanish energiyasining turiga qarab farqlanadi. Ko'pgina ilovalarda spektr ushbu energiyaning intensivligi yoki chastotasidagi o'zgarishlarni o'lchash yo'li bilan aniqlanadi. O'rganilgan nurlanish energiyasining turlariga quyidagilar kiradi:

Elektromagnit nurlanish spektroskopik tadqiqotlar uchun ishlatiladigan birinchi energiya manbai edi. Elektromagnit nurlanishdan foydalanadigan usullar odatda spektrning to'lqin uzunligi diapazoni bo'yicha tasniflanadi va mikroto'lqinli, terahertz, infraqizil, yaqin infraqizil, ultrabinafsha ko'rinadigan, rentgen va gamma nurlari spektroskopiyasini o'z ichiga oladi.

Zarrachalar de-Broyl to'lqinlari tufayli nurlanish energiyasining manbai ham bo'lishi mumkin. Odatda elektron va neytron spektroskopiyasi qo'llaniladi. Zarracha uchun uning kinetik energiyasi to'lqin uzunligini belgilaydi.

Akustik spektroskopiya chiqadigan bosim to'lqinlaridan foydalanadi.

Dinamik mexanik tahlil akustik to'lqinlarga o'xshash qattiq materiallarga nurlanish energiyasini berish uchun ishlatilishi mumkin.

O'zaro ta'sirning tabiati

Spektroskopiya turlarini energiya va material o'rtasidagi o'zaro ta'sirning tabiati bilan ham ajratish mumkin. Ushbu o'zaro ta'sirlarga quyidagilar kiradi:

Absorbsion spektroskopiya: Absorbsiya nurlanish manbasidan energiya material tomonidan yutilganda sodir bo'ladi. Assimilyatsiya ko'pincha materialdan o'tadigan energiya ulushini o'lchash yo'li bilan aniqlanadi, yutish esa o'tadigan qismni kamaytiradi.

Emissiya spektroskopiyasi: Emissiya nurlangan energiya material tomonidan chiqarilganligini ko'rsatadi. Materialning qora tana spektri - bu uning harorati bilan aniqlangan spontan nurlanish spektri. Ushbu xarakteristikani infraqizil diapazonda atmosfera emissiyasi interferometri kabi asboblardan o'lchash mumkin. Emissiya, shuningdek, olov, uchqun, elektr yoylari yoki floresan holatida elektromagnit nurlanish kabi boshqa energiya manbalaridan ham kelib chiqishi mumkin.

Elastik sochilish va aks ettirish spektroskopiyasi hodisa nurlanishining material tomonidan qanday aks etishi yoki tarqalishini aniqlaydi. Kristallografiya oqsillar va qattiq kristallardagi atomlarning joylashishini o'rganish uchun rentgen nurlari va elektronlar kabi yuqori energiyali nurlanishning tarqalishidan foydalanadi.

Empedans spektroskopiyasi: Empedans - bu muhitning energiya uzatilishiga to'sqinlik qilish yoki sekinlashtirish qobiliyati. Optik ilovalar uchun bu sinishi indeksi bilan tavsiflanadi.

Noelastik tarqalish hodisalari radiatsiya va materiya o'rtasidagi energiya almashinuvini o'z ichiga oladi, bu tarqalgan nurlanishning to'lqin uzunligini siljitadi. Bularga Raman va Kompton tarqalishi kiradi.

Kogerent yoki rezonans spektroskopiya - bu radiatsiya energiyasi materialning ikkita kvant holatini radiatsiya maydoni tomonidan qo'llab-quvvatlanadigan izchil o'zaro ta'sirda bog'laydigan usullardir. Kogerentlikni zarrachalar to'qnashuvi va energiya uzatish kabi boshqa o'zaro ta'sirlar buzishi mumkin, shuning uchun uni ushlab turish uchun ko'pincha yuqori intensivlikdagi nurlanish talab qilinadi. Yadro magnit-rezonans (NMR) spektroskopiyasi keng qo'llaniladigan rezonans texnikasi bo'lib, spektrning infraqizil va ko'rinadigan hududlarida o'ta tezkor lazer spektroskopiyasi ham mumkin.

Yadro spektroskopiyasi - moddaning, asosan, kondensatsiyalangan moddalardagi, suyuqlikdagi yoki muzlatilgan suyuqliklardagi molekullarning va biomolekullarning mahalliy tuzilishini

o'rganish uchun o'ziga xos yadrolarning xususiyatlaridan foydalanadigan usul.

Material turi

Spektroskopik tadqiqotlar nurlanish energiyasi ma'lum turdagi moddalar bilan o'zaro ta'sir qiladigan tarzda qurilgan.

Atom spektroskopiyasi spektroskopiyaning birinchi ishlab chiqilgan qo'llanilishi edi. Atom yutilish spektroskopiyasi va atom emissiya spektroskopiyasi ko'rinadigan va ultrabinafsha nurlardan foydalanadi. Ko'pincha atom spektral chiziqlari deb ataladigan bu yutilishlar va emissiyalar tashqi qobiq elektronlarining bir elektron orbitadan ikkinchisiga ko'tarilishi va tushishi paytida elektron o'tishlari bilan bog'liq. Atomlarda turli xil rentgen spektrlari ham mavjud bo'lib, ular ichki qobiqdagi elektronlarning qo'zg'aluvchan holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq.

Turli elementlarning atomlari turli xil spektrlarga ega, shuning uchun atom spektroskopiyasi namunaning elementar tarkibini aniqlash va miqdorini aniqlash imkonini beradi. Spektroskop ixtiro qilingandan so'ng Robert Bunsen va Gustav Kirxxof ularning emissiya spektrlarini kuzatish orqali yangi elementlarni kashf etdilar. Quyosh spektrida atom yutilish chiziqlari kuzatiladi va ularni kashf qilgan sharafiga Fraunhofer chiziqlari deb ataladi. Vodorod spektrini har tomonlama tushuntirish kvant mexanikasida dastlabki muvaffaqiyat bo'ldi va keyinchalik kvant elektrodinamikasining rivojlanishiga olib kelgan vodorod spektrida kuzatilgan Qo'zi siljishini tushuntirdi.

Ko'rinadigan va ultrabinafsha o'tishlarni o'rganish uchun atom spektroskopiyasining zamonaviy qo'llanilishi olov emissiya spektroskopiyasini, induktiv ravishda bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasini, porlash razryadli spektroskopiyasini, mikroto'lqinli plazma spektroskopiyasini va uchqun yoki yoy emissiya spektroskopiyasini o'z ichiga oladi. Rentgen spektrlarini o'rganish usullari rentgen spektroskopiyasi va rentgen nurlanishini o'z ichiga oladi.

Atomlarni molekulalarga birlashtirish energiya holatlarining noyob turlarini va shuning uchun bu holatlar orasidagi o'tishning noyob spektrlarini yaratishga olib keladi. Molekulyar spektrlarni elektron spin holatlari (elektron paramagnit rezonansi), molekulyar aylanishlar, molekulyar tebranishlar va elektron holatlardan olish mumkin. Aylanishlar atom yadrolarining umumiy harakati bo'lib, odatda spektrning mikroto'lqinli va millimetrlil to'lqin mintaqalarida spektrlarga olib keladi. Aylanma spektroskopiya va mikroto'lqinli spektroskopiya sinonimdir. Tebranishlar - atom yadrolarining nisbiy harakati bo'lib, ular infraqizil va Raman spektroskopiyasi yordamida o'rganiladi. Elektron qo'zg'alishlar ko'rinadigan va ultrabinafsha spektroskopiya, shuningdek flüoresan spektroskopiya yordamida o'rganiladi.

Molekulyar spektroskopiya sohasidagi tadqiqotlar birinchi maserning yaratilishiga olib keldi va lazerning keyingi rivojlanishiga hissa qo'shdi.

Kristallar va kengaytirilgan materiallar

Atomlar yoki molekulalarni kristallar yoki boshqa kengaytirilgan shakllarga birlashtirish qo'shimcha energiya holatlarini yaratishga olib keladi. Bu shtatlar ko'p va shuning uchun shtatlarning yuqori zichligiga ega. Bu yuqori zichlik ko'pincha spektrlarni zaifroq va kamroq farq qiladi, ya'ni. kengroq. Masalan, qora jismning nurlanishi material ichidagi atomlar va molekulalarning issiqlik harakati bilan bog'liq. Akustik va mexanik reaksiyalar ham jamoaviy harakatlar bilan boshqariladi. Biroq, sof kristallar aniq spektral o'tishlarga ega bo'lishi mumkin va kristallarning joylashishi kuzatilgan molekulyar spektrlarga ham ta'sir qiladi. Kristallarning muntazam panjara tuzilishi, shuningdek, rentgen nurlari, elektronlar va neytronlarni tarqatadi, bu esa kristallografik tadqiqotlar o'tkazish imkonini beradi.

Yadrolar, shuningdek, bir-biridan keng ajratilgan va gamma-nurlari spektrlarini keltirib chiqaradigan aniq energiya holatlariga ega. Turli yadro spin holatlarini energiyada magnit maydon orqali ajratish mumkin, bu esa yadro magnit-rezonans spektroskopiyasiga imkon beradi.

Spektroskopiyani qo'llash

Tibbiyot, fizika, kimyo va astronomiyada spektroskopiyaning bir nechta qo'llanilishi mavjud. Absorbsiya xususiyatlaridan foydalanib, astronomiyada esa emissiya, spektroskopiyadan tabiatning ma'lum holatlarini aniqlash mumkin. Spektroskopiyadan juda ko'p turli sohalarda va juda ko'p turli xil ilovalar uchun foydalanish maxsus ilmiy kichik sohalarni keltirib chiqardi. Bunga misollar kiradi:

Birinchi foydalanishdan biri quyidagilar uchun edi: namunaning atom tuzilishini aniqlash.

Keyingi ulkan dastur astronomiyada edi: Quyosh va uzoq galaktikalarning spektral emissiya chiziqlarini o'rganish.

Kosmosni tadqiq qilish.

Optik tolalar yordamida kompozitlarning qattiqlashishini monitoring qilish.

Yaqin infraqizil spektroskopiya yordamida yog'ochning parchalanish vaqtini baholash.

Ko'rinadigan va infraqizil spektrda yutilish spektroskopiyasidan foydalangan holda oziq-ovqat namunalarida turli xil birikmalarni o'lchash.

Qon namunalarida toksik birikmalarni o'lchash.

X-nurlari floresansi yordamida buzilmaydigan elementar tahlil.

Turli spektroskoplar yordamida elektron strukturani o'rganish.

Uzoq ob'ektning tezligi va harakatini aniqlash uchun Redshift.

Mushakning metabolik tuzilishini aniqlash

Chuchuk suv va dengiz ekotizimlarida erigan kislorod miqdorini monitoring qilish.

Samaradorlikni oshirish uchun dori vositalarining tuzilishini o'zgartirish.

Oqsillarning xususiyatlarini aniqlash.

Kasalxonalarda nafas olish gazlarini tahlil qilish.

Relyativistik Doppler effekti yordamida uzoqdagi yulduz yoki yaqin atrofdagi ekzosayyoraning fizik xususiyatlarini qidiring.

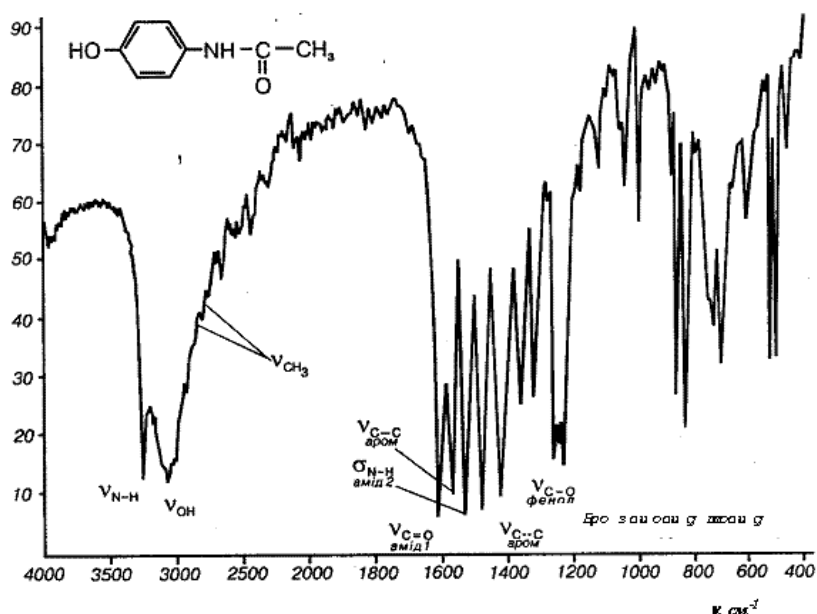
Infraqizil spektroskopiya organik moddalarni tahlil qilishning eng muhim zamonaviy usullaridan biri hisoblanadi. Ko'pchilik organik birikmalarning IQ-spektrlari UB-spektrlarga qaraganda, ko'proq yutish chiziqlari to'plamini beradi, ular deyarli barcha funksional guruhlarining tebranishlariga javob beradi.

Bu usul yordamida moddalar miqdorini aniqlashning eng muhim sharti, tekshiriluvchi modda eritmasining ma'lum konsentratsiya oralig'ida nur yutilishining birlashgan qonuni - Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysunishidir. Nur yutilish qonunining aynan eritmaga qo'llanilishi mumkinligini aniqlash uchun konsentratsiyasi ma'lum bir nechta standart eritmalar tayyorlab, spektrning yutilish eng ko'p bo'ladigan qismiga mos kelgan to'lqin uzunligida ularning optik zichligi aniqlanadi. Spektrning yutilish eng ko'p bo'lgan qismini aniqlash uchun turli to'lqin uzunliklaridagi eritmaning nur yutishi o'rganilib, abssissa o'qiga nanometrlardagi to'lqin uzunligi yoki to'lqin soni (sm^{-1}), ordinata o'qiga esa eritmaning optik zichligi (D), optik zichlikning logarifmi ($\lg D$), molyar yutilish ko'rsatkichi (ϵ) yoki molyar yutilish ko'rsatkichining logarifmi ($\lg \epsilon$) qo'yilib, grafik holdagi yutilish spektri olinadi. Moddaning eritmadagi yutilish spektri optik zichlik (D) yoki yutilish (A)ning to'lqin uzunligiga bog'liqligini ko'rsatadi.

Farmatsevtik tahlilda elektromagnit nurlanish spektrining $4000\text{--}250\text{sm}^{-1}$ oralig'idagi infraqizil

sohasidan keng foydalanib, bu usul - infraqizil spektrometrik usul deb ataladi. Bu usul ilk bor Davlat farmakopeyasining X nashrida ftorotan hamda metitsillin va oksatsilinning natriyli tuzlarini chinligini aniqlash uchun tavsiya etilgan bo'lsa, hozirgi vaqtga kelib turli guruh dori vositalarining tahlilida keng miqyosda qo'llanilmoqda.

Usulning mohiyati molekuladagi valent va deformatsion tebranishlarni qayd etishga asoslangan bo'lib, har bir funksional guruhga xos bo'lgan valent, deformatsion va boshqa tebranishlar IQ-spektrning ma'lum sohasida qayd etiladi.



1-rasm. Parasyetamolning kaliy bromid tabletkasida olingan infraqizil spektri

IQ-spektrdagi u yoki bu funksional guruhga hos bo'lgan yutilish yo'li, uning molekuladagi holatiga qarab, spektrning ma'lum sohasida, turli intensivlikda kuzatilganligi sababli bu usuldan modda molekulasining tuzilishini tadqiq qilishda, farmatsevtik tahlilda esa dori moddasining chinligini, tozaligini va miqdorini aniqlash maqsadlarida foydalanish mumkin. Dori moddasi tarkibidagi yod aralashmalar juda oz bo'lganligi va IQ-spektr 5-15 mg miqdoridagi tekshiriluvchi moddadan olinganligi sababli qo'shimcha moddalarga xos yutilish yo'llari moddaning yutilish yo'llari orasida qoladi yoki intensivligi juda past bo'lgan yo'llar hosil qiladi. Bu omil usulning dori moddalar tozaligini aniqlashdagi imkoniyatlarini bir qancha kamaytiradi.

Moddaning IQ-spektrdagi tavsifiy yutilish yo'li yuzasini solishtiriluvchi namuna spektrdagi tavsifiy yuti lish yo'lining yuzasi bilan solishtirish orali bu usulni miqdoriy tahlilda ham qo'llash mumkin. Lekin turli sabablarga ko'ra dori vositalarining miqdoriy tahlilida bu usul hozircha keng o'rin egallagani yo'q.

Moddaning IQ-spektrida hosil qilgan yutilish yo'llari uning chinligi haqida yetarli ma'lumot bera olganligi sababli, IQ-spektrometrik usul dori vositalarning chinligini aniqlash maqsadida qo'llanilmoqda.

Elektromagnit nurlanishning yutilishi moddadan nur o'tishining teskari qiymati logarifmiga teng:

$$A = \lg \frac{1}{T}$$

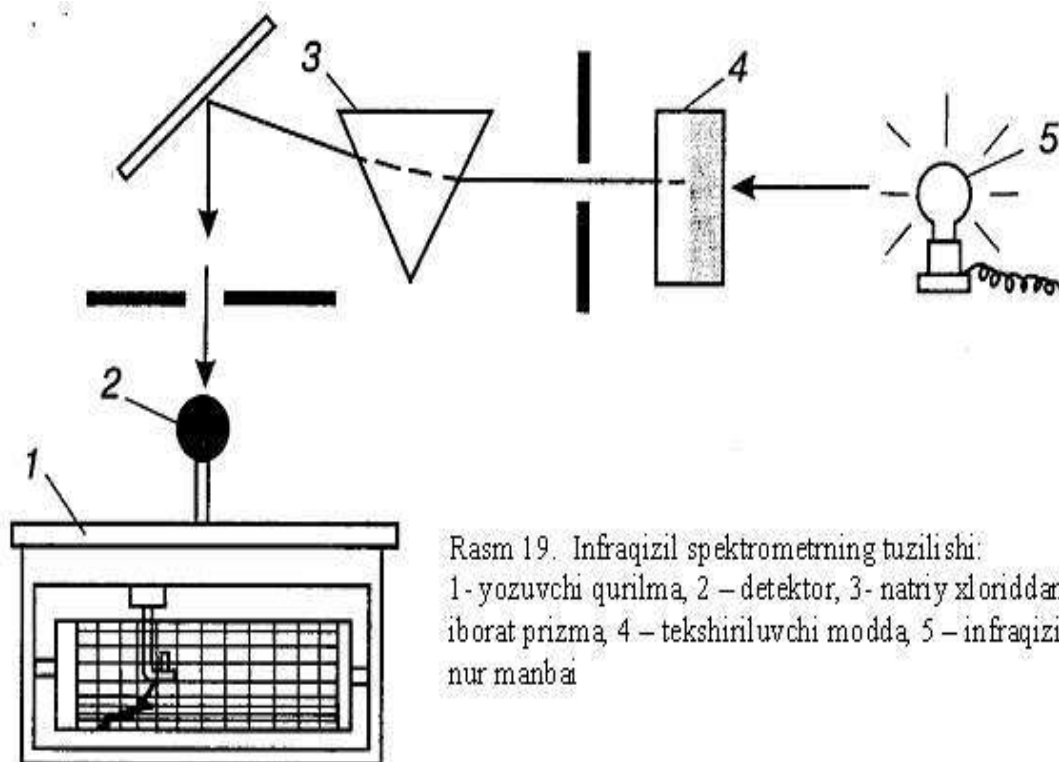
A - nurning yutilishi

T - nurning o'tishi (propuskayemost).

Infraqizil spektr moddadan o'tgan nurning o'tish foizi bilan tebranish chastotasi (soni) orasidagi bog'liqlikni ifodalaydi. Tebranish chastotasi teskari santimetr - sm^{-1} larda belgilanib, undan osonlik bilan sm yoki nm larga o'tish mumkin:

$$1680\text{cm}^{-1} = \frac{1}{1680}\text{cm} = 0,0005952\text{cm} = 0,0005952 \cdot 10^7 = 5952\text{nm}$$

IQ-spektrometrik usulda ishlatiladigan spektrofotometrlar nurning ko'zga ko'rinadigan va ultrabinafsha sohalardagi yutilishni qayd etadigan spektrofotometrlardan nur manbai, qo'llanilgan optik jihozlar va detektor turi bilangina farqlanib, ular $4000\text{--}678\text{ cm}^{-1}$ tebranish chastotasidagi spektrni bera oladi (rasm 19).



To'liq uzunligi shkalasini kalibrlash polistirol plyonkasi spektrini o'lchash orqali amalga oshiriladi.

IQ-spektrometrik tahlil usuli 3 bosqichdan iborat:

- 1 – tahlil uchun modda namunasini tayyorlash
- 2 - IQ-spektrni olish
- 3 - olingan IQ-spektrni standart namuna spektri bilan solishtirish (interpretasiyalash va identifikasiyalash).

1. Modda namunasini tahlil uchun tayyorlash tahlil aniqligining muhim omillaridan biri bo'lib, suyuq moddalar to'g'ridan-to'g'ri yoki tegishli erituvchida eritilib, qattiq moddalar esa vazelin moyi bilan aralashtirilib yoki kaliy bromid bilan taxtakachlab aniqlanadi. Tahlil qilinayotgan namunada namning bo'lmasligi IQ-spektr olishning muhim omillaridan biri hisoblanadi.

Namuna faqat hovonchada maydalanib, hosil bo'lgan kukun IQ-nurni o'tkazuvchi muhitga joylashtiriladi.

Kaliy bromid $4000\text{--}400\text{cm}^{-1}$ da yutilish bermaydi. Vazelin moyning bu oraliqda beradigan yutilish yo'llari juda kichik intensivlikka ega. Tahlil uchun dori moddasidan 15 mg, tabletka

massasidan esa 5 mg olish maqsadga muvofiq.

2. Har bir IQ-spektrni olishdan oldin havoning spektri olinadi. Bu spektr «fon» spektri deyilib, havo tarkibidagi uglerod (IV) oksidga va namlikka xos bo'lgan, juda kam intensivlikdagi yutilish yo'llarini beradi.

Zamonaviy uskunalarda spektrni olish va uni ishlab chiqish «Spektrolyum» dasturiga ko'ra IBM turidagi maxsus kompyuterlarda bajarilmoqda.

Uskuna to'g'ri ishlashi uchun tebranmaydigan mustahkam yuzaga o'rnatilgan, suv manbalari (nam) va qizdirish ta'siridan muhofaza qilingan bo'lishi kerak.

Suv IQ-spektrda yutilish berib, uskunaning optik qismidagi kaliy bromid esa namlikni yutishi natijasida xiralashib qoladi. Shu sababli uskunadagi quritish vositasi vazifasini bajaruvchi silikagel har haftada almashtirib turiladi.

3. Deyarli barcha zamonaviy farmakopeyalarga dori vositalari chinligini IQ-spektrometrik aniqlash usuli kiritilgan bo'lib, bunda tekshiriluvchi moddaning standart namunasidan foydalanish tavsiya etilgan. Tekshiriluvchi namunaning infraqizil spektri standart namuna spektri bilan yutilish yo'llari va ularning intensivligi bo'yicha mos bo'lishi talab etiladi. Ba'zida moddaning chinligi solishtiriluvchi modda spektri bo'yicha ham aniqlanadi. Buning uchun dori moddasining IQ-spektri olinib, spektrlar to'plami (atlas)dagi ayni shu moddaning spektri bilan solishtiriladi. Kalibrlangan to'lqin uzunligi shkalasidagi farq polistirol plyonkasi standart spektri bilan solishtirilib topiladi.

Yelektromagnit to'lqinlar uzunligi 10^{-13}m (gamma-nurlarda)dan 10^{-14} m (radioto'lqinlarda)gacha bo'lishi mumkin. Elektromagnit nurlanish to'lqinlarning bor diapazoni elektromagnit spektr deb ataladi.

Elektromagnit spektrning ko'rsatgichlari

To'lqin turlari	To'lqin uzunligi, m (nm)
Gamma nurlar (γ -nurlar)	$<10^{-10}$
Ryentgen nurlari	$10^{-10} - 5 \cdot 10^{-9}$
Ultrabinafsha nurlar(UB-qismi)	ot $5 \cdot 10^{-9} - 4 \cdot 10^{-7}$ (5 - 400 nm)
Spektrning ko'rinadigan qismi	$4 \cdot 10^{-7} - 7,6 \cdot 10^{-7}$ (400 – 760 nm)
Infraqizil nurlar (IQ-qismi)	$7,6 \cdot 10^{-7} - 10^{-4}$
Mikroto'lqinlar (yuqori chastotali-nurlanish)	$10^{-4} - 10^{-1}$
Radioto'lqinlar	$>10^{-1}$

Bir to'lqin uzunlikdagi xususiyatli nurlanish monoxromatik deyiladi. Har xil to'lqin uzunlikdagi fotonlar mavjud nurlanish polixromatik deyiladi. To'lqin uzunligi o'sishi bilan foton energiyasi pasayadi.

Nazorat savollari

1. Elektromagnit nurlanish spektri xususiyatlari.
2. Fotometriya.

3. Buger-Lambert-Ber qonuni.
4. Infraqizil spektroskopiya usuli.

7-MA'RUZA.ATOM-ADSORBSION SPEKTROSKOPIYA

Reja:

1. Atom adsorbsion spektroskopiya xususiyatlari va tarixi.
2. Atom adsorbsion spektroskopiyaning asosiy tamoyillari.
3. Qurilmaning asosiy tarkibiy qismlari.
4. Atomizatorlar.

Atom yutilish va emissiya spektrlari turlari va qizdirilgan gazning kimyoviy tarkibi o'rtasidagi bog'liqlik nemis olimlari Robert Bunzenomi Gustav Kirchhoff tomonidan 1859-1861 yillarda o'rganildi.

1955-yilda ingliz-avstraliya fizigi Alan Uolsh maxsus selektiv lampalardan atom chizig'i nurlanishini yutish yo'li bilan atsetilen-havo alangasiga purkalgan eritmalaridagi elementlarning miqdorini miqdoriy aniqlashning oddiy va amalga oshirish oson usulini taklif qildi. Atom yutilish spektrometriyasining analitik usuli asosini tashkil etuvchi bu usul kelajakda usulning rivojlanishini oldindan belgilab berdi. 1962 yilda Uolsh tomonidan asos solingan Techtron dunyodagi birinchi ommaviy ishlab chiqarilgan AA-2 atom yutilish spektrometrini chiqardi.

Usul xususiyatlari

Atom yutilish spektral tahlili moddalarning kimyoviy tarkibini atom yutilish spektrlaridan aniqlashning instrumental usuli sifatida bugungi kunda analitik amaliyotda juda keng tarqalgan. Bu usul 70 ga yaqin elementni aniqlash imkonini beradi. Bular asosan metallar: Al, Ba, Be, V, Bi, W, Fe, Ca, Cd, Co, Si, Mg, Mn, Cu, Mo, Ni, Sn, Pb, Ti, Cr va Zn, lekin u ba'zi metall bo'lmagan elementlarni aniqlash va usuldan foydalanish mumkin: As, B, I, P, Se, Si va Te.

Hozirgi vaqtda ushbu usul yordamida tabiiy va chiqindi suvlar, tuproqlar, biologik to'qimalar va suyuqliklar, atmosfera chiqindilari va boshqalar kabi atrof-muhit ob'ektlarini tahlil qilish mumkin.

Kashfiyot tarixidan

Birinchi marta atomlarning yutilish chiziqlari Quyosh spektrini o'rganish paytida 19-asrning boshida Vollaston, keyin esa Fraunhofer tomonidan kashf etilgan. Atom yutilish turi va emissiya spektrlari bilan qizdirilgan gazning kimyoviy tarkibi o'rtasidagi to'g'ridan-to'g'ri bog'liqlik Bunsen va Kirchhoff (1859-1861) ishlarida o'rnatildi.

Analitik maqsadlarda atomlarning yutilish spektrlari XX asrning 30-yillaridan yulduzlar atmosferasidagi va yerdagi ma'lum elementlarni aniqlash uchun qo'llanila boshlandi: turli namunalardagi simob tarkibini va laboratoriya binolari atmosferasini aniqlash. Ammo laboratoriya usuli sifatida usulning tarqalishi cheklangan edi, chunki qulay va yuqori sezgir o'lchash sxemasi yo'q edi.

1955-yilda avstraliyalik olim A.Volsh maxsus selektiv lampalardan atom chizig'i nurlanishini yutish yo'li bilan atsetilen-havo alangasiga purkalgan eritmalaridagi elementlarning miqdorini miqdoriy aniqlashning oddiy va amaliy jihatdan oson usulini taklif qildi. Atom yutilish spektrometriyasining analitik usulining asosini tashkil etuvchi oddiy tuyulgan bu yechim usulning keyingi jadal rivojlanishini oldindan belgilab berdi.

AASning asosiy tamoyillari

Atom yutilish tahlili - aniqlanayotgan elementning neytral atomlari tomonidan ma'lum to'lqin uzunlikdagi elektromagnit nurlanishni barcha molekulyar bog'lardan xoli tanlab yutilishiga (yutilishiga) asoslangan analitik kimyo usuli.

Yutish jarayonida elektron foton qo'zg'alishi natijasida urning energiya darajasidan yuqoriroqqa o'tadi, ya'ni. ma'lum bir chastotada yorug'likka ta'sir qilish. Bunday holda, berilgan chastotaning hayajonli yorug'ligining intensivligi pasayadi.

Spektrni olish uchun namunaviy moddani atomizatsiya qilish kerak, ya'ni. uning atom bug'iga aylanishi, buning uchun uning eritmasi olovda püskürtülür yoki eritmaning quruq qoldig'i 2000-3000 oS harorat oralig'ida elektr pechida bug'lanadi. Ushbu harorat oralig'ida atomlarning 90% dan ko'prog'i qo'zg'almas holatda bo'ladi va atrofdagi atomlar va molekulalar uni o'zgartira olmaydi va shuning uchun atom yutilish qiymatiga ta'sir qila olmaydi. Bu fakt oz sonli yutilish chiziqlari bilan birga atomik yutilish usulining yuqori selektivligini belgilaydi.

Namunadagi elementning yutilish qiymati va konsentratsiyasi o'rtasidagi bog'liqlik Buger-Lambert-Beer qonunida ifodalangan:

$$A = \lg(J_0/J) = k b C, \text{ bu yerda}$$

- ☐ yorug'likning yutilishini (yutilishini) tavsiflovchi A-qiymati;
- ☐ qo'zg'atuvchi nurlanishning boshlang'ich intensivligi;
- ☐ J-uzatiladigan nurning intensivligi;
- ☐ k-yutilish koeffitsienti;
- ☐ b-yutuvchi qatlamning qalinligi;
- ☐ Aniqlangan elementning C-konsentratsiyasi.

Formuladan kelib chiqadiki, yorug'likning yutilishi va konsentratsiyasi o'rtasidagi bog'liqlik chiziqli va atomizatorning harorati yutilishga ta'sir qilmaydi. Yutish koeffitsienti k ma'lum bir o'tish ehtimoli bilan proportsionaldir. Odatda, k ning eng yuqori qiymatlari elektronning er sathidan unga eng yaqin energiya darajasiga o'tishiga to'g'ri keladi. Agar aniqlangan element C ning konsentratsiyasi gramm atomlarida ifodalangan bo'lsa, u holda deyarli barcha elementlar uchun $k = 10^7 - 10^9$.

Fotometrik usul bilan taqqoslash shuni ko'rsatadiki, atomik yutilish usulining sezgirligi ancha yuqori.

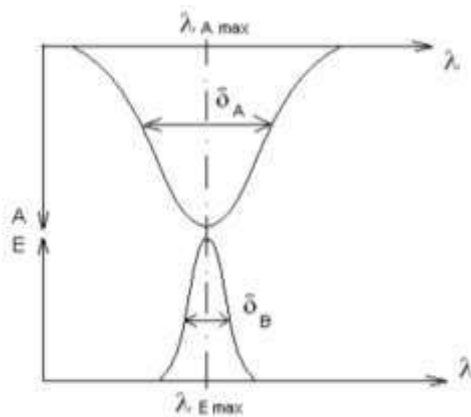
Atom yutilish qiymatini o'lchash uchun Uolsh tomonidan tuzilgan ikkita shart bajarilishi kerak:

- ☐ 1. Atom bug'larining maksimal yutilishiga mos keladigan to'lqin uzunligi manbaning maksimal nurlanish intensivligi to'lqin uzunligiga teng bo'lishi kerak;

$$\lambda_{E_{\max}} = \lambda_{A_{\max}},$$

- ☐ 2. Atom bug'ining yutilish chizig'ining FWHM manbasining emissiya chizig'ining yarmi kengligidan kamida ikki baravar bo'lishi kerak.

$$\delta A \geq 2\delta E,$$



□ Agar birinchi shart bajarilmasa, atomik yutilish umuman sodir bo'lmaydi.

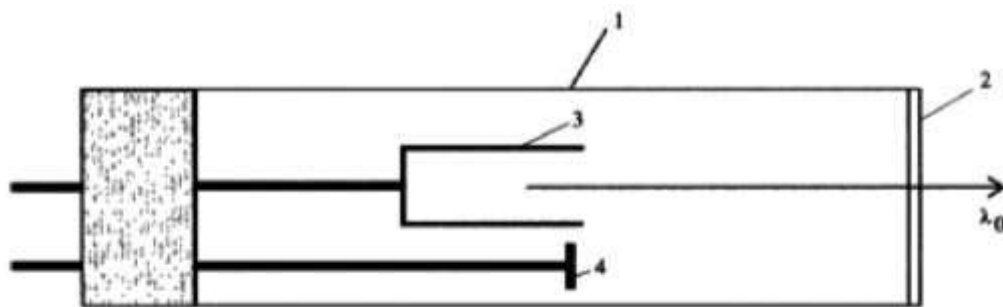
□ Agar ikkinchi shart bajarilmasa, u holda emissiya chizig'i konturi yutilish chizig'ining konturidan kengroq bo'lganligi sababli, manba nurlanishining faqat kichik bir qismi atomlar tomonidan yutiladi.

Bu atomik yutilishni aniqlash sezgirligining keskin yomonlashishiga olib keladi. Atom yutilish chizig'ining yarmi kengligi 0,01 nm dan kam, shuning uchun tegishli emissiya chizig'ining yarmi kengligi 0,005 nm dan oshmasligi kerak.

Yorug'likni monoxromatizatsiya qilishning an'anaviy usullari (prizma, difraksion panjara, interferentsiya filtrlari) bunday tor diapazonni ta'minlamaydi. Shuning uchun atomik yutilish tahlilida tor spektral diapazonlarni chiqaradigan maxsus manbalardan foydalanish kerak. Bunday manbalarga gaz deşarj lampalari, ichi bo'sh katodli lampalar va yuqori chastotali elektrodsiz lampalar kiradi.

Bir tomondan, aniqlanadigan har bir element uchun alohida chiroqqa ega bo'lish zarurati tahlil qilish jarayonini murakkablashtiradi, lekin boshqa tomondan, juda nozik atom yutilish chiziqlari usulning yuqori selektivligini ta'minlaydi.

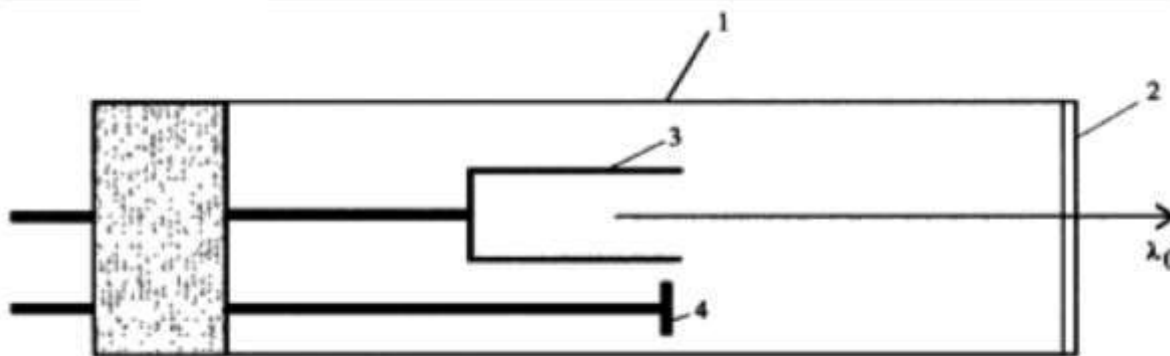
Bo'shliq katodli chiroqning sxematik ko'rinishi:



1 - shar; 2 - radiatsiya chiqishi uchun oyna; 3 - katod; 4 – anod

Chiroqning silindrsimon lampochkasi 1 molibden shishasidan yasalgan va ultrabinafsha mintaqada ishlaganda kvarts yoki UV oynasi bilan jihozlangan 2. Lampochka ichida ichi bo'sh silindr shakliga ega katod 3 va anod 4 (W, Zr) - ko'pincha halqa shaklida.

Bo'shliq katodli chiroqning sxematik ko'rinishi:

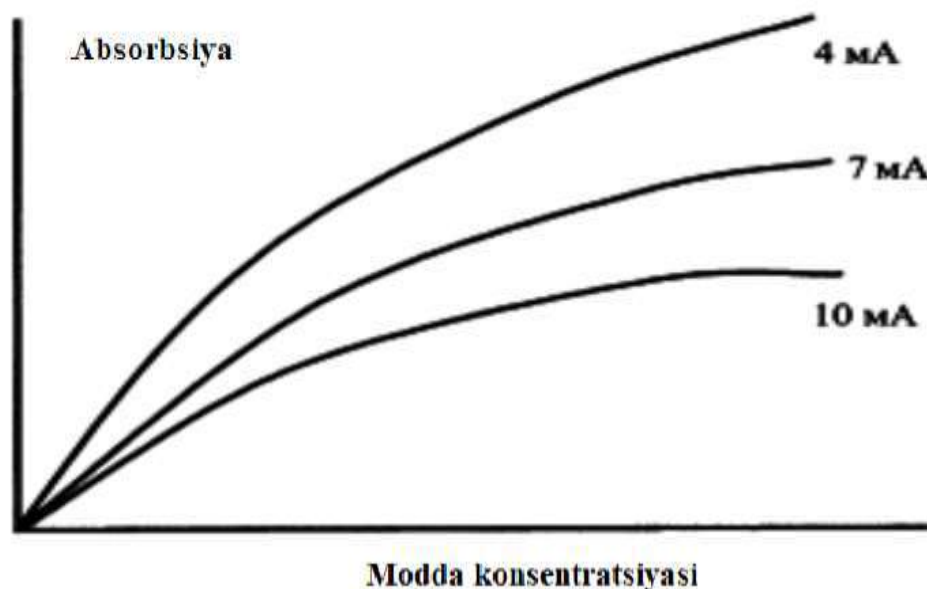


1 - shar; 2 - radiatsiya chiqishi uchun oyna; 3 - katod; 4 - anod

Kamchiliklari:

- rezonansli nurlanishning nisbatan past intensivligi;
- murakkab emissiya spektrlari;
- uchuvchi va eruvchan elementlar uchun lampalarning past ishonchliligi;
- yuqori narx.

Bo'shliq katodli lampalar



Atom yutilish - qo'zg'aluvchan holatga o'tish bilan asosiy holatdagi atom tomonidan ma'lum bir to'lqin uzunlikdagi elektromagnit nurlanishning yutilishi jarayoni. Asosiy holatdagi atomlar rezonans chastotada energiyani yutadi va bu rezonansli yutilish tufayli elektromagnit nurlanish zaiflashadi. So'rilgan energiya aslida mavjud atomlar soniga to'g'ridan-to'g'ri proporsionaldir.

Atom yutilish spektrometriyasi - sinov namunasidagi elementning atom bug'i tomonidan elektromagnit nurlanishning yutilishini o'lchash yo'li bilan sinov namunasidagi element konsentratsiyasini aniqlash usuli. Sinov aniqlanayotgan elementning yutilish chiziqlaridan (rezonans chiziqlari) birining to'lqin uzunligida amalga oshiriladi. Bouger-Lambert-Beer qonuniga muvofiq, yutilgan nurlanish miqdori elementning konsentratsiyasiga mutanosibdir.

Qurilma

Qurilmaning asosiy tarkibiy qismlari quyidagilardan iborat:

- nurlanish manbai;
- namunani quyish va purkash tizimi;

- atomizator;
- monoxromator yoki polixromator;
- detektor;
- ma'lumotlarni yig'ish bo'limi.

Qurilma odatda fonni tuzatish tizimi bilan jihozlangan. Radiatsiya manbai sifatida ichi bo'sh katodli lampalar (HCL, ichi bo'sh katodli chiroq) va elektrodsiz deşarj lampalari (BEGl, EDL, elektrodsiz deşarj lampasi) ishlatiladi. Bunday lampalarning nurlanishi aniqlanayotgan elementning spektriga ega bo'lib, taxminan 0,002 nm yarim kengligi bo'lgan juda tor chiziqlardan iborat.

Uch turdagi atomizatorlar mavjud:

- olovli yo'l

Olovli atomizator pnevmatik aerosol qurilmasi, gaz regulyatori va burnerli atomizatsiya tizimidan iborat. 2000 K dan 3000 K gacha bo'lgan haroratni olish uchun turli xil yonuvchan gaz aralashmalari (propan, vodorod va asetilen) va oksidlovchi (havo va azot oksidi) ishlatiladi. Brülör konfiguratsiyasi ishlatiladigan gazlarga moslashtirilgan, gaz oqimi tezligi sozlanishi. Namunalar sinov va etalon eritmalarini tayyorlash uchun afzal hal qiluvchi sifatida kislotali suv yordamida püskürtülür. Organik erituvchilar, agar ular olov barqarorligiga ta'sir qilmasligi kafolatlangan bo'lsa, ham ishlatilishi mumkin.

- Elektrotermik atomizatsiya usuli

Elektrotermik atomizatorning asosiy komponentlari grafit quvurli pech va quvvat manbai hisoblanadi. Grafit quvurli pechdan foydalanganda namuna to'liq atomizatsiya qilinadi va atom bug'i uzoq vaqt davomida radiatsiya yo'lida saqlanadi, bu esa aniqlash chegarasini yaxshilaydi. Namunalar (suyuqliklar va qattiq moddalar) to'g'ridan-to'g'ri grafit naychali pechga kiritiladi, u oldindan belgilangan dastur bo'yicha asta-sekin isitiladi, avval namunani quritadi, so'ngra matritsaning asosiy tarkibiy qismlarini piroliz yo'li bilan olib tashlaydi va keyin butun elementni atomizatsiya qiladi. . Pechni atomizatsiya haroratidan yuqori haroratgacha qizdirish orqali tozalanadi. Piroliz jarayonida grafit pechini inert gaz bilan puflash yaxshi atomizatsiya jarayoniga olib keladi.

Sovuq bug' usuli va gidrid usuli

Atom bug'ini spektrometrdan tashqarida ham olish mumkin. Atom bug'ini olishning bu usuli sovuq bug' usulida simobni aniqlash yoki mishyak, surma, vismut, selen va qalay kabi gidridlarni hosil qiluvchi elementlarni aniqlash uchun ishlatiladi. Simobni aniqlashda atomlar kaliy xlorid yoki natriy borgidrid bilan kimyoviy qaytarilish yo'li bilan hosil bo'ladi, shundan so'ng atom bug'i tezda inert gaz bilan chiroq chiqaradigan nurlanish yo'lida joylashgan sovuq kvarts kyuvetaga o'tkaziladi. Shunday qilib hosil bo'lgan gidridlar inert gaz yordamida issiq hujayraga o'tkaziladi va u erda atomlarga ajraladi.

Aralashmalar

Atom yutilishini o'lchashda kimyoviy, fizik, ionlanish va spektral shovqinlar paydo bo'lishi mumkin. Kimyoviy shovqin matritsani o'zgartiruvchi yoki ajratuvchi vositalar yoki yuqori nitrat oksidi-atsetilen olov harorati yordamida qoplanadi. Ionizatsiya aralashuvi maxsus ionlashtiruvchi tamponlar (masalan, lantan yoki seziy) yordamida qoplanadi. Yuqori tuz miqdori yoki yopishqoqligi tufayli yuzaga keladigan jismoniy shovqin namunani suyultirish, standart qo'shish usuli yoki matritsa tanlash yordamida qoplanadi. Spektral interferensiya rezonans chiziqlari bir-biriga yopishganda yuzaga keladi va uni yo'q qilish uchun boshqa rezonans chizig'i ishlatiladi. Zeeman fonini tuzatishdan foydalanish, shuningdek, molekulalar tomonidan nurlanishning yutilishi bilan bog'liq bo'lgan spektral

shovqin va interferensiyani qoplaydi, ayniqsa elektrotermik atomizatsiya usulidan foydalanganda. Shuningdek, ko'p elementli ichi bo'sh katodli lampalardan foydalanish spektral shovqinga olib kelishi mumkin. Maxsus yoki o'ziga xos bo'lmagan yutilish tanlangan monoxromator yoriq kengligi ((0,2-2) nm) bilan aniqlangan spektral diapazonda o'lchanadi.

Formatni tuzatish

Tarqalish va fon olov atomizatsiyasi yoki elektrotermik atomizatsiyada o'lchangan yutilish qiymatini oshiradi. Fon yutilishi to'lqin uzunliklarining keng diapazonini qamrab oladi, atomlar esa (0,005-0,02) nm tartibidagi juda tor diapazonlarda yutadi. Fon absorbansi aniqlanishi kerak bo'lgan elementdan tashqari, namuna eritmasi bilan bir xil tarkibga ega bo'lgan nazorat eritmasi yordamida tuzatilishi mumkin, ammo bu ko'pincha amalga oshirilmaydi. Elektrotermik atomizatsiya paytida piroliz harorati fon yutilishiga olib keladigan matritsa parchalanish mahsulotlarini istisno qiladigan tarzda tanlanishi kerak. Fonni tuzatish ikki xil energiya manbalari yordamida ham amalga oshirilishi mumkin: umumiy yutilishni o'lchaydigan ichi bo'sh katodli chiroq (element + fon) va fon yutilishini o'lchaydigan doimiy emissiya deyteriy chiroq. Fonni tuzatish uchun deyteriy chiroqdan olingan signal ichi bo'sh katodli chiroqdan olingan signaldan chiqariladi. Bu usul deyteriy lampaning spektral diapazoni (190 nm dan 400 nm gacha) bilan cheklangan. Fon yutilishini ikkita to'lqin uzunligida yutilishni o'lchash yo'li bilan ham topish mumkin: rezonans chizig'i va rezonansga yaqin to'lqin uzunligi, lekin namunada hech qanday yutilish kuzatilmaydi va keyin ikkinchi to'lqin uzunligining rezonansli yutilish chizig'ini ayirish orqali ham topish mumkin. singdirish.

Nazorat savollari:

1. Atom yutilish spektral tahlili usuli qanaqa usul hisoblanadi?
2. Spektorni olish uchun namunaviy moddani nima qilish kerak?
3. Qurulmaning tarkibiy qismlari nimalardan iborat?
4. Elektrotermik atomizatsiya paytida qanday tarzda tanlanishi kerak?

8-MA'RUZA.ATOM-EMISSION VA ATOM-FLUORESENSIYA SPEKTROSKOPIYA

Reja:

1. Atom emissiya spektroskopiyasi printsipli.
2. Atom yutilish spektroskopiyasi
3. Uchqun va yoy
4. Atom-fluoresensiya spektroskopiya
5. Triptofan floresansi

Atom emissiya spektroskopiyasi yoki AES - bu ma'lum bir namunadagi elementning miqdoriy mavjudligini hisoblash uchun ma'lum bir to'lqin uzunligidagi plazma, olov, yoy yoki uchqunning yorug'lik intensivligini ishlatadigan kimyoviy moddalarni tahlil qilish tartibi. Atom spektral chiziq to'lqin uzunligi elementni aniqlaydi va yorug'lik intensivligi elementning atom soniga proporsionaldir.

Atom emissiya spektroskopiyasi printsipli

Atom emissiya spektroskopiyasining nazariyasi yoki ishlash printsipli yuqori energiya holatidan past energiya holatiga o'tayotganda atomlar va molekulalar tomonidan chiqarilgan fotonlarning to'lqin

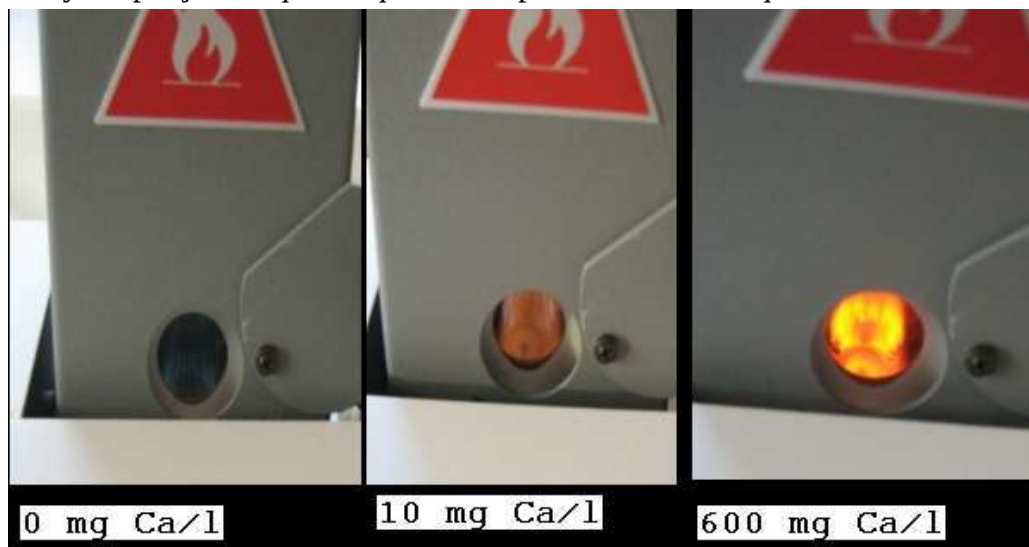
uzunliklarini tekshirishni o'z ichiga oladi. Har bir element yoki moddaning elektron tuzilishiga bog'liq bo'lgan xarakterli to'lqin uzunliklari to'plami chiqariladi. Ushbu to'lqin uzunliklarini o'rganish namunaning elementar tuzilishini ochib berishi mumkin.

Atom emissiya spektroskopiyasi (AES) kimyoviy tahlil usuli bo'lib, namunadagi element miqdorini aniqlash uchun ma'lum bir to'lqin uzunligida olov, plazma, yoy yoki uchqundan chiqadigan yorug'lik intensivligini ishlatadi. Emissiya spektridagi atom spektral chizig'ining to'lqin uzunligi elementning identifikatorini beradi, chiqarilgan yorug'likning intensivligi esa element atomlari soniga proporsionaldir. Namuna turli usullar bilan aniqlanishi mumkin.

Material namunasi (analit) olovga gaz, buzadigan amallar eritmasi sifatida yoki to'g'ridan-to'g'ri olovga kichik halqa simli, odatda platina bilan kiritiladi. Olovdan chiqadigan issiqlik erituvchini bug'laydi va molekula ichidagi aloqalarni uzib, erkin atomlarni hosil qiladi. Issiqlik energiyasi, shuningdek, atomlarni qo'zg'atilgan elektron holatga qo'yadi, ular keyinchalik yerning elektron holatiga qaytganlarida yorug'lik chiqaradilar. Har bir element o'ziga xos to'lqin uzunligiga ega bo'lgan yorug'lik chiqaradi, bu panjara yoki prizma orqali tarqaladi va spektrometrdan qayd etiladi.

Olovli atom emissiya spektroskopiyasi

Bu usulda tahlil qilinadigan materialning namunasi püskürtülmüş eritma yoki gaz shaklida olovga keltiriladi. Materialning erkin atomlari olov issiqligi erituvchini bug'langanda va tahlil qiluvchi moddaning kimyoviy bog'larini buzganda hosil bo'ladi. Issiqlik, shuningdek, atomlarni elektron zaryadlangan zarrachalarga aylantiradi, ular yerning elektron holatiga qaytganlarida yorug'lik chiqaradilar. Yorug'lik har bir elementga xos bo'lgan to'lqin uzunligi bo'yicha chiqariladi, u keyinchalik prizma yoki panjara orqali tarqaladi va spektrometrdan aniqlanadi.



1-rasm – Atom emissiya spektroskopiyasi

Olovli emissiya spektroskopiyasi farmatsevtika tadqiqotlari va tahlillari uchun gidroksidi metallarni o'rganishda tez-tez ishlatiladi.

Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasi (ICP-AES)

Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasi (ICP-AES) ma'lum bir elementga xos to'lqin uzunliklarida elektromagnit zaryadlangan zarrachalarni chiqaradigan qo'zg'atilgan ionlar va atomlarni ishlab chiqarish uchun induktiv bog'langan plazmadan foydalanadi.

Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasidan foydalanish

ICP-AES dan turli xil foydalanish quyida muhokama qilingan:

- Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasi oziq-ovqatda mishyak, vinodagi metallar mavjudligini aniqlash va oqsillar bilan bog'langan mikroelementlarni o'rganish uchun ishlatiladi.
- ICP-AES ko'pincha tuproqda mavjud mikroelementlarni tahlil qilish uchun ishlatiladi. Sud-tibbiyot ekspertlari ushbu usuldan jinoyat sodir bo'lgan joyda topilgan tuproq namunalarini o'rganish va ularning kelib chiqishini aniqlash uchun foydalanadilar. Ikki turdagi tuproq namunalarining metall tarkibini jinoyat joyidan olingan tuproq namunalarining kelib chiqishini aniqlash uchun solishtirish mumkin.
- ICP-AES motor moylarini tahlil qilish uchun ham qo'llaniladi. Bunday tadqiqotlar natijalari moyning ishlash muddatini aniqlashga yordam beradi, shuningdek, sifat nazorati va avtomobil dvigatellarining funktsional samaradorligini oshirishga yordam beradi.

ICP atom emissiya spektroskopiyasining afzalliklari va kamchiliklari

Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasining (ICP-AES) bir qator afzalliklari mavjud. Bularga mukammal chiziqli dinamik diapazon va aniqlash chegarasi, past kimyoviy shovqin, ko'p elementli qobiliyat, shuningdek, barqaror, takrorlanadigan signal kiradi.

Ushbu usulning kamchiliklari orasida infratuzilmani saqlash va operatsion xarajatlarning katta xarajatlari, bir nechta emissiya chiziqlari yoki spektral shovqinlarning mavjudligi va eritmalarda eritilgan namunalarga ega bo'lish zarurati kiradi.

Atom yutilish spektroskopiyasi

Asosiy holat atomi tegishli to'lqin uzunligidagi yorug'lik bilan to'qnashganda, atom yorug'likni yutadi va qo'zg'aluvchan fazaga kiradi. Bu jarayon atomik yutilish deb ataladi. Atom yutilishining maqsadi atomlar klasteridan o'tganda so'rilgan rezonans to'lqin uzunligidagi yorug'lik miqdorini o'lchashdir. Yutilgan yorug'lik miqdorining ko'payishi yorug'lik oqimidagi atomlar sonining ko'payishiga proporsionaldir. Mavjud tahlil qiluvchi moddaning miqdori so'rilgan yorug'lik miqdorini o'lchash yo'li bilan hisoblanishi mumkin. Turli xil elementlarning boshqa moddalar mavjudligida miqdoriy aniqlashga maxsus yorug'lik manbalaridan foydalanish, shuningdek yorug'lik to'lqin uzunligini mos ravishda tanlash yordam beradi. Atom yutilishini o'lchash uchun zarur bo'lgan atom buluti namunani etarli issiqlik energiyasiga ta'sir qilish orqali hosil bo'ladi. Bu kimyoviy birikmalarning tuzilmalarini ajratadi va erkin atomlarni chiqaradi. Ushbu maqsadga namunali eritmani yorug'lik nuri bilan muvofiqlashtirilgan olovga taqdim etish orqali erishiladi. Tegishli olov sharoitlariga duchor bo'lganda atomlarning aksariyati asosiy holatda qoladi. Bu atomlar ma'lum bir analitik to'lqin uzunligida manba chiroqdan chiqadigan yorug'likni o'zlashtira oladi. Atom yutilish spektroskopiyasi keng qamrovli va aniq hisob-kitoblarni amalga oshirishda katta tezlik va qulaylikni taklif etadi va shuning uchun u metall namunalarini aniqlashning eng keng tarqalgan usullaridan biridir. Ushbu maqsadga namunali eritmani yorug'lik nuri bilan muvofiqlashtirilgan olovga taqdim etish orqali erishiladi. Tegishli olov sharoitlariga duchor bo'lganda atomlarning aksariyati asosiy holatda qoladi. Bu atomlar ma'lum bir analitik to'lqin uzunligida manba chiroqdan chiqadigan yorug'likni o'zlashtira oladi. Atom yutilish spektroskopiyasi keng qamrovli va aniq hisob-kitoblarni amalga oshirishda katta tezlik va qulaylikni taklif etadi va shuning uchun u metall namunalarini aniqlashning eng keng tarqalgan usullaridan biridir. Ushbu maqsadga namunali eritmani yorug'lik nuri bilan muvofiqlashtirilgan olovga taqdim etish orqali erishiladi. Tegishli olov sharoitlariga duchor

bo'lganda atomlarning aksariyati asosiy holatda qoladi. Bu atomlar ma'lum bir analitik to'lqin uzunligida manba chiroqdan chiqadigan yorug'likni o'zlashtira oladi. Atom yutilish spektroskopiyasi keng qamrovli va aniq hisob-kitoblarni amalga oshirishda katta tezlik va qulaylikni taklif etadi va shuning uchun u metall namunalarini aniqlashning eng keng tarqalgan usullaridan biridir.

Uchqun va yoy atom emissiya spektroskopiyasi

Uchqun yoki yoy atom emissiya spektroskopiyasi metall elementlar uchun qattiq namunalarni tahlil qilish uchun ishlatiladigan protseduradir. Supero'tkazuvchi bo'lmagan moddalarni o'rganishda qattiq namunada grafit kukuni bilan maydalash orqali o'tkazuvchanlik paydo bo'ladi. An'anaga ko'ra, yoy spektroskopiyasi usuli tahlil paytida qattiq namunani maydalash va yo'q qilish va u orqali elektr uchqun yoki yoyni o'tkazishni o'z ichiga oladi. Bu atomlarni yuqori zaryadlangan zarrachalarga aylantiradigan yuqori haroratli issiqlik hosil bo'lishiga olib keladi. Yorug'lik qo'zg'atilgan atomlar tomonidan xarakterli to'lqin uzunliklarida chiqariladi, ular keyinchalik tarqalib, monoxromator yordamida aniqlanishi mumkin. Qattiq namunalardagi metall elementlarning tahlili sifatli hisoblanadi, chunki uchqun va yoy sharoitlari odatda yaxshi kuzatilmaydi. Argon ishtirokida boshqariladigan razryadlardan foydalangan holda uchqun manbalaridan zamonaviy foydalanish ham miqdoriy hisoblanadi. Sifatli va miqdoriy uchqunlarni tahlil qilish usullarining an'anaviy va zamonaviy usullari po'lat tegirmonlari va quyish zavodlarida sifat nazorati uchun tez-tez qo'llaniladi.

Atom emissiya spektroskopiyasi asboblari

O'rganilishi kerak bo'lgan namunani birinchi navbatda juda qo'zg'aluvchan erkin atomlarga aylantirish kerak. Suyuq namunalar odatda nebulizatsiya qilinadi va gaz oqimi orqali qo'zg'alish manbasiga olib boriladi. Qattiq namunalar gaz oqimida atala yoki lazer ablasyonu orqali manbaga kiritiladi. Qattiq namunalar bilan ishlashning yana bir usuli bu namunani to'g'ridan-to'g'ri bug'lash va lazer zarbasi yoki elektrodlar orasidagi uchqun yordamida qo'zg'atishdir. Qo'zg'alish manbai namunani eritishi, atomlarni atomizatsiya qilishi va qo'zg'atishi kerak. Ushbu maqsadlar uchun bir qator qo'zg'alish manbalaridan foydalanish mumkin, ular quyida keltirilgan:

To'g'ridan-to'g'ri oqim plazmasi (DCP) - bu jarayon elektr zaryadini ishlab chiqarish uchun ikkita elektroddan foydalanishni o'z ichiga oladi. Argon kabi plazma qo'llab-quvvatlovchi gaz kerak.

Induktiv ravishda bog'langan plazma (ICP) - Bu jarayon konsentrik kvarts naychalaridan tashkil topgan plazma mash'alini talab qiladi. Ichki trubka Argonni o'z ichiga oladi va namuna va Argon gazi tashqi trubkadan oqib o'tadi va sovutish vositasi sifatida ishlaydi. 27 MGts yoki 41 MGts chastotada 1-5 kVt diapazonga ega bo'lgan radiochastota generatori (RF) quvurlarni o'rab turgan induksiya bobini ichida tebranuvchi oqim hosil qiladi. Ushbu induksiya bobini tomonidan tebranuvchi magnit maydon hosil bo'ladi.

- **Olov** – Olov yuqori haroratli manba bo'lib, u namunani eritish va bug'lash va spektroskopik o'rganish uchun erkin atomlarni hosil qilish uchun ishlatiladi.
- **Lazerdan kelib chiqqan buzilish (LIBS)** - bu usul uchun yuqori energiyali lazer nurlaridan foydalaniladi.
- **Mikroto'lqinli plazma (MIP)** - bu usulda kvarts trubkasi bo'shliq yoki mikroto'lqinli to'lqin o'tkazgich bilan o'ralgan. Mikroto'lqinli to'lqin qo'llanmasini to'ldiradigan mikroto'lqinlarni ishlab chiqarish uchun magnetron talab qilinadi. Plazma holatini engillashtirish uchun uchqun kerak.

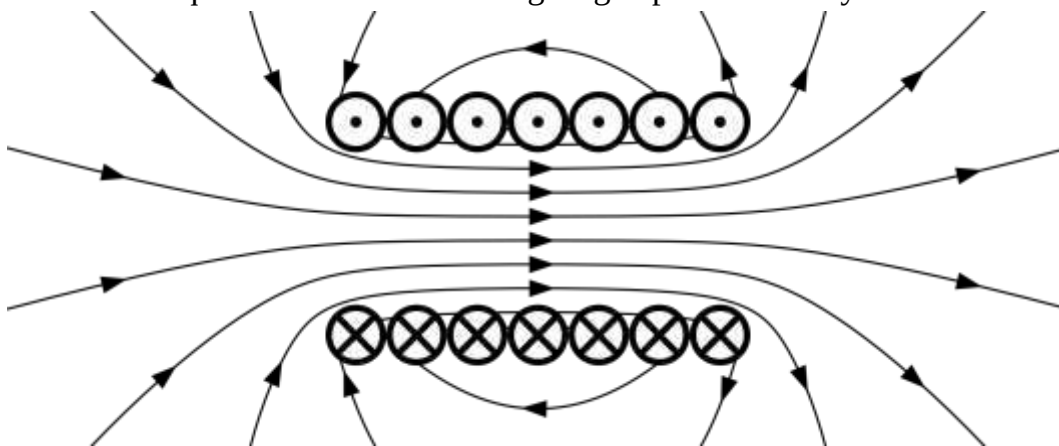
- **Lazer bilan induktsiyalangan plazma** - isitiladigan plazmani ushlab turish uchun Argon kabi qo'llab-quvvatlovchi gazga yo'naltirish uchun yuqori energiyali CO₂ lazer talab qilinadi.
- **Uchqun yoki yoy** - Uchqun va yoy qo'zg'atuvchi manbalar namuna atomlarini bug'lantirish va qo'zg'atish uchun uchqun yoki oqim pulsi (uchqun) yoki ikkita elektrod o'rtasida uzluksiz elektr zaryadsizlanishi yoyidan foydalanadi. Elektrodlar grafit yoki metallardan yasalgan.

Atom emissiya spektroskopiyasi ilovalari

Atom emissiya spektroskopiyasining asosiy qo'llanilishi ma'lum bir elementning ma'lum bir namunadagi proporsional miqdorini aniqlashdir. Atom emissiya spektroskopiyasining turli usullari oziq-ovqat va ichimliklar, motor moylari va tuproq namunalari kabi turli moddalarni tekshirish uchun ishlatiladi. Atom emissiya spektroskopiyasi asosan NASA va ESA tomonidan kosmik tadqiqot laboratoriyalarida qo'llaniladi. Bundan tashqari, u turli harbiy operatsiyalarga yordam berish uchun ishlatiladi.

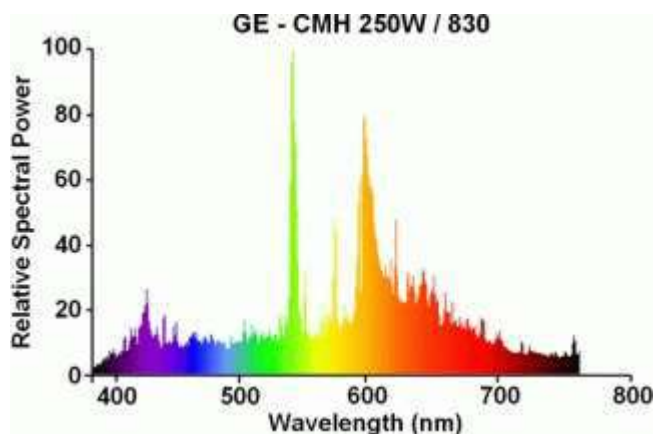
Induktiv bog'langan plazma

Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasi (ICP-AES) ma'lum bir elementga xos bo'lgan to'lqin uzunliklarida elektromagnit nurlanishni chiqaradigan qo'zg'aluvchan atomlar va ionlarni ishlab chiqarish uchun induktiv bog'langan plazmadan foydalanadi.



Rasm. Elektromagnetizm

Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasi (ICP-AES), shuningdek, induktiv bog'langan plazma optik emissiya spektrometriyasi (ICP-OES) deb ham ataladi, kimyoviy elementlarni aniqlash uchun ishlatiladigan analitik usuldir. Bu ma'lum bir elementga xos bo'lgan to'lqin uzunliklarida elektromagnit nurlanishni chiqaradigan qo'zg'aluvchan atomlar va ionlarni ishlab chiqarish uchun induktiv ravishda bog'langan plazmadan foydalanadigan emissiya spektroskopiyasining bir turi. Plazma yuqori haroratli ionlangan manba gazining (ko'pincha argon) manbai hisoblanadi. Plazma megahertz chastotalarda sovutilgan elektr lasanlardan induktiv ulanish orqali ushlab turiladi va saqlanadi. Manba harorati 6000 dan 10 000 K gacha bo'lgan diapazonda. Turli to'lqin uzunlikdagi yorug'likdan chiqadigan emissiyalarning intensivligi namunadagi elementlarning konsentratsiyasiga mutanosibdir.



ICP-AES ning afzalliklari aniqlanishning ajoyib chegarasi va chiziqli dinamik diapazon, ko'p elementli qobiliyat, past kimyoviy shovqin va barqaror va takrorlanadigan signaldir. Kamchiliklar - spektral shovqinlar (ko'p emissiya liniyalari), xarajatlar va operatsion xarajatlar va namunalar odatda suyuq eritmada bo'lishi kerak. Emissiyaning induktiv bog'langan plazma (ICP) manbai induksion lasan va plazmadan iborat. Induksion lasan - o'zgaruvchan tok o'tadigan simli g'altak. Bu oqim g'altakning ichida magnit maydonni keltirib chiqaradi va g'altak ichidagi kvarts trubkasidagi plazma bilan katta energiyani bog'laydi. Plazma - bu zaryadga ko'ra magnit maydon bilan o'zaro ta'sir qilish qobiliyatiga ega bo'lgan zaryadlangan zarralar (kationlar va elektronlar) to'plami. Atom emissiyalarida ishlatiladigan plazmalar argon gazining oqayotgan oqimini ionlash orqali hosil bo'ladi. Plazmaning yuqori harorati zaryadlangan zarralar gaz bo'ylab harakatlanayotganda rezistorli isitish natijasida yuzaga keladi. Plazmalar olovga qaraganda ancha yuqori haroratlarda ishlaganligi sababli ular yaxshi atomizatsiya va hayajonlangan holatlarning yuqori populyatsiyasini ta'minlaydi. Bugungi kunda ICP-AESda namuna matritsasining asosiy shakli suyuq namunadir: kislotali suv yoki suvli shakllarga hazm qilingan qattiq moddalar. Suyuq namunalar peristaltik nasos orqali nebulizer va namuna kamerasiga quyiladi. Keyin namunalar suyuq zarrachalarning nozik tumanini hosil qiluvchi nebulizerdan o'tadi. Kattaroq suv tomchilari purkagich kamerasining yon tomonlarida kondensatsiyalanadi va drenaj orqali chiqariladi, mayda suv tomchilari esa argon oqimi bilan harakatlanadi va plazma ichiga kiradi. Plazma emissiyasi bilan qattiq namunalarni bevosita tahlil qilish mumkin. Ushbu protseduralar elektrotermik bug'lanishni, lazer va uchqunni ablasyonni va porlashli bug'lanishni o'z ichiga oladi.

Uchqun va yoy

Qattiq namunalardagi metall elementlarni tahlil qilish uchun uchqun yoki yoy atom emissiya spektroskopiyasidan foydalaniladi. Supero'tkazuvchi bo'lmagan materiallar uchun namuna o'tkazuvchan bo'lishi uchun grafit kukuni bilan maydalanadi. An'anaviy yoy spektroskopiyasi usullarida qattiq moddaning namunasi odatda tahlil paytida maydalanadi va yo'q qilinadi. Elektr yoyi yoki uchqun namunadan o'tib, uning ichidagi atomlarni qo'zg'atish uchun uni yuqori haroratga qizdiradi. Qo'zg'atilgan analit atomlari monoxromator bilan tarqatilishi va aniqlanishi mumkin bo'lgan xarakterli to'lqin uzunliklarida yorug'lik chiqaradi. Ilgari, uchqun yoki yoy sharoitlari odatda yaxshi nazorat qilinmagan, namunadagi elementlar uchun tahlil sifatli edi. Biroq, boshqariladigan oqimlarga ega zamonaviy uchqun manbalari miqdoriy deb hisoblanishi mumkin. Sifat va miqdoriy uchqun tahlili quyish va metall quyish korxonalarida ishlab chiqarish sifatini nazorat qilish uchun keng qo'llaniladi.

ATOM-FLUORESENTLIK SPEKTROSKOPIKASI

Floresan spektroskopiyasi (ftorometriya yoki spektrofluorometriya deb ham ataladi)

namunaning floresansini tahlil qiladigan elektromagnit spektroskopiya turidir. U ma'lum birikmalarning molekularida elektronlarni qo'zg'atadigan va yorug'lik chiqarishiga olib keladigan yorug'lik nurini, odatda ultrabinafsha nurni ishlatishni o'z ichiga oladi; odatda, lekin shart emas, ko'rinadigan yorug'lik. Qo'shimcha usul - yutilish spektroskopiyasi. Bir molekulari flüoresan spektroskopiyaning alohida holatida, chiqarilgan yorug'likdan intensivlik tebranishlari bitta floroforlardan yoki juft floroforlardan o'lchanadi.



Simobni aniqlash uchun atom floresan spektroskopik analizatori

Floresansiyani o'lchaydigan asboblari fluorometrlar deb ataladi.

Nazariya

Molekular energiya darajalari deb ataladigan turli holatlarga ega. Floresan spektroskopiyasi birinchi navbatda elektron va tebranish holatlari bilan bog'liq. Odatda, tekshirilayotgan turlar qiziqish uyg'otadigan asosiy elektron holatga (past energiya holati) va yuqori energiyaning hayajonlangan elektron holatiga ega. Ushbu elektron holatlarning har birida turli tebranish holatlari mavjud.

Floresensiyada modda birinchi navbatda o'zining asosiy elektron holatidan fotonni qo'zg'atilgan elektron holatdagi turli tebranish holatlaridan biriga yutish orqali qo'zg'atiladi. Boshqa molekular bilan to'qnashuvlar qo'zg'atilgan molekula qo'zg'aluvchan elektron holatning eng past tebranish holatiga yetguncha tebranish energiyasini yo'qotadi. Bu jarayon ko'pincha Yablonski diagrammasi yordamida tasvirlanadi.

Keyin molekula yana elektron asosiy holatning turli tebranish darajalaridan biriga tushadi va bu jarayonda foton chiqaradi.[1] Molekular asosiy holatda bir nechta tebranish darajalarining istalganiga tushishi mumkinligi sababli, chiqarilgan fotonlar turli xil energiyaga va shuning uchun chastotalarga ega bo'ladi. Shuning uchun lyuminestsent spektroskopiya orqali chiqariladigan yorug'likning turli chastotalarini ularning nisbiy intensivligi bilan birga tahlil qilib, turli tebranish darajalarining tuzilishini aniqlash mumkin.

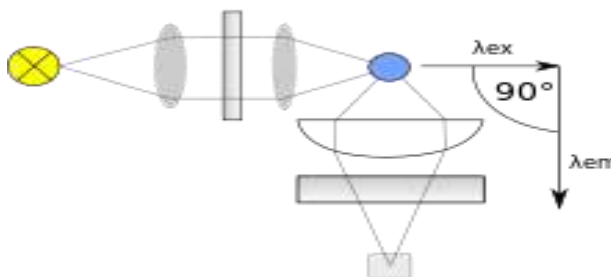
Atom zarralari uchun jarayon shunga o'xshash; ammo, atom zarralari tebranish energiya darajalariga ega emasligi sababli, chiqarilgan fotonlar ko'pincha tushgan nurlanish bilan bir xil to'lqin uzunligiga ega. Yutilgan fotonning qayta emissiyasi jarayoni "rezonansli floresans" deb ataladi va atom floresansiga xos bo'lsa-da, u molekulyar floresansda ham kuzatiladi.

Odatda floresan (emissiya) o'lchovida qo'zg'alish to'lqin uzunligi sobit bo'ladi va aniqlash to'lqin uzunligi o'zgaradi, flüoresans qo'zg'alish o'lchovida esa aniqlash to'lqin uzunligi sobit bo'ladi va qo'zg'alish to'lqin uzunligi qiziqish mintaqasida o'zgaradi. Radiatsiya xaritasi qo'zg'alish to'lqin uzunliklari diapazonidan kelib chiqadigan radiatsiya spektrlarini qayd etish va ularning barchasini birlashtirish orqali o'lchanadi. Bu 3D sirt ma'lumotlar to'plami: qo'zg'alish va emissiya to'lqin uzunliklarining funktsiyasi sifatida radiatsiya intensivligi va odatda kontur xaritasi sifatida tasvirlangan.

Qurilmalar

Asboblarning ikkita asosiy turi mavjud: tushayotgan yorug'lik va lyuminescent nurni ajratish uchun filtrlardan foydalanadigan filtrli florometrlar va tushayotgan yorug'lik va lyuminescent nurni ajratish uchun panjarali monoxromatorlardan foydalanadigan spektrofiorometrlar.

Ikkala tur ham quyidagi sxemadan foydalanadi: qo'zg'atuvchi manbadan yorug'lik filtr yoki monoxromatoridan o'tib, namunaga uriladi. Tushgan yorug'likning bir qismi namuna tomonidan so'riladi va namunadagi molekulalarning bir qismi floresan hosil qiladi. Barcha yo'nalishlarda lyuminescent nurlar chiqariladi. Ushbu lyuminescent nurning bir qismi ikkinchi filtr yoki monoxromator orqali o'tadi va detektorga etib boradi, u odatda tushayotgan yorug'lik nuriga 90° burchak ostida joylashtiriladi, u uzatilgan yoki aks ettirilgan nurning detektorga tushishi xavfini kamaytiradi.



Fluorimetr komponentlarini soddalashtirilgan konstruksiyasi

Har xil yorug'lik manbalari qo'zg'alish manbalari sifatida ishlatilishi mumkin, jumladan lazerlar, LEDlar va lampalar; xususan, ksenon yoylari va simob lampalar. Lazer faqat juda tor to'lqin uzunligi diapazonida, odatda 0,01 nm dan kam bo'lgan yuqori intensivlikdagi yorug'likni chiqaradi, bu esa monoxromator yoki qo'zg'atuvchi filtrni keraksiz qiladi. Ushbu usulning kamchiligi shundaki, lazerning to'lqin uzunligini ko'p o'zgartirib bo'lmaydi. Simob bug 'chirog'i chiziqli chiroqdir, ya'ni u eng yuqori to'lqin uzunliklariga yaqin yorug'lik chiqaradi. Aksincha, ksenon yoyi 300-800 nm oralig'ida deyarli doimiy intensivlik va 200 nm dan biroz yuqoriroq o'lchovlar uchun etarli yorug'lik bilan doimiy emissiya spektriga ega.

Fluorometrlar filtrlar va monoxromatorlardan foydalanishi mumkin. Monoxromator yorug'likni sozlanishi tolerantlik bilan sozlanishi to'lqin uzunligida uzatadi. Monoxromatorning eng keng tarqalgan turi diffraksiya panjarasidan foydalanadi, ya'ni kollimatsiyalangan yorug'lik panjarani yoritadi va to'lqin uzunligiga qarab turli burchaklarda chiqadi. Keyin monoxromator qaysi to'lqin uzunliklarini uzatishni tanlash uchun sozlanishi mumkin. Anizotropiya o'lchovlari ikkita polarizatsiya filtrini qo'shishni talab qiladi: biri monoxromator yoki qo'zg'atuvchi filtrdan keyin va ikkinchisi monoxromator yoki emissiya filtridan oldin.

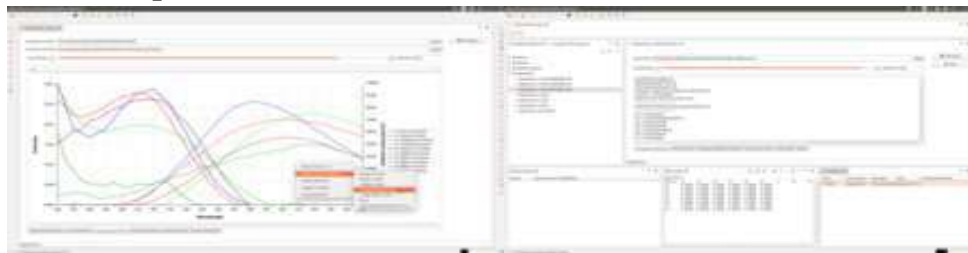
Yuqorida aytib o'tilganidek, floresans ko'pincha qo'zg'atuvchi nurga nisbatan 90° burchak ostida o'lchanadi. Ushbu geometriya qo'zg'atuvchi yorug'lik chizig'iga sensorini 180° burchak ostida qo'yish o'rniga qo'zg'atuvchi yorug'likdan o'tadigan shovqinlarni oldini olish uchun ishlatiladi. Hech bir monoxromator mukammal emas va u bir oz adashgan nurni, ya'ni nishondan boshqa to'lqin uzunliklari bilan nurni uzatadi. Ideal monoxromator yorug'likni faqat belgilangan diapazonda o'tkazishi va to'lqin uzunligidan qat'i nazar, yuqori o'tkazuvchanlikka ega bo'lishi kerak. 90° burchak ostida o'lchanganda, namuna tomonidan tarqalgan yorug'lik tarqoq nurga olib keladi. Bu signal-shovqin nisbati yaxshilanadi va aniqlash chegarasini 180° geometriyaga nisbatan taxminan 10 000 faktorga kamaytiradi. Bundan tashqari, floresansni old tomondan ham o'lchash mumkin, bu ko'pincha tumanli

yoki shaffof bo'lmagan namunalar uchun amalga oshiriladi.

Detektor bitta kanalli yoki ko'p kanalli bo'lishi mumkin. Bir kanalli detektor bir vaqtning o'zida faqat bitta to'lqin uzunligining intensivligini aniqlay oladi, ko'p kanalli detektor esa bir vaqtning o'zida barcha to'lqin uzunliklarining intensivligini aniqlaydi, bu esa emissiya monoxromatorini yoki filtrni keraksiz qiladi. Har xil turdagi detektorlarning afzalliklari va kamchiliklari mavjud.

Ikkita monoxromator va CW yorug'lik manbai bo'lgan eng ko'p qirrali florometrlar qo'zg'alish spektrini ham, floresans spektrini ham qayd etishi mumkin. Floresans spektrlarini o'lchashda qo'zg'atuvchi yorug'likning to'lqin uzunligi doimiy ravishda, yaxshisi yuqori yutilishga ega to'lqin uzunligida saqlanadi va emissiya monoxromatori spektrni skanerlaydi. Qo'zg'alish spektrlarini o'lchash uchun qo'zg'atuvchi monoxromator skanerlash paytida emissiya filtri yoki monoxromatordan o'tadigan to'lqin uzunligi doimiy bo'ladi. Qo'zg'alish spektri odatda yutilish spektri bilan bir xil bo'ladi, chunki floresans intensivligi yutilishga proporsionaldir.

Ma'lumotlarni tahlil qilish



Past konsentratsiyalarda floresansning intensivligi odatda florofor konsentratsiyasiga mutanosib bo'ladi.

UV/Visible spektroskopiyadan farqli o'laroq, "standart", qurilmadan mustaqil spektrlarni olish oson emas. Spektrlarga bir qancha omillar ta'sir qiladi va buziladi va "haqiqiy", ya'ni mashinadan mustaqil spektrlarni olish uchun tuzatishlar kerak bo'ladi. Har xil turdagi buzilishlar bu erda qurilma yoki namuna bilan bog'liq deb tasniflanadi. Birinchidan, qurilmaning ishlashi paytida yuzaga keladigan buzilishlar muhokama qilinadi. Boshlash uchun, yorug'lik manbasining intensivligi va to'lqin uzunligining xususiyatlari har bir tajriba davomida va har bir tajriba o'rtasida vaqt o'tishi bilan o'zgaradi. Bundan tashqari, hech qanday chiroq barcha to'lqin uzunliklarida doimiy intensivlikka ega emas. Buni bartaraf etish uchun qo'zg'atuvchi monoxromator yoki filtrdan so'ng nurning bir qismini mos yozuvlar detektoriga yo'naltirish uchun nur ajratgich qo'llanilishi mumkin.

Bundan tashqari, monoxromatorlar va filtrlarning uzatish samaradorligini hisobga olish kerak. Vaqt o'tishi bilan ular ham o'zgarishi mumkin. Monoxromatorning uzatish samaradorligi ham to'lqin uzunligiga qarab o'zgaradi. Shu sababli, monoxromator yoki qo'zg'atuvchi filtrdan keyin qo'shimcha mos yozuvlar detektorini qo'yish kerak. Detektor tomonidan olingan floresansning foizi ham tizimga bog'liq. Bundan tashqari, detektorning kvant samaradorligi, ya'ni aniqlangan fotonlarning foizi to'lqin uzunligi bilan turli detektorlar o'rtasida va vaqt o'tishi bilan detektor muqarrar ravishda yomonlashadi.

Ko'rib chiqilishi kerak bo'lgan yana ikkita masala radiatsiyani yo'naltirish uchun ishlatiladigan optikani va namunaviy materialni (kyuvet yoki hujayra deb ataladi) o'z ichiga olish yoki o'z ichiga olish vositalarini o'z ichiga oladi. Ko'pgina ultrabinafsha, ko'rinadigan va infraqizil o'lchovlar aniq kvarts kyuvetlaridan foydalanishni talab qiladi. Ikkala holatda ham, qiziqish to'lqin uzunligi diapazonida nisbatan kam yutilishga ega bo'lgan materiallarni tanlash muhimdir. Kvars ideal, chunki u 200 dan 2500 nm gacha uzatadi; yuqori sifatli kvarts hatto 3500 nm gacha uzatishi mumkin, boshqa materiallarning yutuvchi xususiyatlari esa namunaning floresansini maskalashi mumkin.

"Standart" spektrni olish uchun ushbu instrumental omillarning barchasini to'g'rilash juda mashaqqatli jarayon bo'lib, amalda faqat qat'iy zarurat tug'ilganda qo'llaniladi. Bu, masalan, kvant rentabelligini o'lchashda yoki nurlanishning eng yuqori intensivligi bilan to'lqin uzunligini topishda sodir bo'ladi.

Yuqorida aytib o'tilganidek, buzilish naqsh tufayli ham sodir bo'ladi. Shuning uchun namunaning ba'zi jihatlarini ham hisobga olish kerak. Birinchidan, fotodegradatsiya vaqt o'tishi bilan floresan intensivligini kamaytirishi mumkin. Nurning tarqalishini ham hisobga olish kerak. Bu kontekstda tarqalishning eng muhim turlari Rayleigh va Raman tarqalishidir. Rayleigh tarqalishi bilan tarqalgan yorug'lik tushayotgan yorug'lik bilan bir xil to'lqin uzunligiga ega, Ramanning tarqalishi bilan tarqalgan yorug'lik to'lqin uzunligini odatda uzunroqqa o'zgartiradi. Yorug'likning Raman tarqalishi - qo'zg'atuvchi yorug'likdan kelib chiqqan virtual elektron holatning natijasidir. Ushbu virtual holatdan molekular yerning tebranish holatidan farqli tebranish darajasiga qaytishi mumkin. Floresans spektrlarida har doim qo'zg'atuvchi to'lqin soniga nisbatan to'lqin sonining doimiy farqi mavjud, masalan, tepalik suvdagi qo'zg'atuvchi yorug'likdan 3600 cm^{-1} past to'lqin sonida paydo bo'ladi.

Ko'rib chiqilishi kerak bo'lgan boshqa jihatlar ichki filtrning ta'siridir. Bularga reabsorbsiya kiradi. Reabsorbsiya boshqa molekula yoki makromolekulaning bir qismi florofoor nurlanish chiqaradigan to'lqin uzunliklarida yutilishi tufayli sodir bo'ladi. Agar shunday bo'lsa, florofoor tomonidan chiqarilgan fotonlarning bir qismi yoki barchasi yana so'rilishi mumkin. Yana bir ichki filtr effekti yutish molekularining, shu jumladan florforning yuqori konsentratsiyasidan kelib chiqadi. Natijada, qo'zg'atuvchi nurning intensivligi butun eritmada doimiy emas. Natijada, qo'zg'atuvchi nurning faqat kichik bir qismi aniqlash tizimiga ko'rinadigan florofoorlarga etib boradi. Ichki filtrning ta'siri chiqadigan yorug'lik spektrini va intensivligini o'zgartiradi va shuning uchun lyuminesstent nurning emissiya spektrini tahlil qilishda hisobga olinishi kerak.

Triptofan floresansi

Katlangan oqsilning floresansi alohida aromatik qoldiqlarning floresansi aralashmasidir. Katlangan oqsilning ichki floresan emissiyasining aksariyati triptofan qoldiqlarining qo'zg'alishi bilan bog'liq, ba'zi emissiyalar tirozin va fenilalanin tufayli; ammo disulfid bog'lari ham bu to'lqin uzunligi oralig'ida sezilarli yutilishga ega. Qoida tariqasida, maksimal yutilishga ega triptofanning to'lqin uzunligi 280 nm, emissiya cho'qqisi esa solvatokromik bo'lib, mahalliy muhitning qutbliligiga qarab 300 dan 350 nm gacha o'zgarib turadi. Shuning uchun oqsil floresansi oqsilning konformatsion holatini aniqlash uchun ishlatilishi mumkin Bundan tashqari, triptofan floresansi boshqa qoldiqlarning yaqinligidan kuchli ta'sir qiladi (ya'ni, Asp yoki Glu kabi yaqin protonlangan guruhlar Trp floresansini bostirishi mumkin). Bundan tashqari, triptofan va boshqa floresan aminokislotalar o'rtasida energiya almashinuvi mumkin, bu tahlilga ta'sir qilishi mumkin, ayniqsa Foerster kislotasi yondashuvidan foydalanilganda. Bundan tashqari, triptofan nisbatan kam uchraydigan aminokislota; ko'p oqsillar faqat bir yoki bir nechta triptofan qoldiqlarini o'z ichiga oladi. Shuning uchun triptofan floresansi individual triptofan qoldiqlarining konformatsion holatining juda sezgir o'lchovi bo'lishi mumkin. Tashqi problarga nisbatan afzalligi shundaki, oqsilning o'zi o'zgarmaydi. Protein konformatsiyasini o'rganish uchun ichki floresansdan foydalanish amalda kam (yoki faqat bitta) triptofan qoldiqlari bo'lgan holatlar bilan cheklanadi, chunki ularning har biri turli xil mahalliy sharoitlarga duchor bo'ladi, natijada turli emissiya spektrlari paydo bo'ladi.

Triptofan muhim ichki floresan (aminokislota) bo'lib, triptofan mikromuhitining tabiatini

baholash uchun ishlatilishi mumkin. Metillangan spirtlar, sirt faol moddalar yoki boshqa amfifil molekulalar bilan tajriba o'tkazishda triptofan mikro muhiti o'zgarishi mumkin. Misol uchun, agar "gidrofobik" yadrosida bitta triptofan bo'lgan oqsil haroratning oshishi bilan denatüratsiya qilinsa, qizil rangga aylangan emissiya spektri paydo bo'ladi. Bu oqsilning hidrofobik ichki qismidan farqli o'laroq, triptofanning suv muhitiga ta'siri bilan bog'liq. Bundan farqli o'laroq, suvli erituvchi ta'sirida triptofan bo'lgan oqsilga sirt faol moddaning qo'shilishi, agar triptofan sirt faol moddaning pufakchalari yoki mitsellalariga singib ketgan bo'lsa, emissiya spektrida ko'k rang siljishiga olib keladi. Triptofanga ega bo'lmagan oqsillar floroforga qo'shilishi mumkin.

Floresans 295 nm da qo'zg'atilganda, triptofanning emissiya spektri tirozin va fenilalaninning zaifroq floresansi ustidan hukmronlik qiladi.

Atom floresan spektroskopiyasi (AFS) usullari havoda yoki suvda yoki simob kabi og'ir metallarni aniqlash uchun ishlatiladigan CVAFS kabi boshqa muhitda mavjud bo'lgan birikmani tahlil qilish/o'lchashning boshqa turlarida foydalidir.

Floresan fotonlarni qayta yo'naltirish uchun ham ishlatilishi mumkin, floresan quyosh kollektoriga qarang.

Bundan tashqari, floresan spektroskopiya mikrofluorometriya yordamida mikroskopik darajaga moslashtirilishi mumkin.

Analitik kimyoda floresan detektorlari HPLC bilan qo'llaniladi.

Suvni tadqiq qilish sohasida organik ifloslantiruvchi moddalarni aniqlash orqali suv sifatini kuzatish uchun floresan spektroskopiyadan foydalanish mumkin. Kompyuter fanlari va mashinalarni o'rganish sohasidagi so'nggi yutuqlar hatto suvning bakterial ifloslanishini aniqlashga imkon berdi.

Nazorat szvollari

1. Atom emissiya spektroskopiyasi idhlash prensipi qanaqa?
2. ICP atom emissiya spektroskopiyasining afzalliklari va kamchiliklari qanaqa?
3. Floresan spektroskopiyasi qanaqangi maqsadlarda ishlatiladi?
4. floresans ko'pincha qo'zg'atuvchi nurga nisbatan necha gradus burchak ostida o'lchanadi?
5. Floresans necha nm to'liq uzunligida qo'zg'atilganda, triptofanning emissiya spektri tirozin va fenilalaninning zaifroq floresansi ustidan hukmronlik qiladi

9-MA'RUZA.INFRAQIZIL SPEKTROSKOPIYA

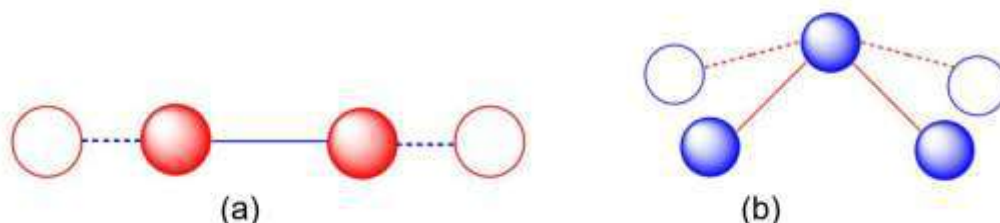
Reja:

1. Infraqizil spektroskopiya usulining asoslari.
2. IQ spektrlarini olish uchun namunalar tayyorlash.
3. IQ spektroskopiyasini qo'llash.
4. Infraqizil spektrometrlar va analizatorlar
5. Detektorlar.

IQ spektroskopiya usulining asoslari. Infraqizil nurlanish - ko'rinadigan rangning qizil uchi ($\lambda=0,74$ mkm) va mikroto'liqlik nurlanish ($\lambda=1-2$ mm) orasidagi spektral hududni egallagan elektromagnit nurlanishning bir qismi, organik moddalarning strukturaviy tahlili uchun infraqizil spektrlar odatda qayd etiladi. chastota diapazoni 4000 - 400 sm^{-1} (to'liq uzunligi 2,5 dan 20 mkm gacha). Spekrni qayd etishda to'liq raqamlarining sm^{-1} yoki mkmdagi qiymati abscissa o'qi bo'yicha

chiziqli shkalada, uzatish qiymati T (%) ordinata o'qida chiziladi.

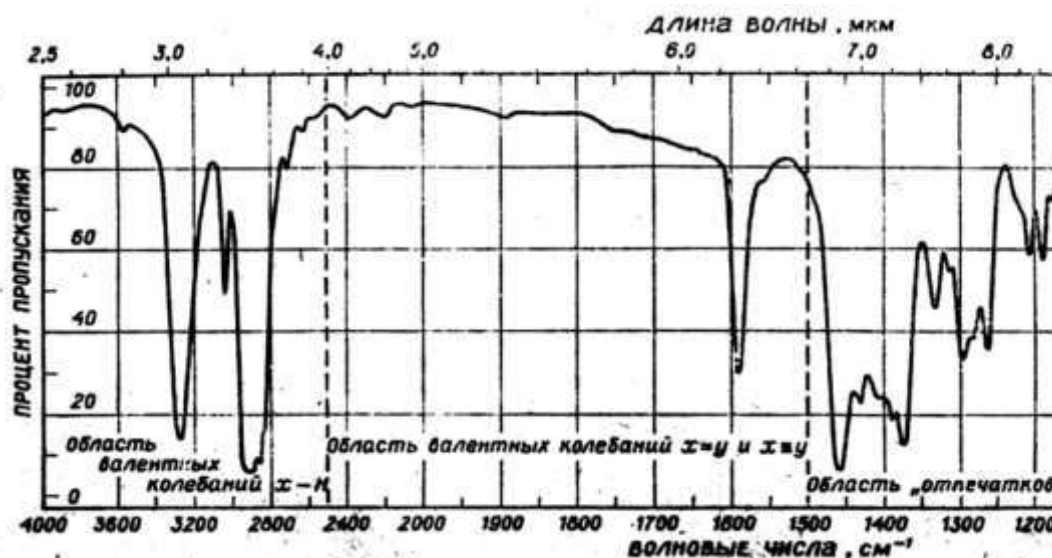
Infraqizil mintaqada yutilish yadrolarning tebranish harakatlarining qo'zg'alishi natijasida dipol momentlari o'zgarib turadigan molekular tomonidan amalga oshiriladi. Bog'lanish uzunligining o'zgarishiga olib keladigan yadrolarning tebranish harakatlariga cho'yzuvchi tebranishlar deyiladi (n bilan belgilanadi). Bog'lar orasidagi burchaklarning o'zgarishiga olib keladigan yadrolarning tebranish harakatlariga deformatsiya tebranishlari deyiladi (d bilan belgilanadi) (1-rasm).



1-rasm - Valentlik n (a) va deformatsiya d (b) atomlarning tebranishlari

Deformatsiya tebranishlarining energiyasi energiyadan ancha kam (b) cho'zish tebranishlari va uzun to'lqin uzunliklarida (past to'lqin raqamlari) egilish tebranishlari kuzatiladi. Cho'zish tebranishlarining chastotasi mos keladigan bog'lanishlarning mustahkamligi bilan bog'liq. Uch aloqalar ($2300\text{--}2000\text{ sm}^{-1}$ da yutilish) qo'sh bog'lardan (1900 da yutilish) kuchliroqdir. 4. Miqdoriy tahlil (1500 sm^{-1}), bu esa, o'z navbatida, bittadan kuchliroqdir (C-C, C-N, CO aloqalari $1300\text{--}800\text{ sm}^{-1}$ da so'riladi) (2-rasm).

IQ spektroskopiyasida molyar so'nish koeffitsienti (yutilish intensivligi) 0 dan 200 gacha bo'lgan qiymatni oladi. Uning qiymati bu tebranish natijasida molekulaning dipol momentining o'zgarishi kvadratiga proporsionaldir. IQ spektridagi eng qizg'in cho'zilgan tebranishlarga mos keladigan cho'qqilardir. Tarmoq intensivligi o'tkazish darajasiga ko'ra IQ spektrlari kuchli, o'rta, zaif bo'linadi va quyidagicha belgilanadi:



2-rasm - cho'zilgan tebranishlar maydoni va "barmoq izlari" maydonini ko'rsatadigan organik moddalarning IQ spektri

Strukturani o'rganish uchun infraqizil spektrlardan foydalanish asosan xarakterli yutilish zonalaridan (molekulardagi tipik funksional guruhlarining n yoki γ bog'lanish tebranishlari bilan bog'langan bandlar) foydalanishga asoslangan. OH, NH₂, NO₂, C=O, C=N- va boshqalar guruhlarda shunday xarakterli yutilish zonolari mavjud.

Tekshiriluvchi moddaning identifikatsiyasi tekshirilayotgan moddaning IQ spektrini uning standart namunasining o'xshash spektri yoki standart spektri bilan solishtirish yo'li bilan amalga oshirilishi mumkin. Eng muhim va ishonchli talqin qilingan xarakterli yutilish zonalari 4000 dan 1500 sm^{-1} gacha (2,5 dan 7 μm gacha) molekulalarning asosiy tebranishlarining qisqa to'lqinli (yuqori chastotali) chastota diapazonida joylashgan. Ushbu soha strukturaviy tahlil uchun muhim ahamiyatga ega.

1350 - 400 sm^{-1} past chastotalar oralig'i "barmoq izi" mintaqasi deb ataladigan ma'lum bir qator to'plami bilan tavsiflanadi (2-rasm)

IQ spektrlarini olish uchun namunalar tayyorlash. Infraqizil spektrlarni gazsimon, suyuq va qattiq moddalar uchun o'lchash mumkin. Gazsimon moddalarning spektrlarini o'lchash uchun maxsus gaz kyuvetlar. Infraqizil spektrlarni olib tashlash uchun namunalar tayyorlash quyidagi usullar bo'yicha amalga oshiriladi.

1. Qattiq jismlar uchun

a) Pastalar: 10-20 mg qattiq moddani 1 - 2 tomchi cho'ktiruvchi suyuqlik (vazelin moyi, poliftoruglerod, geksaxlorobutadien va boshqalar) bilan yaxshilab aralashtiriladi, tayyorlangan pasta IQ nurlanishini o'ziga singdirmaydigan moddalarning ikkita plastinkasi orasiga siqiladi. (NaCl yoki KBr) va o'lchash uchun spektrofotometrqa joylashtiriladi.

b) KBr dagi tabletkalar: qattiq moddaning tortilgan qismi (1-3 mg) spektral toza bromid (150-200 mg) bilan yaxshilab aralashtiriladi va aralash siqiladi.

2. Suyuq moddalar uchun NaCl yoki KBr plitalari orasiga yupqa suyuqlik plyonkasi mahkamlanadi.

3. Yechimlar

Sinov namunasining organik erituvchidagi eritmasi, kuchsiz IQ mintaqasida yutuvchi, masalan, CCl_4 , CHCl_3 .

Organik molekulalardagi bog'lanishlarning asosiy tebranish chastotalari mintaqasidagi eng muhim xarakterli yutilish zonalari. IQ spektroskopiyasi ko'pincha organik moddalarni miqdoriy aniqlash uchun qo'llanilishiga qaramay (masalan, kinetik tadqiqotlarda), bu usulning asosiy qo'llanilishi strukturaviy tahlildir. Bunday holda, IQ spektroskopiyasi molekulalarning funktsional guruhlarini aniqlash uchun ajralmas.

Murakkab funktsional guruhlarining ko'pgina xarakterli tebranishlarini oddiy cho'zish va egilish tebranishlari to'plami sifatida ifodalash ko'pincha qiyin. Biroq, amaliyotchi kimyogar yaxshi tanish bo'lishi kerak tipik funktsional guruhlarining chastotalari va ulardan molekula tuzilishini tahlil qilishda foydalanish. Bunda shuni yodda tutish kerakki molekulalarning boshqa strukturaviy bo'laklari ta'sirida ma'lum bir funktsional guruhning yutilish bantlari o'zgarishi mumkin. Organik moddalarning alohida sinflarining IQ spektrlarini talqin qilish bo'yicha batafsil ma'lumot adabiyotda yaxshi tasvirlangan.

Quyidagi 1-jadvalda eslab qolish oson shakldagi eng muhim tebranishlar haqida ma'lumot berilgan.

1-jadval - Analitik qiymatning infraqizil tebranishlari

guruhi	Chastotasi, sm^{-1}
O-N	1 3650 - 3200 (s.)
N-H	3500 - 2900 (av.)
C-H	3500 - 2700 (s. - chors.)
S-H	~2550 (med. - sl.)

S-S	~2200 (n.)
N-S	2200 (wd. - g.)
S=O	1850-1650 (s.)
S=S	~1650 (chor. - V.)
S-NO2	~1550 (s.) va ~1350 (s.); ~900 ý 850 (o'ýrtacha)
C-O	1300 - 1000 (s. - chors.)
C-F	1400 - 1000 (s.)
C-Cl	800 - 600 (s.)
C-Br	650 - 500 (s.)
C-I	600 - 500 (s.)
S=O(IV)	1070 - 1030 (s.)
SO2 (VI)	~1150 (s.) va ~1330 (s.)

IQ spektroskopiyasini qo'llash. 1 - 1000 mikron to'lqin uzunligi diapazonida infraqizil nurlarning yutilish va aks ettirish tabiatini o'rganish sifat va miqdoriy tahlilda yangi davrni ochdi. Ular molekulaning asosiy xarakteristikalarini, atomlarning tabiati, fazoviy joylashuvi va boshqalar haqida qimmatli ma'lumotlarni beradi. Va endi bu birikmalarni aniqlash va turli namunalardagi konsentratsiyalarni o'lchash uchun ishlatiladigan eng keng tarqalgan spektrofotometrik usullardan biridir.

Infraqizil spektroskopiya oddiy va ishonchli o'lchov, sifat nazorati va dinamik o'lchash usuli sifatida ozuqa nazorati va oziq-ovqat mahsulotlarini ishlab chiqarish uchun tadqiqot va muntazam nazorat laboratoriyalarida keng qo'llaniladi.

Ba'zi qurilmalar omborda saqlanadigan mos yozuvlar spektrlari ma'lumotlar bazasidan foydalanib, moddani avtomatik ravishda aniqlashga imkon beradi. Vaqt o'tishi bilan ma'lum bir chastotada o'lchovlarni amalga oshirish orqali ma'lum munosabatlarning tabiati yoki miqdoridagi o'zgarishlarni o'lchash mumkin. Zamonaviy tadqiqot apparati butun diapazonda soniyasiga 32 marta infraqizil o'lchovlarni amalga oshirishi mumkin. Bu kimyoviy reaksiyalar va jarayonlarni kuzatishni tezroq va aniqroq qiladi.

Hozirgi vaqtda choy barglari va meva sharbatlari sifatini baholash uchun IR texnikasi qo'llaniladi. Infraqizil spektroskopiya organik va noorganik kimyoda qo'llanilishi uchun juda muvaffaqiyatli ekanligi isbotlangan.

Moddaga qo'llaniladigan turli elektromagnit energiyalarga javob berishdagi sezilarli farq infraqizil spektrlarni uchta hududga bo'lish imkonini berdi: yaqin infraqizil (IQ yaqin, 1-2,5 mkm), o'rta infraqizil (o'rta IQ, 2,5-50 mkm) va uzoq infraqizil (25 mikrondan ortiq). NIR o'ziga xos assimilyatsiya qilishda zaif bo'lsa-da, u sifat nazorati va miqdoriy ilovalar uchun laboratoriyalarda qo'llanilishi kerak bo'lgan muhim texnika hisoblanadi. Aksincha, o'rta infraqizil spektrlar hududi birikmalarning tuzilmalari haqida ko'proq ma'lumot beradi va shuning uchun organik birikmalarni aniqlash uchun undan foydalanish tavsiya etiladi.

Miqdoriy tahlil. Infraqizil assimilyatsiya nurlanishning tanlangan to'lqin uzunliklariga qarab o'zgaradi va odatda spektrometrdan olingan asosiy hujjat bo'lgan spektr shaklida taqdim etiladi. Bunday grafikning ordinatasi o'tkazilayotgan yorug'lik intensivliklarining nisbatini yozadi, ular namunali va namunasiz abtsissada belgilangan har bir to'lqin uzunligi uchun hisoblanadi. Bu nisbat

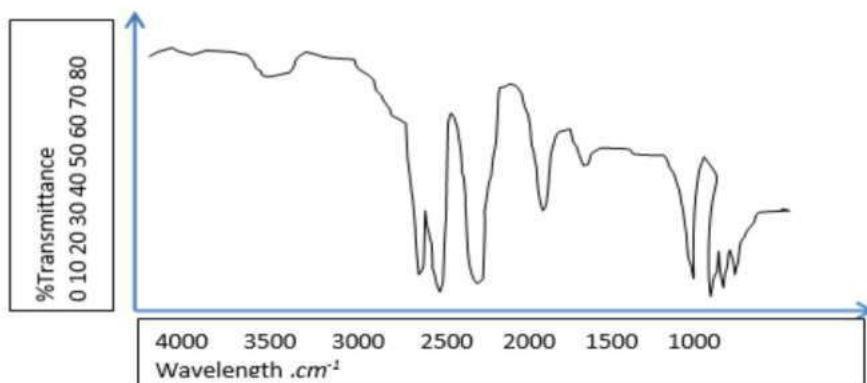
o'tkazuvchanlik (T) deb ataladi.

Ko'pincha grafikda o'tkazuvchanlik foiz (T ning%) yoki absorbans (A), asosi 10 logarifm, o'tkazuvchanlikning o'zaro nisbati bilan almashtiriladi:

$$A = \lg(1/T) = \lg(J_0/J_t).$$

Agar tadqiqot aks ettirilgan yoki yordamida o'tkazilgan bo'lsa tarqoq yorug'lik, psevdabsorbsiya birliklari qo'llaniladi.

Amalda, namunalar odatda kondensatsiyalangan (suyuqlik) yoki qattiq shaklda, ajratilgan zarrachalar shaklida emas, balki sof shaklda tahlil qilinadi, mavjud turlar o'rtasida ko'plab dipol-dipol o'zaro ta'sirlar sodir bo'ladi. Bu energiya darajasida va yutilish to'lqin uzunliklarida o'zgarishlarga olib keladi. Shunday qilib, spektr har doim kengayadigan bantlar deb ataladigan kengaytirilgan signallar shaklida bo'ladi. Ushbu bantlar umumiy apparat bilan alohida o'tishlarga ajratilmagan (3-rasm)



3-rasm - Polistirol plyonkasining o'rtacha IQ spektri

Infraqizil spektroskopiyadan strukturaviy tahlil va miqdoriy tahlil usuli sifatida foydalanish uchun barcha turdagi birikmalar tomonidan infraqizil nurlanishning yutilishining ba'zi qoidalari ishlab chiqilgan.

1. Muayyan tarmoqli maksimumlarining pozitsiyalari va molekulada organik funksional guruhlarining mavjudligi yoki molekulalar skeletida ma'lum strukturaviy xususiyatlar o'rtasida bog'liqlik mavjud.

2. Bu xususiyat har bir organik funksional guruhga bir necha atomlar assotsiatsiyasi mos kelishi bilan bog'liq. Berilgan bog'lanish uchun kuch konstantasi k bir molekuladan ikkinchi molekulaga sezilarli darajada o'zgarmaydi.

3. Aylanma-vibratsiyali band barcha ruxsat etilgan tebranish o'tishlariga mos keladi.

4. Tebranishlar simmetrik bo'lib, IQ nurlanishining intensivligiga bog'liq.

5. Ketma-ket aylanish cho'qqilari orasidagi farq (to'lqin raqamlari) energiya yutilishiga ta'sir qiluvchi omillar muvozanati tufayli doimiy emas.

Infraqizil spektrometrlar va analizatorlar.

Infraqizil spektrometrlar va analizatorlarni ikki toifaga bo'lish mumkin:

- o'tkazuvchi Furiye transformator spektrometrlari butun yutilish spektrini bir vaqtda tahlil qilish;
- Ikkinchi toifa uchun ko'plab ixtisoslashgan analizatorlar, shu jumladan dispersiv turdagi spektrometrlar, ular ham yaqin IQ diapazoni uchun ishlatiladi.

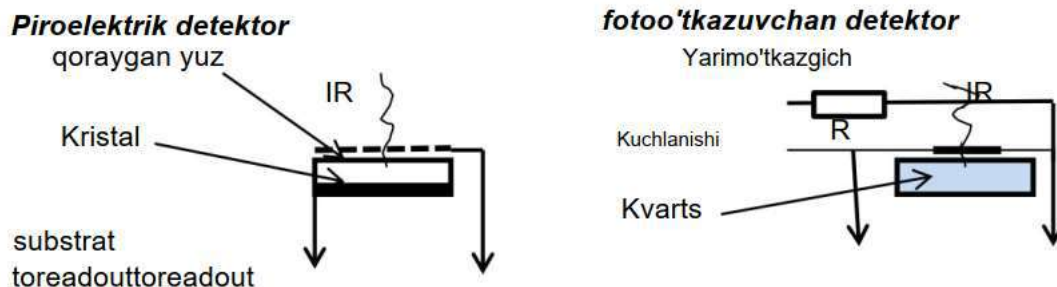
Furiye transformator spektrometrlari spektrni hisoblash uchun Mishelson interferometri yoki ixtisoslashtirilgan mikroprotsessorga ulangan shunga o'xshash qurilmadan foydalanadi, ikkinchi toifada esa qiziq chastota diapazonini skanerlashi mumkin bo'lgan filtrlar yoki motorli panjarali

monoxromator ishlatiladi.

Uzoq vaqt davomida ikki nurli asboblarning ko'rinishida o'rta IQ dispersiv spektrometrlar yaratilgan. Ikki nurli spektrometrlar har bir to'lqin uzunligi uchun hisoblangan o'tkazuvchanlikni ikkita alohida yo'lida, biri mos yozuvlar bo'lib xizmat qiladigan, ikkinchisi esa namunadan o'tadigan yorug'likning intensivligini solishtirish orqali o'lchash orqali real vaqt rejimida keng diapazonli namunalarni olishga imkon beradi.

Ikki nurli spektrometrning sxematik diagrammasi quyidagicha. Ichki manbadan chiqadigan infraqizil energiya bir qator nometall bilan ikkita teng nurga bo'linadi, ulardan biri namuna bo'linmasidan, ikkinchisi esa nazorat kamerasidan o'tadi. Namuna xonasidan va mos yozuvlar kamerasidan chiqish difraksion panjara tomon yo'naltiriladi. Monoxromator tomonidan belgilangan har bir tor to'lqin uzunligi oralig'ida, ikkita yo'lning har biridan keyingi yorug'lik navbat bilan detektorga qaratilgan. Ushbu tartibga solish optik to'xtatuvchi tomonidan amalga oshiriladi, u sekundiga taxminan o'n marta aylanadigan sektor oynasiga ega. Qabul qilingan signallarning nisbati deyarli bir vaqtning o'zida ko'rib chiqilgan to'lqin uzunligi uchun o'tkazuvchanlikka mos keladi. Har bir chiqish to'lqin uzunligi birma-bir o'lchanadi. Dispersiv asbob ishlashining yakuniy natijasi skanerlangan IQ uzatish (yoki yutilish) spektrogrammasi hisoblanadi. Bunday asboblarning ba'zan tortishish yoki skanerlash spektrometrlari deb ataladi.

Detektorlar. Birinchi IQ spektrofotometrlarining past sezgirlikni ushbu asboblarni yanada takomillashtirish va ulardan foydalanishga to'sqinlik qildi. Infraqizil mintaqada nurlanishni aniqlashga yaqinda erishildi. Hozirda bu masala hal qilindi. Aniqlashning asosiy printsipli infraqizil nurlanishning termal ta'siridir. Yutish materialining haroratini o'zgartirish orqali nurlanishni o'lchaydigan sensorlar termal detektorlar deb tasniflanadi. Ular har qanday to'lqin uzunlikdagi nurlanishning yutilishi natijasida yuzaga keladigan harorat o'zgarishiga javob beradi va ular keng to'lqin uzunliklarini qamrab olish uchun mo'ljallangan. IQ nurlanishini aniqlash uchun ko'plab qurilmalar qo'llaniladi; ular orasida termistorlar, termojuftlar, termopil va boshqa sensorlar mavjud. FTIR asboblari ishlatiladigan eng keng tarqalgan termal sensor bu apoelektrik detektordir. U yorug'lik intensivligidagi o'zgarishlarga tez javob beradi, past termal inersiyaga va chiziqli javobga ega. Boshqa detektorlar fotodiodlar (7-rasm) va to'liq infraqizil spektrga oldindan javob berishga qodir diodli massivlardir.



7-rasm - Piroelektrikning sxematik ko'rinishi va fotootkazuvchan detektorlar

Piroelektrik detektor ikkita elektrod orasiga joylashtirilgan deuterlangan triglitsin sulfat (DTGS) yoki litiy tantalitning (LiTaO_3) yagona kristalidan tayyorlanadi, ulardan biri nurlanish uchun shaffof va optik nurning ta'sirini sezadi. Yorug'lik energiyasi haroratning kichik o'zgarishi bilan elektr zaryadlarini hosil qiladi. Kristal olingan nurlanishga mutanosib ravishda polarizatsiyalanadi va

kondansatör vazifasini bajaradi.

Piroelektrik va yarimo'tkazgichli detektorlarning sxematik diagrammasi 7-rasmda keltirilgan. Bu turdagi detektorlar cho'ktirilgan simob-kadmiy tellurid (MCT, 1-5,5 mkm) yoki indiy antimonidining (InSb, 0,6-4,2 mkm) uchlamchi qotishmasidan iborat. inert inert materialda. qo'rg'oshin sulfidining (PbS, 0,6-4,2 m) yoki boshqa indiy/galiy/arsenik uchlik qotishmasining (InGaAs, 0,2-40,0 mkm) yaqin IQ nurlanishi uchun. Bu detektorlar suyuq azot haroratiga (77°K) sovutilganda sezgirlik yaxshilanadi.

Namunalarni tahlil qilish usullari.

IQ spektrlari yordamida sifat va miqdoriy tahlil odatda uzatish yoki aks ettirish orqali amalga oshiriladi. Hozirgi vaqtda infraqizilda keng tarqalgan ikkinchi protsedura barcha turdagi qattiq yoki gazsimon namunalarni va suvli eritmalarini tahlil qilish uchun ishlatiladi.

Optik materiallar.

Kyuvetalar va filtrlarni tayyorlash uchun ishlatiladigan an'anaviy optik materiallar foydasiz, chunki ularning aksariyati o'rta IQ diapazonida shaffof emas. kristall yoki amorf materiallar; ma'lum bir spektral diapazon uchun shaffof bo'lgan detektor oynalari (membranalar) va IQ hujayralari uchun ishlatilishi mumkin. Ularning soni yetarli. Ular orasida eng keng tarqalgani natriy xlorid (NaCl) va kaliy bromid (KBr). Ammo ular mo'rt va suvda eriydi. Buning o'rniga boshqa kristallardan foydalanish mumkin: seziy yodid (CsI Nurlanishning kirib borishi (1) to'lqin uzunligiga, (2) kristalning ham, namunaning ham sinishi ko'rsatkichlariga va (3) tushish burchagiga bog'liq. Bu ba'zan jonlangan to'lqin (parchalangan to'lqin) deb ataladi. Ushbu turdagi bir nechta to'liq, ammo zaiflashtirilgan aks ettirishlar ketma-ketligi ma'lumotli spektrlarni olish imkonini beradi. Yorug'lik nuri sinishi ko'rsatkichi har xil bo'lgan muhit yuzasiga tushsa, u turli xil ta'sirlarga duchor bo'lishi mumkin. 200 sm gacha shaffof -1), kumush xlorid (AgCl), KRS-5 (talliy bromidi) va hatto olmos. Ushbu oxirgi materiallar qattiq va erimaydi, lekin afsuski, ular juda qimmat. Amorf infraqizil o'tkazuvchi materiallar (AMTIR) germaniy, mishyak va selendan tashkil topgan shisha (masalan, Ge33As12Se55) yaxshi tanlovdir va ko'plab spektrofotometrlarda qo'llaniladi.

Nazorat savollari

1. IQ spektroskopiyasida molyar so'nish koeffitsienti qanchani tashkil etadi?
2. Eng muhim va ishonchli talqin qilingan xarakterli yutilish zonalarini haqida ma'lumot bering.
3. IQ spektrlarini olish uchun namunalarni tayyorlash qanaqangi amalga oshiriladi?
4. Infraqizil spektrometrlar va analizatorlar haqida ma'lumot bering.
5. IQ spektrlari optik materiallar qanaqangi bo'lishi talab etiladi?

10-MA'RUZA.MASS SPEKTROMETRIYA

Reja:

1. Mass spektrometriya haqida tushuncha.
2. Mass spektrometriyaning tarkibiy qismlari va ishlash prinsipi.
3. Massa spektrometri ishlatilishi.
4. Gaz xromatografiya mass-spektrometriyasi (GC-MS / MS) sinov laboratoriyasi

Mass-spektroskopiya, mass spektrometriya — modda tarkibidagi atom va molekulalar spektri bo'yicha ularning massasini tekshirish usullari. Atom va molekulalari ionlashgan har bir modda t/ye

nisbat bilan bir-biridan farq qiladi, bu nisbat (bunda t — massa, ye — ion zaryadi) mass-spektrometrlar b-n o'lchanadi. Olingan spektrga ko'ra, modda massasi va jism tarkibidagi boshqa moddalar miqdori topiladi. M.s. tatbikiy fizika, kimyo, biol. tibbiyot, geol. va texnikada asosiy analitik usullardan biri hisoblanadi. Jism (yoki suyuqlik) tarkibidagi modda massasini aniqlashning har xil usullari bor. Mas, dublet usuli bilan dispersion chiziqlar orasidagi masofa aniqlanadi va shu masofa bo'yicha massalar farqi topiladi. Ionlar tokini o'lchash usuli bilan moddalar massasi aniqlanadi.

Mass-spektroskopiya - moddani tahlil qilishning fizik-kimyoviy usuli bo'lib, u kimyo, biologiya, tibbiyot, sud tibbiyoti va ekologiyada qo'llaniladi. Moddani tahlil qilish maxsus qurilmada amalga oshiriladi, unda maxsus ionizatorlar yordamida moddaning molekulalari avval ionlarga aylanadi, so'ngra ajratiladi va qayd etiladi.

Kompyuter yordamida olingan namunaning massa spektridan uning tarkibi, tuzilishi va massasi haqida xulosa chiqarish mumkin. Bularning barchasini aniqlash uchun qurilmaga o'rganilayotgan moddaning grammining milliarddan bir qismini joylashtirish kifoya. Massa spektri ionlar massasining ularning soniga bog'liqligining grafigi bo'lib, molekula tuzilishi haqida ma'lumot beradi. Moddalarning spektrlari shunchalik individualki, ular "barmoq izlari" deb ataladi. Mass-spektroskopiya asbobi moddani kiritish tizimidan, molekulalarni ionlarga aylantiruvchi ionizatoridan, ionlarni massasi (aniqrog'i, massa va zaryad nisbati) bo'yicha saralovchi ajratgich va ion detektoridan iborat. Siz molekulani yuqori harorat yoki elektr zaryad yordamida ionlashtirishingiz mumkin - juda ko'p turli xil ionizatorlar mavjud. Mass-spektroskopiyaning boshqa tahlil usullaridan farqi shundaki, u zarrachalar tomonidan energiyaning chiqishi yoki yutilishini emas, balki zarrachalarning o'zini aniqlaydi.

2018-yilda fizik Artur Dempster tomonidan yaratilgan birinchi massa spektrometrining 100 yilligi nishonlanadi.

Gaz tarkibini aniqlash uchun ham M.-s. dan foydalaniladi. Gazlar to'liq bug'latish, izotopga ajratish, vakuumda uchqunlatish va ionlar bilan bombardimon qilish usullari orqali tekshiriladi. Ma'lum miqdordagi moddani M.-s. bilan tekshirib, undagi elementlar miqdori — gaz aralashmalaridagi komponentlari miqdori nazorat kilinadi va aniqlanadi, izotoplar olinadi. Kimyo sanoatida M.-s. bilan texnologik jarayonlar boshqariladi, atom yuqori qatlamining tarkibi o'rganiladi, zaryadli zarralarning to'qnashishidagi jarayonlar kuzatiladi, kimyoviy reak-siyalar kinetikasi tekshiriladi. M.-s. ko'p sohalarda yagona usul hisoblanadi. M.-s. yordamida Yer yuqori atmosferasining neytral va ion tarkibi o'lchangan (boshqa sayyoralarining atmosfera tarkibini ham shu usulda o'lchash mumkin).

Mass-spektrometriya NMR va IR spektroskopiya kabi usullarga nisbatan molekulyar tahlilning eng sezgir spektroskopik usuli hisoblanadi. Molekulalar yoki atomlar tomonidan radiatsiya yoki energiyaning yutilishini aniqlaydigan boshqa usullardan farqli o'laroq, u materiya zarralari bilan shug'ullanadi. Boshqa analitik fizik-kimyoviy usullardan muhim farqi shundaki, u ham ajratish usulini, ham aniqlash usulini birlashtiradi.

Birinchi massa spektrlari Buyuk Britaniyada J.J.Tomson (1910), keyin esa F.Aston (1919) tomonidan olingan. Ular barqaror izotoplarning kashf etilishiga olib keldi. Dastlab M.-s. U birinchi navbatda elementlarning izotopik tarkibini aniqlash va atom massalarini aniq o'lchash uchun ishlatilgan. Xonim. yadrolarning massalari va elementlarning atom massalari haqidagi ma'lumotlarni olishning asosiy usullaridan biri hisoblanadi. Elementlarning izotopik tarkibidagi o'zgarishlarni ± 10 -2% nisbiy xatolik bilan, yadrolarning massalarini esa yengillik uchun ± 10 -5% va og'ir elementlar

uchun $\pm 10-4\%$ nisbiy xatolik bilan aniqlash mumkin. .

Yuqori aniqlik va sezgirlik M. - bet. izotopik tahlil usuli sifatida elementlarning izotopik tarkibini bilish muhim bo'lgan boshqa sohalarda, birinchi navbatda yadro texnologiyasida qo'llanilishiga olib keldi. Geologiya va geokimyoda bir qator elementlarning (qo'rg'oshin, argon va boshqalar) izotopik tarkibini massaviy spektral aniqlash tog' jinslari va ruda hosilalarining yoshini aniqlash usullari asosida yotadi (masalan, Geoxronologiyaga qarang). Xonim. elementar va molekulyar strukturaviy analiz uchun kimyoda keng qo'llaniladi. M.ning birinchi ilovalari - sahifa. kimyo sohasida V. N. Kondratiev (1923) asarlari bilan bog'liq.

Moddaning elementar tarkibini massa spektral tahlili, ayniqsa, bu moddaning dastlabki parchalanmagan molekulalar shaklida bug'langanda va bu molekulalarning muhim qismi massa spektrometrining ion manbaida parchalanmaganida aniq bo'ladi. Keyin, yuqori aniqlikdagi massa spektrometrlari yordamida, masalan, molekulyar ionning massasi bo'yicha organik moddalar molekulasidagi C, H, O va boshqa atomlar sonini aniq aniqlash mumkin. Vakuimli uchqun ionlash uchuvchan bo'lmagan moddalarning elementar tarkibini tahlil qilish uchun ishlatiladi. Bunday holda, yuqori sezuvchanlik ($\sim 10^{-5}-10^{-7}\%$) va universallik komponentlar tarkibini aniqlashda o'rtacha aniqlik bilan erishiladi (bir necha% dan o'ndan bir foizgacha). Aralashmalarining sifatli molekulyar-mass-spektral tahlili turli tuzilishdagi molekulalarning massa spektrlari turlicha bo'lishiga, miqdoriy tahlil esa aralashma komponentlaridan ion oqimlarining shu komponentlar tarkibiga mutanosib bo'lishiga asoslanadi.

Miqdoriy molekulyar tahlilning aniqligi eng yaxshi holatda izotopik tahlilning aniqligiga etadi, lekin ko'pincha miqdoriy molekulyar tahlil turli moddalarning oddiy va dissotsiativ ionlashuvi paytida hosil bo'lgan turli ionlar massasining bir-biriga mos kelishi tufayli qiyin bo'ladi. Bu qiyinchilikni yengish uchun mass-spektrometrlar ionlashning «yumshoq» usullaridan foydalanadi, ular oz sonli fragment ionlarini beradi yoki M.-larni birlashtiradi. boshqa tahlil usullari bilan, ayniqsa tez-tez gaz xromatografiyasi bilan.

Molekulyar strukturaviy massa spektral analizi moddaning ionlanishi jarayonida molekulalarning ma'lum bir qismi parchalanmasdan ionlarga, ma'lum bir qismi esa bo'laklarga – fragmentlarga (dissosiativ ionlanish, parchalanish) parchalanishiga asoslanadi. Molekulyar va fragment ionlarining massalari va nisbiy tarkibini o'lchash (molekulyar massa spektri) nafaqat molekulyar og'irlik, balki molekulaning tuzilishi haqida ham ma'lumot beradi.

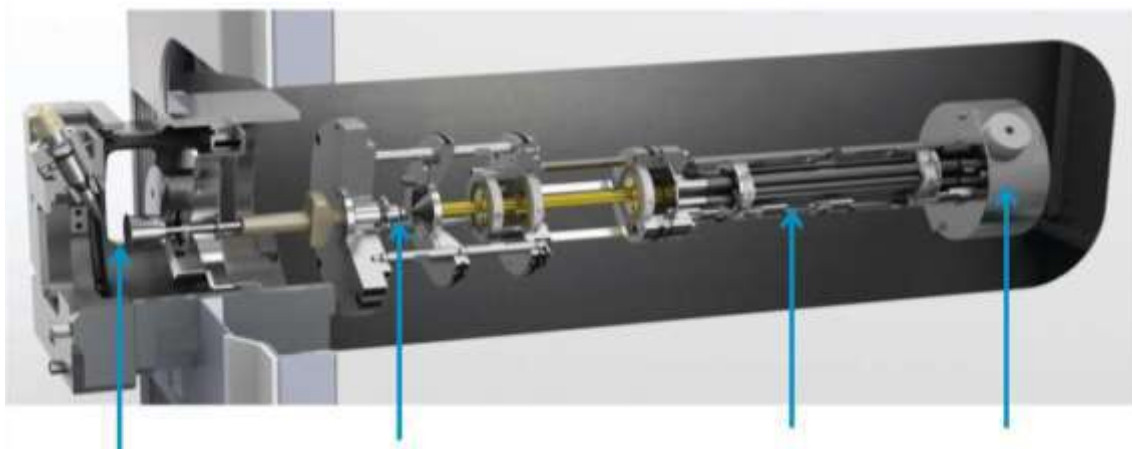
Elektron ta'sirida ionlashning eng ko'p qo'llaniladigan usuli bilan molekulyar strukturaviy massa spektral tahlil nazariyasi (energetika ionlanish energiyasidan bir necha baravar katta bo'lgan elektronlar) bunday ta'sir paytida qo'zg'aluvchan molekulyar ionning hosil bo'lishi kontseptsiyasiga asoslanadi. keyinchalik molekuladagi kuchsizroq bog'lanishlarning uzilishi bilan parchalanadi (qarang. Kimyoviy bog'lanish). Nazariyaning holati molekulaning massa spektrini va miqdoriy tahlil qilish uchun zarur bo'lgan turli moddalarga asbobning sezgirlik koeffitsientini miqdoriy jihatdan oldindan aytishga hali imkon bermaydi. Shuning uchun molekulaning noma'lum tuzilishini uning massa spektridan aniqlash va sifatli tahlil qilish uchun turli sinfdagi moddalarning massa spektrlari bo'yicha korrelyatsiya ma'lumotlari va sezgirlik koeffitsientini taxminiy baholash uchun umumiy molekula o'rtasidagi deyarli chiziqli bog'liqlikdan foydalaniladi. ionlanish ehtimoli va bir gomologik qatorning juda og'ir bo'lmagan molekulalari uchun molekulyar og'irlik. Shuning uchun molekulyar massa spektral analizida, iloji bo'lsa, asbob har doim ma'lum moddalar yoki ma'lum tarkibdagi aralashmalar uchun kalibrlanadi (izotop tarkibini aniqlashda, taqqoslangan zarrachalarning ionlashuvi

yoki dissotsilanish ehtimoli nisbatan kichik farq tufayli, tahlil ba'zan ma'lum tarkibdagi aralashmalar uchun kalibrlashsiz ham mumkin).

Fizikaviy-kimyoviy tadqiqotlarda M. - bet. ionlanish jarayonlari, zarrachalarning qo'zg'alishi va fizik-kimyoviy kinetikaning boshqa muammolarini o'rganishda foydalaniladi; ionlanish potentsiallarini, bug'lanish issiqliklarini, molekulalardagi atomlarning bog'lanish energiyalarini va boshqalarni aniqlash. M. yordamida - sahifa. Yer atmosferasining yuqori qatlamining neytral va ionli tarkibini o'lchash ishlari olib borildi (boshqa sayyoralar atmosferasi tarkibining shunga o'xshash o'lchovlari mumkin). Xonim. tibbiyotda gazni tahlil qilishning ekspress usuli sifatida qo'llanila boshlandi (2-rasm). M.ning tamoyillari - bet. eng sezgir oqish detektorlari dizayni asosida yotadi. Bir usulning yuqori mutlaq sezgirligi M. - sahifalar. juda oz miqdordagi moddani (~10-12 g) tahlil qilish uchun foydalanish imkonini beradi.

Mas-spektrometriyasini ishlatish prensipi

Mass-spektrometerning uchta asosiy qismi - ion manbai, ommaviy analizator va detektor.



ion manbai

ommaviy analizator

detector

1-rasm. Mass-spektrometer

Dastlabki namuna qattiq, suyuq yoki gaz bo'lishi mumkin. Namuna gazga vaporizatsiya qilinadi va keyin ion manbai tomonidan ionlashtiriladi, odatda kation bo'lish uchun elektronni yo'qotadi. Odatda anionlarni tashkil etadigan yoki odatda ionlarni hosil qilmaydigan turlar ham kationlarga aylanadi (masalan, xlor kabi halogenlar va argon kabi zukko gazlar). Ionizatsiya xonasi vakuumda saqlanadi, shuning uchun ishlab chiqariladigan ionlar asbobdan harakatlanishi va molekula havosiga o'tmasligi mumkin. Ionlash elektronlar chiqarilguniga qadar metall kangrenni isitish orqali ishlab chiqariladigan elektronlardan iborat. Bu elektronlar bir yoki bir nech elektronni taqillatuvchi namuna molekulalari bilan to'qnashadi. Bir nechta elektronni olib tashlash uchun ko'proq energiya talab etadiganligi sababli, ionlash kamerasida hosil bo'lgan kationlarning ko'pi +1 zaryadni o'z ichiga oladi. Ijobiy zaryadlangan metall plastinka namunali ionlarni mashinaning keyingi qismiga itaradi. (Eslatma: Ko'p spektrometr yoki salbiy ion rejimida yoki ijobiy ion rejimida ishlaydi, shuning uchun ma'lumotlarni tahlil qilish uchun sozlamani bilish muhim!)

Mass analizatorida ionlar keyinchalik potensial farqlar orqali tezlashadi va nurga qaratiladi. Tezlashtirishning maqsadi barcha turlarni bir xil yo'nalishdagi barcha yuguruvchilar bilan poyga boshlash kabi bir xil kinetik energiya berishdir.

Ioni nurlari zaryadlangan oqimni bog'lovchi magnit maydon orqali o'tadi.

Ko'proq ionli zaryadga ega engil tarkibiy qismlar yoki tarkibiy qismlar maydonda og'irroq yoki

kamroq ishlaydigan tarkibiy qismlardan ko'proq harakat qiladi.

Bir necha xil mass analizatorlari mavjud. Soat-parvoz (TOF) analizatori shu potentsialga ionlarni tezlashtiradi va keyin detektorga qancha vaqt kerak bo'lishini aniqlaydi. Agar zarrachalar bir xil zaryad bilan boshlansa, tezligi massaga bog'liq, engil elementlar detektorga yetib boradi. Detektorlarning boshqa turlari faqat zarrachaning detektorga qancha vaqt ketishini o'lchabgina qolmasdan, faqat elektr va / yoki magnit maydon tomonidan qanday aniqlanadi, faqat massadan tashqari ma'lumot beradi.

Detektor ionlarning sonini turli xil defektlarda hisoblaydi. Ma'lumotlar grafika yoki turli xil massa spektrlari sifatida tasvirlanadi. Datchiklar, ionning sirtiga zarracha shikast etgani yoki oqayotganligi sababli ishlaydi. Signal juda kichik bo'lgani uchun elektron multiplikatori, Faraday kubogi yoki ion-foton detektori ishlatilishi mumkin. Signal spektrni ishlab chiqarish uchun katta darajada kuchaytirildi.

Massa spektrometri ishlatilishi

Miqodiy ham sifatli va miqdoriy kimyoviy tahlil uchun ishlatiladi. U namunadagi elementlarni va izotoplarni aniqlash, molekulalarning massasini aniqlash va kimyoviy tuzilmalarni aniqlash uchun vosita sifatida ishlatilishi mumkin.

Namuna tozaligi va molyar massasini o'lchash mumkin.

Ijobiy va salbiy tomonlari

Ko'plab boshqa usullar bo'yicha massa spesifikatsiyasining katta afzalligi shundaki, u juda sezgir (millionga parcha). Namunadagi noaniq tarkibiy qismlarni aniqlash yoki ularning mavjudligini tasdiqlash uchun ajoyib vosita. Ommaviy spektrlarning kamchiliklari shu kabi ionlarni ishlab chiqaradigan uglevodorodlarni aniqlashda juda yaxshi emas va optik va geometrik izomerlarni alohida aytib berolmaydi. Kamchiliklari MSni gaz kromatografiyasi (GC-MS) kabi boshqa metodlarni birlashtirib to'ldiriladi.

Gaz xromatografiya mass-spektrometriyasi (GC-MS / MS) sinov laboratoriyasi

Gaz xromatografiyasi (GK, gaz xromatografiyasi) - bu namunali aralashmaning kimyoviy tarkibiy qismlarini ajratish va keyinchalik ularning mavjudligini yoki yo'qligini, yoki ularning qancha miqdorini aniqlash uchun ishlatiladigan analitik usul. Ushbu kimyoviy komponentlar odatda organik molekulalar yoki gazlardir. Gaz xromatografiya tahlillarida muvaffaqiyat qozonish uchun ushbu komponentlarning molekulyar og'irliklari odatda 1250 g / mol va undan past, uchuvchan va termal barqaror bo'lishi kerak.



Gaz xromatografiyasi ko'plab sohalarda keng qo'llaniladigan usuldir. Masalan, ushbu texnika ko'plab mahsulotlarning ishlab chiqarish faoliyatida sifatni nazorat qilishda, avtomobillardan tortib

kimyoviy moddalar va farmatsevtika mahsulotlariga, meteoritlarni tahlil qilishdan tabiiy mahsulotlarga, atrof muhitdan oziq-ovqat va sud ekspertizasigacha bo'lgan xavfsizlikni ta'minlash uchun ishlatiladi. Gaz xromatografiyasi asosan kimyoviy tarkibiy qismlarni aniqlashga imkon berish uchun mass-spektrometriya bilan birgalikda qo'llaniladi.

Gaz xromatografiyasi ishlayotganda, ajratish jarayonlarida tashuvchi gazdan foydalaniladi, bu esa mobil faza qismida samarali bo'ladi. Tashuvchi gaz namunali molekulalarni gaz xromatografiya tizimi orqali, ideal holda namuna bilan reaksiyaga kirishmasdan yoki asbob qismlariga zarar etkazmasdan uzatadi. Namuna dastlab avtosamplerdan uzatiladi va gaz xromatografiga kiritiladi. Namuna gaz xromatografi kirish qismiga harakatlanuvchi fazani yo'qotmasdan namuna aralashmasini kiritish imkonini beradigan kanal orqali AOK qilinadi. Kirish joyiga ulangan analitik ustun uzun, tor, birlashtirilgan silika yoki metall naycha bo'lib, uning ichki devorlari bilan qoplangan statsionar fazani o'z ichiga oladi. Tahlil paytida kamroq uchuvchan tarkibiy qismlarni ajratish uchun analitik kolonna isitilgan ustunli pechda saqlanadi. Ustundan chiqishda signal hosil qilish uchun ustundan ajratilgan kimyoviy tarkibiy qismlarga javob beradigan detektor mavjud. Signal kompyuterda yozib olinadi.

Mass-spektrometriya - gaz xromatografiga qo'shilgan va gaz xromatografiya detektori o'rniga ishlatiladigan analitik usul. Neytral molekulalar analitik kolonkadan ajratilib, ion manbasida ionlanib, molekulyar ionlar hosil bo'ladi. Keyin parcha va molekulyar ionlar ajratiladi va massa / zaryad nisbati asosida massa analizatorida aniqlanadi.

Gaz xromatografiya mass-spektrometridan olingan ma'lumotlar uch o'lchovli. Autentifikatsiya noma'lum analitiklarni aniqlash va molekulalarning strukturaviy va kimyoviy xususiyatlarini aniqlash uchun ishlatiladigan massa spektrlarini hamda sifatli va miqdoriy tahlil uchun ishlatiladigan xromatogrammani ta'minlaydi.

Xromatogrammadan gaz xromatografiyasi yoki gaz xromatografiya mass-spektrometriya tizimining salomatligi, shuningdek sifatli yoki miqdoriy tahlil qilish uchun zarur bo'lgan ma'lumotlar haqida ko'p ma'lumotlar olinadi.

Boshqa ajratish texnikasi bilan taqqoslaganda, gaz xromatografiyasi yuzlab birikmalarni ajratish qobiliyati bilan yuqori quvvatga ega. Biroq, minglab cho'qqilarni ajratish kerak bo'lgan ba'zi ilovalar uchun ularning barchasini xromatografik tarzda ajratish uchun plitalar etarli emas. Masalan, dizelni tahlil qilish, ekologik murakkab matritsalarda izli analitiklarni aniqlash, biologik tahlil yoki oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish.

Mass-spektrometr gaz xromatografi bilan bog'langan spektral o'lchamlari tahlilni to'liq xromatografik aniqliksiz amalga oshirishga imkon beradi, ammo buning to'liq muvaffaqiyati uchun juftlik cho'qqilari har xil spektrlarga ega bo'lishi kerak.

Gaz xromatografiyasi turli xil matritsalarda, qattiq moddalardan gazgacha bo'lgan minglab birikmalarni tahlil qilish uchun ishlatiladi. Bu kuchli texnikadir va mass-spektrometriyani, shu jumladan boshqa usullarni osongina moslashtirishi mumkin. Shu bilan birga, gaz xromatografiyasi geliy yoki vodoroddan taxminan 1250 molekulyar vazngacha bo'lgan uchuvchan birikmalarni tahlil qilish bilan cheklangan. Shuningdek, termal labil birikmalar issiq gaz xromatografiyasida parchalanishi mumkin. Buni minimallashtirish uchun sovuq qarshi usullaridan va past haroratlardan foydalanish kerak.

Gaz xromatografiyasining eng keng tarqalgan muammosi bu oqishdir. Ko'chma faza - bu gaz va tizim orqali oqadi, shuning uchun ehtiyot qismlar va sarf materiallarini to'g'ri o'rnatish hamda qochqinni muntazam nazorat qilish muhimdir. Bundan tashqari, gaz xromatografiyasi yana bir

muammo, ayniqsa, iz darajasida bo'lgan analitiklar uchun. Tizimda shisha qoplamalar va axloqsizlikning ko'payishi eng yuqori darajaga, qaytarilmas adsorbsiyaga yoki katalitik degradatsiyaga olib keladi. Kirish namunasi AOK qilingan, bug'langan va gaz xromatografiya ustuniga o'tkaziladigan eng muammoli maydon. Shuning uchun iste'mol qilinadigan sarf materiallaridan foydalanish bilan bir qatorda muntazam ravishda qabul qilishni ta'minlash juda muhimdir.

Bizning tashkilot gaz va xromatografiya mass-spektrometriyasi (GC-MS / MS) sinov laboratoriyalari xizmatlarini milliy va xalqaro standartlar doirasida ko'plab sinovlar, o'lchovlar, tahlillar va malakali mutaxassislar va ilg'or texnologik uskunalar bilan ta'minlagan holda talab qiladi. baholash ishlari.

Nazorat uchun savollar.

1. 2018-yilda fizik Artur Dempster tomonidan yaratilgan birinchi massa spektrometrining necha yilligi nishonlanadi?
2. Molekulyar strukturaviy massa spektral analizi nimaga asoslanadi?
3. Mass-spektrometerning qisimlari haqida ma'lumot bering.
4. Gaz xromatografiyasi ishlayotganda, ajratish jarayonlarida nimadan foydalaniladi?
5. Gaz xromatografiya mass-spektrometriyasi (GC-MS / MS) sinov laboratoriyasi haqida ma'lumot bering.

11-MA'RUZA.ULTRABINAFSHA VA YADRO MAGNIT REZONANS SPEKTROSKOPIYASI

Reja:

1. Yadro magnit-rezonans spektroskopiyasi haqida tushuncha.
2. EPR spektrlarini qayd qilish usullari.
3. Korrelyatsion spektroskopiya.
4. Biyomolekulyar NMR spektroskopiyasi.

Yadro magnit-rezonans spektroskopiyasi, eng ko'p ma'lum bo'lgan NMR spektroskopiyasi yoki magnit-rezonansli spektroskopiya (XONIM), a spektroskopik atrofdagi mahalliy magnit maydonlarni kuzatish texnikasi atom yadrolari. Namuna magnit maydonga joylashtirilgan va NMR signali bilan yadro namunasini qo'zg'atish natijasida hosil bo'ladi radio to'lqinlari ichiga yadro magnit-rezonansi, bu sezgir radio qabul qiluvchilar bilan aniqlanadi. Molekuladagi atom atrofidagi molekula ichidagi magnit maydon rezonans chastotasini o'zgartiradi, shu bilan molekulaning elektron tuzilishi va uning alohida funktsional guruhlari tafsilotlariga kirish imkoniyatini beradi. Zamonaviy sharoitda dalillar alohida birikmalar uchun noyob yoki juda xarakterli bo'lgani uchun organik kimyo, organik birikmalar, oziq-ovqat laboratoriyalarida NMR spektroskopiyasi monomolekulyarni aniqlashning aniq usuli hisoblanadi. Xuddi shunday, biokimyogarlarning oqsillar va boshqa murakkab molekulalar aniqlash uchun NMR dan foydalanadilar. NMR spektroskopiyasi identifikatsiyadan tashqari molekulalarning tuzilishi, dinamikasi, reaksiya holati va kimyoviy muhiti haqida batafsil ma'lumot beradi. NMRning eng keng tarqalgan turlari proton va uglerod-13 NMR spektroskopiyasi, ammo u yadrolarga ega bo'lgan har qanday namunaga nisbatan qo'llaniladi.

Ko'pgina elementar zarralar, xuddi tepalar kabi, o'z o'qi atrofida aylanadi. Agar zarracha elektr zaryadiga ega bo'lsa, u aylanayotganda magnit maydon paydo bo'ladi, ya'ni. u o'zini mayda magnit

kabi tutadi. Ushbu magnit tashqi magnit maydon bilan o'zaro ta'sir qilganda, ushbu elementar zarrachani o'z ichiga olgan yadrolar, atomlar yoki molekulalar haqida ma'lumot olish imkonini beradigan hodisalar yuzaga keladi. Magnit-rezonans usuli biologiya, kimyo, geologiya va fizika kabi fanning turli sohalarida qo'llaniladigan universal tadqiqot vositasidir. Magnit rezonansning ikkita asosiy turi mavjud: elektron paramagnit rezonans (EPR) va yadro magnit rezonansi (NMR). Ikkala hodisa ham magnit maydondagi spektral chiziqlar yoki energiya darajalarining alohida komponentlarga bo'linishidan iborat bo'lgan Zeeman effektiga asoslanadi.

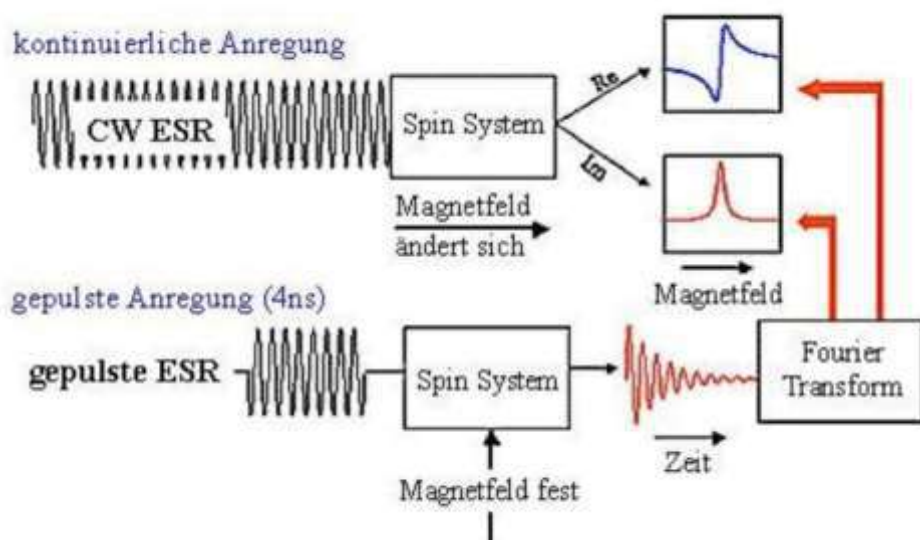
Elektron paramagnit rezonansi. Elektron paramagnit rezonans (EPR) yoki boshqa tarzda elektron spin-rezonans spektroskopiyasi (ESR) deb nomlanuvchi atom yoki molekula (paramagnit zarralar) kuchli magnit maydonda bo'lganda, mikroto'lqinli nurlanishning juftlashtirilmagan elektroni tomonidan rezonansli yutilishidir. EPR spektrlari ularning yutilish spektrlarining birinchi hosilasi sifatida berilgan.

EPR 1944 yilda rus fizigi E. K. Zavoiskiy tomonidan kashf etilgan. Ushbu usul paramagnitli birikmalarni o'rganish uchun ishlatiladi.

EPR spektrlarini qayd qilish usullari:

1. Uzlaksiz to'lqin usuli: namuna doimiy chastotali mikroto'lqinli nurlanish bilan magnit maydon asta-sekin kirib borishi bilan nurlanadi va maydonning har bir pozitsiyasi uchun mikroto'lqinli yutilish o'lchanadi.

2. Impulslı EPR: yuqori mikroto'lqinli nurlanishning qisqa pulsi namunaga yuboriladi va radiatsiya yo'qligida javob qayd etiladi (1-rasm).



1-rasm - EPR spektrlarini qayd qilish sxemasi

CW-EPR spektroskopiyasini o'lchash instrumental va eksperimental turli parametrlarga bog'liq bo'lishi mumkin. O'lchovning muhim jihati yuqori bo'lgan spektrometrning sezgirligi va ruxsatiga bog'liq bo'lgan qiziqishning past konsentratsiyasi namunasiidan o'lchamlarini EPR spektrini olishdir.

NMR spektrometri odatda juda kuchli magnit ichidagi yigiruvchi namunani ushlab turuvchidan, radiochastota emitentidan va magnit ichiga o'ralgan proba (antenna yig'indisidan) ega bo'lgan qabul qiluvchidan, diffuziya o'lchovlari uchun ixtiyoriy ravishda gradient bobinlardan iborat, va tizimni boshqarish uchun elektronika. Namunani aylantirish odatda diffuzion harakatni o'rtacha hisoblash uchun kerak bo'ladi, ammo eritma harakati muhim o'zgaruvchan bo'lsa, ba'zi tajribalar statsionar namunani talab qiladi. Masalan, ning o'lchovlari diffuziya konstantalari (diffuzion tartibli

spektroskopiya yoki DOSY) aylantirilgan statsionar namuna yordamida amalga oshiriladi va oqim xujayralari jarayon oqimlarini onlayn tahlil qilish uchun ishlatilishi mumkin.

Deuteratsiyalangan erituvchilar

Eritmadagi molekulalarning katta qismi hal qiluvchi molekulalar bo'lib, odatdagi erituvchilarning ko'pi uglevodorodlar va shunga o'xshash NMR-faol protonlarni o'z ichiga oladi. Faqatgina erituvchi vodorod atomlarining signallarini aniqlashni oldini olish uchun protonlarning 99+% bilan almashtirilgan deuteratsiya qilingan erituvchilardan foydalaniladi. deyteriy (vodorod-2). Eng ko'p ishlatiladigan deuteratsiyalangan erituvchi hisoblanadi deuterokloroform (CDCl_3), ammo boshqa erituvchilar turli sabablarga ko'ra ishlatilishi mumkin, masalan, namunaning eruvchanligi, boshqarish istagi vodorod bilan bog'lanish, yoki erish yoki qaynash nuqtalari. Molekulaning kimyoviy siljishi erituvchilar orasida ozgina o'zgaradi va ishlatilgan erituvchi deyarli har doim kimyoviy siljishlar bilan xabar qilinadi. NMR spektrlari ko'pincha qo'shilgan tetrametilsilan o'rniga ma'lum bo'lgan erituvchi qoldiq proton cho'qqisiga qarshi kalibrlanadi.

Yadro magnit-rezonansi tufayli juda kichik chastotali siljishlarni aniqlash uchun qo'llaniladigan magnit maydon namuna hajmi davomida doimiy bo'lishi kerak. Yuqori aniqlikdagi NMR spektrometrlaridan foydalaniladi shimlar magnit maydonning bir xilligini milliardga teng qismlarga moslashtirish uchun (ppb) bir necha kub santimetr hajmida. Magnit maydonda bir xil bo'lmaganlikni va siljishni aniqlash va ularni qoplash uchun spektrometr erituvchi deuterium chastotasida "qulf" ni alohida qulflash birligi bilan ushlab turadi, bu asosan qulf yadrosiga (deuterium) sozlangan qo'shimcha transmitter va chastotali protsessor hisoblanadi. qiziqish namunasining yadrolaridan ko'ra. Zamonaviy NMR-spektrometrlarda shimirlash avtomatik ravishda o'rnatiladi, ammo ba'zi hollarda operator eng yaxshi piksellar sonini olish uchun shim parametrlarini qo'lda optimallashtirishga to'g'ri keladi.

Spektrlarni olish

Radiochastota (60-1000 MGts) puls bilan namunani qo'zg'atganda, yadro magnit-rezonans reaksiyasi - a erkin induksiya yemirilishi (FID) - olinadi. Bu juda zaif signal va sezgir radio qabul qiluvchilarni qabul qilishni talab qiladi. A Furrye konvertatsiyasi xom-domen FID-dan chastota-domen spektrini ajratib olish uchun amalga oshiriladi. Bitta FID spektri eng past ko'rsatkichga ega signal-shovqin nisbati, lekin takroriy sotib olishning o'rtacha qiymati bilan tezda yaxshilanadi. Yaxshi ^1H NMR spektrlarini 16 ta takrorlash bilan olish mumkin, bu atigi bir necha daqiqa davom etadi. Biroq, vodoroddan og'irroq elementlar uchun gevşeme vaqti ancha uzoq, masalan. atrofida 8 soniya ^{13}C . Shunday qilib, og'ir miqdordagi og'ir elementlarning spektrlarini olish ko'p vaqt talab qilishi mumkin, bu o'nlab daqiqalardan soatgacha davom etadi.

Pulsdan keyin yadrolar o'rtacha, spektrometr magnit maydoniga nisbatan ma'lum bir burchakka qo'zg'aladi. Qo'zg'alish darajasini puls kengligi bilan boshqarish mumkin, odatda taxminan. Optimal 90° puls uchun 3-8 s. Puls kengligi puls kengligi funktsiyasi sifatida (imzolangan) intensivlikni chizish orqali aniqlanishi mumkin. Buning ortidan a sinus egri va shunga mos ravishda 180° va 360° impulsarga mos keladigan impuls kengliklarida belgini o'zgartiradi.

Odatda soniyalar bilan o'lchanadigan qo'zg'alishning parchalanish vaqtlari yengil yadrolar va qattiq moddalar uchun tezroq, og'irroq yadrolar va eritmalar uchun sekinroq bo'lgan gevşeme samaradorligiga bog'liq va ular gazlarda juda uzoq bo'lishi mumkin. Agar ikkinchi qo'zg'alish pulsi bo'shashish tugashidan oldin muddatidan oldin yuborilgan bo'lsa, o'rtacha magnitlanish vektori asosiy

holatga parchalanmagan, bu signal kuchiga oldindan aytib bo'lmaydigan darajada ta'sir qiladi. Amalda, tepalik zonalari keyinchalik stexiometriya bilan mutanosib emas; faqat mavjudligini, ammo funktsional guruhlarning miqdorini aniqlash mumkin emas. Bo'shashish vaqtini va shu bilan impuls orasidagi zarur kechikishni aniqlash uchun inversiyani tiklash tajribasi o'tkazilishi mumkin. 180° puls, sozlanishi kechikish va 90° puls uzatiladi. 90° puls signalni to'liq o'chirganda, kechikish 90° gevşeme uchun zarur bo'lgan vaqtga to'g'ri keladi. Inversiyani tiklash miqdoriy ahamiyatga ega 13C, 2D va boshqa ko'p vaqt talab qiluvchi tajribalar.

Kimyoviy siljish

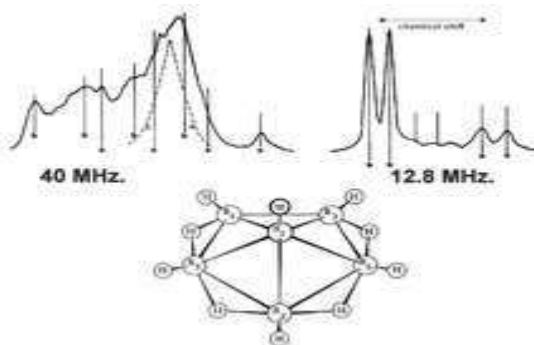
Aylanadigan zaryad magnit maydon hosil qiladi, natijada spinga mutanosib magnit moment hosil bo'ladi. Tashqi magnit maydon mavjud bo'lganda, ikkita spin holat mavjud (spin $1/2$ yadro uchun): biri yuqoriga aylanadi va ikkinchisi pastga aylanadi, bu erda biri magnit maydonga to'g'ri keladi, ikkinchisi esa unga qarshi turadi. Maydonning kuchi oshgani sayin ikkita spin holati orasidagi energiya farqi (DE) ortadi, ammo bu farq odatda juda kichik bo'lib, kuchli NMR magnitlari talabiga olib keladi (zamonaviy NMR asboblari uchun 1-20 T). Namunani o'ziga xos yadro to'plamini spin holatini aniq ajratish bilan mos keladigan energiya bilan nurlantirish pastki energiya holatidagi yadro to'plamining yuqori energiya holatiga qo'zg'atilishiga olib keladi.

Spin $1/2$ yadrolari uchun ma'lum bir magnit maydon kuchidagi ikkita spin holati orasidagi energiya farqi ularning magnit momentiga mutanosibdir. Biroq, barcha protonlar bir xil magnit momentlarga ega bo'lsa ham, ular bir xil chastota qiymatlarida rezonansli signallarni bermaydilar. Ushbu farq qiziqish yadrosining turli xil elektron muhitlaridan kelib chiqadi. Tashqi magnit maydonni qo'llagan holda, bu elektronlar maydonga javoban harakat qiladi va juda kuchli qo'llaniladigan maydonga qarshi bo'lgan mahalliy magnit maydonlarni hosil qiladi. Ushbu mahalliy maydon protonni qo'llaniladigan magnit maydonidan "himoya qiladi", shuning uchun rezonansga erishish uchun (rf energiyasini yutish) oshirish kerak. Bunday o'sishlar juda kichik, odatda millionga teng (ppm). Masalan, aldegiddan proton cho'qqisi siljigan. Uglevodorod cho'qqisiga nisbatan 10 ppm, chunki elektron chiqaruvchi guruh, karbonil mahalliy elektron zichligini kamaytirish orqali protonni o'chiradi. Shuning uchun 2,3487 T va 2,3488 T o'rtasidagi farq taxminan 42 ppm ni tashkil qiladi. Biroq, odatda NMR signallarini belgilash uchun chastota shkalasi ishlatiladi, garchi spektrometr magnit maydonni supurish orqali ishlasa ham va shuning uchun 42 ppm 100 MGts mos yozuvlar chastotasi (rf) uchun 4200 Hz ni tashkil qiladi.

Shu bilan birga, turli xil NMR signallarining joylashuvi tashqi magnit maydon kuchliligi va mos yozuvlar chastotasiga bog'liqligini hisobga olsak, signallar odatda mos yozuvlar signaliga nisbatan, odatda TMS (tetrametilsilan). Bundan tashqari, NMR signallarining tarqalishi maydonga bog'liq bo'lganligi sababli, ushbu chastotalar spektrometr chastotasiga bo'linadi. Biroq, biz Hz ni MGts ga ajratganimiz sababli, olingan son juda kichik bo'ladi va shu bilan u millionga ko'paytiriladi. Shuning uchun ushbu operatsiya millionlab qismlarga teng bo'lgan "kimyoviy siljish" deb nomlangan lokator raqamini beradi. Umuman olganda, protonlar uchun kimyoviy siljishlar yuqori darajada bashorat qilinadi, chunki siljishlar asosan oddiyroq ekranlash effektlari (elektron zichligi) bilan belgilanadi, ammo ko'plab og'ir yadrolarning kimyoviy siljishlariga boshqa omillar, shu jumladan hayajonlangan holatlar (ekranga "paramagnitik" hissa ko'proq ta'sir qiladi) tensor).

Kimyoviy siljishga misol: gekisaboran B ning NMR spektri $^6\text{H}10$ molekulyar tuzilishga oid ko'rsatmalar beradigan chastotada siljigan tepaliklarni ko'rsatish. (talqin ma'lumotlarini o'qish uchun bosing)

Kimyoviy siljish molekulaning tuzilishi haqida ma'lumot beradi. Xom ma'lumotni ushbu ma'lumotga aylantirish deyiladi tayinlash spektr. Masalan, uchun 1Etanol uchun H-NMR spektri ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), uchta o'ziga xos kimyoviy o'zgarishlarning har birida signallarni kutish mumkin: biri C uchun H_3 guruh, biri C uchun H_2 guruh va O uchun bitta H guruh. Odatda CH_3 guruh 1 ppm atrofida o'zgarishga ega, CH_2 OH ga biriktirilgan 4 ppm atrofida siljish mavjud, va OH ishlatiladigan erituvchi va miqdoriga qarab 2-6 ppm gacha o'zgarishi mumkin. vodorod bilan bog'lanish. O atomi o'zaro sigma aloqasi orqali biriktirilgan H dan elektron zichligini tortib oladigan bo'lsa, O ustidagi elektron yolg'iz juftliklar o'zlarining himoya ta'sirida H ni yuvishadi.



Kimyoviy siljishga misol: geksaboran B ning NMR spektri B_6H_{10} molekulyar tuzilishga oid ko'rsatmalar beradigan chastotada siljigan tepaliklarni ko'rsatish.

Yilda paramagnitik NMR spektroskopiyasi, o'lchovlar paramagnitik namunalarda o'tkaziladi. Paramagnetizm juda xilma-xil kimyoviy siljishlarni keltirib chiqaradi. Yilda ^1H NMR spektroskopiyasi, kimyoviy siljish diapazoni minglab ppm gacha cho'zilishi mumkin.

Xona haroratida molekulyar harakat tufayli, uchta metil proton o'rtacha chiqib NMR eksperimenti davomida (bu odatda bir nechta talab qiladi Xonim). Ushbu protonlar bo'ladi buzilib ketgan va bir xil kimyoviy siljishda tepalik hosil qiladi.

Tepaliklarning shakli va maydoni ham kimyoviy tuzilish ko'rsatkichidir. Yuqoridagi misolda - etanolning proton spektri - CH_3 cho'qqisi OH cho'qqisining uch baravar maydoniga ega. Xuddi shunday CH_2 tepalik OH cho'qqisining maydonidan ikki baravar ko'p, ammo CH maydonining atigi 2/3 qismi bo'ladi 3 tepalik.

Dasturiy ta'minot optimal gevşeme sharoitida ushbu turdagi protonlar soni bilan o'zaro bog'liq bo'lgan tepaliklarning signal intensivligini tahlil qilishga imkon beradi. Signal intensivligini tahlil qilish tomonidan amalga oshiriladi integratsiya - egri chiziqdagi maydonni hisoblaydigan matematik jarayon. Tahlilchi cho'qqini birlashtirishi va uning balandligini o'lchamasligi kerak, chunki tepaliklar ham bor kengligi- va shuning uchun uning kattaligi uning balandligiga emas, balki maydoniga bog'liq. Shu bilan birga, protonlarning soni yoki boshqa biron bir kuzatilgan yadro, eng oddiy bir o'lchovli NMR tajribalarida NMR signalining intensivligi yoki integraliga mutanosib ekanligini eslatib o'tish lozim. Masalan, batafsilroq tajribalarda, odatda, olish uchun ishlatiladigan tajribalar uglerod- ^{13}C NMR spektrlari, signallarning ajralmas qismi yadroning bo'shashish tezligiga va uning skalar va dipolyar birikma konstantalariga bog'liq. Ko'pincha bu omillar yomon ma'lum - shuning uchun NMR signalining ajralmas qismini murakkab NMR tajribalarida izohlash juda qiyin.

Bir o'lchovli NMR spektrida strukturani aniqlash uchun eng foydali ma'lumotlardan ba'zilari kelib chiqadi J-birikma yoki skalar bilan bog'lanish (maxsus holat spin-spinli birikma) NMR faol yadrolari o'rtasida. Ushbu birikma turli xil spin holatlarining molekulaning kimyoviy bog'lanishlari orqali o'zaro ta'siridan kelib chiqadi va NMR signallarining bo'linishiga olib keladi. Proton uchun

mahalliy magnit maydon qo'shni yadro spektrometr magnit maydoniga yoki unga qarshi yo'nalganligiga qarab bir oz farq qiladi, bu protonda bitta o'rniga ikkita signal hosil qiladi. Ushbu bo'linish naqshlari murakkab yoki sodda bo'lishi mumkin va xuddi shu tarzda to'g'ridan-to'g'ri izohlanadigan yoki aldamchi bo'lishi mumkin. Ushbu birikma molekuladagi atomlarning tutashuvi haqida batafsil ma'lumot beradi.

Birlashish n ekvivalent ($\text{spin } \frac{1}{2}$) yadrolari signalni a ga ajratadi $n+1$ multiplet quyidagi intensivlik koeffitsientlari bilan Paskal uchburchagi o'ng tomonda tasvirlanganidek. Qo'shimcha aylanishlarga ulanish multipletning har bir komponentining keyingi bo'linishiga olib keladi, masalan, ulanish konstantalari sezilarli darajada farq qiladigan ikki xil spin-yadrolarga bog'lanish a ga olib keladi dublet (qisqartma: dd). E'tibor bering, kimyoviy jihatdan teng bo'lgan (ya'ni bir xil kimyoviy siljishga ega) yadrolar orasidagi bog'lanish NMR spektrlariga ta'sir qilmaydi va uzoqdagi yadrolar orasidagi muftalar (odatda egiluvchan molekulalardagi protonlar uchun bir-biridan 3 bog'lanish ko'proq). kuzatiladigan bo'linishlarni keltirib chiqarish. Uzoq masofaga uchdan ortiq obligatsiyalar bo'yicha muftalar ko'pincha kuzatilishi mumkin tsiklik va xushbo'y yanada murakkab bo'linish naqshlariga olib keladigan aralashmalar.

Masalan, yuqorida tavsiflangan etanol proton spektrida CH_3 guruh a ga bo'lingan uchlik intensivlik nisbati bilan ikkita qo'shni CH tomonidan 1: 2: 12 protonlar. Xuddi shunday, CH_2 ga bo'linadi kvartet intensivlik nisbati bilan uchta qo'shni CH tomonidan 1: 3: 3: 13 protonlar. Aslida, ikkita CH_2 protonlar yana a ga bo'linishi mumkin edi dublet shakllantirish kvartetlarning dubleti gidroksil proton tomonidan, ammo kislotali gidroksil protonning molekulalararo almashinuvi ko'pincha bog'lanish ma'lumotlarini yo'qotishiga olib keladi.

Fosfor-31 yoki fluor-19 kabi har qanday spin-1/2 yadrolari bilan birikish shu tarzda ishlaydi (garchi bog'lanish doimiylarining kattaligi juda boshqacha bo'lishi mumkin). Ammo bo'linish naqshlari yuqorida tavsiflanganidan spins $\frac{1}{2}$ dan katta bo'lgan yadrolar uchun farq qiladi, chunki spin kvant raqami mumkin bo'lgan ikkitadan ortiq qiymatga ega. Masalan, deyteriy bilan birikish (spin 1 yadro) signalni a ga aylantiradi 1: 1: 1 uchlik chunki spin 1 uchta aylanma holatga ega. Xuddi shunday, spin 3/2 yadrosi signalni a ga ajratadi 1: 1: 1: 1 kvarteti va hokazo.

Birlashma kimyoviy siljish bilan birlashganda (va protonlar uchun integratsiya) nafaqat yadrolarning kimyoviy muhiti, balki ularning soni haqida ham ma'lumot beradi. qo'shni Molekuladagi NMR faol yadrolari. Xuddi shunday kimyoviy siljishlarda bir nechta tepalikka ega bo'lgan yoki yadrolarning vodoroddan boshqa spektrlarida bo'lgan murakkabroq spektrlarda birikish ko'pincha turli xil yadrolarni ajratishning yagona usuli hisoblanadi.

^1H NMR spektri mentol bilan kimyoviy siljish gorizontol o'qda ppm-da. Magnit jihatdan teng bo'lmagan har bir proton xarakterli siljishga ega va boshqa protonlarga bog'lanish cho'qqilarning multipletlarga bo'linishi kabi ko'rinadi: tepalik a , metil guruhidagi uchta magnit ekvivalent proton tufayli a , qo'shni bitta protonga (e) va shu tariqa dublet shaklida paydo bo'ladi.

Ikkinchi tartibli (yoki kuchli) birikma

Yuqoridagi tavsifda, tengsiz spinlar orasidagi NMR chastotalarining farqiga nisbatan ulanish konstantasi kichik deb taxmin qilinadi. Agar smenani ajratish kamaysa (yoki birikish kuchi oshsa), avval multiplet intensivligi naqshlari buziladi, so'ngra murakkablashadi va osonroq tahlil qilinmaydi (ayniqsa, ikkitadan ko'p spin ishtirok etadigan bo'lsa). Ko'p cho'qqida ba'zi cho'qqilarning kuchayishiga qoldiq hisobiga erishiladi, bu ba'zan fon shovqinida deyarli yo'qoladi, garchi tepaliklar ostidagi integral maydon doimiy bo'lib qolsa-da, aksariyat yuqori balandlikdagi NMRda buzilishlar

odatda kamtar va xarakterli buzilishlar (tom yopish) aslida tegishli cho'qqilarni aniqlashga yordam berishi mumkin.

Ushbu naqshlarning ba'zilari bilan tahlil qilinishi mumkin usul tomonidan nashr etilgan Jon Pople, cheklangan doiraga ega bo'lsa-da.

Ikkinchi darajali effektlar multiplets o'rtasidagi chastota farqi oshgani sayin kamayadi, shuning uchun yuqori maydon (ya'ni yuqori chastotali) NMR spektrlari past chastotali spektrlarga qaraganda kamroq buzilishlarni namoyon qiladi. 60 MGts chastotali dastlabki spektrlar, odatda 200 MGts yoki undan yuqori chastotalarda ishlaydigan keyingi mashinalarning spektrlariga qaraganda buzilishlarga ko'proq moyil edi.

Magnit tengsizlik

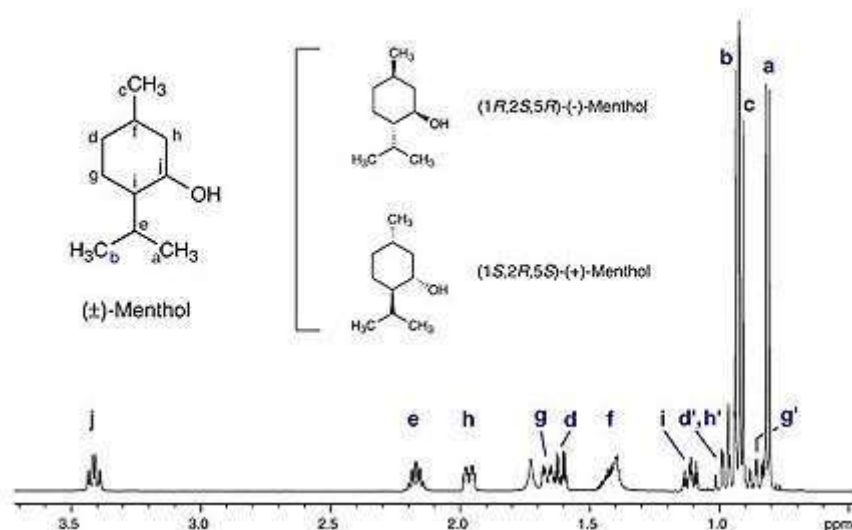
Qo'shimcha ma'lumotlar: Magnit tengsizlik

Kimyoviy ekvivalent spinlar (ya'ni, simmetriya bilan bog'liq yadrolar va shu sababli bir xil NMR chastotaga ega) tashqi spinlar bilan turli xil bog'lanish munosabatlariga ega bo'lsa, yanada nozik effektlar paydo bo'lishi mumkin. Spinlar kimyoviy jihatdan teng, ammo ularni ajratib bo'lmaydigan (ularning bog'lanish munosabatlariga asoslanib) magnit jihatdan tengsiz deb nomlanadi, masalan, 1,2-diklorobenzolning 4 H joylari simmetriya bo'yicha kimyoviy ekvivalent ikkita juftga bo'linadi, lekin ulardan birining individual a'zosi. juftliklar boshqa juftni tashkil etuvchi spinlarga turli xil muftalarga ega. Magnit tengsizligi juda murakkab spektrlarga olib kelishi mumkin, ularni faqat hisoblash modellashtirish yo'li bilan tahlil qilish mumkin. Bunday ta'sirlar aromatik va boshqa egiluvchan bo'lmagan tizimlarning NMR spektrlarida tez-tez uchraydi, moslashuvchan molekulalardagi C-C bog'lanishlar bo'yicha konformatsion o'rtacha o'rtacha magnit tengsizligi bilan bog'liq muammolarni kamaytirib, qo'shni uglerodlardagi protonlar orasidagi bog'lanishlarni tenglashtirishga intiladi.

Korrelyatsion spektroskopiya

Korrelyatsion spektroskopiya ikki o'lchovli yadro magnit-rezonans (NMR) spektroskopiyasining bir necha turlaridan biri yoki 2D-NMR. Ushbu turdagi NMR eksperimenti eng yaxshi ma'lum qisqartma, JOZI. Ikki o'lchovli NMRning boshqa turlariga J-spektroskopiya, almashinuv spektroskopiyasi (EXSY), Yadro ta'mirlovchi effekti spektroskopiya (NOESY), umumiy korrelyatsion spektroskopiya (TOCSY) va heteronukleer korrelyatsiya tajribalari, masalan HSQC, HMQC va HMBC. Korrelyatsion spektroskopiyada emissiya alohida yadroning tepasida joylashgan; agar uning magnit maydoni boshqa yadro bilan bog'lanish (COZY, HSQC va boshqalar) yoki fazoviy (NOE) birikish orqali o'zaro bog'liq bo'lsa, korrelyatsiya qilingan yadroning chastotasida ham javob aniqlanishi mumkin. Ikki o'lchovli NMR spektrlari molekula haqida bir o'lchovli NMR spektrlariga qaraganda ko'proq ma'lumot beradi va ayniqsa, strukturasini aniqlashda foydalidir. molekula, ayniqsa, bir o'lchovli NMR yordamida ishlash juda murakkab bo'lgan molekulalar uchun. Birinchi ikki o'lchovli tajriba, COZY, Libre de Bruxelles Universiteti professori Jan Jeener tomonidan 1971 yilda taklif qilingan. Keyinchalik bu tajriba Valter P. Aue, Enriko Bartholdi va Richard R. Ernst, o'z asarlarini 1976 yilda nashr etgan.

1D PROTON SPECTRUM



^1H NMR spektri mentol bilan kimyoviy siljish gorizontali o'qda ppm-da. Magnit jihatdan teng bo'lmagan har bir proton xarakterli siljishga ega va boshqa protonlarga bog'lanish cho'qqilarning multipletlarga bo'linishi kabi ko'rinadi: tepalik a, metil guruhidagi uchta magnit ekvivalent proton tufayli a, qo'shni bitta protonga (e) va shu tariqa dublet shaklida paydo bo'ladi.

Qattiq jismlarning yadro magnit-rezonansi

Qattiq jism 900 MGts (21,1 T)) Qattiq jismlar uchun Kanadaning Ultrahigh-field NMR Facility-da NMR spektrometri

Qo'shimcha ma'lumotlar: Qattiq jism NMR

Turli xil jismoniy holatlar molekulalarni eritmada o'rganishga imkon bermaydi va shu bilan birga boshqa spektroskopik usullar bilan ham atom darajasida emas. Qattiq fazali muhitda, masalan, kristallar, mikrokristalli kukunlar, jellar, anizotrop eritmalar va hk., Asosan, dipolyar birikma va kimyoviy siljish anizotropiyasi yadro spin tizimlarining xatti-harakatlariga ustunlik qiladi. An'anaviy eritma holatidagi NMR spektroskopiyasida ushbu qo'shimcha o'zaro ta'sirlar spektral chiziqlarning sezilarli darajada kengayishiga olib keladi. Turli xil texnikalar, hech bo'lmaganda, yuqori aniqlikdagi sharoitlarni yaratishga imkon beradi ^{13}C spektrlari, eritma holatidagi NMR spektrlari bilan solishtirish mumkin.

Yuqori aniqlikdagi qattiq jisimli NMR spektroskopiyasi uchun ikkita muhim tushuncha bu mumkin bo'lgan molekulyar yo'nalishni namuna yo'nalishi bo'yicha cheklash va anizotrop yadro magnit o'zaro ta'sirini namuna aylantirish orqali kamaytirishdir. Oxirgi yondashuvning atrofida tez aylanuvchi seyrli burchak Tizim spin $1/2$ yadrosini o'z ichiga oladigan juda mashhur usul. Taxminan yigiruv tezligi. Maxsus jihozlarni talab qiladigan 20 kHz dan foydalaniladi. Hozirgi vaqtda NMR spektroskopiyasida qisman tekislash yoki kamaytirilgan harakatlanish namunalari bilan bir qator oraliq texnikalar qo'llanilmoqda.

Qattiq jismlarning NMR ta'siri paydo bo'ladigan dasturlar ko'pincha membrana oqsillari, oqsil fibrillalari yoki barcha turdagi polimerlarning tuzilishini tekshirish va noorganik kimyoda kimyoviy tahlil bilan bog'liq, shuningdek, o'simlik barglari va yoqilg'i xujayralari kabi "ekzotik" dasturlarni o'z ichiga oladi. Masalan, Rahmani va boshq. deyteriy NMR spektroskopiyasi yordamida bosim va haroratning ikki qavatli konstruksiyalarning o'zini o'zi yig'ishiga ta'sirini o'rganib chiqdi

Biyomolekulyar NMR spektroskopiyasi

Oqsillarning yadro magnit-rezonansli spektroskopiyasi

NMR spektroskopiyasidagi yangiliklarning aksariyati ushbu sohada bo'lgan oqsil NMR spektroskopiya, muhim texnika tarkibiy biologiya. Ushbu tadqiqotlarning umumiy maqsadi oqsilning yuqori aniqlikdagi 3 o'lchovli tuzilmalarini olishdir. Rentgenologik kristallografiya. X-ray kristallografiyasidan farqli o'laroq, NMR spektroskopiyasi odatda 35 dan kichik oqsillar bilan cheklanadi kDa, garchi katta tuzilmalar hal qilingan bo'lsa ham. NMR spektroskopiyasi ko'pincha yuqori aniqlikdagi ma'lumotni qisman yoki to'liq olishning yagona usuli hisoblanadi ichki tuzilmagan oqsillar. Endi aniqlash uchun keng tarqalgan vosita Konformatsiya faoliyati bilan aloqalar bu erda, masalan, gilyovand moddalarga nomzod bilan o'zaro aloqadan oldin va keyin tuzilish uning taniqli biokimyoviy faolligi bilan taqqoslanadi. Oqsillar kattalik buyruqlari Ushbu maqolada ilgari muhokama qilingan kichik organik molekulalardan kattaroq, ammo asosiy NMR texnikasi va ba'zi bir NMR nazariyasi ham qo'llaniladi. Protein molekulasida kichik miqdordagi organik birikma bilan taqqoslaganda juda ko'p miqdordagi atomlar bo'lganligi sababli, asosiy 1D spektrlari bir-biriga o'xshash signallarga to'lib-toshgan bo'lib, to'g'ridan-to'g'ri spektral tahlil qilish imkonsiz bo'lib qoladi. Shuning uchun bu muammoni hal qilish uchun ko'p o'lchovli (2, 3 yoki 4D) tajribalar ishlab chiqilgan. Ushbu tajribalarni engillashtirish uchun buni qilish maqsadga muvofiqdir izotopik bilan oqsilni belgilang ^{13}C va ^{15}N chunki tabiiy ravishda uchraydigan izotop ustunlik qiladi ^{12}C NMR-faol emas va tabiiy ravishda sodir bo'lgan yadro to'rtburchagi momenti ^{14}N izotopi ushbu azot izotopidan yuqori aniqlikdagi ma'lumotlarni olishning oldini oladi. Proteinlarning tuzilishini aniqlash uchun ishlatiladigan eng muhim usul qo'llaniladi NOE tajribalari molekula ichidagi atomlar orasidagi masofani o'lchash uchun. Keyinchalik, olingan masofalar a ni echish orqali molekulaning 3D tuzilishini yaratish uchun ishlatiladi masofa geometriyasi muammo. NMR shuningdek, oqsilning turli mintaqalarining dinamikasi va konformatsion moslashuvchanligi to'g'risida ma'lumot olish uchun ishlatilishi mumkin.

Nuklein kislotalarning yadro magnit-rezonansli spektroskopiyasi

"Nuklein kislota NMR "bu polimning tuzilishi va dinamikasi to'g'risida ma'lumot olish uchun NMR spektroskopiyasidan foydalanish nuklein kislotalar, kabi DNK yoki RNK. 2003 yildan boshlab, ma'lum bo'lgan RNK tuzilmalarining deyarli yarmi NMR spektroskopiyasi bilan aniqlangan.

Nuklein kislota va oqsil NMR spektroskopiyasi o'xshash, ammo farqlar mavjud. Nuklein kislotalar vodorod atomlarining kichik foiziga ega, ular odatda NMR spektroskopiyasida kuzatiladigan atomlardir va chunki nuklein kislota juft spirallari qattiq va taxminan chiziqli, ular "uzoq masofalarga" o'zaro bog'liqlik berish uchun o'zlarini orqaga qaytarishmaydi.[23] Odatda nuklein kislotalar bilan bajariladigan NMR turlari quyidagilardir ^1H yoki proton NMR, ^{13}C NMR, ^{15}N NMR va ^{31}P NMR. Ikki o'lchovli NMR bog'lanish orqali yadro muftalarini aniqlash uchun korrelyatsion spektroskopiya (COZY) va umumiy izchillik o'tkazuvchanlik spektroskopiyasi (TOCSY) kabi usullar deyarli har doim qo'llaniladi. yadroviy ta'mirlash vositasi ta'siri kosmosda bir-biriga yaqin bo'lgan yadrolar orasidagi muftalarni aniqlash uchun spektroskopiya (NOESY).

Parametrlar spektrdan olingan, asosan NOESY o'zaro faoliyat tepaliklari va birikma konstantalari, kabi mahalliy strukturaviy xususiyatlarni aniqlash uchun ishlatilishi mumkin glikozid birikmasi burchaklar, dihedral burchaklar (yordamida Karplus tenglamasi) va shakar pucker konformatsiyalari. Keng miqyosli tuzilish uchun ushbu mahalliy parametrlarni boshqa konstruktiv taxminlar yoki modellar bilan to'ldirish kerak, chunki er-xotin spiral o'tib ketganda xatolar qo'shiladi va oqsillardan farqli o'laroq, er-xotin spiral ixcham ichki qismga ega emas va orqaga qaytmaydi. o'zi. NMR kabi nostandart geometriyalarni o'rganish uchun ham foydalidir egilgan spirallar, Watson-

Crick-ga asos solinadigan va koaksiyal istifileme. Kabi murakkab konformatsiyalarni qabul qilishga moyil bo'lgan tabiiy RNK oligonukleotidlarining tuzilishini tekshirishda ayniqsa foydalidir. poyalar va pseudoknots. NMR, shuningdek, nuklein kislota molekulalarining boshqa molekulalar bilan, masalan, oqsillar yoki dorilar bilan bog'lanishini tekshirish uchun, boshqa molekulaning bog'lanishida rezonanslar o'zgarishini ko'rish uchun foydalidir.

Uglevodlarning yadro magnit-rezonansli spektroskopiyasi

Karbongidrat NMR spektroskopiya tuzilishi va konformatsiyasiga oid savollarga javob beradi uglevodlar. Uglevodlarni ^1H NMR bo'yicha tahlil qilish funktsional guruhlarining xilma-xilligi cheklanganligi sababli qiyin bo'lib, bu NMR spektrining tor diapazonlarida konsentratsiyalangan ^1H rezonanslariga olib keladi. Boshqacha qilib aytganda, zaif spektral dispersiya mavjud. Anomerik uglerodlar ikkita kislorod atomiga ega ekanligi sababli anomerik proton rezonanslari boshqalaridan ajralib turadi. Kichikroq uglevodlar uchun anomerik proton rezonanslarining tarqalishi individual uglevod qoldiqlarining butun spin tizimlarini o'rganish uchun 1D TOCSY tajribalaridan foydalanishni osonlashtiradi.

Nazorat savollari

1. Yadro magnit-rezonans spektroskopiyasining ishlash prinsipi haqida ma'lumot bering.
2. Spektrlarni olish qanday amalga oshiriladi?
3. Qattiq jismlarning yadro magnit-rezonansi haqida ma'lumot bering.
4. Oqsillarning yadro magnit-rezonansli spektroskopiyasi qanday amalga oshiriladi?

12- Mavzu: Refraktometriya.

Reja:

1. **Refraktometriya.**
2. **Snell qonuni.**
3. **Raqamli refraktometrlar.**

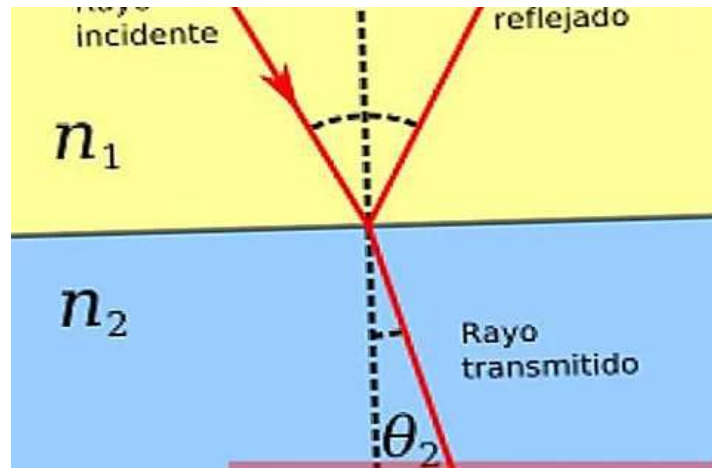
Refraktometriya bu moddaning asosiy xususiyatlarini aniqlash uchun uning sinishi ko'rsatkichini o'lchaydigan moddalarni optik tahlil qilish usuli. Buning sababi shundaki, yorug'lik bir muhitdan ikkinchisiga o'tayotganda ushbu vositalarning tabiatiga bog'liq bo'lgan yo'nalishni o'zgartiradi.

Vakuumdagi yorug'lik tezligi $c = 300,000 \text{ km / s}$, lekin suvda, masalan, $v = 225,000 \text{ km / s}$ gacha kamayadi. Sinishi ko'rsatkichi n aniqlik sifatida belgilaydi. Aytaylik, ma'lum bir to'lqin uzunligidagi yorug'lik yuzada ikki xil muhitdan o'tkazilsa ma'lum burchak ostida tushadi. Shunda nurning yo'nalishi o'zgaradi, chunki har bir muhitning sinishi har xil ko'rsatkichga ega.

Sinish indeksini Snell qonuni bilan hisoblash mumkin

Snell qonuni ikkita 1 va 2 muhit o'rtasidagi sinish indeksini quyidagicha bog'laydi.

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2$$



Bu erda n_1 bu muhitdagi sinish ko'rsatkichi, θ_1 - nurning chegara yuzasiga tushish burchagi, n_2 bu 2 chi muhitdagi sinish indeksidir $\sin \theta_2$ sinish burchagi, uzatilgan nur shu yo'nalishda davom etadi.

Materiallarning sinishi ko'rsatkichi doimiy va ma'lum tabiiy sharoitlarda ma'lum. Shu bilan boshqa muhitning sinishi ko'rsatkichini hisoblash mumkin.

Masalan, indeks n ga teng bo'lgan shisha prizma orqali yorug'lik o'tsa₁ keyin indeksini bilmoqchi bo'lgan modda uchun tushish va sinish burchagini sinchkovlik bilan o'lchab, quyidagilarni olamiz:

$$n_2 = (\sin \theta_1 / \sin \theta_2) \cdot n_1$$

Abbe refraktometri XIX asrda optika va termodinamikaning rivojlanishiga katta hissa qo'shgan nemis fizigi Ernst Abbe (1840-1905) tomonidan ixtiro qilingan. Ushbu turdagi refraktometr oziq-ovqat sanoati va o'quv laboratoriyalarida keng qo'llaniladi va asosan quyidagilardan iborat:

- Chiroq yorug'lik manbai sifatida ishlatiladi. Barcha ko'rinadigan to'lqin uzunliklarini o'z ichiga olgan oddiy oq nurdan foydalanadigan modellar ham mavjud, ammo ular ichki prizmalar deb nomlanadi *Amici prizmalar*, bu kiruvchi to'lqin uzunliklarini yo'q qiladi.

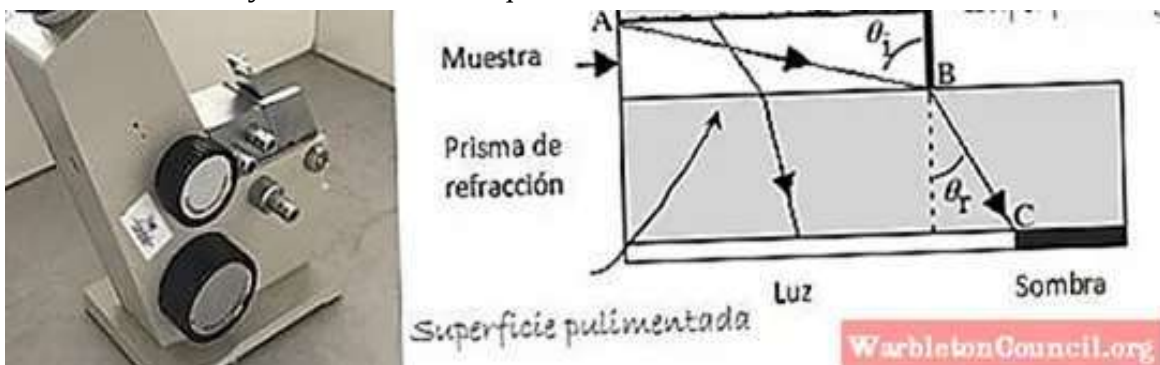
- A *yoritish prizmasi* va boshqalar *sinishi prizmasi*, ularning o'rtasida indeksini o'lchash kerak bo'lgan namuna joylashtiriladi.

- Termometr, chunki sindirish ko'rsatkichi haroratga bog'liq.

- stvolni sozlash mexanizmlari.

- Kuzatuvchi o'lchovni amalga oshiradigan okulyar.

Ushbu asosiy qismlarning joylashuvi dizaynga qarab farq qilishi mumkin (3-rasmga qarang). Keyin biz ishlash tamoyillarini ko'rib chiqamiz.



Protsedura quyidagicha: namuna sinishi prizmasi o'rtasida o'rnatiladi - u aniqlangan va yoritish prizmasi - aytilgan-.

Sinish prizmasi yuqori darajada silliqlangan va uning sinish koeffitsienti yuqori, yoritish prizmasi esa kontakt yuzasida mat va qo'pol. Shu tarzda, chiroq yoqilganda, namunadagi barcha yo'nalishlarda yorug'lik chiqadi.

3-rasmdagi Ray AB - bu eng katta og'ish ko'rsatkichi, shuning uchun S nuqtadan o'ng tomonda kuzatuvchi soyali maydonni ko'radi, chap tomon esa yoritilgan bo'ladi. Sozlash mexanizmi endi kuchga kiradi, chunki siz istagan narsa ikki maydonni bir xil o'lchamda bo'lishidir.

Buning uchun okulyarda yordam belgisi mavjud bo'lib, u dizaynga qarab o'zgarib turadi, lekin u maydonlarni markazlashtirishga xizmat qiladigan xoch yoki boshqa turdagi signal bo'lishi mumkin.

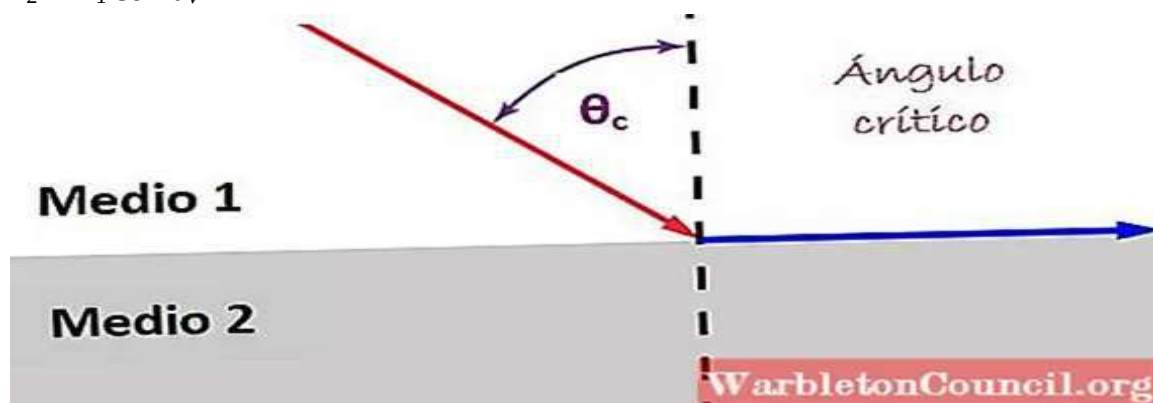
Ikkala maydonni bir xil o'lchamda qilib, kritik burchak yoki chegara burchagi o'lchanishi mumkin, ya'ni bu nur etkazuvchi vositani ajratib turadigan sirtni boqish orqali o'tadigan burchakdir (4-rasmga qarang).

Ushbu burchakni bilish to'g'ridan-to'g'ri namunaning sinishi indeksini prizma bo'yicha hisoblashga imkon beradi. Quyida batafsilroq ko'rib chiqamiz.

Quyidagi rasmda biz kritik burchak θ ekanligini ko'rmoqdamiz. Bu nur chegara yuzasidan biroz o'tib ketadigan nurdur.

Agar burchak yanada oshirilsa, u holda nur 2-muhitga etib bormaydi, lekin 1-muhitda aks etadi va davom etadi. Ushbu holatga tatbiq etilgan Snell qonuni quyidagicha bo'ladi: $\sin_2 = \sin 90^\circ = 1$, bu to'g'ridan-to'g'ri 2 muhitdagi sinish ko'rsatkichiga olib keladi:

$$n_2 = n_1 \sin \theta_c$$



Kritik burchak okulyar orqali ko'rinadigan yorug'lik va soya maydonlarining o'lchamlarini tenglashtirish orqali aniq olinadi, bu orqali gradusli o'lchov ham kuzatiladi.

O'lchov odatda sinish ko'rsatkichini to'g'ridan-to'g'ri o'qish uchun sozlanadi, shuning uchun refraktometr modeliga qarab operator quyidagi rasmda kuzatilgan narsaga o'xshash narsani ko'radi:

Vertikal chiziq yordamida yuqori shkala asosiy o'lchovni bildiradi: 1.460, pastki shkalada esa 0.00068. Qo'shganda bizda sindirish ko'rsatkichi 1.46068 mavjud.

To'lqin uzunligining ahamiyati

Yoritish prizmasiga tushadigan yorug'lik uning yo'nalishini o'zgartiradi. Ammo bu elektromagnit to'lqin bo'lgani uchun, o'zgarish tushayotgan to'lqin uzunligiga, λ ga bog'liq bo'ladi.

Oq nur barcha to'lqin uzunliklarini o'z ichiga olganligi sababli ularning har biri har xil darajada sinadi. Loyqa tasvirni keltirib chiqaradigan bu aralashmaning oldini olish uchun yuqori aniqlikdagi refraktometrda ishlatiladigan yorug'lik noyob va ma'lum bo'lgan to'lqin uzunligiga ega bo'lishi kerak. Natriy D chizig'i deb ataladigan to'lqin uzunligi 589,6 nm bo'lgan eng ko'p ishlatilgan.

Haddan tashqari aniqlik talab qilinmaydigan hollarda, to'liq uzunliklarining aralashmasi bo'lsa ham, tabiiy yorug'lik etarli. Biroq, tasvirdagi yorug'lik va qorong'ulik chegarasini buzmaslik uchun, ba'zi modellar Amici kompaniyasining kompensatsion prizmalarini qo'shadilar.

Afzalliklari va kamchiliklari

Refraktometriya - bu moddaning tozaligini bilish uchun tezkor, arzon va ishonchli usuldir, shuning uchun u kimyo, bioanaliz va oziq-ovqat texnologiyalarida keng qo'llaniladi.

Ammo sinishi ko'rsatkichi bir xil bo'lgan turli xil moddalar mavjud bo'lganligi sababli, qaysi biri tahlil qilinayotganini bilish kerak. Masalan, sikloheksan va ba'zi shakar eritmaları 20 ° S haroratda bir xil sinishi ko'rsatkichiga ega ekanligi ma'lum.

Boshqa tomondan, sindirish ko'rsatkichi, yuqorida aytib o'tilganidek, sindirish eritmasining bosimi va konsentratsiyasidan tashqari, haroratga juda bog'liq. Yuqori aniqlikdagi o'lchovlar zarur bo'lganda ushbu parametrlarning barchasi diqqat bilan kuzatilishi kerak.

Foydalanadigan refraktometr turiga kelsak, bu uning mo'ljallangan dasturiga juda bog'liq. Asosiy turlarning ba'zi xususiyatlari:

Abbe refraktometri

- Bu ishonchli va kam texnik vositadir.
- Ular odatda arzon.
- Refraktometriyaning asosiy printsiplari bilan tanishish juda o'rinli.
- Prizma yuzasini namuna bilan tegizmaslik uchun ehtiyot bo'lishingiz kerak.
- Har foydalanishdan keyin tozalanishi kerak, ammo uni qog'oz yoki qo'pol materiallar bilan bajarish mumkin emas.
- Refraktometr operatori tayyorgarlikka ega bo'lishi kerak.
- Har bir o'lchov qo'l bilan ro'yxatdan o'tkazilishi kerak.
- Ular odatda ma'lum miqdordagi moddalar uchun maxsus sozlangan tarozilar bilan birga keladi.
- Ular kalibrlashni talab qilishadi.
- Suv hammomidagi haroratni nazorat qilish tizimidan foydalanish noqulay bo'lishi mumkin.

Raqamli refraktometrlar

- Ularni o'qish oson, chunki o'lchov to'g'ridan-to'g'ri ekranda ko'rinadi.
- Ular yuqori aniqlikdagi ko'rsatkichlar uchun optik sensorlardan foydalanadilar.
- Ular olingan ma'lumotlarni saqlash va eksport qilish va istalgan vaqtda ular bilan maslahatlashish imkoniyatiga ega.
- Ular sinishi ko'rsatkichini o'lchash qiyin bo'lgan moddalar uchun ham juda aniq.
- Har xil masshtablarni dasturlash mumkin.
- Suv bilan haroratni sozlashni talab qilmaydi.
- Ba'zi modellar zichlikni o'lchashni o'z ichiga oladi, masalan, vaqtni tejash va bir vaqtning o'zida o'lchov olish uchun zichlik o'lchagichlari, pH o'lchagichlari va boshqalarga ulanishi mumkin.
- Ularni qayta kalibrlash shart emas, lekin vaqti-vaqti bilan ularning taniqli moddalari singari distillangan suv singari sinishi ko'rsatkichini o'lchash orqali ularning to'g'ri ishlashini tekshirib turing.
- Ular qo'lda ishlaydigan refraktometrlarga qaraganda qimmatroq.

Qo'llanilishi

Namunaning sinishi ko'rsatkichini bilish uning tozaligi darajasini bildiradi, shu sababli texnika oziq-ovqat sanoatida keng qo'llaniladi:

-Yog'larning sifatini nazorat qilishda, ularning tozaligini aniqlashda. Masalan, refraktometriya yordamida kungaboqar yog'i boshqa past sifatli yog'larni qo'shib tushirilganligini bilish mumkin.

- Oziq-ovqat sanoatida shakarli ichimliklar, murabbo, sut va uning hosilalari va turli xil souslar tarkibidagi shakar miqdorini bilish uchun foydalaniladi.

- Ular sharob va pivolarning sifatini nazorat qilish, tarkibidagi shakar va alkogol tarkibini aniqlash uchun ham zarurdir.

- Kimyoviy va farmatsevtika sanoatida siroplar, parfyumeriya, yuvish vositalari va barcha turdagi emulsiyalarning sifatini nazorat qilish.

-Ular qonda karbamid - oqsillar almashinuvi chiqindilari kontsentratsiyasini o'lchashlari mumkin.

Refraktometriya (lotincha refractus - singan va yunoncha metro - o'lchayman) - sinishi (sinishi) indeksini (koeffitsientini) va uning ba'zi funktsiyalarini aniqlashga asoslangan moddalarni o'rganish usuli . Refraktometriya (refraktometriya usuli) kimyoviy birikmalarni aniqlash, miqdoriy va strukturaviy tahlil qilish, moddalarning fizik-kimyoviy ko'rsatkichlarini aniqlash uchun ishlatiladi.

Sinishi indeksi n - qo'shni muhitdagi yorug'lik tezligining nisbati. Suyuqlik va qattiq jismlar uchun n odatda havoga, gazlar uchun esa vakuumga nisbatan aniqlanadi. n qiymatlariorug'lik va haroratning to'lqin uzunligi λ ga bog'liq bo'lib, ular mos ravishda pastki va yuqori chiziqda ko'rsatilgan. Misol uchun, natriy spektrining D-chizigi ($\lambda = 589 \text{ nm}$) uchun 20°C da sinishi ko'rsatkichi n_D^{20} ga teng . Vodorod spektrining C ($\lambda = 656 \text{ nm}$) va F ($\lambda = 486 \text{ nm}$) chiziqlari ham tez-tez ishlatiladi. Gazlar holatida n ning bosimga bog'liqligini ham hisobga olish kerak (uni ko'rsating yoki ma'lumotlarni normal bosimga kamaytiring).

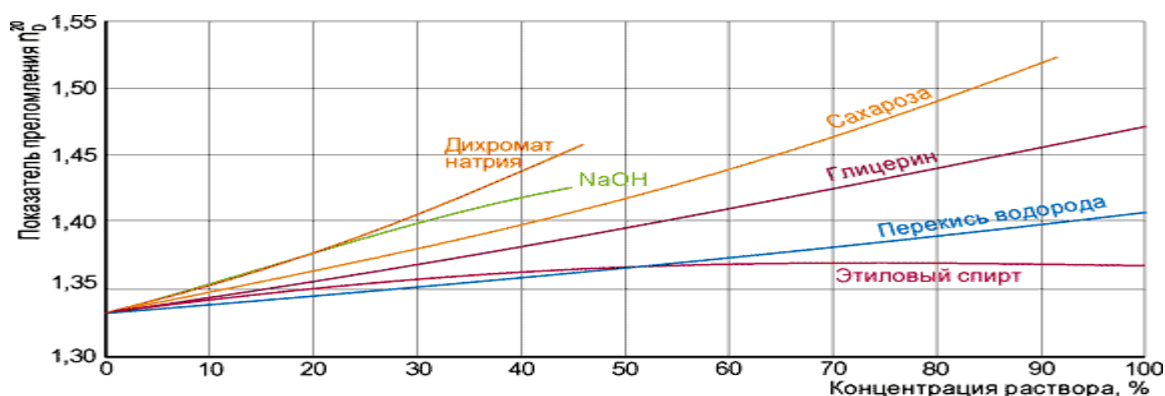
Ideal tizimlarda (komponentlarning hajmi va qutblanishini o'zgartirmasdan hosil bo'lgan), agar kompozitsiya hajmli fraktsiyalarda (foizda) ifodalangan bo'lsa, sindirish ko'rsatkichining kompozitsiyaga bog'liqligi lineerga yaqin bo'ladi.

$$n = n_1 V_1 + n_2 V_2 ,$$

bu yerda n , n_1 , n_2 aralashma va komponentlarning sindirish ko'rsatkichlari, V_1 va V_2 komponentlarning hajm ulushlari ($V_1 + V_2 = 1$).

Konsentratsiyalarning keng diapazonidagi eritmalarning refraktometriyasi uchun jadvallar yoki empirik formulalar qo'llaniladi, ularning eng muhimi (saxaroza, etanol va boshqalar eritmaları uchun) xalqaro shartnomalar bilan tasdiqlangan va ixtisoslashtirilgan refraktometrlar uchun tarozilar qurilishiga asoslanadi. sanoat va qishloq xo'jaligi mahsulotlarini tahlil qilish.

Ba'zi moddalarning suvli eritmalarining sinishi ko'rsatkichining kontsentratsiyaga bog'liqligi:



Haroratning sindirish ko'rsatkichiga ta'siri ikki omil bilan belgilanadi: birlik hajmdagi suyuqlik

zarralari sonining o'zgarishi va molekulalarning qutblanish qobiliyatining haroratga bog'liqligi. Ikkinchi omil faqat haroratning juda katta o'zgarishi bilan ahamiyatli bo'ladi.

Sinishi indeksining harorat koeffitsienti zichlikning harorat koeffitsientiga proporsionaldir. Barcha suyuqliklar qizdirilganda kengayganligi sababli, harorat oshishi bilan ularning sinishi ko'rsatkichlari kamayadi. Harorat koeffitsienti suyuqlikning haroratiga bog'liq, ammo kichik harorat oralig'ida uni doimiy deb hisoblash mumkin.

Suyuqliklarning katta qismi uchun harorat koeffitsienti $-0,0004$ dan $-0,0006$ $1 / \text{gradusgacha}$ bo'lgan tor chegaralarda joylashgan. Muhim istisno suv va suyultirilgan suvli eritmalar ($-0,0001$), glitserin ($-0,0002$), glikol ($-0,00026$).

Kichkina harorat farqlari ($10 - 20^\circ \text{C}$) uchun sinishi indeksining chiziqli ekstrapolyatsiyasi qabul qilinadi. Keng harorat oralig'ida sinishi ko'rsatkichini aniq aniqlash quyidagi shakldagi empirik formulalar bo'yicha amalga oshiriladi: $n_t = n^0 + at + bt^2$

Bosim suyuqliklarning sinishi ko'rsatkichiga haroratdan ancha past ta'sir qiladi. Bosim 1 atm ga o'zgarganda. n ning o'zgarishi suv uchun $1,48 \times 10^{-5}$, spirt uchun $3,95 \times 10^{-5}$, benzol uchun $4,8 \times 10^{-5}$. Ya'ni, haroratning 1°C ga o'zgarishi suyuqlikning sinishi ko'rsatkichiga bosimning 10 atm ga o'zgarishi bilan bir xil tarzda ta'sir qiladi.

Odatda n ta suyuq va qattiq jismlar refraktometrlarda $0,0001$ aniqlik bilan refraktometriya bilan aniqlanadi ularda umumiy ichki aks ettirishning cheklovchi burchaklari o'lchanadi.

Eng keng tarqalgani prizma bloklari va dispersiya kompensatorlari bo'lgan Abbe refraktometrlari bo'lib, ular shkala yoki raqamli indikatorida "oq" yorug'likda n_D ni aniqlash imkonini beradi. Mutlaq o'lchovlarning maksimal aniqligiga (10^{-10}) goniometrlarda o'rganilayotgan materialning prizmasi bo'yicha nurni burilish usullari yordamida erishiladi.

Interferentsiya usullari n gazni o'lchash uchun eng qulay hisoblanadi. Interferometrlar n farqlarni aniq (10^{-7} gacha) aniqlash uchun ham qo'llaniladi. yechimlar. Xuddi shu maqsadda, ikki yoki uchta ichi bo'sh prizma tizimi bilan nurlarning burilishiga asoslangan differentsial refraktometrlar qo'llaniladi.

Suyuqlik oqimlarida n ni uzluksiz ro'yxatga olish uchun avtomatik refraktometrlar ishlab chiqarishda texnologik jarayonlarni boshqarish va ularni avtomatik boshqarish uchun, shuningdek, rektifikatsiyani nazorat qilish laboratoriyalarida va suyuqlik xromatograflari uchun universal detektorlar sifatida qo'llaniladi.

13-MA'RUZA.KALORIMETRIYA

Reja:

1. Kaloriyometriyada oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish.
2. Yuqori sezuvchanlik issiqlik oqimi kalorimetri
3. Aralash va reaksiya mikrokolorimetri
4. Yuqori bosimli differentsial skanerlash kalorimetri

Oziq-ovqat materiallarini qayta ishlash va saqlash va qo'shimcha qiymatli mahsulotlar ishlab chiqarish uchun bir nechta termal va notermal usullar qo'llaniladi. Oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlashning maqsadlari buzilish va patogen mikroorganizmlarni inaktivatsiya qilish va mahsulotning saqlash muddati davomida ushbu holatni saqlashdir. Qayta ishlash jarayonida o'zgarishlar vitaminlar, lipidlar, uglevodlar va oqsillarni o'z ichiga olgan oziq-ovqat tarkibiy qismlarida dantelni oladi.

Bunday o'zgarishlar oziq-ovqat mahsulotlarining fizik, organoleptik va ozuqaviy xususiyatlariga ta'sir qiluvchi mikro- va makromolekulyar darajadagi tarkibiy va funktsional o'zgarishlarga olib keladi.

Oziq-ovqat materiallari murakkab biologik tizimlardir. Oziq-ovqat mahsulotlari moddaning uchta holatini, jumladan suyultirilgan konsentrlangan suyuqliklar, qattiq moddalar va ko'p suyuqlik aralashmalari, suyuq - qattiq, suyuq - gaz va qattiq - gazli tuzilmalarni o'z ichiga olgan keng doiradagi tuzilishga ega bo'lishi mumkin. Murakkab biologik birikmalarni tashkil etuvchi murakkab tuzilmalarning kombinatsiyasi oziq-ovqat bilan bog'liq murakkab tizimlarning tavsifini beradi. Kompozitsiyalar va tuzilmalarning xilma-xilligini hal qilish uchun qayta ishlash va saqlash sharoitlarining ta'siri haqida fundamental tushunchani ishlab chiqish uchun qayta ishlashdan oldin va keyin oziq-ovqat materiallarining tuzilishi va xususiyatlarini tavsiflash uchun ko'plab biofizik usullar qo'llaniladi. Bunday tadqiqotlar natijasida olingan ma'lumotlar oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlash va saqlash sharoitlarini optimallashtirish uchun oziq-ovqatlarning fizik xususiyatlarini bashorat qilish uchun ishlatilishi mumkin.

Biofizikaviy usullar orasida kaloriyometriya oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish uchun juda mos keladi. Ko'pgina sabablar orasida birinchisi, kaloriyometriyaning eksperimental protokollarining oziq-ovqat mahsulotlarini saqlashda qo'llaniladigan ko'pgina jarayonlarga tegishliligi. Xususan, oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlashning ko'plab usullari materiallarga termik ishlov berishni (isitish, sovutish, muzlatish) o'z ichiga olganligi sababli, oziq-ovqat tizimlari va ularning tarkibiy qismlarining termal tavsifi qayta ishlash protokollari bilan bevosita bog'liq bo'lishi mumkin bo'lgan ma'lumotlarga olib keladi. Oziq-ovqat mahsulotlarining issiqlik xossalarini, masalan, haroratga bog'liq bo'lgan o'ziga xos issiqlikni aniqlash issiqlik uzatish va energiya balansini hisoblash uchun juda muhimdir. Oziq-ovqat jarayonlarini optimallashtirish uchun oziq-ovqat materiallarining issiqlik xususiyatlarini bashorat qiluvchi tenglamalarni ishlab chiqish uchun ishonchli ma'lumotlar bazasini yaratish kaloriyometriya yordamida amalga oshirilishi mumkin. Bundan tashqari, oziq-ovqat materiallari va ularning tarkibiy qismlari qayta ishlash jarayonida konformatsion va fazali o'tishlardan o'tadi. Kalorimetriya ma'lumotlari oziq-ovqat mahsuloti formulalarini va jarayon sharoitlarini oqilona loyihalash uchun turli fazalarning termal va termodinamik barqarorligini baholash uchun tahlil qilinishi mumkin.

Issiqlik sig'imini harorat funktsiyasi sifatida o'lchaydigan differentsial skanerlash kalorimetriyasi - bu issiqlik bilan bog'liq konformatsion o'tishlarni va harorat funktsiyasi sifatida fazali o'tishlarni aniqlaydigan va kuzatuvchi yaxshi o'rnatilgan termal tahlil usuli. Haroratni skanerlash paytida, materialning murakkabligiga qarab, termal induktsiyali o'tishlarni aks ettiruvchi ko'plab tepaliklar yoki yallig'lanish nuqtalari (birdan bir nechta) kuzatilishi mumkin. Cho'qqining yo'nalishi o'tishning tabiatiga mos keladi, issiqlik yutuvchi (endotermalar) yoki issiqlik chiqaradigan (ekzotermalar). Qattiq moddalarning erishi va oqsillarning denaturatsiyasi endotermalarni namoyon qilsa, uglevodlarning kristallanishi va oqsillarning agregatsiyasi ekzotermiya sifatida namoyon bo'ladi. Endotermik va ekzotermik o'tishlar uchun haroratlar va bunday o'tishlardagi issiqlik kalorimetr yordamida o'lchanadi. Ta'sir nuqtalari shisha o'tishlarini ko'rsatadi; ya'ni shishasimon holatdan rezina holatiga o'tadi. O'tish harorati (T tepalik yoki T_g) o'tishdan o'tayotgan faza yoki holatning termal barqarorligini aks ettiradi. Kalorimetriya ma'lumotlaridan massa miqdorini aniqlashdan tashqari, turli xil o'tishlarning erkin energiya (DG), entalpiya (DH), entropiya (DS) va issiqlik sig'imi (DC_p)dagi termal va termodinamik o'zgarishlar uchun qiymatlarni olish mumkin. materialning issiqlik sig'imi.

Oziq-ovqat materiallarini termodinamik o'rganish uchun asos shundan iboratki, tegishli boshlang'ich va yakuniy holatlar (oldindan ishlov berish va qayta ishlashdan keyingi holatlar) aniqlanishi va bu holatlar o'rtasidagi energetik va strukturaviy farqlarni kaloriyametrik asboblardan yordamida o'lchash mumkin. Shu maqsadda, kaloriyometriya boshqa jismoniy va kimyoviy o'zgaruvchilarning ta'sirini baholash uchun materiallarning termogrammlarini kalorimetriyadan tashqaridagi o'zgaruvchiga ta'sir qilishdan oldin va keyin solishtirish uchun ishlatilishi mumkin.

Kalorimetriyani oziq-ovqat materiallariga qo'llash asoslari ushbu kitobda batafsil muhokama qilinadi. Biroq, muhokamani biologik materiallarni o'rganish uchun kaloriyametriadan foydalanishning afzalliklari haqida qisqacha ma'lumot bilan boshlash muhimdir. Ushbu afzalliklarni quyidagicha ifodalash mumkin:

- O'tishning energetikasini to'g'ridan-to'g'ri o'lchash olinadi (ΔH va ΔC_p). Eksperimental natijalar bog'liq modellar emas.

- Kalorimetriya sof yoki murakkab bir qator materiallarga qo'llanilishi mumkin. Materiallar optik jihatdan shaffof bo'lishi yoki spektroskopik usullar talab qiladigan xromoforlarga ega bo'lishi shart emas.

- Materiallar bir xil bo'lishi yoki bir hil aralashma bo'lishi shart emas. Aslida, sof materiallarga qo'shimcha ravishda, texnika kompleks tizimdagi komponentlar o'rtasidagi o'zaro ta'sirlarni va o'zaro ta'sirlar qayta ishlash orqali qanday o'zgarishini baholash uchun ishlatilishi mumkin.

- Kalorimetriya batafsil yoki halokatli namuna tayyorlashni talab qilmaydi.

- Kalorimetriya 16-asrdan beri mavjud bo'lgan o'rnatilgan texnikadir (Haines 1995). Bugungi kunda asboblardan issiqlik hodisalarini aniq o'lchash uchun yuqori darajada ishlab chiqilgan. Texnikaning orqasidagi nazariya yaxshi ishlab chiqilgan bo'lib, bu ma'lumotlarni sharhlashni osonlashtiradi (Höhne va boshq. 2003).

Texnika kuchli bo'lsa-da, ma'lumotlarning haqiqiyliigi va foydaliligi uskunadan ehtiyotkorlik bilan foydalanishga va ma'lumotlarni to'g'ri talqin qilishga bog'liq. Ba'zi analitik usullar materiallarga xos natijalarni beradi; ammo, kaloriyometriya ma'lumotlari tajriba davomida qo'llaniladigan shartlarga bog'liq (Haines 1995). Kalorimetriya parametrlarini tanlashda ehtiyot bo'lish kerak:

1. Vaqt o'lchovi: Ayniqsa, dinamik o'lchov tizimlarida, aniqlanishi kerak bo'lgan hodisalar uchun eksperimental vaqt shkalasi kuzatilgan hodisaning vaqt shkalasiga mos kelishi kerak.

2. Issiqlik oqimining kattaligi: o'tish bilan bog'liq energiya kichik bo'lsa, uni aniqlashda noaniqliklarga olib kelishi mumkin. Skanerlash tezligini oshirish signalni kuchaytiradi; ammo, bu muvozanat sharoitlaridan chetga chiqishga olib kelishi mumkin, bu esa kaloriyetriya ma'lumotlarining standart muvozanat termodinamikasini davolashdan tashqari modellarni talab qiladi.

3. Tajriba paytida namlikni yo'qotish: Umuman olganda, biologik namunalar yuqori namlikli materiallardir. Namuna xujayrasi yaxshi yopilmagan bo'lsa, tajriba jarayonida bug'lanish tufayli namunaning namligi o'zgaradi. Bu o'tish haroratining ortiqcha baholanishiga, shuningdek o'tish entalpiyasining o'zgarishiga olib kelishi mumkin.

4. Bir-biriga o'xshash cho'qqilarning talqini: Biologik namunalar bir xil haroratlarda termal induksiya o'tishlarni boshdan kechiradigan bir nechta komponentlarni o'z ichiga olishi mumkin. Natijada, differensial skanerlash kalorimetriyasi (DSC) termogrammasida bir-birining ustiga chiqadigan tepaliklar kuzatilishi mumkin. Hodisa kelib chiqishi ma'lum bo'lsa ham, yuqori haroratlarda

bir-birining ustiga chiqishi sababli siljishi mumkin bo'lsa ham, alohida hodisalar turli haroratlarda sodir bo'lishi mumkin. Alohida cho'qqilarni eksperimental ravishda hal qilish mumkin (Barrett va boshq. 2002, 2005) yoki murakkab termogrammalarni maxsus dasturiy ta'minot yordamida dekonvolutsiya qilish mumkin (Fessas va Schiraldi 2000).

Oziq-ovqat mahsulotlarini tavsiflash uchun ishlatiladigan turli xil issiqlik oqimi kalorimetrlarining tavsifi

Kalvet printsiptiga ko'ra, turli xil harorat diapazonlari, kichik va katta hajmli, sezgirlikning keng diapazoni bilan ko'plab turli xil kalorimetrlar ishlab chiqilgan. Ushbu bobda biz dunyo bo'ylab ko'plab oziq-ovqat tadqiqot laboratoriyalarida qo'llaniladigan ikki xil Calvet kalorimetrini (www.setaram.com) tasvirlaymiz.

Yuqori sezuvchanlik issiqlik oqimi kalorimetri

Juda yuqori sezuvchanlikdagi issiqlik oqimi kalorimetrining (www.setaram.com) rivojlanishi asosan standart DSClarning cheklovlari bilan izohlanadi: namunaning kichik miqdori, cheklangan sezgirlik, o'zaro ta'sir qilish yoki aralashtirish imkoniyati yo'q. U ko'p maqsadli kalorimetr sifatida foydalanish uchun mo'ljallangan, izotermik va skanerlash rejimlarida namunaning katta hajmida (1 sm 3) partiyaviy va oqim sig'implari bilan ishlaydi.

Kalorimetrik kamera eksperimental idishlar (namuna va ma'lumotnoma) uchun ikkita silindrsimon bo'shliqli yuqori issiqlik o'tkazuvchan blokdan yasalgan. Detektorlar yarimo'tkazgichli Peltier elementlari bilan qurilgan bo'lib, standart termojuft asosidagi detektorga nisbatan yuqori sezuvchanligi bilan ajralib turadi. Kalorimetrning haroratini nazorat qilish uchun ikkita printsipl qo'llaniladi:

- -20 °C dan 120 °C gacha bo'lgan harorat oralig'ida kaloriya bloki atrofida suyuqlikning termostatik halqasi oqadi.

- Peltier elementlari bilan turli qalqonlar -45 °C dan 120 °C gacha bo'lgan harorat oralig'ida pastroq haroratda foydalanishni kengaytirish uchun kalorimetrik blok atrofida joylashgan.

Ikkala holatda ham idishlar kaloriya blokidan osongina chiqariladi. Bu yog'li birikmalar, jellar va oqsillar kabi turli xil turdagi oziq-ovqatlardan foydalanilganda idishlarni tozalashning asosiy nuqtasidir. Kalorimetrlarning tepalari moslashtirilgan va maxsus idishlar yordamida suyuqliklarni (gaz, suyuqlik) kiritish uchun ochiladi. Suyuqlikning termostatik halqasi kalorimetrning yuqori qismida oldindan stabillashadigan halqani ta'minlaydi, bu suyuqlikni kalorimetrik kameraga kirishdan oldin qizdirish imkonini beradi. Oziq-ovqat tarkibiy qismlarida o'tkaziladigan tajribalar turiga ko'ra, partiyalar yoki oqimlarni qo'llash uchun turli xil eksperimental idishlar mavjud (2.8-rasm).



2.8-rasm. Standart va aralashtirish idishlari (partiya), suyuqlik aylanma idish (oqim).

Standart paketli idish asosan yopiq tizimda suyuq yoki qattiq shakldagi oziq-ovqat komponentlarini tekshirish uchun ishlatiladi. Partiya aralashtirish idishi har bir materialni kalorimetrdan aralashtirishdan oldin izolyatsiya qilish imkonini beruvchi ikkita kameradan iborat. Aralashtirish jarayoni novdani tashqaridan surish orqali amalga oshiriladi. Partiyali yuqori bosimli idish asosan bosim ostida oziq-ovqat komponentlarini tekshirishga, ayniqsa yuqori bosim qo'llanilganda strukturani o'zgartirishga (shisha o'tish, polimorfizm) bag'ishlangan. Bunday tajribalar uchun kalorimetrik idish yuqori bosimli gaz paneli (maksimal bosim: 1000 bar) bilan o'rnatiladi (Le Parlouer va boshqalar.2004).

Suyuqlik aralashtirish idishi ichidagi namuna bilan o'zaro ta'sir qilish uchun idishga gaz yoki suyuqlik kiritish uchun mo'ljallangan. Suyuqlikni kiritishdan oldin suyuqlik harorati kalorimetrning haroratida barqarorlashtiriladi. Suyuqlik aralashtirish idishi moslashtirilgan mikser yordamida ikki suyuqlikni in situ kaloriyali idishda aralashtirish imkonini beradi. Kiruvchi suyuqliklar kalorimetrning haroratida oldindan barqarorlashtiriladi va mikronasoslar orqali o'zgaruvchan oqim tezligida kiritiladi.

Aralash va reaksiya issiqlik oqimi mikrokolorimetri

Aralash va reaksiya mikrokolorimetri (www.setaram.com) oziq-ovqat sanoatining eksperimental ehtiyojlarini yaxshiroq qondirish uchun katta hajmdagi materiallar uchun ishlatiladi. Mikrokolorimetr haroratni skanerlash uchun DSC sifatida ishlatilishi mumkin, ammo katta hajmli namunalar bilan. Biroq, bu izotermik rejimdagi ilovalar uchun ko'proq mos keladi. Mikrokolorimetr katta tajriba hajmiga ega (15 sm 3). U termojuftlarning tojlaridan yasalgan termopillarni o'z ichiga olgan ikkita bo'shliqli metall o'tkazgich bloki atrofida qurilgan. Blokning o'zi isitish elementi bilan o'ralgan va izolyatsiya qilingan kameraga joylashtirilgan. Kalorimetrni maxsus aralashtirish idishi bilan ishlatish uchun aylanadigan mexanizmga o'rnatish mumkin.

Mikrokolorimetr turli xil ilovalar bilan foydalanish uchun eksperimental idishlarning katta tanlovini taklif qiladi. Oziq-ovqat tadqiqotlarida eng ko'p ishlatiladigan idishlar quyidagilardir:

- Partiya standart idishi qattiq yoki suyuq holatda katta hajmdagi namunalarni isitish yoki sovutish jarayonida o'zgarishlarni tekshirish uchun mo'ljallangan. Bundan tashqari, issiqlik quvvatini aniqlash uchun ham foydalanish mumkin.

- Partiyali yuqori bosimli idish yopiq idishdagi bosim ostida yoki boshqariladigan bosim ostida (maksimal: 100 bar) reaksiya va parchalanishni simulyatsiya qilish uchun mo'ljallangan. U ba'zi oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlash operatsiyalarining xavfsizlik shartlarini aniqlash uchun, shuningdek, o'ta muhim gaz qazib olishni simulyatsiya qilish uchun ishlatiladi.

Gaz oqimi idishi ikkita koaksiyal trubka bilan jihozlangan va namuna atrofida gaz aylanishini (inert yoki faol) hosil qilish uchun ishlatiladi. Oziq-ovqatlarning oksidlanish barqarorligini o'rganish uchun ishlatiladi.

Aylanadigan mexanizm yordamida aralashtirish idishi ikkita kameraga bo'linadi va metall qopqoq bilan ajratiladi. Materiallardan biri pastki kameraga (ya'ni, kukun), ikkinchisi esa yuqori kameraga (ya'ni, suyuqlik) joylashtiriladi. Ikki komponentni aralashtirish kalorimetrni aylantirish orqali ta'minlanadi, metall qopqoq aralashtirgich vazifasini bajaradi. Ushbu aralashtirish idishi suyuqlik-suyuqlik aralashuvini (suyultirish, neytrallashtirish) yoki qattiq-suyuqlikni aralashtirishni (eritish, hidratsiya, namlash) tekshirish uchun mo'ljallangan.

Membranani aralashtirish idishi ko'pincha oziq-ovqat komponentlari bilan ko'rinadigan yopishqoq namunalarni aralashtirish uchun va kalorimetrning aylanishini ishlatib bo'lmaydigan ilovalar uchun ishlatiladi. Bunday idishda ikkala kamerani ajratish nozik membrana (metall yoki PTFE) bilan amalga oshiriladi. Idish kalorimetrdan tashqaridan o'tkaziladigan metall tayoq bilan o'rnatilgan. Komponentlarni aralashtirish membranani sindirish uchun novdani surish orqali olinadi. Rod sinov paytida aralashtirgich sifatida ham ishlatiladi.

Ampulani aralashtirish idishi sekin eritish jarayoni va namlash uchun mo'ljallangan. Namuna sinishi mumkin bo'lgan ampulada vakuum ostida muhrlanadi. Vakuum operatsiyasi oson erishi uchun qattiq namunaning sirtini desorbsiyalash imkonini beradi. Muhrlangan ampula va eritma idishga kiritiladi. Ampulani sindirish orqali qattiq va suyuq namunalar kontaktga keltiriladi.

Yuqori bosimli differensial skanerlash kalorimetri

Bosim fizik kimyoda muhim o'zgaruvchidir. Shuning uchun har xil bosimdagi o'lchovlar termodinamik nuqtai nazardan katta ahamiyatga ega. Bosimning o'zgarishi materiallarning termodinamik xatti-harakatlari haqida ko'proq ma'lumot beradi. Bosim hududi qanchalik keng bo'lsa, materialning bosimga bo'lgan munosabati shunchalik yaxshi tavsiflanadi, bu esa bashorat qilish qobiliyatini rivojlantirishga imkon beradi. Materiallarni ishlab chiqarish va qayta ishlash jarayonida yuqori bosim ko'pincha qo'llaniladi va bosim bilan yuzaga keladigan xususiyatlarning o'zgarishi ishlov berish sharoitlarini optimallashtirish uchun katta qiziqish uyg'otadi. Xususan, reaksiyalarning yashirin issiqligi, faza va konformatsion o'tishlar, ularning bosimga bog'liqligi fundamental tadqiqotlarda ham, sanoatda qayta ishlashda ham o'rganilayotgan tizimlarning miqdoriy tahlili uchun qimmatli ma'lumotlardir. Oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlash va saqlash uchun yuqori bosimni qo'llashga qiziqish ortib bormoqda. Ushbu dasturning asosiy maqsadi mikrobiologik jihatdan xavfsiz oziq-ovqat ishlab chiqarish bo'lsa-da, yuqori bosim oziq-ovqat mahsulotining yuqori molekulyar og'irlikdagi tarkibiy qismlariga ta'sir qiladi va konformatsion va fazaviy o'zgarishlarga olib keladi. Proteinlar va yulduzlar ko'plab oziq-ovqat mahsulotlarining katta qismini tashkil qiladi. Bunday birikmalardagi faza yoki konformatsion o'zgarishlar yakuniy oziq-ovqat mahsulotlarining sifatiga ta'sir ko'rsatishi mumkin bo'lgan tashqi ko'rinish yoki tekstura o'zgarishiga olib kelishi mumkin; shuning uchun oziq-ovqat mahsulotlari va ularning alohida komponentlariga yuqori bosimli ishlov berishning ta'sirini aniqlash kerak.

Kalorimetriya oziq-ovqat materiallarini o'rganish uchun juda mos keladi, chunki oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlash materiallarni isitish yoki sovutishni o'z ichiga oladi, bu ma'lumotlar jarayon protokollari bilan bevosita bog'liq bo'lishi uchun kaloriyometrdan simulyatsiya qilinishi mumkin. Agar oziq-ovqat mahsulotlari yuqori bosim yoki kimyoviy moddalardan foydalanish kabi boshqa usullar bilan qayta ishlangan bo'lsa, uning ta'sirini baholash uchun davolashdan oldin va keyin

oziq-ovqat mahsulotining termogrammalarini solishtirish uchun haroratni skanerlash kalorimetriyasidan foydalanish mumkin. Biroq, bu yondashuv faqat oziq-ovqat mahsulotida yuzaga keladigan qaytarilmas o'zgarishlar haqida ma'lumot beradi. Shuning uchun namunadagi o'zgarishlarni tavsiflash va yuqori bosimli ishlov berish uchun tegishli sharoitlarda issiqlik sig'imi kabi termal xususiyatlarni aniqlash uchun yuqori bosimli kalorimetriyaga katta qiziqish mavjud.

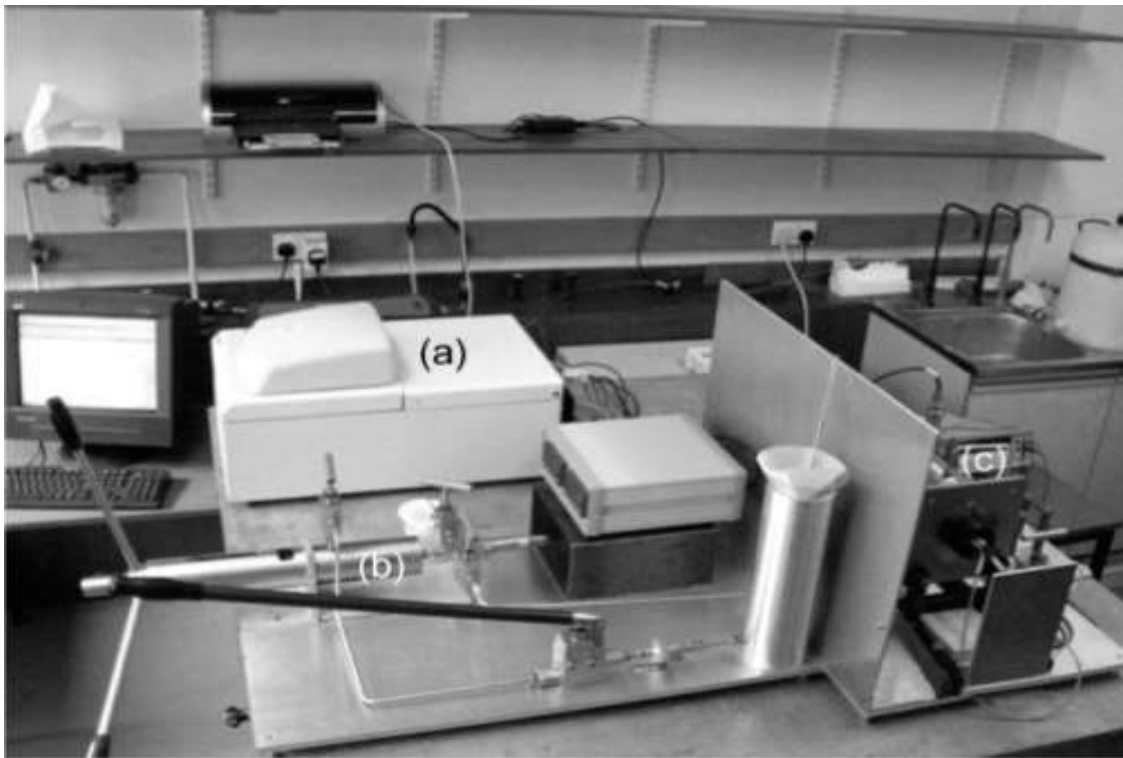
100 MPa (1000 bar) gacha bo'lgan o'rtacha bosimlarda ishlaydigan ba'zi savdo kalorimetrlari mavjud. Afsuski, bozorda haqiqatan ham yuqori bosimli kalorimetr mavjud emas (ya'ni, 100 MPa dan ancha yuqori bosimlarda ishlaydi). Asosiy cheklovlardan biri bosimni namunaga o'tkazish uchun suyuqlik muhitiga (gaz yoki suyuqlik) ehtiyojdir va har qanday suyuqlik yoki yuqori siqilgan gaz juda katta issiqlik o'tkazuvchanligiga ega (atrof-muhit bosimidagi gaz bilan solishtirganda). Issiqlik oqimi issiqlik oqimini o'lchash uchun kalorimetrning ichida qurilgan termal yo'l orqali emas, balki bosim muhiti orqali o'tadi. natijada katta termal qochqin yuzaga keladi, bu esa kaloriyometr sezgirligini sezilarli darajada pasayishiga olib keladi.

Ushbu muammolar va 500 MPa (5 kbar) gacha va undan ham ko'proq bo'lgan yuqori bosimlarni maxsus jihozlarga bo'lgan ehtiyoj va ularning potentsial xavfi tufayli hal qilish oson emasligi tijoratda mavjud bo'lgan yuqori bosimli kalorimetrni ishlab chiqishga to'sqinlik qildi. Hozirgi vaqtda ushbu sohadagi tadqiqotchilar o'zlarining jihozlarini qurishadi (13-bobga qarang). Yuqori bosimli differentsial termal tahlil (DTA), miqdoriy bo'lmagan kaloriya usuli, butun dunyo bo'ylab 1 GPa gacha bo'lgan bosimlarda bir nechta laboratoriyalarda mavjud bo'lsa-da, yuqori bosimli kalorimetrlar soni kichikligicha qolmoqda. Eng ko'p ishlatiladigan kalorimetr turi differentsial skanerlash kalorimetridir va so'nggi uch o'n yillikda ba'zi yuqori bosimli differentsial skanerlash kalorimetrlari (HP - DSC) qurilgan. Turli tadqiqot guruhlar HP-DSC ning bir nechta muammolariga turli yo'llar bilan yondashdilar. Bizning ma'lumotlarga ko'ra, faqat bitta quvvat kompensatsiyalangan DSC mavjud va u 500 MPa (5 kbar) bosimgacha ishlaydi. H ö hne va hamkasblari butunlay yangisini qurish o'rniga, yangi yuqori bosimli o'lchash boshini qurish orqali tijorat quvvati bilan to'ldiriladigan DSCni o'zgartirdilar. yuqori bosimli DSC. Ushbu bobda biz ushbu kalorimetrning qurilishiga e'tibor qaratamiz, chunki u yuqori bosimlarda kalorimetrik ma'lumotlarni muvaffaqiyatli ishlab chiqishi va shunga o'xshash narsalarni sezilarli qiyinchiliksiz qurish mumkin mumkinligi ko'rsatilgan.

Yuqori bosimli DSC qurilishi

Bu erda taqdim etilgan HP - DSC tijorat DSC (PerkinElmer) dan foydalangan holda quvvat kompensatsiyasi printsipli asosida ishlaydi. Asl o'lchash kallagi H ö hne va hamkasblari (1991) tomonidan bir xil elektr va sensor xususiyatlariga ega, lekin qo'lda boshqariladigan shpindelli nasos yordamida bosim o'tkazish mumkin bo'lgan avtoklav ichiga joylashtirilgan bosh bilan almashtirildi (3.1-rasm).

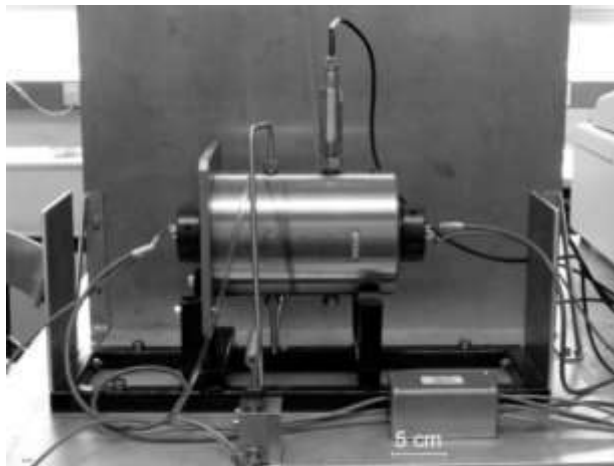
Oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlashda kalorimetriya



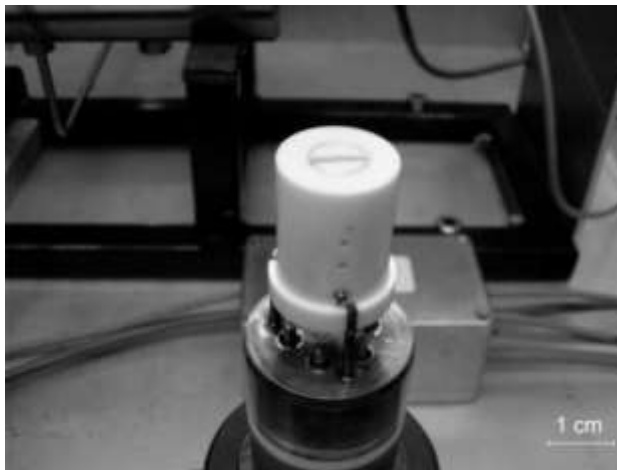
3.1-rasm. Yuqori bosimli DSCni sozlash. (a) DSC; (b) shpindelli nasos; (c) avtoklav.

Yuqori bosim bilan ishlov berish xavfli ishdir. Misol uchun, 500 MPa (5 kbar) bosim o'q olayotgan qurol ichidagi bosimdan deyarli ikki baravar yuqori ekanligini unutmang. Agar yuqori bosim ostida tajriba paytida avtoklavning bir qismi ishlamay qolsa, ta'sir o'qdan ko'ra yomonroq bo'lishi mumkin. Shunday qilib, yuqori bosimli tajribalar uchun yuqori xavfsizlik talablari mavjud. Odatda, bosim muhiti sifatida gaz bilan boshqariladigan avtoklav alohida yuqori bosimli boshpana xonasida ishlashi kerak va operator xavfsiz joyda tashqarida bo'lishi kerak. Bunday muammolarni oldini olish uchun biz bosim o'tkazuvchi vosita sifatida silikon moyiga ustunlik berdik. Yuqori bosimli tajribalar uchun suyuqlik bosimli vositadan (odatda moydan) foydalanish hali ham juda xavflidir va baxtsiz hodisalardan qochish uchun tegishli choralar ko'rish kerak, ammo choralar yuqori siqilgan gaz bilan ishlatilganidan ancha arzon.

Ushbu xavfsizlik sabablari tufayli to'liq yuqori bosimli tizim, jumladan avtoklav (3.2-rasm), shpindel nasosi, yuqori bosimli liniyalar, klapanlar va transduserlar yuqori bosimli mutaxassis (SITEC - Sieber Engineering AG, Shveytsariya). HP - DSC boshi tadqiqot guruhi tomonidan qurilgan ikkita kumush pechdan iborat bo'lib, keramik korpuslar ichida joylashgan (3.3-rasm). Ko'proq issiqlik yo'qotilishiga yo'l qo'ymaslik uchun o'lcham avtoklavga yaqinroq sig'adigan, lekin qattiq - qattiq aloqa qilmasdan tanlangan.



3.2-rasm. Yuqori bosimli DSC: Avtoklav birligi



3.3-rasm. Yuqori bosimli DSC: Ichkarida kumush o'choqli keramik korpus



3.4-rasm. Yuqori bosimli DSC: Ichkarida namunali idish bilan kumush pech

Olovli pechlar (3.4-rasm) maxsus seramika elim bilan elektr izolyatsiya qilingan. Ular asl DSC xujayrasining qarshiligiga mos keladigan isitgichlar va sensorlar uchun platina simli o'rashlar va avtoklavni yopish qopqoqlari orqali kalorimetrni boshqarish tizimiga o'tkazgichlar bilan ta'minlangan.

Ikkita pechni keramika korpuslari ichida joylashtirishdan maqsad ularni izolyatsiya qilish, namuna va mos yozuvlar o'rtasidagi o'zaro suhbatni oldini olish va moydagi konveksiya oqimlari tufayli issiqlik oqimi signalining buzilishini minimallashtirishdir. Ushbu korpuslarda yog 'kirish va to'ldirish/bo'shatish va bosimni o'zgartirish jarayonida yog'ning chiqishi uchun teshiklar mavjud va ular ikki pechni muvozanatlashtirib, tekis bazani olish uchun ularning hajmini sozlash imkonini beruvchi vintli qopqoqlarga ega (3.3-rasm).

Taxminan 100 mPa/s (Wacker AS 100, Wacker-Chemie GmbH, Germaniya) tarvaqaylab ketgan silikon moyi yordamida HP-DSC atrof-muhitdan 500 MPa gacha bo'lgan bosimlarda 20 °C dan 300 °C gacha bo'lgan harorat oralig'ida ishlashi mumkin. va har xil isitish va sovutish tezligi bilan (0,5 K.min⁻¹ dan 20 K.min⁻¹ gacha). Avtoklav ichidagi haqiqiy bosim qiymati mos yozuvlar xujayrasiga yaqin bo'lgan bosim o'tkazgich yordamida o'lchanadi, u bosimni qayd etish uchun ma'lumot jurnaliga ulanishi mumkin. Namuna, albatta, bosim muhiti bilan aloqa qilmaslik uchun inkapsullangan bo'lishi kerak. Bu oson ish emas, chunki qoplama-izolyatsiya bir tomondan yog'li bo'lishi kerak - bir tomondan zich, boshqa tomondan havo pufakchalari va bo'sh joy bo'lmasligi kerak. Ikkinchisi bosim ko'tarilganda namuna idishining katta deformatsiyasiga olib keladi; Shunday qilib, idish yog'siz bo'lib qolmasligi va o'lchov noto'g'ri bo'lishi mumkin. Muammoni hal qilishning bir necha mumkin bo'lgan usullari mavjud. Ulardan biri namunani ikkita alyuminiy tigel orasiga to'g'ri joylashtirish uchun tayyorlash, keyin esa tegishli press bilan payvandlanadi. Yana bir imkoniyat - namunalarni indiy yoki qo'rg'oshin kabi plastik metall tigellarga solib, tigelni germetik tarzda yopish.

Ishlayotganda pechlar o'qlari gorizontol holda avtoklav ichiga joylashtiriladi. Avtoklavning qopqog'i (3.4-rasm) tigelga buralib, uning kumush o'choq ichida mustahkam joylashishini va yaxshi termal aloqa o'rnatilishini ta'minlaydi.

Shu tarzda qurilgan HP-DSC quyidagi xususiyatlarga ega edi: bosim va harorat mos ravishda 0,1 dan 500 MPa gacha va atrof-muhitdan 600 K (330 ° C) gacha va issiqlik shovqini 50-100 mk Vt cho'qqigacha (ko'proq kattaroq) oddiy DSClarda neft konveksiya tufayli). O'tishlarni aniqlash chegarasi (cho'qqi maydoni) taxminan 5 mJ (ya'ni, 1 J g⁻¹) ni tashkil qiladi. Umumiy DSC bilan solishtirganda, HP - DSC ning asosiy takrorlanishi yomon (2–3 mVt), chunki yangi namuna qayta o'rnatilganda namuna va mos yozuvlar xujayrasi o'rtasidagi neft hajmidagi muqarrar kichik farqlar. Bu odatdagi usul bilan namunaning issiqlik sig'img'ini aniqlashni imkonsiz qiladi, ya'ni namunadan bo'sh idishni olib tashlash. Yangi namunani qayta o'rnatgandan so'ng asosiy chiziqdagi o'zgarish ko'pincha ikki ish o'rtasidagi issiqlik oqimi tezligining kutilgan farqidan kattaroqdir. Bu muqarrar ta'sir yuqori bosimli DSC ning jiddiy kamchiligi hisoblanadi.

Nazorat savollari

1. Kolorimetriya usuli nima maqsadda ishlatiladi?
2. Kolorometrik usulning ishlash prinsipi
3. Kolorometrlarning turlari haqida ma'lumot bering.
4. Olovli pechlar nima yordamida izolyatsiya qilingan bo'ladi?

14-Mavzu.Oziq-ovqat mahsulotlarini tatqiq qilishning luminessent usullari.

Reja:

- 1. Luminessent usuli.**
- 2. Luminessent usulining mohiyati va foydalanish natijalari.**
- 3. Fluoressensiya.**

Luminessent usuli.

Luminessent tahlil deganda luminesans hodisasiga asoslangan tahlil usullarining yig'indisi tushuniladi. Lyuminescent analizda qo'zg'alishning barcha turlari qo'llaniladi, lekin fotoqo'zg'alish eng keng tarqalgan.

Luminesans tahlili sifat va miqdoriyga bo'linadi. Sifatli lyuminescent tahlil luminesans spektrlari bo'yicha amalga oshiriladi; ularning tashqi ko'rinishi bo'yicha namunada ma'lum bir moddaning mavjudligini aniqlash mumkin (tahlil qilingan namuna). Sifatli lyuminescent tahlilning xilma-xilligi navli tahlil bo'lib, tahlil qilingan namunalardagi eng kichik farqlarni aniqlashga imkon beradi va ko'zoynaklar, urug'lar, qishloq xo'jaligi mahsulotlari va boshqalarning navi va sifatini aniqlash uchun ishlatiladi.

Miqdoriy lyuminescent tahlil tahlil qilinayotgan moddaning lyuminesans intensivligini o'lchashga asoslangan. Miqdoriy lyuminescent tahlil amaliyotida odatda kalibrlash egri chizig'i usuli qo'llaniladi. Hozirgi vaqtda davriy tizimning deyarli barcha elementlarini ularning o'rtacha miqdori 0,5-5,0 mkg (nisbiy xatosi 5-10% bilan) miqdoriy lyuminescent bilan aniqlash usullari ishlab chiqilgan.

Luminescent tahlil yuqori sezuvchanlik, past aniqlash chegaralariga ega va birinchi navbatda tabiiy, sanoat va biologik ob'ektlardagi moddalarning iz miqdorini aniqlash va miqdorini aniqlash uchun ishlatiladi. U atom floresansi tahlili, ftorimetriya, fosforimetriya, kristalli fosforli luminesans spektrlari tahlili, xemiluminesans tahlilini o'z ichiga oladi.

Luminesans - nurlanish, bu ma'lum bir haroratda modda tomonidan chiqarilgan issiqlik nurlanishidan ortiqcha bo'lib, yorug'lik to'lqinlari davridan sezilarli darajada oshib ketadigan vaqt davomida qo'zg'alish energiyasini yutgandan keyin davom etadi.

Moddalar har qanday agregatsiya holatida - gazsimon, suyuq (moddalarning eritmalari), qattiq (ko'zoynaklar, kristall moddalar) lyuminesatsiyalanishi mumkin. Lyuminesansning asosiy sharti moddalarda diskret energiya spektrlarining mavjudligidir. Uzluksiz energiya spektriga ega bo'lgan moddalar (masalan, kondensatsiyalangan holatdagi metallar) lyuminesatsiya qilmaydi, chunki ularning qo'zg'alish energiyasi doimiy ravishda issiqlikka aylanadi. Yorqinlash qobiliyatiga ega bo'lgan moddalarning umumiy nomi fosfordir.

Yorug'lik davomiyligiga ko'ra, barcha turdagi lyuminescentlar floresans va fosforessensiyaga bo'linadi.

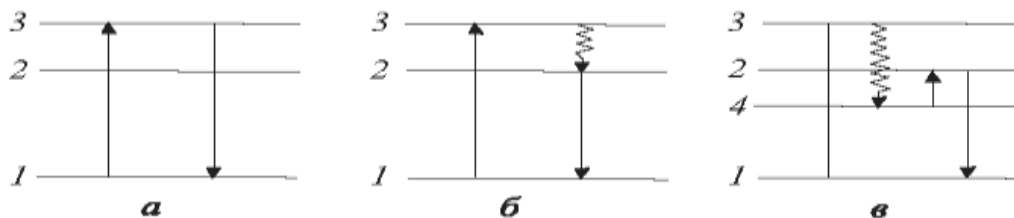
Floressensiya qo'zg'alish tugagandan so'ng bir zumda (10^{-8} soniya ichida) parchalanadigan porlashni va qo'zg'alish tugagandan so'ng sezilarli vaqt (10^{-6} s va undan ko'proq) davom etadigan fosforessensiyani o'z ichiga boshladi. Bunday tasnif sof sifatli xarakterga ega bo'lib, ko'rsatilgan ikki turdagi luminesans o'rtasida aniq farqni o'rnatishga

imkon bermadi. Hozirgi vaqtda "flüoresans" va "fosforessensiya" atamallari odatda bir xil ko'plikdagi elektron darajalar o'rtasidagi o'tishlar (masalan, bitta-bittali o'tish), turli xil ko'plikdagi elektron darajalar (masalan, triplet) o'rtasidagi o'tishlardan kelib chiqadigan luminesansni ajratish uchun ishlatiladi. - yagona o'tish).

Floressensiya va fosforessensiyadan tashqari, lyuminestsensiyaning yana bir turi mavjud bo'lib, u spektral tarkibi bo'yicha flüoresans bilan bir xil, lekin fosforessensiyaga xos bo'lgan davomiylik bilan tavsiflanadi. Ushbu turdagi porlash kechiktirilgan floresans deb ataladi. U molekulyar luminesans turiga kiradi va harorat, yopishqoqlik va eritma konsentratsiyasining juda cheklangan diapazonlarida kuzatiladi. Flüoresans va fosforessensiya bilan solishtirganda, kechiktirilgan floresansning intensivligi past va xona va undan yuqori haroratlarda maksimal qiymatlarga etadi, haroratning pasayishi bilan sezilarli darajada zaiflashadi.

Elementar jarayonlar mexanizmiga ko'ra rezonansli, o'z-o'zidan paydo bo'ladigan, qo'zg'atilgan va rekombinatsiyali luminesans farqlanadi.

Rezonansli luminesans bilan zarracha chiqaradigan nurlanish kvanti so'rilgan kvantga teng bo'ladi (7.6a-rasm). Rezonansli luminesans asosan atomlar uchun, shuningdek, past bosimlarda gazsimon holatda bo'lgan eng oddiy molekullar uchun xarakterlidir. Bunday holda, rezonansli luminesansning maxsus turi ajralib turadi - atom floresansi (gaz fazasidagi atomlarning yorug'lik kvantlari bilan qo'zg'alishi). Atom floresan spektrlari gaz deşarjli qo'zg'alish manbalarida (ichi bo'sh katodli lampalar, yuqori chastotali elektrodsiz lampalar) bir xil atomlarning emissiya spektrlariga qaraganda ancha kam chiziqlarni o'z ichiga oladi. Qoida tariqasida, atom floresan spektrlaridagi chiziqlar soni o'ndan oshmaydi.



Shartli belgilar:

1 - asosiy daraja; 2, 3 - hayajonlangan darajalar;

4 - metastabil daraja; $\uparrow$ - so'rilish; $\downarrow$ - lyuminessensiya; - radiatsiyaviy bo'lmagan o'tish

14-1 - rasm. Rezonans (a), o'z-o'zidan (b) va stimulyatsiya qilingan (c) lyuminesansdagi energiya darajalari va elektron o'tishlarning sxematik tasviri

Qo'zg'algan zarracha atrofdagi zarralar bilan o'zaro ta'sirlashganda energiyaning oxirgi qismiga issiqlik shaklida o'tishi va 2-darajaga o'tishi mumkin (14-1-rasm). Zarracha qo'zg'aluvchan 2-darajadan yer sathiga o'tganda paydo bo'ladigan lyuminestsensiya spontan deyiladi. Emissiya darajasi 2 3-darajadan pastda joylashgan va shuning uchun chiqarilgan kvant so'rilganidan kamroq. O'z-o'zidan lyuminessensiya murakkab molekulalarning bug'lari va eritmalariga xosdir.

Rezonans va spontan luminesansda zarrachalarning qo'zg'aluvchan holatdan asosiy holatga qaytish ehtimoli zarrachalarning ichki xususiyatlari bilan belgilanadi va haroratga bog'liq emas.

Bir qator hollarda hayajonlangan zarracha 2-radiatsiya darajasiga o'tishdan oldin o'zini oraliq metastabil 4-darajada topadi, undan asosiy darajaga to'g'ridan-to'g'ri o'tish taqiqlanadi (7.6-rasm). 2-radiatsion darajaga o'tish uchun zarrachaga issiqlik yoki yorug'lik shaklida qo'shimcha energiya berilishi kerak. Bunday mexanizmga mos keladigan lyuminescent stimulyatsiya deb ataladi va bu holda zarrachalar lyuminessensiyasining davomiyligi sezilarli darajada haroratga bog'liq bo'lishi aniq. Rag'batlantirilgan luminesans past haroratlarda yoki yopishqoq yoki shishasimon muhitda (jelatin, polimer plyonkalar, shakar konfetlari) joylashtirilgan murakkab organik molekulalarga xosdir.

O'z-o'zidan paydo bo'ladigan va stimulyatsiya qilingan luminesans molekulalar uchun eng xarakterli bo'lganligi sababli, luminesansning bu turlari ko'pincha bitta tushuncha ostida birlashtiriladi - molekulyar luminesans yoki diskret markazlarning porlashi.

Luminescent usulining mohiyati va foydalanish natijalari.

Bu usul ochiq yoki yopiq mahsulotlarni, shu jumladan idishlarni, gidravlik va gaz tizimlarining elementlarini va boshqalarni sinash uchun ishlatiladi. Luminesans usuli ultrabinafsha nurlanish ta'sirida ko'rinadigan yorug'lik bilan ba'zi moddalarning (fosforlarning) porlash qobiliyatidan foydalanadi. Bu yerda moddalar lyuminesansiyasining jismoniy mohiyati ko'rib chiqiladi.

Yorqinlikning rangi fosfor turiga bog'liq. Amaldagi barcha moddalar etarlicha past yopishqoqlikka, yuqori penetratsion kuchga ega va ultrabinafsha nurlanish ta'sirida juda yorqin porlashi mumkin. Yog'da eriydigan fosforlarning asosiy kamchiliklari quyidagilardir: sariq-ko'k porlash inson ko'zining maksimal sezgirlikiga mos kelmaydi; nurli fosforning rangi boshqariladigan sirtida mavjud bo'lgan yog'li ifloslantiruvchi moddalarning rangi bilan bir xil, bu esa qochqinlarni qidirishni qiyinlashtiradi; fosforlarda mavjud bo'lgan oltingugurt aralashmalari yoqilg'i tizimlarida yoqilg'ini ifloslantiradi.

Sinovlar atrof-muhit haroratida, lekin 10°C dan past va havoning nisbiy namligi 70% dan yuqori bo'lmagan holda amalga oshiriladi. Sinovlarni havoning nisbiy namligida 90% gacha o'tkazishga ruxsat beriladi, lekin ayni paytda nazorat suyuqligi va atrof-muhit o'rtasidagi harorat farqi 5°C dan oshmasligi kerak. Ba'zan, mahsulotda ortiqcha bosim hosil qilish o'rniga, uning boshqariladigan yuzalarini evakuatsiya qilish qo'llaniladi.

Sinov oxirida quritilgan luminesans tarkibi suvli ammiak eritmasi bilan chiqariladi. Mahsulotni takroriy sinovdan o'tkazishda bosim ostida ushlab turish vaqti kamida 60 minut bo'lishi kerak. Odatda, ushbu nazorat usulining sezgirligi $(1...5) 10^{-1} \text{ mm}^3 \cdot \text{MPa} / \text{s}$ ni tashkil qiladi.

Nazoratning lyuminescent usuli quyidagi kamchiliklarga ega: katta sirtlarni tekshirishda charchoq va diqqatning zaiflashishi tufayli inspektor nuqsonlarni o'tkazib yuborishi mumkin; usul insonning ko'rish qobiliyatining past aniqligi tufayli yuqori sezuvchanlikni ta'minlamaydi; nuqsonli joylar va oqish o'lchamlarini tekshirish va ro'yxatga olishni avtomatlashtirish deyarli mumkin emas.

Ushbu kamchiliklarni fotoelektrik lyuminescent nazorat bilan katta darajada bartaraf etish mumkin, bunda fotoelektrik konvertorlar nurlanish energiyasining asosiy ko'rsatkichlari

sifatida foydalanilganda, uning yordamida nurlanish energiyasi elektr energiyasiga aylanadi. Fotoelektrik sensorlar inson ko'ziga qaraganda bir necha marta sezgir. Ular elektr signallarini hosil qiladi, ularning kattaligi qochqinning kattaligiga mutanosibdir. Ushbu moddalarga qo'shimcha ravishda LV tipidagi lyuminescent suyuqliklar qo'llaniladi. Fosforlar kerosin, benzin, nafta va boshqa organik moddalar asosidagi erituvchilarda eritiladi. Suvga asoslangan lyuminescent moddalar ham ishlatiladi, masalan, floresan disodiy tuzining 0,05% suvli eritmasi ($C_{20}H_{12}O_5$).

Tekshiruvdan so'ng lyuminescent eritmalar suv va natriy sulfatdagi oqartiruvchi suspenziyani (100 l oqartirish eritmasiga 3 l oqartiruvchi va 180 g natriy sulfat) qo'shib rangsizlanadi. Ultrabinafsha nurlanish manbalari sifatida PRK, DRSh va boshqalar simob lampalaridan foydalaniladi. Yaxshi kirish imkoniyatiga ega nisbatan kichik sirtlarni yoritish uchun kam quvvatli nurlanish manbalaridan foydalanish eng oqilona hisoblanadi. Katta ob'ektlar va yomon kirish imkoniyati bo'lgan sirtlar kuchliroq manbalardan foydalanishni talab qiladi.

Lyuminescentni boshqarishning ikkita usuli mavjud - kapillyar va lyuminescent-gidravlik. Kapillyar usul bilan mahsulotning sirtlaridan biriga lyuminescent suyuqlik eritmasi qo'llaniladi. Mahsulot uchun spetsifikatsiyalar bilan belgilangan ma'lum vaqtdan so'ng, qorong'uda qarama-qarshi sirt ultrabinafsha nurlanishiga ta'sir qiladi. Oqish joylari fosforlarning porlashi bilan belgilanadi. Kamchiliklarni yaxshiroq aniqlash uchun mahsulotning sinov yuzasiga magniy oksidi yoki talk kukuni qo'llaniladi, u nazorat suyuqligi bilan singdiriladi, oqish joylarida yorqin dog'lar hajmini oshiradi.

Sezuvchanlikni oshirish uchun ba'zida siqish-vakuum usuliga o'xshab 5 ... 10 soniya davomida boshqariladigan sirt ustida 5 104 Pa tartibli kamdan-kam uchraydi. Odatda kapillyar usulning sezuvchanligi (1...5) 10-2 mm³ · MPa/s. Sinov paytida ta'sir qilish muddati mahsulotga qo'yiladigan talablarga bog'liq va devor qalinligi 4 mm gacha bo'lgan mahsulotlar uchun 15 minut, qalinligi 4 mm dan ortiq bo'lsa - 30 daqiqagacha. Devor qalinligining har bir millimetri uchun uni 3 ... 5 daqiqaga oshirish kerak. Murakkab shakldagi ob'ektlarni, shuningdek quyma yoki ko'p qatlamli materiallardan tayyorlangan narsalarni sinovdan o'tkazishda ushlab turish vaqti bir yoki hatto bir necha soatga etadi.

Luminesans-gidravlik sinov usuli katta o'lchamdagi yopiq mahsulotlarni lyuminescent moddalarni o'z ichiga olgan nazorat suyuqligi bilan to'ldirishdan iborat. Mahsulot uchun texnik shartlar bilan belgilangan sinov bosimini o'rnatgandan so'ng, ob'ekt ma'lum vaqt davomida bosim ostida saqlanadi, shundan so'ng nazorat nuqtalari ultrabinafsha nurlanishiga ta'sir qiladi. Sinovlar atrof-muhit haroratida, lekin 10 ° C dan past va havoning nisbiy namligi 70% dan yuqori bo'lmagan holda amalga oshiriladi. Sinovlarni havoning nisbiy namligida 90% gacha o'tkazishga ruxsat beriladi, lekin ayni paytda nazorat suyuqligi va atrof-muhit o'rtasidagi harorat farqi 5 ° C dan oshmasligi kerak. Ba'zan, mahsulotda ortiqcha bosim hosil qilish o'rniga, uning boshqariladigan yuzalarini evakuatsiya qilish qo'llaniladi.

Sinov oxirida quritilgan luminesans tarkibi suvli ammiak eritmasi bilan chiqariladi. Mahsulotni takroriy sinovdan o'tkazishda bosim ostida ushlab turish vaqti kamida 60 minut bo'lishi kerak. Odatda, ushbu nazorat usulining sezgirliги (1...5) 10-1 mm³ · MPa / s ni tashkil

qiladi.

Nazoratning lyuminescent usuli quyidagi kamchiliklarga ega: katta sirtlarni tekshirishda charchoq va diqqatning zaiflashishi tufayli inspektor nuqsonlarni o'tkazib yuborishi mumkin; usul insonning ko'rish qobiliyatining past aniqligi tufayli yuqori sezuvchanlikni ta'minlamaydi; nuqsonli joylar va oqish o'lchamlarini tekshirish va ro'yxatga olishni avtomatlashtirish deyarli mumkin emas.

Ushbu kamchiliklarni fotoelektrik lyuminescent nazorat bilan katta darajada bartaraf etish mumkin, bunda fotoelektrik konvertorlar nurlanish energiyasining asosiy ko'rsatkichlari sifatida foydalanilganda, uning yordamida nurlanish energiyasi elektr energiyasiga aylanadi. Fotoelektrik sensorlar inson ko'ziga qaraganda bir necha marta sezgir. Ular elektr signallarini hosil qiladi, ularning kattaligi qochqinning kattaligiga mutanosibdir.

15-MA'RUZA. Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilishning boshqa usullari

Reja:

1.Turlixil oziq-ovqat mahsulotlari va ularning xom ashyolarini o'ziga xos xususiyatlari kelib chiqadigan tahlil usullari va qo'llaniladigan qurilmalari .

1.1.Kjeldahl usuli haqida.

1.2. Hazim qilish (digestion) jarayoni.

1.3.Distillash (distillation) jarayoni.

1.4.Titrlash (titration) jarayoni.

Azotni aniqlash sohasi uzoq tarixga ega. Yoxan Kjeldahl birinchi marta 1883 yilda Daniya kimyo jamiyati yig'ilishida Kjeldahl azot usulini kiritgan. Kopengagen yaqinidagi Karlsberg laboratoriyasining kimyo bo'limi raisi sifatida Kjeldahlga pivo ishlab chiqarish bilan bog'liq jarayonlarni ilmiy kuzatish topshiriladi. Solod ishlab chiqarish jarayonida oqsillarni o'rganar ekan, u o'sha paytda mavjud bo'lgan har qanday usuldan ko'ra tezroq va aniqroq bo'lgan azot miqdorini aniqlash usulini ishlab chiqdi. Uning usuli oddiy jihozlardan foydalangan holda tajribali texnik tomonidan bajarilishi mumkin edi.



Yoxan Kjeldahl, 1880-yillarda Karlsberg laboratoriyasida ishlagan

1883 yildan beri Kjeldahl usuli keng qabul qilingan va hozirda turli xil maxsulotlar uchun keng qo'llaniladi. Kjeldahl azotini aniqlash oziq-ovqat va ichimliklar, go'sht, ozuqa, don, chiqindi suv, tuproq va boshqa ko'plab namunalarda amalga oshiriladi. Usul turli xil moddalar uchun takomillashtirilgan va sinovdan o'tgan va turli ilmiy uyushmalar tomonidan tasdiqlangan, jumladan:

1. Amerika don kimyogarlari uyushmasi;
2. Amerika neft kimyogarlari jamiyati;
3. Atrof-muhitni muhofaza qilish agentligi;
4. Xalqaro standartlar tashkiloti;

So'nggi 100 yil ichida texnika va apparatlar sezilarli darajada o'zgargan bo'lsa-da, Yoxan Kjeldahl tomonidan kiritilgan asosiy tamoyillar bugungi kungacha saqlanib qolgan.

Kjeldahl azotni aniqlash o'lchovi.

Azot va azotli birikmalar atrof muhitning ifloslanishi nuqtai nazaridan muhim xavf tug'diradi. Ichimlik va kommunal suvlarda, yer usti suvlarida va ifloslangan suv havzalarida topilgan ko'plab organik va noorganik azotli birikmalar laboratoriyalarda o'tkazilgan tahliliy tadqiqotlar natijasida aniqlanadi va suvning sifatiga baho beriladi. Masalan, suvda topilgan ammiak bu suvning yaqinda najas bilan ifloslanganligini ko'rsatadi. Suvdagi azotli birikmalar oksidlanish darajasining pasayishiga qarab quyidagicha sanab o'tilishi mumkin: nitrat azot, nitrit azot, ammiak azot va organik azot. Bundan tashqari, azot gazi ham ushbu reytingga kiritilishi mumkin.



Kjeldahl uskunas

Kjeldahl azoti ammiak azotining va organik azotning yig'indisini bildiradi. Usulning asosi ko'plab organik moddalarning amino azotini sulfat kislota, kaliy sulfat va mis sulfat katalizatorlari yordamida ammoniyga aylantirishdir.

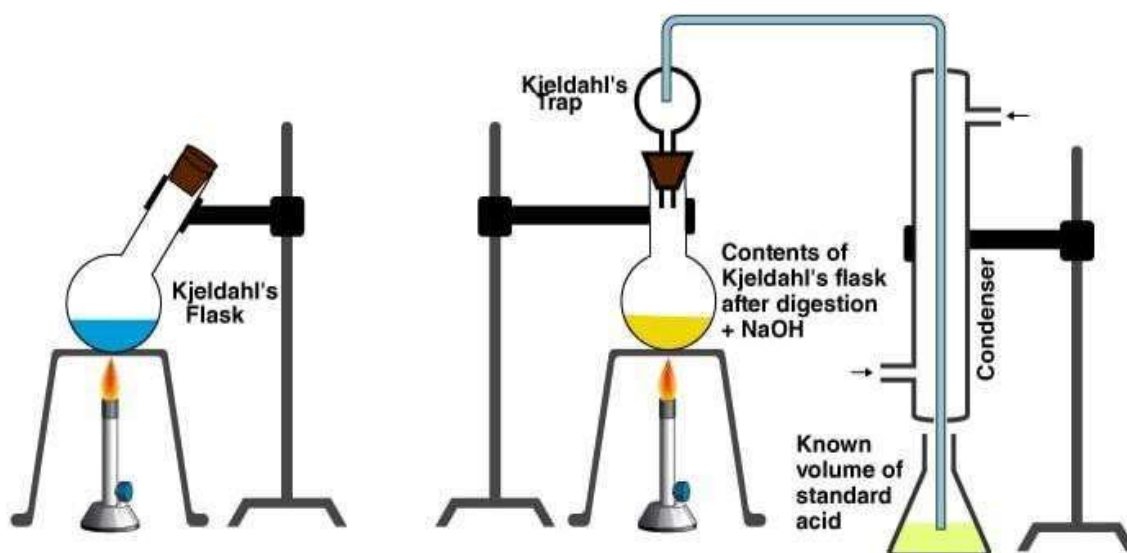
Laboratoriyalarda sharoitida olib borilgan Kjeldahl azotini aniqlash jarayonining asosi suvdagi organik moddalarni kuchli oksidlanish sharoitida sindirish va ularni ammiak azotiga aylantirishdir.

Natijada, bu jarayon bilan suvdagi ammiak va ammiakka aylangan organik azot birgalikda o'lchanadi.

Ammiak azotining konsentratsiyasini yer usti va yer osti suvlarida litri uchun 10 milligrammgacha, chiqindi suvlarda esa 30 milligrammgacha topish mumkin. Organik azot va ammiak azotlari har xil tahlillar bilan birgalikda o'lchanadi va natijalar Kjeldal azoti sifatida tavsiflanadi. Umumiy oksidlangan azot qiymati nitrat va nitrit qiymatlarining yig'indisidir.

Kjeldahl azotini o'lchash laboratoriyalarda suv va chiqindi suvlarni o'lchash doirasida ham amalga oshiriladi

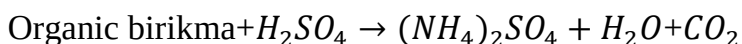
Kjeldahl usuli birinchi bo'lib tosh dudbo'ronlar va gaz mantiyalari yordamida o'tkazildi. Bir necha yil o'tgach, makro-Kjeldahl hazm qilish, shuningdek, distillash asbobi ishlab chiqildi va foydalanildi. O'rnatish Kjeldahl flakonlaridan ham iborat edi. Mikro-Kjeldahl uskunasi deb nomlanuvchi o'rnatishning kichik o'lchamli birliklardan iborat miniatyura versiyasi mavjud.



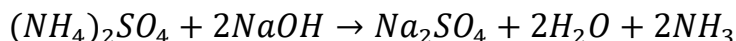
So'nggi yillarda uskunada sezilarli o'zgarishlar ro'y berdi va alyuminiy yoki keramik isitish bloklari qo'llaniladi. Ushbu o'rnatish hatto bir vaqtning o'zida bir nechta to'g'ri hazm qilish naychalarini qabul qilishi mumkin. Bundan tashqari, distillash vaqtini kamaytirish uchun bug 'generatorlari bo'lgan dastgoh distillash moslamalari bilan bir qatorda **"Blok parchalagichlar" ishlatiladi**. Uskunalar asosan korroziyaga chidamli materiallardan tayyorlangan.

Umuman olganda, Kjeldahl usuli uchta asosiy bosqichga bo'lingan. Usul to'g'ri ketma-ketlikda bajarilishi kerak. Bosqichlar **hazm qilish**, **distillash** va **titrlash**ni o'z ichiga oladi.

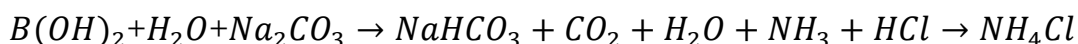
1. Hazm qilish (digestion)- Bu usulda ma'lum bir modda yoki namuna sulfat kislotasi ishtirokida qizdiriladi. Kislotasi oksidlanish orqali organik moddani parchalaydi va ammoniy sulfat ko'rinishidagi qaytarilgan azot ajralib chiqadi. Muhitning qaynash nuqtasini oshirish uchun odatda kaliy sulfat qo'shiladi. Hazm qilish jarayonida simob, selen, mis yoki simob yoki mis ionlari kabi katalizatorlar ham qo'llaniladi. Tiniq va rangsiz eritma olganimizda namuna to'liq parchalanadi.



2. Distillash (distillation)- Endi eritmani distillash sodir bo'ladi va ammoniy tuzini ammiakga aylantirish uchun oz miqdorda natriy gidroksid qo'shiladi. Keyin distillangan bug'lar HCl (xlorid kislota) va suvning maxsus tutqichli eritmasida ushlanadi.



3. Titrlash (titration)- namunadagi ammiak miqdori yoki azot miqdori keyin qayta titrlash orqali aniqlanadi. Ammiak kislota tutuvchi eritmada erishi natijasida HCl ning bir qismi neytrallanadi. Orqada qolgan kislota NaOH yoki boshqa asoslar kabi asosning standart eritmasi bilan qayta titrlanishi mumkin..



Azotning foizini quyidagi formula yordamida aniqlash mumkin:

$$\text{Namunadagi azot ulishi} = \frac{V \cdot N}{V_t}$$

Bu yerda:

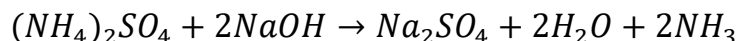
- V = titrlashda ishlatiladigan kislota (ml)
- N = standart kislotaning normalligi
- Vt = namunaning og'irligi (g)

Hazim qilish (digestion) jarayoni. O'zaro bog'liq bo'lgan bir qator hazm qilish sharoitlari reaksiya tezligini va azotning ammoniy sulfatga bo'linishning to'liqligini aniqlaydi. Bular orasida kislota hazm qilish aralashmasiga issiqlik kiritish, kislota qaynash haroratini oshirish uchun qo'shilgan noorganik tuz miqdori, hazm qilish kolbasining bo'ynidagi H_2SO_4 ning qayta oqim tezligi, hazm qilish uzunligi va katalizator qo'shilishi kiradi. Ushbu omillardan birini sozlash boshqalarga ta'sir qiladi. Berilgan namuna matritsasi uchun to'g'ri hazm qilish sharoitlariga ushbu omillar muvozanatini boshqariladigan va takrorlanadigan tarzda o'rnatish orqali erishiladi. Bundan tashqari, agar namunada nitrat yoki nitrit azot bo'lsa, ma'lum bir vaziyatda ushbu azot manbasini tahlilga qo'shish yoki chiqarib tashlash uchun hazm qilishni kimyoviy jihatdan oldindan tozalash mumkin.



Hazim qilish (digestion) jarayoni.

Distillash (distillation) jarayoni. Kislota hazm qilish aralashmasi suyultiriladi va NaOH bilan kuchli gidroksidi holga keltiriladi, natijada NH_3 quyidagicha ajralib chiqadi:



Kjeldahl kolbasi suv kondensatoriga biriktirilgan va hazmdagi NH_3 gazini qaynatish uchun isitiladi. Kondensatorning uchi distillangan NH_3 ni yana qabul qiluvchi eritmada ushlab turish uchun kislotali qabul qiluvchi eritma, standart kislota yoki borik kislota eritmasiga botiriladi.



Distillash (distillation) jarayoni

NaOH qo'shilishi. Konsentrlangan NaOH (odatda 50% li eritma) asta-sekin kolba bo'yniga quyiladi. Og'irroq bo'lib, u suyultirilgan kislota hazm qilish aralashmasi ostida qatlam hosil qiladi. Odatda, hazm qilishda ishlatiladigan har bir 5 ml konsentrlangan sulfat kislota uchun hazmni kuchli ishqoriy holga keltirish uchun 20 ml 50% natriy gidroksidi talab qilinadi ($pH > 11$). Kolba kondensatorga ulanadi va qizdirish va distillash boshlanishidan oldin aralashtiriladi.

Hazm qilish bosqichini talab qilmaydigan namunalar uchun Suvdagi ammiakni to'g'ridan-to'g'ri aniqlashda, mavjud bo'lgan har qanday murakkab organik azot birikmalarining gidrolizlanishini kamaytirish uchun namuna natriy tetraborat va natriy gidroksid eritmasi bilan pH 9,5 ga qadar tamponlanadi.

Distillash. NH_3 ning ko'p qismi distillanadi va qaynatilgandan keyin dastlabki 5 yoki 10 daqiqada qabul qiluvchi kislota eritmasida saqlanadi. Ammo hazm qilish aralashmasining hajmiga va qo'llaniladigan usulga qarab, azotning to'liq tiklanishini ta'minlash uchun qabul qiluvchi kolbaga 15 dan 150 ml gacha kondensat yig'ilishi kerak. Distillash vaqtlari va to'plangan hajmlarni yanada kengaytirish oddiygina suvni qabul qiluvchi eritmaga o'tkazishga olib keladi. Haddan tashqari suv titrlash natijalarini o'zgartirmaydi.

Distillash tezligiga kondensatorning sovutish quvvati va sovutish suvi harorati ta'sir qiladi, lekin birinchi navbatda issiqlik kiritish. Odatda distillash uchun ishlatiladigan isitish elementlari o'zgaruvchan harorat regulyatorlariga ega. Qabul qilingan usullarda taxminan 7,5 ml / daqiqa distillash tezligi eng ko'p keltiriladi. Hazm qilish kolbasi va kondensator o'rtasida lampochkalarni yoki kengaytirish kameralarini ulash ishqoriy hazm qilish aralashmasining qabul qiluvchi kolbaga o'tishining oldini olish uchun muhim ahamiyatga ega. Qabul qiluvchi eritmaning ozgina ifloslanishi titrlash bosqichida jiddiy xatolikka olib kelishi mumkin.

Azotning juda past darajalari aniqlanganda, distillashdan oldin distillash apparatini "oldindan shartlash" tavsiya etiladi. Buni atmosfera ammiakining ifloslanishini kamaytirish uchun namunani distillashdan oldin 5 daqiqa davomida 1:1 nisbatda ammiaksiz suv va 50% NaOH aralashmasini distillash orqali amalga oshirish mumkin.

Qabul qiluvchi eritma standartlashtirilgan HCl yoki H_2SO_4 bo'lsa, u NH_3 distillangandan so'ng

va qabul qiluvchi eritma ichiga qo'yilgandan so'ng, orqa titrlashni minimallashtirish uchun ozgina ortiqcha bo'lishi maqsadga muvofiqdir. Namunadagi kutilayotgan azot miqdoriga asoslanib, standart kislotaning maqsadli miqdorini quyidagi formula bo'yicha hisoblash mumkin:



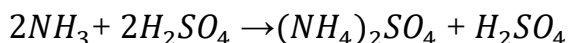
Qabul qiluvchi kolbaga qo'shiladigan ml standart kislota = [(namunada kutilayotgan azot%) x (ishlatilgan namunaning alikvoti) x gramm namunasi og'irligi] + 2 (standart kislota normalligi) x 1,4007 x hazm qilish suyultirish hajm

Agar borik kislotasi ishlatilsa, aniq konsentratsiya kerak emas, chunki titrlash ammiak va borik kislotasi tomonidan hosil bo'lgan 1: 1 kompleksini neytrallashtirish orqali distillatdagi ammiak miqdorini bevosita o'lchaydi. Qabul qiluvchi eritmaga ko'p miqdorda borik kislotasi qo'shilishi mumkin, shuning uchun ammiakning to'liq so'rilishi ta'minlanadi.

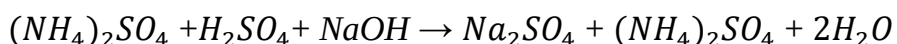
Qabul qiluvchi eritma hajmini ammiaksiz suv qo'shish orqali oshirish mumkin, shunda etkazib berish trubasining uchi suvga botiriladi. Distillash moslamasidan olib tashlashdan oldin etkazib berish quvurlari har doim qabul qiluvchi kolbaga bir lahzada to'kish uchun ruxsat berilishi kerak. Qabul qiluvchi eritma ammiakni yo'qotmaslik uchun distillash paytida 45 ° C dan past bo'lishi kerak.

Titrlash (titration) jarayoni. Titrlashning ikki turi mavjud: orqaga Makro Kjeldahl'da keng qo'llaniladigan titrlash va to'g'ridan-to'g'ri titrlash. Ikkala usul ham distillatda mavjud bo'lgan ammiakni rangi o'zgarishi bilan ko'rsatadi va noma'lum konsentratsiyalarni hisoblash imkonini beradi.

Orqa titrlash yo'li bilan azotni aniqlash. Ammiak qabul qiluvchi kolbadagi standartlashtirilgan kislota eritmasining diqqat bilan o'lchangan ortiqcha miqdori bilan ushlanadi. Qabul qiluvchi eritmadagi kislotaning ko'pligi pH ni past darajada ushlab turadi va indikator o'zgarmaydi.



Ortiqcha kislota eritmasi natriy gidroksid kabi ehtiyotkorlik bilan o'lchangan standartlashtirilgan ishqoriy asos eritmasi bilan to'liq neytrallanadi. Titrlashning oxirgi nuqtasida rang o'zgarishi hosil bo'ladi.



Kjeldahl hazm qilish va distillash issiqlik manbai sifatida tosh dudbo'ronlar va gaz mantiyalari yordamida amalga oshirildi. 1920-yillarda ular o'rnini hozir klassik makro-Kjeldahl hazm qilish va distillash apparati deb nomlanuvchi apparatlar egalladi. O'rnatishlar hajmi 500 dan 800 ml gacha bo'lgan Kjeldahl kolbalaridan foydalanadi va 0,5 dan 5,0 g gacha bo'lgan namuna o'lchamlarini ishlatadi. Ushbu qurilmaning kichikroq versiyasi micro-Kjeldahl uskunasi deb ataladi. Uskunalar stol usti isitish moslamalari va hajmi 30 dan 100 ml gacha bo'lgan Kjeldahl kolbalaridan iborat.

Klassik Makro-Kjeldahl apparati.

Ko'pgina davlatlar va tartibga soluvchi idoralar klassik makro-Kjeldahl apparatining aniqlilik darajasi yuqori bo'lganligi uchun keng foydalanadilar. Misol uchun, suvda (0-10 mg / l) past darajadagi azotni aniqlashning standart usullari 250 dan 500 ml gacha bo'lgan namunani va shuning uchun katta Kjeldahl kolbalarini talab qiladi. Qishloq xo'jaligidagi metodologiyalar ko'pincha kattaroq

namunalarni talab qiladi va sezilarli darajada ko'piklanishi mumkin bo'lgan matritsalarini o'z ichiga oladi.

Klassik Makro-Kjeldahl bir vaqtning o'zida 2 dan 12 tagacha namunani qayta ishlashga mo'ljallangan apparat tipi bo'lib, u isitish moslamalari va hazm qilish uchun tutun kollektori va distillash uchun kondensatorli isitgichlarning ikkinchi qismini o'z ichiga oladi. Uskuna katta, qimmat, o'rnatish uchun jiddiy e'tibor va kommunal xizmatlar va reagentlarning doimiy xarajatlarini o'z ichiga oladi.

Hazm qilish apparatida har bir kolbani ushlab turish uchun alohida isitish mantiyalari mavjud. Odatda har bir mantiya individual haroratli sozlagichga ega. Kjeldahl kolbalarining uzun bo'yinbog'lari hazm qilish bug'larini umumiy manifoldga chiqarish uchun joylashtirilgan. Kollektorli aspiratsiya kanal orqali tashqariga chiqadigan egzozli mexanik puflagich yoki bug'larni drenajga tushirish uchun suv purkagich bilan ta'minlaydigan katta suv aspiratori orqali ta'minlanlangan.

Hazm qilish apparati singari, distillash apparati har bir kolbani ushlab turish uchun alohida isitish mantiyalariga ega. Kolba mantiyadagi joyida bo'lgan holda, har bir kolbaning bo'yni "*birlashtiruvchi lampochka*" yoki kengaytirish kamerasiga birlashtirilgan bo'lib, u konsentrlangan suyuqlik hazm bo'ladigan har qanday suyuqlikni mexanik ravishda kondensatorlar orqali o'tkazib yubormaslik uchun tuzoq vazifasini bajaradi.

Birlashtiruvchi lampochkaning quyi oqimida kondanser, ikkinchi suv ko'ylagi trubkasi bilan o'ralgan zanglamaydigan po'latdan yasalgan quvurdir. Odatda bir nechta kondansatör ko'ylagi birliklari bitta yig'ilishda birlashtiriladi. Kondenserning uchiga shisha etkazib berish trubkasi birlashtirilgan. Yetkazib berish trubkasi katta pufakchalarni tarqatish va distillash paytida bosim o'zgarishini bartaraf etish uchun kichik teshiklari bo'lgan sharsimon uchiga ega. Distillangan ammiakning to'liq ushlanishini ta'minlash uchun uchi qabul qiluvchi eritma kolbasiga botiriladi.

Micro-Kjeldahl apparati.

Hazm qilish apparatining miniatyura versiyalari bo'lib, ular harakatlanuvchi va laboratoriya qopqog'ida foydalanish uchun mo'ljallangan. Ular 30 yoki 100 ml hajmdagi hazm qilish idishlarida kichik namunalarni hazm qilish uchun mo'ljallangan. Individual boshqariladigan isitgichlar bir vaqtning o'zida bir nechta kolbalarni ishlatishga imkon beradi. Ba'zi mikro-digestorlar tutunni olib tashlash uchun bir qismli shisha kollektorni o'z ichiga oladi. Shisha kollektor kolba bo'yinlarida qaytarilmaydigan bug'larni suyultirish va olib tashlash uchun standart suv aspiratoriga ulangan. Shisha kollektor ishlatiladimi yoki yo'qmi, hazm qilish apparati laboratoriya qopqog'ida ishlashi kerak. 4 ml gacha konsentrlangan kislota va taxminan 55 ml hajmdagi hazm qilingan namunalarni qabul qilish uchun bug' distillash moslamalari mavjud. Elektr isitish moslamasi bug' issiqligini ishlab chiqaradi, bu esa namunaning qaynashiga va ammiak gazini chiqarishga olib keladi. Bug'lar kondensatorga o'tadi, bu erda suv sovutilgan shisha bilan bog'langan holda bug'larni kondensatsiya qiladi, ular etkazib berish trubkasi orqali qabul qiluvchi eritma ichiga tushadi. Distillash vaqti taxminan 5 minut.

Agar azot natijalari kutilganidan farq qilsa, umumiy muammolarni bilish xatoni topish va tuzatishni osonlashtiradi. Umumiy muammolarga quyidagilar kiradi: namunaning hajmi va turi ishlatiladigan kislota, tuz yoki katalizator miqdori va turlariga mos kelmasligi; ifloslangan namunalar, standartlar, reagentlar yoki uskunalari; noto'g'ri yoki ortiqcha ovqat hazm qilish vaqti; distillashning etarli darajada yoki haddan tashqari suyultirish hajmi yoki alikvot hajmi; ovqat hazm qilish jarayonida ko'pik yoki zarba; notekis ovqat hazm qilish; namunaning noto'g'ri yoki haddan tashqari harorati; tuz yoki pishiriq yoki hazm qilingan namunaning cho'kish; apparat ulanishlarida qochqinlar; etarli

darajada natriy gidroksid qo'shilishi yoki natriy gidroksidning o'tkazilishi.

Kjeldahl usulining cheklovlari

Azotni tahlil qilishning Kjeldahl usuli butun dunyo standartiga aylangan bo'lsada, bu usul azo va [nitroguruhlarda](#) yoki halqalarda (xinolin, piridin va boshqalar) azotni o'z ichiga olgan birikmalar uchun mos emas. Bunday hollarda azotni Kjeldahl usuli bo'yicha ammoniy sulfatga aylantirib bo'lmaydi. Bu usul faqat namunadagi organik komponentlar (oqsillar, aminokislotalar, nuklein kislotalar) va ammoniy bilan bog'langan azotni o'lchaydi.

Nazorat savollari.

1. Kjeldahl usuli haqida izoh bering.
2. Hazim qilish (digestion) jarayoni nima?
3. Distillash (distillation) jarayoni qanday kichadi?
4. Titrlash (titration) jarayoni ahamiyati.

GLOSSARIY

Cho'ktirish xromatografiyasi- uning asosida ajratiladigan moddalar bilan cho'ktiruvchi reaktiv o'rtasidagi reaksiya natijasida qiyin eruvchan birikmalarning hosil bo'lishi yotadi.

Frontal usul- bajarilishi jihatidan eng sodda usuldir. Sorbent bilan to'ldirilgan xromatografik kolonka orqali uzluksiz oqimda tekshirilayotgan moddalar aralashmasining eritmasi yoki gazlar aralashmasi o'tkaziladi.

Siqib chiqarish usuli- frontal va elyuentli usullardan shu bilan farq qiladiki, tekshirilayotgan aralashma namunasi kolonkaga kiritilgandan keyin kolonka eriydigan modda qo'shilgan erituvchi (suyuq fazali xromatografiyada) yoki gaz (bug') holdagi modda qo'shilgan gaz- tashuvchi bilan (gaz xromatografiyasida) yuviladi.

Saqlash usullari- xomashyoni po'lat yoki emallangan idishlarga solib, 40-60°S da ushlab turiladi. So'ng muzlagan xomashyoni - 15 - 18° S da saqlanadi. Maydalangan xomashyoga past haroratda aseton yoki etil spirt qo'shilsa, lipidprotein komplekslari parchalanib, fermentlar yaxshi chiqadi.

Absolyut ushlanish vaqti- sekundomer yordamida yoki diagramm lenta bo'lagini o'lchab, aralashmani yuborishdan berilgan cho'qqi maksimumi chiqqancha ketgan vaqt.

Ushlanish mexanizmi- gaz xromatografiyasida harakatdagi faza sorbsiya va ajratish jarayonida ishtirok ctmaydi, balki faqat sorbent qavatida komponentlarni tashish funksiyasini bajaradi.

Selektivlik- deganda xromatografik sistemaning berilgan juft birikmani ajratish qobiliyati tushuniladi.

Elektroforez-(elektro va grekeha (popeco, ya'ni tashimoq so'zlaridan hosil bo'lgan) — bu tashqi elektrik maydon ta'sirida suyuq yoki gazsimon muhitda dispersion fazalar zarralari qayta joylashuvining energokinetik hodisasi.

Poliakrilamid gelida elektroforez oqsillari - poliakrilamid gelining **elektroforetik qo'zg'aluvchanligi (harakatchanligi)** asosida undagi aralashma oqsillarni bo'lish (yoki taqsimlash) usuli.

Gidrofob xromatografiya- ushbu tur xromatografiyaga quyi va yuqori bosimdagi gidrofob xromatografiyalar kiradi.

Afin xromatografiyasi- afin sorbentining tarkiblari va ularni sintez qilish usullari. Afin va biospesifik xromatografiyani olib boorish yo'llarining o'ziga xosligi. Afin sorbentini tayyorlashda tikuvchi agentlarni tanlash.

Kovalent xromatografiya-kovalent xromatografiya usuli bilan moddalarni ajratishda matrisalarni tanlash va ularni faollashtirish yo'llari.

YaMR spektrometrlarini turkumlash - 1) Doimiy va elektromagnit uslubida magnit maydoni hosil qilish.

2) Magnit maydonining kuchlanishi turlicha bo'lishi (40. 60. 100, 220, 300 va 500 MGs).

3) O'rganiladigan yadrolarning turiga qarab (¹N, ¹⁹F, ³¹P, ¹³C va boshqa yadrolar).

Spin-spinlarning o'zaro ta'sir konstantasi - ekvivalent protonlarning YaMR spektri oddiy bo'lib. yagona signaldan tashkil topadi, ammo noekvivalent protonlarning spektri

murakkab bo'ladi, bunga asosiy sabab ular o'rtasida spin-spin ta'sir bo'lganligidir.

Signallarning holati yoki g (je) - omili-yutilish singlet chizig'ining ko'rsatkichlaridan yana biri rezonans nuqtasining holati hisoblanadi. Maydon qiymati, ya'ni rezonans hodisasi ro'y beradigan, g- omil qiymatining ma'lum ozod juftlanmagan elektronga tegishli qiymatdir.

Signallarning multipletligi yoki ajralib chiqishi - EPR spektroskopiyasida signallar multipletligining ikki xil turi mavjud bo'lib, birinchi turini murakkab tuzilishli, ikkinchisini esa o'ta murakkab tuzilishli signallar deb yuritiladi.

Ionlanish -mass-spektrometrda bo'lakli ionlarning hosil bo'lish jarayoni molekulani elektronlar bilan ta'sirlanishidan boshlanadi. bunda energiya 100 eV ga teng bo'lsa, tezligi $5,9 \cdot 10^6$ m/s bo'ladi, molekula bilan lining to'qnashish vaqti taxminan 10^{-7} sekundga teng bo'ladi.

-Mass-spektrometrda bo'lakli ionlarning hosil bo'lish jarayoni molekulani elektronlar bilan ta'sirlanishidan boshlanadi. bunda energiya 100 eV ga teng bo'lsa, tezligi $5,9 \cdot 10^6$ m/s bo'ladi. molekula bilan uning to'qnashish vaqti taxminan 10^{-7} sekundga teng bo'ladi.

Fotonlar ta'sirida ionlanish- ko'pincha organik moddalarning ionlanish potentsiali 13 eV dan kichik qiymatda bo'lgani uchun ionlanishni olib borish uchun qisqa to'lqin uzunlikdagi nurlanishdan foydalaniladi.

Kintyoviy ionlanish- molekula va ionlar to'qnashganda yangi zaryadlangan zarrachalarni hosil bo'lish reaksiyalarini kuzatish mumkin. Masalan, metanning molekulyar ioni neytral molekulasi bilan reaksiyaga kirishib mustahkam SN_3 ion hosil qilishi mumkin: $SN_4' + SN_4 = SN_3' + SH_3$

Sovuq holda kiritish- bu usul gazlar uchun hamda uy temperaturasida va 10^{-2} mm.sim.ust. bosimida oson uchadigan moddalar uchun ishlatiladi.

Issiq holda kiritish- organik moddalarni bug' holatiga kelishi uchun mass-spektrometr sistemasini 300° gacha qizdiriladi.

To'g'ridan-to'g'ri kiritish- mass-spektr olish uchun sistemada chuqur vakuum hosil qilish (10^{-6} mm. sm. ustuniga yaqin) bilan birga qizdirilsa ko'p birikmalar oson bugdanadi. Bu usul bilan molekula ogdrligi 2000 gacha bo'lgan birikmalarning mass-spektrini olish mumkin.

Xromatografdan kiritish- gaz xromatograf ustunidan o'rganila- digan moddaning va gaz tashuvchining aralashmasi chiqadi. Gaz tashuvchi oqimining tezligi odatda 50 ml.min. ni tashkil etadi.

Bo'lakli ionlar- molekulyar iondan dissosilanish jarayoni natijasida bodakli ionlar hosil bodadi. Neytral molekuladan hosil bodgan molekulyar ion kation radikal bodib, undan hosil bo'lgan bodakli ionlar yoki kation yoki kation radikal bo'lishi mumkin. Molekulyar iondan ajralib chiqayotgan zarracha m° radikal yoki neytral molekula bodishi mumkin.

Surunkali xatolar – taxlil natijasini faqat ortish yoki faqat kamayish tarafiga aniqligini buzadi. Bu hatolar namuna ajratish uskunalarining nomukammalligi yoki tadqiqot usulidan cheklanishlar yo'l qo'yilishi natijasida, doimiy ravishda vujudga keladi.

Xromatografiya -lotincha «xromos» - rang va «grafo» - yozmoq so'zlaridan tashkil

topgan. Birinchi marta 1903yil rus olimi M.S.IIvet tomonidan o'simlik pigmentlarini adsorbstiyalanish qobiliyati ko'ra ajratishda 115na115 tadqiqot usuli qo'llanib, usulning asosiy prinstip va texnikasi tavsiya qilingan va «xromatografiya» deb nomlangan. Xozirgi vaqtda bu usul ham rangli ham rangsiz moddalar taxlilida qo'llanadi.

Adsorbstiya – bu qattiq yoki suyuq modda sirtida boshqa modda molekulalari va atomlari yig'ilishi jarayonidir.

Desorbstiya – adsorbstiya jarayonining teskarisi, ya'ni modda sirtiga yutilgan gaz yoki suyuqlikning ajralishi.

Front chizig'i - qog'ozga shimilib borayotgan xarakatlanuvchi faza chegarasi tushuniladi.

Identifikastiya – ayrim-ayrim dog'lar ko'rinishidagi ajralgan moddalarni aynan qaysi modda ekanligini aniqlash.

Metillash-organik kislotalarni metil spirti bilan reakstiyaga kirishib, metil efirlarini hosil qilishi.

Lipidlar – yogsimon moddalar bulib, bu gurux moddalar turli xil kimyoviy strukturaga ega bulishiga karamay, gidrofobligi va suvda erimasligi xamda fakat organik erituvchilarda erish xususiyatlariga kura bir guruxga umumlashtirilganlar. Lipidlarga yoglar, mumlar, pigmentlar (xlorofillar va karatinoidlar), fosfolipidlar, glikolipidlar va stiroidlar kiradi.

Detektor – to'g'rilagich, ya'ni xromatografda kolonkadan chiqayotgan gaz-par oqimining o'zgarayotgan fizik yoki kimyoviy xossasi detektorda qayd qilingan signali kuchaytirilib, samopisest – chizuvchi moslama yordamida xromatogramma qurinishida chizib boriladi.

Glisterid – glisterinning organik kislotalar va boshqa moddalar bilan hosil qilgan murakkab birikmalari

Xromatogramma – xromatograf qurilmasida namunani tahlil qilganda qog'ozda paydo bo'ladigan grafik. Unda xar bir pik(do'nglik) moddaning miqdoriga bog'liq bo'ladi.

Spektroskopiya – optik spektrlarni o'rganuvchi bo'lim. Moylar tadqiqotida spektroskopiya yog' kislotalari va efirlari, moylar va ularning oksidlanish, polimerlanish, gidrogenlanish maxsulotlari, tuzilishi va tarkibi murakkab bo'lgan moylarning yo'ldosh moddalari tadqiqot qilinadi

Kolorimetriya – kolorimetrik reakstiya maxsulotini yorug'lik nurini ko'rinuvchi spektrlarini yutishi orqali o'lchashga asoslangan

Kolorimetrik reakstiya – bu reakstiya natijasida rangsiz maxsulotning rang xosil qilishidir. Bu usulga 115na yorug'lik filtrlari yordamida, yorug'lik spektrlarini ayrim qismlarini ajratib, har qanday rangli moddalarning yorug'likni yutish qobiliyatini aniqlovchi uskunalarni qo'llash ham kiritilgan.

Diafragma – tanlab o'tkazuvchanlik xususiyatiga ega bo'lgan parda, to'siq.

Refraktometriya – moddalarni nur sindirish ko'rsatkichini o'lchashga asoslangan tadqiqot usullaridan biri.

Nur sindirish ko'rsatkichi- har bir muhit absolyut sindirish ko'rsatkichi (n) bilan karakterlanib, bu kattalik yorug'likning vakuumda tarqalish tezligining muhitda tarqalish

tezligiga nisbati bilan aniqlanadi

Oqsil – aminokislotalarni peptid bog'lar orqali hosil qilgan murakkab birikmalari.

Aminokislota – tarkibida amino gruppaga saqlovchi organik kislota

Mustaqil ta'lim va mustaqil ishlar

Mustaqil ta'lim uchun tavsiya etiladigan mustaqil ishlarning mavzulari:

1. Zamonaviy tahlil usullari va ularning qo'llanilishi.
2. Moddalarning etaloni va ularning qo'llanilishi ahamiyati.
3. Xromatografik taglil usularinig imkoniyatlari.
4. Xromatografiya detektorlari va ularning bir-biridan farqi.
5. Suyuqlik xromatografiya turlari .
6. Spoktroskopiyaning hozirgi kundagi o'rni .
7. Atom va molekulyar spektroskopiyaning farqi .
8. Mass-spektroskopiya va uning kelajagi.
9. Oziq-ovqat mahsulotlarning kimyoviy ko'rsatgichlari.
10. Reologik tavsiflarni aniqlash asboblari.
11. Poliametr sxemasi.
12. Oqsil miqdirini kalometrik usulda aniqlash.
13. Azotli moddalarni aniqlash.

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №1

1. Ishlab chiqarishni texno-kimyoviy nazorati va tatqiq qilinayotgan mahsulotning sifatini baholash usullari.
2. Qo‘llaniladigan statsionar faza turiga ko‘ra gaz xromatografiyasi.
3. Yadro spektroskopiyasi.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №2

1. Ishlab chiqarishni takomillashtirish va tayyor mahsulot sifatini yaxshilashda laboaratoriyaning ahamiyati.
2. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida qo‘llaniladigan adsorbentlar.
3. Atomizatorlar

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №3

1. Namunalar olish ularni tahlil qilish va tatqiqot natijasiga ta’siri.
2. Tashuvchi gaz manbai.
3. Spektroskopiyaning qo'llash.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №4

1. Fanning rivojlanish bosqichlari.
2. Suyuq xromatografiyaning printsiplari
3. Atom adsorbsion spektroskopiyaning asosiy tamoyillari

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №5

1. Xromatografiyaning kelib chiqishi va usulning mohiyati.
2. Xromatografik kalonkalar va detektorlar.
3. IQ-spektrometrik tahlil usullari.

Tuzuvchi :**D.T.Atakulova****“Tasdiqlayman”**

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №6

1. Xromatografiyaning turlari.
2. Detektorlarning parametrlari.
3. Atom adsorbsion spektroskopiya xususiyatlari va tarixi.

Tuzuvchi :**D.T.Atakulova****“Tasdiqlayman”**

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №7

1. Xromatogramma haqida tushuncha
2. Suyuq xromatografiyaning printsiplari
3. Atom adsorbsion spektroskopiyani asosiy tamoyillari.

Tuzuvchi :**D.T.Atakulova****“Tasdiqlayman”**

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №8

1. Qo‘llaniladigan adsorbentlar.
2. HPLC ning ishlatilish sohalari.
3. Qurilmaning asosiy tarkibiy qismlari.

Tuzuvchi :**D.T.Atakulova**

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: “Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”
Fakultet ST _____ **guruh** OOT-170-20 _____

Variant №9

1. Xromatogramma haqida tushuncha
2. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida qo‘llaniladigan adsorbentlar.
3. Atomizatorlar.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: “Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”
Fakultet ST _____ **guruh** OOT-170-20 _____

Variant №10

1. Harakatanuvchi faza.
2. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasining turlari
3. Atom emissiya spektroskopiyasi printsipli.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: “Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”
Fakultet ST _____ **guruh** OOT-170-20 _____

Variant №11

1. Yupqa qatlamdagi xromatografiya
2. HPLC ning ishchi qismlari.
3. Atom yutilish spektroskopiyasi

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: “Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”
Fakultet ST _____ **guruh** OOT-170-20 _____

Variant №12

1. Xromatografik kolonka
2. Spektroskopiyaning kelib chiqishi va usulning tasnifi.
3. Uchqun va yoy

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №13

1. Atom-fluoressensiya spektroskopiya
2. Snell qonuni.
3. Xromatogramma haqida tushuncha

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №14

1. Triptofan floresansi
2. Raqamli refraktometrlar.
3. Suyuq xromatografiyaning printsiplari

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №15

1. Infraqizil spektroskopiya usulining asoslari.
2. Yuqori sezuvchanlik issiqlik oqimi kalorimetri
3. Yupqa qatlamdagi xromatografiya

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet _____ **ST** _____ **guruh** _____ **OOT-170-20**

Variant №16

1. IQ spektrlarini olish uchun namunalar tayyorlash.
2. Aralash va reaksiya mikroklorimetri
3. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasining turlari

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet ST **guruh** OOT-170-20
Variant №17

1. IQ spektroskopiyasini qo'llash.
2. Yuqori bosimli differensial skanerlash kalorimetri
3. Harakatanuvchi faza.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet ST **guruh** OOT-170-20
Variant №18

1. Infraqizil spektrometrlar va analizatorlar
2. Luminessent usuli.
3. Atomizatorlar.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet ST **guruh** OOT-170-20
Variant №19

1. Detektorlar.
2. Fluoresensiya.
3. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida qo'llaniladigan adsorbentlar.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet ST **guruh** OOT-170-20
Variant №20

1. Mass spektrometriya haqida tushuncha.
2. Luminessent usulining mohiyati va foydalanish natijalari.
3. Biyomolekulyar NMR spektroskopiyasi

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet ST **guruh** OOT-170-20

Variant №21

1. Mass spektrometriyaning tarkibiy qismlari va ishlash prinsipi.
2. HPLC ning ishchi qismlari.
3. Atom yutilish spektroskopiyasi

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet ST **guruh** OOT-170-20

Variant №22

1. Massa spektrometri ishlatilishi.
2. Refraktometriya.
3. Tashuvchi gaz manbai

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet ST **guruh** OOT-170-20

Variant №23

1. Gaz xromatografiya mass-spektrometriyasi (GC-MS / MS) sinov laboratoriyasi
2. HPLC ning ishlatilish sohalari.
3. Qurilmaning asosiy tarkibiy qismlari.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”

Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”

OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**

Fakultet ST **guruh** OOT-170-20

Variant №24

1. Yadro magnit-rezonans spektroskopiyasi haqida tushuncha.
2. Suyuq xromatografiyaning printsipi
3. Atom adsorbsion spektroskopiyaning asosiy tamoyillari

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

“Tasdiqlayman”
Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”
OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet ST **guruh** OOT-170-20

Variant №25

1. EPR spektrlarini qayd qilish usullari.
2. Detektorlarning parametrlari.
3. Atom adsorbsion spektroskopiya xususiyatlari va tarixi.

“Tasdiqlayman”
Sanoat texnologiyasi fakulteti
dekani dots. _____ U.Panjiyev

“Kelishildi”
OOMT kafedrası mudiri
_____ dots.G’Boqiyev

Fanning nomi: **“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”**
Fakultet ST **guruh** OOT-170-20

Variant №26

1. Korrelyatsion spektroskopiya.
2. Qo‘llaniladigan statsionar faza turiga ko‘ra gaz xromatografiyasi.
3. Yadro spektroskopiyasi.

Tuzuvchi :

D.T.Atakulova

VI. Talabalar bilimini baholash mezonlari va kreditlarni olish uchun talablar

Fanga oid nazariy materiallar ma'ruza mashg'ulotlarini ma'ruzalarda ishtirok etish va kredit-modul platformasi orqali ma'ruzalarni mustahkamlash hamda belgilangan test savollariga javob berish orqali amalga oshiriladi.

Amaliy va laboratoriya mashg'ulotlari bo'yicha amaliy ko'nikmalar hosil qilish va o'zlashtirish mashg'ulotlarga to'liq ishtirok etish va modul platformasi orqali topshiriqlarni bajarish natijasida nazorat qilinadi.

Mustaqil ta'lim mavzulari modul platformasi orqali berilgan mavzular bo'yicha topshiriqlarni bajarish (test, referat va boshqa usullarda) bajariladi.

Fan bo'yicha talabalar test usulida oraliq nazorat va og'zaki (yoki test) usulida yakuniy nazorat topshiradilar.

Talabalar bilimi O'zbekiston Respublikasi OO'MTVning 2018 yil 9 avgustdagi 9-2018-son buyrug'i bilan tasdiqlangan "Oliy ta'lim muassasalarida talabalar bilimini nazorat qilish va baholash tizimi to'g'risidagi Nizom" asosida baholanadi.

Talabalarning bilimi quyidagi mezonlar asosida:

talaba mustaqil xulosa va qaror qabul qiladi, ijodiy fikrlay oladi, mustaqil mushohada yuritadi, olgan bilimini amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatini tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 5 (a'lo) baho;

talaba mustaqil mushohada yuritadi, olgan bilimini amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatni tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 4 (yaxshi) baho;

talaba olgan bilimini amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatni tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 3 (qoniqarli) baho;

talaba fan dasturini o'zlashtirmagan, fanning (mavzuning) mohiyatini tushunmaydi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega emas deb topilganda — 2 (qoniqarsiz) baho bilan baholanadi.

Yakuniy nazorat turini o'tkazish va mazkur nazorat turi bo'yicha talabaning bilimini baholash o'quv mashg'ulotlarini olib bormagan professor-o'qituvchi tomonidan amalga oshiriladi.

Fan dasturida berilgan baholash mezonlari asosida fanni o'zlashtirgan talabalarga tegishli ta'lim yo'nalishi (magistratura mutaxassisligi) o'quv rejasida ushbu fanga ko'rsatilgan kredit beriladi.

FAN YUZASIDAN TESTLAR

1. Oziq-ovqat mahsulotlari va xomashyo xavfsizligi mikroorganizmlar va ularning metabolik mahsulotlari qanday tarzda baholanadi?
A. Patogen mikroorganizmlar, suniy tabiiy radionuklitlarni solishtirish orqali;
B. Kimyoviy biologik tabiatdagi moddalarning miqdoriy yoki sifat jihatidan;
C. Moddalarning o'zaro almashinuvidagi konsentratsiyalash jihatidan;
D. Mahsulot tarkibiga kiradigan moddalarning tarkibi va miqdorini aniqlash orqali;
2. Zichlik sindirish ko'rsatkichi qovushqoqlik yopishqoqlik mahsulotlarni o'lchash xossalari qay biriga mos tushadi?
A. Biologik;
B. Kimyoviy;
C. Fizik;
D. Organoliptik;
3. Mahsulotlarni o'lchashda kimyoviy usullardan nima maqsadda foydalaniladi?
A. Mahsulot tarkibiga kiradigan moddalarning tarkibi va miqdorini aniqlash;
B. Muayyan hodisalar moddalar va xarajatlarni kuzatish;
C. Mahsulotning haqiqiy va potensial istemolchilarning fikrlarini to'plash;
D. Sezgi azolarining sezgilarini tahlil qilish orqali mahsulotlarni tozalash;
4. Elementar analitik o'lchovlar sohasida hozirgi kunda eng sezgiri qaysi?
A. Atom yutilish, spektrometriyasi;
B. Gaz xromotografiyasi;
C. Induktev bog'langan plazma massa spektrometriyasi;
D. Spektrik suyuqlik xromotografiyasi;
5. Mahsulotning ozuqaviy va biologik qiymatini aniqlash uchun qanday usuldan foydalaniladi?
A. Kimyoviy;
B. Biologik;
C. Fizik;
D. Ozuqaviy;
6. Organoliptik so'zining manosi nima?
A. Moddaning qiymati;
B. Oziq-ovqat sifatini darajalashtirish;
C. Qabul qilishga moyil;
D. Chiqarib yuborishga moyil;
7. Nima ko'pincha S.F.K (superkretik suyuqlik xromotografiyasi) uchun mobil faza sifatida ishlatiladi.
A. Karbonad angdrit;
B. Fosfor;

C.Oqsillar;

D.Xilor;

8. Nechinchi yildan boshlab yuqori samarali suyuqlik xromotografiyasi atamasi qo'llanila boshlandi?

A.1873;

B.1880;

C.1870;

D.1893;

9. Mahsulotning haqiqiy va potinsial istemolchilarning fikrlarini to'plash va tahlil qilishga asoslangan bo'limi nima deb nomlanadi?

A.Sotsiologik usul;

B.Ekspert usuli;

C.Hisoblash usuli;

D.Ro'yxatga olish usuli;

10. Organoleptik atamasi qaysi tildan olingan?

A.Lotinja;

B.Fransuzcha;

C.Ruscha;

D.Yunoncha.

11. Xromotografiya atamasi birinchi marta kim tomonidan aytib o'tilgan?

A.Mixail Tsvit;

B.M.Girs;

C.Fridrix Natshee;

D.Becher Staun.

12. Fizik kimyoviy ajratish ya'ni aralashmadagi moddalarni aniqlash usuli nima deb nomlanadi?

A.O'lchash usuli;

B.Hisoblash usuli;

C.Xromotografiya usuli;

D. Dozalash usuli;

13. Destributev qay holda vujudga keladi?

A.Erimaydigan birikmalarning cho'kishi oqibatida;

B.Fazalardagi moddalarning turli xil eruvchanligi tufayli;

C.Molikula shakli o'zgarishi tufayli;

D.Ion almashinuvi.

14. Aralashmani moddalarga ajratish ularni sifat va midoriy tahlil qilish xromotografiyaning qaysi turiga kiradi?

A.Preparatev xromotografiya;

B. Sanoat xromotografiya;

- C.Konsentr xromotografiya;
D.Analitik xromotografiya;
15. Xromotografiya atamasi nechinchi yilda ilk bor qo'llanilgan?
A.1901;
B.1970;
C.1904;
D.1903.
16. Fizik kimyoviy ajratish ya'ni aralashmadagi moddalarni aniqlash usuli nima deb nomlanadi?
A.Konsentratsiya;
B.Xromotografiya;
C.Ion almashinuvi;
D.Distributev.
17. Deneratsion nimaga asoslangan bo'ladi?
A.Molikulalarning shakli va o'lchamlaridagi farqqa;
B. Ion almashinuvi muvozanatiga;
C.Fazalardagi moslashuvchanlikka;
D.Namuna tarkibiy qismlarining xossalriga.
18. Aralashmani moddalarga ajratish ularni sifat va miqdoriy tahlil qilish bilan xromotografiyaning qaysi turi qo'llaniladi?
A.Analitik xromotografiya;
B.Priparativ xromotografiya;
C.Cho'kindi xromotografiyasi;
D.Peniratsion xromotografiya.
19. Adsorbsiya nimaga asoslangan?
A.Fazalardagi moddalarning turli xil eruvchanligi;
B.Ion almashinuvi muvozanati;
C.Namuna tarkibiy qismlarining so'rilish qobiliyatidagi farqqa;
D.Erimaydigan birikmalarning cho'kishi .
20. Cho'kindi nima sababli vujudga keladi?
A.Oksidlarning erishi orqali;
B.Erimaydigan moddalarning cho'kishi;
C.Karbonadning oksidlanishi;
D.Xloridning oksidlanishi.
21. Yupqa qatlamli xromotografiya nechinchi yilda kashf etilgan?
A.1889;
B.1893;
C.1890;
D.1888.
22. Adsorbsion xromotografiyaning eng oddiy variant qaysi ?

- A.Kalonkali xromotografiya;
 - B.Azotli xromotografiya;
 - C.Ustunli xromotografiya;
 - D.Diozotli xromotografiya .
23. Xromotografiyaning tekislik turlariga nimalar kiradi?
- A.Kalonkali, qog'oz
 - B.Qog'oz, yupqa qavatli xromotografiya;
 - C.Alyuminiy oksidi,selikagel;
 - D.Adsorbent zarralari.
24. Xromotografiyalashni qanday usullarda o'tkazish mumkin?
- A.Yuqoriga harakatlanish;
 - B.Pastga harakatlanish;
 - C.Aylanib harakatlanish;
 - D. Hamma javob to'g'ri.
- 25.Yupqa qatlamli xromotografiya usulida ko'pincha qaysi usul qo'llaniladi?
- A.Harakatlanish usuli;
 - B.Pastga harakatlanish;
 - C.Aylanib harakatlanish usuli;
 - D.To'g'ri javob yo'q.
26. Xromotografiyaning sifat tahlili nechchi usulda amalga oshiriladi?
- A. 3 usulda;
 - B.2 usulda;
 - C. 4 usulda;
 - D.5 usulda.
27. Bazi hollarda qiyin ajraluvchi aralashmalarni ajratishda qanday usullar qo'llanilad?
- A. Gidrodlanishli;
 - B. Bosqichli yoki gradiyentli;
 - C. Xromotografiyali;
 - D.Diozotli usullardan.
28. Moddalar aralashmasini ajratishda kalonkali xromotografiyadan foydalaniladi?
- A.Aralashmali;
 - B.Kalonkali;
 - C.Yupqa qatlamli;
 - D.Selyuloza xromotografiya;
29. Yupqa qatlamli xromotografiya nima sababdan katta imkoniyatlar yaratadi?
- A.Moddalarni sifatli darajada ajratib olish uchun;
 - B.Moddalarni eruvchanligini oshirish uchun;

- C.Murakkab diozotlarni turga ajratish uchun;
D.Moddalarni tahlil qilish va ajratish uchun.
30. Yupqa xromotografiya usuli qachon Goppelsrederning asarlarida ishlab chiqilgan?
A.19 asrning 30-yillarida;
B.19-asrning 80-yillarida;
C.20 asrning 30-yillarida;
D.19-asrning 50-yillarida.
31. Detektorlar turli xususiyatlarga ko'ra farqlanadi. Ular orasida universal qanday vazifani bajaradi?
A.Faqat aniq kimyoviy birikmalarni ajratadi;
B.Yuqori steklevga ega bo'ladi;
C.Ko'p moddalarni qayd qiladi;
D.Moddalarni bir biridan ajratadi.
32. Qanday detektorlar kalonkadan ma'lum vaqt oralig'ida chiqqan komponentlarning umumiy miqdorini qayd qiladi?
A.Integral;
B.Defferant;
C.O'tkazuvchanli;
D.Aniqlash detektorlari.
33. Xromotografik kalonkalar nechta turga bo'linadi?
A.3;
B.5;
C.2;
D.6.
34. Doimiy ishlovchi aniqlanayotgan moddalarga tahliliy signal beruvchi qurilma nima deb nomlanadi.
A.Detektor;
B.Xromotografiya
C.Selektiv;
D.Spesifek.
35. Gibrid tahlil usuli bo'lib, bunda ajratish va o'lchash birgalikda amalga oshiriladi.
A.Detektor;
B.Xromotografiya;
C.O'lchash usuli;
D.Kimyoviy usul.
36. Harakat o'zgarishlariga va qo'zg'aluvchi faza oqim tezligiga past sezuvchanlik nima deb nomlanadi?
A.Aniqlash chegarasi;

- B.Natijalarni qayta ishlash;
 C.Sezuvchanlik;
 D. Ishning barqororligi.
37. Katarometr nima ?
 A.Konsentrlangan detector;
 B.Xromotografiya detektori;
 C.Issiqlik o'tkazuvchanligi bo'yicha detector;
 D.Konduktometrik detector.
38. Hozirgi juda kam uchraydigan detector turi qaysi?
 A.Elektron;
 B.Atom emession;
 C.Ionli;
 D.Kalonkali.
39. Qaysi detektorning ishlash prinsipi ko'p molekulalar barqaror anionlar hosil bo'lishi bilan elektronlar bilan tasirlasha olishiga asoslangan?
 A.Atom emission;
 B.Kalonkali;
 C.Elektron tutish detektori;
 D.Xromotografiya detektori.
40. Detektorning barqaror ishlashiga ta'sir qiluvchi eng muhim omil nima?
 A.Vodorodning havo bilan nisbati va detektor harorati;
 B.Gaz suyuqlik xromotografiya va harakatchanligi;
 C.Molekulalarning o'zaro almashinuvchanligi;
 D.Xromotografiya kalonkasining ta'sirchanligi.
41. Xromotografiyalash jarayoni ketayotgan vaqtda kalonka harorati qancha bo'lishi kerak?
 A.20-25;
 B.0,1;
 C.0-3
 D.-0,2.
42. Moddalar miqdorini aniqlashda xromotagramma qanday usullar yordamida tahlil qilinadi?
 A.Mutlaq kalibrlash;
 B.Ichki standartlar;
 C.Gaz xromotografiyasi;
 D.Hammasi to'g'ri.
43. Yuqori samarali suyuqlik xromotografiyasi qanday fazalarning ko'p turlaridan foydalaniladi?
 A.Perfion;
 B.Alyuminar;

C.Statsion;

D.Morfion.

44. Qanday xromotografiya organik erituvchilarni o'z ichiga olgan yoki bo'lmagan suvli harakatlanuvchi fazalardan foydalanadi?

A.Teskari fazali xromotografiya;

B.Almashinuvchan xromotografiya;

C.Ko'p qutbli xromotografiya;

D.Delyusserli xromotografiya.

45. Ko'chma faza komponentlari odatda qancha nkm dan kata zarrachalarni olib tashlash uchun filtrlanadi?

A.0,2 nkm;

B.0,35 nkm;

C.0,45 nkm;

D.0,24 nkm.

46. Qanday mobil fazalarni tayyorlashda alohida komponentlarning o'lchangan hajmlari aralashtiriladi?

A.Aralash komponentli;

B.Kalonkali;

C.Qutbiy birikmali;

D.Ko'p komponentli.

47. Ko'pincha nimadan detektor sifatida foydalanishimiz mumkin?

A. Ko'rinadigan hududda ishlaydigan Spektrofotometrlar;

B.Ultrabnafsha nurlari;

C.Magniydan olinadigan ko'p qutbli birikmalar;

D.Letfotsitlardan.

48. Bu usulda modda ikki bir-biriga aralashmadan suyuqlikda erish darajasiga qarab taqsimlanadi.Qaysi usul haqida gap ketmoqda?

A.Adsorbsion xromotografiya;

B.Taqsimlanuvchi xromotografiya;

C.Ion almashinuv xromotografiya;

D.Ion juftli xromotografiya.

49. Organik tuzilishga ega bo'lgan anion va kationlarni ion almashinish qanday xromotografiya yordamida ajratiladi ?

A.Ion xromotografiya;

B.Kalonkali xromotografiya;

C.Absorber xromotografiya;

D.Suyuqlik xromotografiya.

50. Metall kationlar bilan kompleks hosil qiluvchi moddalarni ajratish qanday xromotografiya yordamida amalga oshiriladi?

A.Riagent almashinish xromotografiya;

- B.Kalonkali;
- C.Ionli;
- D.Qo'sh qutbli.

51. Elastik sochilishni o'rganish orqali to'qimalarning tuzilishini aniqlaydigan aks ettirish spektroskopiyasining turi qaysi?

- A. Yorug'likning tarqalishi spektroskopiyasi;
- B. Vibratsiyali spektroskopiya;
- C. Biokimyoviy spektroskopiya;
- D. Molekulyar spektroskopiya.

52. Qora jismning nurlanishini spektroskopiya bilan izohlab bergan olim kim?

- A. Maks Plank;
- B. Shredinger;
- C. De-Broyl;
- D. Jeyms Klerk.

53. Nima uchun spektroskopiya fizik va analitik kimyoda qo'llaniladi?

- A. Chunki atomlar va molekularlar noyob spektrlarga ega;
- B. Moddalarning murakkabligi sababli;
- C. Atom tarkibining o'zgaruvchanligi sababli;
- D. Fazalarning bog'liqligi turlicha bo'lganligi sababli .

54. Absorbsion spektroskopiya: ?

- A. Absorbsiya nurlanish manbasidan energiya material tomonidan yutilganda sodir bo'ladi.;
- B. Absorbsiya nurlanish manbasidan energiya material tomonidan uzoqlashganda sodir bo'ladi.;
- C. Absorbsiya nurlanish manbasidan energiya material tomonidan uzatilganda sodir bo'ladi;
- D. Emissiya nurlangan energiya material tomonidan chiqarilganligini ko'rsatadi.

55. Materialning qora tana spektri – bu?

- A. Uning harorati bilan aniqlangan spontan nurlanish spektri.;
- B. Uning tezligi va yorug'lik spektri.;
- C. Uning zichligi va harakat spektri;
- D. Uning vazni hamda rang spektri.

56. Turli elementlarning atom spektrlari bir-biridan necha barobar farq qiladi?

- A. atomlari turli xil spektrlarga ega;
- B. 2-3 birlikda;
- C. 2 va 4 birlikda;
- D. spektrning holatiga qarab.

57. To'liq uzunligi o'sishi bilan?

- A. foton energiyasi pasayadi;
 - B. foton energiyasi ortadi;
 - C. foton energiyasi o'zgarmaydi;
 - D. foton energiyasi tartibsiz holatga keladi.
58. Bir to'liq uzunlik xususiyatli nurlanish nima deyiladi ?
- A. monoxromatik;
 - B. polixromatik;
 - C. dixromatik;
 - D. megaxromatik.
59. Spektroskopiya fan sifatida _____ yorug'likni prizma bilan parchalashi va optika deb atalishi bilan boshlangan.?
- A. Nyutonning;
 - B. Faradeyning ;
 - C. Rentgenning;
 - D. Gaussning .
60. Atomlarda turli xil rentgen spektrlari ham mavjud bo'lib ular ?
- A. Ichki qobiqdagi elektronlarning qo'zg'aluvchan holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq;
 - B. Tashqi qobiqdagi elektronlarning qo'zg'aluvchan holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq;
 - C. O'zgaruvchan qobiqdagi elektronlarning qo'zg'almas holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq;
 - D. Ichki qobiqdagi elektronlarning qo'zg'almas holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq.
61. Atom yutilish va emissiya spektrlari turlari va qizdirilgan gazning kimyoviy tarkibi o'rtasidagi bog'liqlik birinch bor kim tomonidan o'rganilgan?
- A. Gustav Robert Kirchhoff;
 - B. Alan Uolsh;
 - C. Robert Uels;
 - D. Nikola Tesla.
62. Atom yutilish spektral tahlili yordamida nechta element aniqlangan?
- A. 70 ga yaqin;
 - B. 55 ta;
 - C. 30 dan ortiq;
 - D. 83 ta.
63. Maxsus selektiv lampalardan atom chizig'i nurlanishini yutish yo'li bilan atsetilen-havo alangasiga purkalgan eritmalardagi elementlarning miqdorini miqdoriy aniqlashning oddiy va amalga oshirishni oson usulini taklif qilgan olim kim.?

- A. Alan Uolsh;
 - B. Robert Uels;
 - C. Obert Kirchhoff;
 - D. Nikola Tesla.
64. Necha turdagi atomizatorlar mavjud?
- A. 3;
 - B. 2;
 - C. 4;
 - D. 5.
65. Elektrotermik atomizatorning asosiy komponentlari qaysilar.?
- A. grafit quvurli pech va quvvat manbai;
 - B. Detektor hamda shtativ.;
 - C. Reduktor va quvvat manbai;
 - D. Monoxrometr va nur sindiruvchi qism.
66. Turli elementlarning atom spektrlari bir-biridan necha barobar farq qiladi?
- A. atomlari turli xil spektrlarga ega;
 - B. 2-3 birlikda;
 - C. 2 va 4 birlikda;
 - D. spektrning holatiga qarab.
67. Atomizatorning turlari qaysilar?
- A. Olovli yo'l, elektrotermik atomizatsiya, sovuq bug' usuli va gidrid usuli;
 - B. Radiktiv atomizatsiya, selektiv atomizatsiya, monoxromatik;
 - C. Polixromatik atomizatsiya, nurlanish atomizatsiyasi;
 - D. Maxsus atomizatsiya, bog'langan atomizatsiya.
68. Olovli atomizator qanday asosiy qismlardan iborat.?
- A. pnevmatik aerosol qurilmasi, gaz regulyatori va burnerli atomizatsiya tizimidan
 - B. Detektor, reduktor va havo parragi;
 - C. Grafit quvurli pech, spektral atomizatsiya tizimi;
 - D. Optik linza, xotira manbai va illyustrator.
69. Piroliz jarayonida grafit pechini inert gaz bilan puflash atomizatsiya jarayoniga qanday ta'sir ko'rsatadi.
- A. Ijobiy;
 - B. Salbiy ;
 - C. Neytral;
 - D. Atomizatsiya jarayonini neytrallashtiradi.
70. Yorug'likni monoxromatizatsiya qilishning an'anaviy usullari qaysilar ?
- A. prizma, difraksion panjara, interferentsiya filtrlari;
 - B. Gauss usuli, prizmatik va olovli yo'l usuli;

- C. Rentgen usuli, Piroliz usuli, dixromatik usul;
 D. Elektrotermik usul, inert gaz usuli, gidrid usuli.
71. Atom emissiya spektroskopiyasi (AES) qanday usul,?
 A. Kimyoviy;
 B. Fizik;
 C. Mexanik;
 D. Ekektrofizik.
72. Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasi oziq-ovqatda sohasida nima uchun ishlatiladi ?
 A. Mishyak, vinodagi metallar mavjudligini aniqlash va oqsillar bilan bog'langan mikroelementlarni;
 B. Oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi bakteriyalarni;
 C. Oqsilning zararlanganlik ko'rsatkichlarini aniqlash uchun;
 D. Oziq-ovqat mahsulotini yangiligini aniqlash uchun.
73. ICP atom emissiya spektroskopiyasining kamchiliklari
 A. Infratuzilmani saqlash va operatsion xarajatlarning katta xarajatlari, bir nechta emissiya chiziqlari yoki spektral shovqinlarning mavjudligi va eritmalarda eritilgan namunalarga ega bo'lish zarurati kiradi.;
 B. Spektrlarning kuchsizligi, nurlanishning yuqoriligi;
 C. Yakuniy natijadagi xatolikning kattaligi, uskunaning tez buzuluvchanligi
 D. Uskunada hech qanday kamchiliklar yo'q.
74. Atom emissiya spektroskopiyasida olov nima maqsadda ishlatiladi?
 A. Namunani eritish va bug'lash va spektroskopik o'rganish uchun erkin atomlarni hosil qilish uchun ishlatiladi;
 B. Sterilizatsiya hamda pasterizatsiya uchun;
 C. Jarayonni tezlashtirish uchun;
 D. Namunani sifatini yaxshilash uchun.
75. Detektor qanday turlarga bo'linadi?
 A. Bitta kanalli yoki ko'p kanalli;
 B. Ikki kanalli va to'rt kanalli;
 C. Monoxromatik va dixromatik;
 D. Plazmatik va lyuminestsent;
76. Floresans ko'pincha qo'zg'atuvchi nurga nisbatan necha gradus burchak ostida o'lchanadi?
 A. 90 °;
 B. 45°;
 C. 30 °;
 D. 120 °.
77. Monoxromatorning uzatish samaradorligi qanday hollarda o'zgaradi.?

- A. To'lqin uzunligiga qarab o'zgaradi;
 - B. Muhitning hilatiga qarab o'zgaradi;
 - C. O'zgarmaydi;
 - D. Uskunaning holatiga qarab.
78. An'anaviy yoy spektroskopiyasi usullarida qattiq moddaning namunasi odatda qachon va qay holatda yo'q qilinadi?
- A. Tahlil paytida maydalanadi va yo'q qilinadi;
 - B. Tahlildan so'ng o'z holatida yo'q qilinadi;
 - C. Tahlildan so'ng maydalanib saqlab qo'yiladi;
 - D. Tahlildan 1 hafta o'tgach;
79. Plazmaning yuqori harorati qay holatda yuzaga keladi.
- A. Zaryadlangan zarralar gaz bo'ylab harakatlanayotganda rezistorli isitish natijasida yuzaga keladi;
 - B. Olov haroratining oshirilishi natijasida ;
 - C. Reduktorning bosimini oshirilishi sababli;
 - D. Zarralarning tartibli harakati sababli.
80. Foresansni qachon old tomondan o'chanadi?
- A. Shaffof bo'lmagan namunalar uchun amalga oshiriladi;
 - B. Shaffof bo'lgan namunalarnin o'lchash uchun;
 - C. Qimmatbaho namunalarni o'lchash;
 - D. Qoldiq namunalarni o'lchash uchun.
81. Infraqizil nurlanish - ko'rinadigan rangning qizil uchi nechchi mkm ?
- A. $l=0,74$ mkm;
 - B. $l=0,76$ mkm;
 - C. $l=0,78$ mkm;
 - D. $l=0,79$ mkm.
82. Cho'zish tebranishlarining chastotasi mos keladigan bog'lanishlarning nimasi bilan bog'liq?
- A. Chuziluvchanligi bilan;
 - B. Uzluksizligi bilan;
 - C. Mustahkamligi bilan;
 - D. Egiluvchanligi bilan.
83. IQ spektroskopiyasida molyar so'nish koeffitsienti (yutilish intensivligi) qancha qiymatni o'z ichiga oladi?
- A. 0 dan 200 gacha;
 - B. 0 dan 14 gacha;
 - C. 0 dan 100 gacha;
 - D. 0 dan 150 gacha.
84. IQ spektridagi eng qizg'in qanday tebranishlarga mos keladigan cho'qqilardir?

- A.Chuzilgan;
- B.Uzulgan;
- C.Mustahkam;
- D.Egiluvchan.

85. Tarmoq intensivligi o'tkazish darajasiga ko'ra IQ spektrlari nechchi turga bo'linadi?

- A.2;
- B.4;
- C.3;
- D.6.

86. Tarmoq intensivligi o'tkazish darajasiga ko'ra IQ spektrlari nomlari to'g'ri ko'rsatilgan qatorni toping?

- A. kuchli, o'rta, zaif;
- B.yuqori, kuchli,uchuvchan;
- C. uziluvchan;
- D. oquvchan, kuchli.

87. 1350 - 400 sm-1 past chastotalar oralig'i mintaqasi nima deb ataladi?

- A.egri chiziq;
- B.ilon izi;
- C.uzulgan iz;
- D.barmoq izi.

88. Infraqizil spektrlarni qanday moddalar uchun o'lchash mumkin?

- A.gazsimon, suyuq va qattiq;
- B.suyuq;
- C.qattiq;
- D.barcha javoblar tug'ri.

89. Zamonaviy tadqiqot apparati butun diapazonda soniyasiga nechchi marta infraqizil o'lchovlarni amalga oshirishi mumkin?

- A.35;
- B.32;
- C.36;
- D.99.

90. Infraqizil spektrometrlar va analizatorlarni nechchi toifaga bo'lish mumkin?

- A.3;
- B.2;
- C.5;
- D.4.

91. Mass spekroskopiya moddalarnini tahlil qilishning qanday usuli?

- A.Biologik;
- B.Fizik-kimyoviy;

C.Nazariy;

D.Amaliy.

92. Mass spektroskopiya qanday sohalarda qo'llaniladi?

A.Kimyo,biologiya;

B.Tibbiyot;

C. Huquq;

D.A va B

93. Massa spektori kim tomonidan yaratilgan?

A.Charliz Darwin;

B.Kalvin;

C.A.Dempster;

D.B.Kox.

94. Massa spektrining 100 yilligi qachon nishonlandi?

A.2010;

B.2018;

C.2002;

D.2011.

95. Nimaning tarkibini aniqlashda ham massa spetridan foydalaniladi?

A.Gazning;

B.Havoning;

C.Suvning;

D.Tuproq.

96. Gazlar nechta usul orqali o'rganiladi?

A 4 ta;

B. 5ta;

C.6 ta;

D 8 ta.

97. Birinchi Massa spektri kim tomonidan olingan?

A.Tomson,Radlikov;

B.Tomson,Atson;

C.Radlikov,Adson;

D.Edison.

98. Tomson tomonidan nechchinchi yilda massa spetri yaratilgan?

A.1919;

B.1910;

C.1912;

D. 1933.

99. Gaz xromatografiyasining eng keng tarqalgan muammosi nima?

A.Tarqalishi;

B.Quyilishi;

C. Oqishi;

D.Siljishi.

100. Nima ionlarning sonini turli xil defektlarda hisoblaydi?

A.Gaz;

B.Suyuqlik;

C. massa;

D.Spektr

101. Monomolekulyarni aniqlashning aniq usuli qanday usul hisoblanadi?

A. YAMR spektroskopiyasi;

B. Oddiy spektroskopiya;

C.Uchuvchan spektroskopiya;

D.Egiluvchan spektroskopiya.

102. YAMR spektroskopiyasi identifikatsiyadan tashqari yana nimalar haqida batafsil ma'lumot beradi?

A.molekulalarning ta'mi haqida ma'lumot beradi;

B. molekulalarning tuzilishi, dinamikasi, reaktsiya holati va kimyoviy muhiti;

C. molekulalarning hidi, ranglarning joylashishi;

D. tezligi, kamayib ketishi.

103. YAMRning eng keng tarqalgan turli, yadrolarga ega bo'lgan har qanday namunaga nisbatan qo'llaniladigan spektroskopiya tug'ri berilgan javobni toping?

A. proton va uglerod-13 YAMR spektroskopiya;

B.refraktometrli spektroskopiya;

C. xromatografiyali spektroskopiya;

D. neytronli spektroskopiya.

104. Ko'pgina elementar zarralar, xuddi tepalar kabi, o'z o'qi atrofida aylanadi. Agar zarracha elektr zaryadiga ega bo'lsa, u aylanayotganda nima paydo bo'ladi?

A.Zarralangan zarracha;

B.Yangi modda;

C. Magnit maydon;

D.Tarqoq jismlar.

105. Magnit-rezonans usuli qanaqa fanlarning turli sohalarida qo'llaniladigan universal tadqiqot vositasi hisoblanadi?

A. biologiya, kimyo, geologiya va fizika;

B.matematika, tarix va biologiya;

C.Fizika , matematika,geografiya;

D. biologiya ,matematika, yog'ochshunoslik.

106. Magnit rezonansning nechta asosiy turi mavjud?

- A. 3 ta;
 - B. 4 ta;
 - C. 2 ta;
 - D. 5 ta.
 - E. Klassik Makro-Kjeldahl uskunasi
 - F. Klassik Makro-Kjeldahl uskunasi
107. Magnit rezonansning asosiy turlari nomi to'g'ri ko'rsatilgan qatorni toping?
- A. elektron paramagnit rezonans (EPR) va yadro magnit rezonansi (YAMR);
 - B. elektron paramagnit rezonans (EPR) va yorug' magnit rezonansi;
 - C. elektron maydonli rezonans va yadro magnit rezonansi (YAMR)
 - D. elektron to'lqinli rezonans va yorug'lik rezonansi.
108. Elektron paramagnit rezonans (EPR) nechinchinchi yilda kashf etilgan?
- A.1988 yil;
 - B.1911 yil;
 - C.1905 yil;
 - D.1944 yil.
109. Elektron paramagnit rezonans kim tomonidan kashf qilingan?
- A. Tomson;
 - G. Edison;
 - H. E. K. Zavoiskiy
 - I. M .Zeliniskiy.
110. EPR spektrlarini qayd qilish usullari nechtani tashkil qiladi?
- A.10 ta;
 - B.12 ta;
 - C.3 ta;
 - D.2 ta.
111. Moddaning asosiy xususiyatlarini aniqlash uchun uning sinishi ko'rsatkichini o'lchaydigan moddalarni optik tahlil qilish usuli nima deyiladi?
- A. Refraktometriya;
 - B.Xromatografiya;
 - C. Spektroskopiya;
 - D.Mass spektroskopiya.
112. Abbe refraktometri qachon va kim tomonidan ixtiro qilingan?
- A.XX asrda Robert Guk;
 - B. XIX asrda Ernst Abbe;
 - C. XIX asrda Zeliniskiy;
 - D. XX asrda Snel.
113. Abbe refraktometri qaysi sohalarda keng qo'llaniladi?

- A. Kimyo sanoati va temir yo'l sohasida;
 - B. Texnik sohalarda;
 - C. Oziq –ovqat va temir yo'l sanoatida;
 - D. Oziq-ovqat sanoati va o'quv laboratoriyalarida.
114. Abbe refraktometrida yorug'lik manbai sifatida nima ishlatiladi?
- A. Chiroq;
 - B. Nasos;
 - C. DAD;
 - D. Ustun.
115. Natriy D chizig'i deb ataladigan to'lqin uzunligi qancha nm eng ko'p ishlatilgan?
- A. 500,6 nm;
 - B. 589,6 nm;
 - C. 455,6 nm;
 - D. 522,6 nm;
116. Siklogeksan va ba'zi shakar eritmaları haroratda bir xil sinishi ko'rsatki nechchi ?
- A. 20 ° C;
 - B. 25 ° C;
 - C. 27 ° C;
 - D. 30 ° C;
117. Abbe refraktometriga tug'ri ta'rif berilgan qatorni toping?
- A. Bu ishonchli;
 - B. Ular odatda arzon;
 - C. Kam texnik vositadir;
 - D. Barcha javoblar to'g'ri.
118. Refraktometriya so'zining ma'nosi?
- A. lotincha refractus - singan va yunoncha metro - o'lchayman
 - B. yunoncha refractus - singan va yunoncha metro - o'lchamayman
 - C. lotincha refractus – yolg'iz va yunoncha metro - o'lchagich
 - D. franso'zcha refractus – singan chiziq va yunoncha metro - o'lchayman.
119. Refraktometriya usulining vazifalari nimalardan iborat?
- A. kimyoviy birikmalarni aniqlash;
 - B. miqdoriy va strukturaviy tahlil qilish;
 - C. moddalarning fizik-kimyoviy ko'rsatkichlarini aniqlash;
 - D. barcha javoblar tug'ri.
120. O'lchov odatda sinish ko'rsatkichini to'g'ridan-to'g'ri o'qish uchun sozlanadi?

- A. To'g'ridan to'g'ri o'qish uchun;
 - B. Ishlatish uchun;
 - C. Ishni tugatish uchun;
 - D. Uskunani yuvish uchun.
131. Oziq-ovqat materiallarini qayta ishlash va saqlash va qo'shimcha qiymatli mahsulotlar ishlab chiqarish uchun bir nechta qanday usullar qo'llaniladi?
- A. Termal va notermal;
 - B. fizik;
 - C. kimyoviy;
 - D. matematik.
132. Biofizikaviy usullar orasida qaysi usul oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish uchun juda mos keladi?
- A. Refraktometriya;
 - B. Xromatografiya;
 - C. Kaloriyametriya;
 - D. pH metriya usuli.
133. Oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlashning ko'plab usullaridan materiallarga termik ishlov berishning qanday turlari mavjud?
- A. isitish;
 - B. sovutish;
 - C. muzlatish;
 - D. Barcha javoblar to'g'ri.
134. Qattiq moddalarning erishi va oqsillarning denaturatsiyasi qanday jaraayonni namoyon qiladi?
- A. endotermik;
 - B. isitishni;
 - C. kislotalikni;
 - D. ishqoriylikni.
135. Uglevodlarning kristallanishi va oqsillarning agregatsiyasi ekzotermiya sifatida namoyon bo'ladi
- A. endotermik;
 - B. kislotalikni;
 - C. ekzotermiya;
 - D. ishqoriylikni.
136. Endotermik va ekzotermik o'tishlar uchun haroratlari va bunday o'tishlardagi issiqlik kalorimetr yordamida o'lchanadi.
- A. pH metrda;
 - B. refraktomertda;

C. ekzotermikda;

D.kalorimetr.

137. “.....turli xil harorat diapazonlari, kichik va katta hajmli, sezgirlikning keng diapazoni bilan ko'plab turli xil kalorimetrlar ishlab chiqilgan”. Ushbu jumlaning to'ldiring.

A.Kalvet printsipligiga ko'ra;

B.Snel qonuniga ko'ra;

C.Nyuton qonuniga ko'ra;

D. Nyutonning 2 qonuniya ko'ra.

138. Qancha bo'lgan harorat oralig'ida kaloriya bloki atrofida suyuqlikning termostatik halqasi oqadi?

A-20 °C dan 120 °C gacha;

B.-30 °C dan 130 °C gacha;

C. 20 °C dan 150 °C gacha;

D. 25 °C dan 140 °C gacha.

139. 100 MPa (1000 bar) gacha bo'lgan o'rtacha bosimlarda ishlaydigan ba'zi savdo kalorimetrlari mavjudmi?

A. Yo'q;

B. Hali uylab topilmagan;

C. Mavjud;

D. to'g'ri javob yo'q.

140. Olovli pechlar nima yordamida ezolyatsiya qilingan bo'ladi?

A. maxsus seramika elim bilan elektr izolyatsiya;

B.maxsus distillangan suv bilan;

C. Iyulent suyuqligi bilan;

D. Metanol bilan.

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR RO'YXATI

1. Leo M.L.Nollet ,Fideltoldila. Handbook of foot Analysis, CRC Press, Taylor Francis Group. 2015. 1525 pages.
2. Fayziyev J.S., Qurbonov J.M. “Oziq-ovqat mahsulotlari tatqiqotining fizik kimyoviy uslublari” Toshkent “Ilmziyo” 2009 yil.
3. Конюхов В.Ю.Хроматография учебник В.Ю. Конюхов – Санкт –Петербург Лань 2012-224с.
4. Беккер Ю. Спектроскопия . Москва Техносфера 2009.-528с.
5. Mirziyoyev SH.M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birga quramiz. – T.: O‘zbekiston, 2017, 488 b.
- 6 .Mirziyoyev SH.M. Qonun ustuvorligi va inson manfaatlarini ta’minlash – yurt taraqqiyoti va xalq farovonligining garovi. – T.: O‘zbekiston, 2017, 48 b.
- 7- Mirziyoyev SH.M. Erkin va farovon demokratik O‘zbekiston davlatini birgalikda barpo etamiz. – T.: O‘zbekiston, 2016, 56 b.

Axborot manbaalari:

1. www.gov.uz – O‘zbekiston Respublikasi xukumat portali.
- 2.www.lex.uz -O‘z R Adliya vazirligi sayti.
- 3.www.ziynet.uz -O‘z R Oliy va o‘rta maxsus ta’lim vazirligi sayti.
- 4.www.bilim.uz - O‘z R Oliy va o‘rta maxsus ta’lim vazirligi sayti.
- 5.<http://www.tan.com.ua>
- 6.<https://www.cimbria.com>
- 7.www.twirpx.com

**O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI OLIY VA O'RTA
MAXSUS TA'LIM VAZIRLIGI
QARSHI MUHANDISLIK IQTISODIYOT INSTITUTI**

SANOAT TEXNOLOGIYASI FAKULTETI

«OZIQ –OVQAT MAHSULOTLARI TEXNOLOGIYASI» KAFEDRASI

“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari”

fanidan (laboratoriya mashg'ulotlari uchun)

USLUBIY QO'LLANMA



Qarshi-2022

Annotatsiya

Ushbu uslubiy qo'llanma "Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari" fanidan laboratoriya mashg'ulotlari uchun davlat standarti asosida tayyorlangan bo'lib, 60720100-Oziq-ovqat texnologiyasi (mahsulot turlari bo'yicha) bakalavr ta'lim yo'nalishi talabalari uchun mo'ljallangan.

Tuzuvchi

«Oziq-ovqat mahsulotlari texnologiyasi»
kafedrası dotsenti

D.T.Atakulova

«Oziq-ovqat mahsulotlari texnologiyasi»
kafedrası dotsenti

Z.D.Xolmurodova

Taqrizchilar:

TKTI, "Go'sht, sut va konservalangan
mahsulotlar texnologiyasi" kafedrası
dotsenti v.b.

Usmonjonova X. U.

QarMII. "Oziq-ovqat mahsulotlari
texnologiyasi" kafedrası professori

Axmedov A.N.

Uslubiy ko'rsatma "Oziq-ovqat mahsulotlari texnologiyasi" kafedrasining __ sonli "____" _____2022 yildagi yig'ilishida, Sanoat texnologiya fakulteti Uslubiy komissiyasining ____ sonli "____" _____2022 yildagi yig'ilishida va instituti uslubiy kengashining ____ sonli "____" _____2022 yilidagi yig'ilishida ko'rib chiqilgan va ma'qullanib chop etishga tavsiya etilgan.

Kirish

Zamonaviy bozor sharoitida oziq-ovqat mahsulotlarining sifatini, ozuqaviy qiymatini va iste'molchi afzalliklarini oshirish muammolari ularning tarkibini, fizik-kimyoviy va reologik xususiyatlarini zamonaviy tahlil usullaridan foydalangan holda chuqur o'rganish asosida hal qilinadi. Oxirgi paytlarda oziq-ovqat mahsulotlarini soxtalashtirish, sifatsiz mahsulotlar chiqarish keng tarqaldi.

Xom ashyo va ularni qayta ishlash mahsulotlari sifati ustidan samarali tahliliy nazoratni tashkil etish turli zamonaviy tahlil usullarini ishlab chiqish va amaliyotga joriy etishni rag'batlantirdi. Har qanday oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish yoki undagi elementlarni keng diapazonda va konsentratsiyalarda aniqlash uchun mos universal usullar mavjud emas, shuning uchun tahlil usullari odatda turli xil kombinatsiyalarda qo'llaniladi.

Hozirgi vaqtda oziq-ovqat sanoati korxonalari tomonidan ishlab chiqarilayotgan oziq-ovqat mahsulotlari assortimenti ancha katta bo'lib, sanoatning rivojlanishi quyidagi yo'nalishlarda rivojlanmoqda:

- oziq-ovqat xom ashyosini saqlash usullarini takomillashtirish;
- tayyor mahsulot uchun oziq-ovqat xom ashyosini saqlashning oqilona usullarini ishlab chiqish
- oziq-ovqat mahsulotlarini ishlab chiqarishning yangi ilg'or texnologiyalarini ishlab chiqish;
- oziq-ovqat mahsulotlari savdosini tashkil etishni takomillashtirish va boshqalar;

Tovarlarning hayot aylanishining barcha ushbu bosqichlarida iste'mol bozoriga kiruvchi oziq-ovqat mahsulotlari sifatining fizik-kimyoviy tahlili o'tkazilishi kerak.

Zamonaviy tadqiqot usullari qishloq xo'jaligi zararkunandalariga (pestitsidlarga), radioaktiv izotoplarga, shuningdek, sun'iy bo'yoqlarga, kimyoviy konservantlarga, polisiklik aromatik uglevodorodlarga, og'ir metallarga qarshi kurashda ishlatiladigan turli xil kimyoviy birikmalarning kirib kelishi bilan bog'liq holda mahsulot xavfsizligini aniqlashga imkon beradi.

Oziq-ovqat mahsulotlarini o'rganishning zamonaviy usullaridan foydalanish nafaqat ularning xossalari, sifati va ozuqaviy qiymatini o'rganish, balki organoleptik yoki an'anaviy fizik-kimyoviy usullar bilan aniqlanmagan tarkibdagi o'zgarishlarni aniqlash, sifat o'zgarishlarini bashorat qilish, o'zgarishlarni, saqlash usullari va foydalanish shartlarini aniqlash imkonini beradi..

Sanab o'tilgan muammolar texnologlar va tovar ekspertlarining kasbiy bilim, ko'nikma va malakalarining ajralmas qismi bo'lib, ular fan va texnikaning zamonaviy yutuqlarini hisobga olgan holda oziq-ovqat sifati muammolarini jiddiy o'rganishni va normativ-huquqiy bazani ishlab chiqishni talab qiladi.

Shu munosabat bilan darslikning maqsadi xomashyo va oziq-ovqat mahsulotlarini o'rganishning zamonaviy usullarini, zamonaviy analitik asboblarning konstruksiyasi va ishlash tamoyillarini o'rganishdan iborat.

1- Laboratoriya mashg'uloti

Oziq –ovqat mahsulotlarini fizik ko'rsatkichlarini aniqlash.

1. Nazariy qism

Qayta ishlashga kelib tushayotgan har bir oziq-ovqat xom ashyosi ma'lum fizik-kimyoviy (zichlik, qovushqoqlik, elektroo'tkazuvchanlik va boshqalar) va organoleptik xususiyatlar bilan tavsiflanadi. Ushbu xususiyatlar xomashyoga bog'liq holda qator omillar – hayvonlarning kasalligi, ozuqa turi, saqlash sharoitlari buzilishi va boshqalar ta'sirida keskin o'zgarishi mumkin. Shuning uchun xomashyolar fizik-kimyoviy va organoleptik ko'rsatkichlarga ko'ra, ularning tabiiyligi va sifatini, shuningdek qayta ishlashga yaroqliligini baholash mumkin. Bundan tashqari, korxonalarni sifati bo'yicha meyoriy –texnik hujjatlar talablariga mos keluvchi xomashyolar bilan ta'minlash va bir xil ma'lus iste'mol xususiyatlarga ega bo'lgan mahsulot ishlab chiqarishning muhim sharti hisoblanadi.

1.1. Nisbiy zichlik bo'yicha qattiq jismlarning massa ulushini aniqlash.

Moddaning zichligi ρ , kg / m³ yoki hajmli massa massa (m) ning uning hajmiga (v) nisbati.

$$\rho = \frac{m}{v}$$

Moddaning nisbiy zichligi deb tekshirilayotgan moddaning zichligining 4 yoki 20°C haroratdagi suv zichligiga nisbati tushuniladi. nisbiy zichlik gidrometr yoki piknometr yordamida aniqlanadi. Nisbiy zichlik o'lchovsiz qiymat bo'lib, $d \frac{20}{4}$ (suv harorati 4°C bo'lganda) yoki yigirma $d \frac{20}{20}$ (suv va mahsulot harorati bir xil va 20°C ga teng bo'lganda) belgisi bilan belgilanadi.

Areometr ikki uchi muhrlangan shisha silindrsimon idishdir. Areometrning yuqori yupqa qismida («bo'yin») bo'linishlari bo'lgan shkala mavjud; pastki qalinlashgan qismi smola bilan to'ldirilgan otishni o'rganish bilan to'ldiriladi. Agar o'lchov zichligi bo'yicha gradusli bo'lsa, gidrometr "densimetr" deb ataladi.

Areometrlar ham qo'llaniladi, ularning shkalasi sof saxaroza (saxarometrlar) yoki spirt (alkogol o'lchagichlar) foizida graduslidir. Barcha areometrlar 20°C da kalibrlangan. agar eritmaning harorati boshqacha bo'lsa, uni 20°C ga etkazish kerak yoki maxsus jadval yordamida natijaga tuzatish kiritish kerak, bu esa natijaning aniqligini biroz pasaytiradi.

Piknometr sig'imi 25-50 sm³ bo'lgan ingichka shisha o'lchov kolbasidir. Suyuqlikning nisbiy zichligini piknometr yordamida aniqlashda analitik tarozida toza va quruq piknometr (P₀) tortiladi, so'ngra piknometrga belgidan 20°S yuqori haroratda distillangan suv quyiladi, shundan so'ng suv piknometrdagi daraja aniqlanadi. gidrometr o'lchangan chiziqqa keltiriladi, ortiqcha filtr qog'oz bo'laklari bilan chiqariladi. Keyin piknometr suvdan chiqariladi, filtr qog'oz bilan quritiladi va tortiladi (P₁). O'rtacha natijaga erishish uchun aniqlash ikki marta takrorlanadi. Keyin suvni to'kib tashlang, piknometrni sinov eritmasi bilan bir necha marta yuving va yuqoridagi amallarni takrorlang. Eritma (P₂) bilan piknometrning massasini aniqlang va formuladan foydalanib suyuqlikning nisbiy zichligini hisoblang.

$$d \frac{20}{20} = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0}$$

Shundan so'ng, mos yozuvlar jadvaliga ko'ra, suyuqlikdagi qattiq moddalarning massa ulushi topiladi. Qattiq jismlarni piknometr yordamida aniqlash aniqroq, ammo gidrometrga qaraganda uzoqroqdir.

1.2. Refraktometr yordamida qattiq jismlarning massa ulushini aniqlash

Sinish yorug'likning sinishi hodisasidir. Bu bir muhitdan ikkinchisiga o'tadigan yorug'lik

nurining (L) qisman aks etishi (R) va agar vositaning optik zichligi boshqacha bo'lsa, o'z yo'nalishini (L_1) qisman o'zgartirishi (sinishi) haqiqatida yotadi. Sinishi yoki sinishi ko'effitsienti (indeksi) (n) - nurning tushish burchagi sinusining α sinishi sinusiga β nisbati.

$$n = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta}$$

Sinish ko'rsatkichi - bu ma'lum bir moddaning xarakterli konstantasi, faqat yorug'lik va haroratning to'liq uzunligiga bog'liq, chunki harorat o'zgarishi bilan muhitning optik zichligi ham o'zgaradi. Eritmaning sindirish ko'rsatkichi uning konsentratsiyasiga bog'liq. Eritmalardagi qattiq moddalar miqdorini aniqlashning refraktometrik usuli shu bog'liqlikka asoslanadi

Sindirish ko'rsatkichlarini o'lchash uchun ishlatiladigan asboblari refraktometrlar deb ataladi. Ishlab chiqarish, non ishlab chiqarishni texnologiyaviy nazorat qilishda turli xil refraktometrlar (laboratoriya, oziq-ovqat, aniqlik, universal va boshqalar) qo'llaniladi. Tekshirish uchun suyuqlikning bir tomchisi o'lchov prizmasiga qo'yiladi. Yorug'lik prizma-suyuqlik interfeysida sinadi. Barcha refraktometrlar ko'zni aniqlaydigan shkalaga ega bo'lib, uning ko'rish sohasidagi sinishi indeksining qiymatini ko'rsatadi. Ishni boshlashdan oldin, refraktometr ko'rsatkichlarining to'g'riligini tekshiriladi. Buning uchun refraktometr prizmasiga distillangan suv qo'yiladi, uning sindirish ko'rsatkichi 20°C haroratda 1,333 ga teng.

Oziq-ovqat laboratoriyasi refraktometri RPL-3 oziq-ovqat mahsulotlaridagi saxaroza bilan suyuqliklarning sinish ko'rsatkichlarini va qattiq moddalar tarkibini aniqlash uchun mo'ljallangan. Sinishi ko'rsatkichlarini o'lchash chegaralari 1,30-1,54, qattiq moddalar tarkibini o'lchash chegaralari (% saxarozada) 0 dan 95 gacha.

Nozik refraktometr - RPI-1 va RPL-2 modellari 30% gacha bo'lgan eritmalardagi qattiq moddalar miqdorini aniqlash uchun ishlatiladi. Refraktometr IRF-22 1,3-1,7 oralig'ida suyuq va qattiq jismlarning sinish ko'rsatkichini o'lchash uchun mo'ljallangan.

1.3. Shakar eritmasi va uz eritmasidagi qattiq moddalarning massa ulushini areometr yordamida aniqlash.

Tuz eritmalarini va shakar diametri 5 sm bo'lgan tsilindrlarga quyiladi. Suyuqlikka toza, quruq areometrni ehtiyotkorlik bilan, kerakli bo'linishdan bila turib chuqurroq tushiriladi, 2-3 daqiqaga qoldiriladi va areometr ko'rsatkichlarini olinadi. Meniskusning pastki chetida suyuqlik o'lchashni to'xtatiladi va meniskus darajasida o'qiladi.

Aniqlash 20°C haroratda amalga oshiriladi, bu ko'rsatkichlar tuz yoki shakar eritmasining nisbiy zichligi. Keyin, mos yozuvlar jadvalidan (A ilova) foydalanib, eritmalardagi quruq moddalar konsentratsiyasini topiladi.

Natijalarni 1-jadvalga yozing.

1.1.-jadval

Tuz va shakar eritmalarida quruq moddalarning massa ulushini aniqlash natijalari

O'lchov ko'rsatkichining nomi	Ko'rsatkichning raqamli qiymati	
	Tuz eritmasi uchun	Shakar eritmasi uchun
1 Eritmaning nisbiy zichligi		
2 Eritmadagi qattiq moddalarning massa ulushi %		

2. Moddiy ta'minot

O'rganish ob'ekti: un yoki non, shakar eritmasi, tuz.

Kimyoviy shisha idishlar: diametri 5 sm bo'lgan silindr. Qurilmalar: quritish shkafi SESH-3M; asbob VNIKhP-VCh; laboratoriya texnik tarozilari; desikator; gidrometrlar har xil; refraktometr RPL3; metall idishlar; piknometr

Kimyoviy shisha idishlar: diametri 5 sm bo'lgan silindr. Qurilmalar: quritish shkafi SESH-3M; asbob VNIKhP-VCh; laboratoriya texnik tarozilari; desikator; gidrometrlar har xil; refraktometr RPL3; metall idishlar; piknometr

Nazorat savollari

- 1 Fizik-kimyoviy ko'rsatkichlar qanday tavsiflanadi? ?
- 2 Oziq-ovqatlardagi namlik va quruq moddalar miqdori o'rtasida qanday bog'liqlik bor?
- 3 Moddaning nisbiy zichligi deganda nima tushuniladi?
- 4 Areometrta ta'rif bering?
- 5 Piknometrta ta'rif bering?
- 6 Quruq moddalar miqdorini aniqlashning mohiyatini ko'rsating:
 - gidrometrdan foydalanish;
 - piknometrdan foydalanish;
 - refraktometr yordamida.
- 7 Qaysi mahsulotlar quruq moddalar uchun standartlashtirilgan?

2-Laboratoriya ishi

Oziq- ovqat mahsulotlari tarkibidagi namlikning massa ulushini aniqlash usullari

Nazariy qism

1.1 Namlikning massa ulushini aniqlash usullari

Har bir oziq-ovqat mahsulotida ma'lum miqdorda namlik mavjud. Namlik xom ashyo, yarim tayyor mahsulotlar va tayyor mahsulotlar sifatining juda muhim ko'rsatkichidir. Quritgich mahsulotlari yuqori kaloriyalik tarkibga ega va uzoq vaqt davomida buzilmasdan saqlanadi. Tayyor mahsulotning chiqishi va xamirni yorish uchun zarur bo'lgan suv miqdori xom ashyoning namligiga bog'liq.

Yarim tayyor mahsulotlarning namligi ularning fizik xususiyatlariga, fermentatsiya mikroflorasining holatiga va boshqalarga ta'sir qiladi.

Mahsulotning namligining massasini aniqlash bir vaqtning o'zida quruq moddalar tarkibini aniqlash va aksincha. Shunday qilib, namlik bo'lsa un 15%, u holda quruq moddalar miqdori $100-15=85\%$ bo'ladi. Qattiq konsistensiyaga ega mahsulotlarda (non, un, shakar) namlik normallasadi, suyuq moddalarda (sut, shinni) va eritmalarda qabul qilinadi. Namlikni aniqlash usullari har xil (elektrometrik, kimyoviy, termal va boshqalar). Elektrometrik usullar konduktometrik va elektrokapasitivga bo'linadi.

Konduktometrik usul mahsulotning namligi ortib borishi bilan uning elektr o'tkazuvchanligi oshishiga asoslanadi va aksincha. Konduktometrik namlik o'lchagich VP-4 donning namligini aniqlash uchun keng qo'llaniladi, ammo bu usul faqat taxminiy natijalarni beradi, chunki namlikdan tashqari, boshqa omillar mahsulotning elektr o'tkazuvchanligiga, masalan, elektrolitlar tarkibiga ta'sir qiladi. Elektrokapasitiv usul mahsulotning namligi va uning dielektrik o'tkazuvchanligi o'rtasidagi bog'liqlikka asoslangan.

Namlikning massa ulushini aniqlashning termal usullari mahsulot namunasini quritishni va keyin quruq qoldiqni tortishni o'z ichiga oladi. Namuna og'irligi (M) va quruq moddaning

og'irligi (M_1) o'rtasidagi farq bug'langan namlik miqdorini aniqlaydi. Massa ulushi mahsulot namligi W , %, formula bo'yicha hisoblanadi

$$W = \frac{M - M_1}{M} \cdot 100 \quad (1)$$

Namlikning massa ulushini aniqlashning termal usullari oziq-ovqat mahsulotlarini texnologiyaviy nazorat qilishda eng keng qo'llanilishini topdi, ammo shuni esda tutish kerakki, namuna quritilganda mahsulot quruq moddasining kimyoviy tarkibi o'zgaradi, bu esa biroz buzadi. bu. tahlil natijalari. Bu mahsulotni quritish va qisman termal parchalanish paytida namlik bilan birga namunadan uchuvchi moddalarni (spirtli ichimliklar, efirlar va boshqalarni) olib tashlash, ya'ni quruq massa qoldig'ining kamayishi bilan bog'liq. Mahsulotning ayrim moddalarini gidrolizlash va oksidlanish jarayonlari (masalan, to'yinmagan yog'li kislotalarning oksidlanishi) quruq qoldiqning massasini oshiradi.

Namlikni aniqlash natijasi haqiqatga yaqin bo'lishi uchun quritish paytida quruq qoldiqning massasini o'zgartiradigan jarayonlarni minimallashtirish kerak.

Namlikning massa ulushini aniqlashda mahsulot namunasi termostatik elektr quritgichlarda quritiladi.

SESH-1 va SESH-3M quritish shkaflari TKG-non, qandolat va makaron mahsulotlari ishlab chiqarishda keng qo'llaniladi, ular issiqlik izolyatsiyasi bilan yumaloq korpusga, avtomatik termostatga, shishalarni tortish uchun 10 teshikli aylanuvchi stolga va elektr isitgichga ega. Shkaf SESH - 3 M tahlil qilingan namunadagi namlikning bug'lanishini tezlashtiradigan fan bilan jihozlangan.

Namlikning massa ulushini aniqlash uchun diametri 48 mm va balandligi 20 mm bo'lgan metall shkalasi qo'llaniladi. Shishalar toza, quruq, yig'ilgan bo'lishi kerak: ular eksikatorida saqlanadi, uning pastki qismida namlikni yaxshi singdiradigan kaltsiy xlorid mavjud.

Bug'lanish yuzasini oshirish uchun odatda analit quritishdan oldin o'g'utülür. Qobiq hosil qiluvchi yopishqoq moddalarni quritganda (qaymoq, havo xamiri, tvorog va boshqalar) toza kvarts qumi qo'shilishi bilan quritiladi. Namlikning massa ulushini aniqlash uchun termal usulning uchta asosiy varianti qo'llaniladi: arbitraj, tezlashtirilgan va ekspress.

Arbitraj usuli - doimiy og'irlikda quritish - namuna o'zgaras og'irlikda tortish idishlarida quritish shkaflarida 100-105°C haroratda quritiladi. Bunda tortilgan butilkalar avval 3-5 soat davomida quritiladi, shundan so'ng ular eksikatorida sovutiladi va tortiladi. Keyin quritish 30-90 daqiqa davomida bir necha marta takrorlanadi, so'ngra sovutiladi va namunaning massasi o'zgaras bo'lgunga qadar tortiladi, ya'ni ikkita ketma-ket aniqlash orasidagi farq balansning 0,0004 g dan oshmaydi. Bu usul aniq, lekin juda uzoq, shuning uchun u kamdan-kam hollarda qo'llaniladi, faqat bahsli holatlarda.

Tezlashtirilgan usul - namuna quritish shkafida butilkalarda 130°C haroratda 40-50 daqiqa davomida quritiladi.

Bu usul tezroq. Namlikning massa ulushini aniqlashning ko'pgina standart usullari tezlashtirilgan. Shuning uchun bu usul ko'pincha standart deb ataladi.

Ekspress usul - xom ashyo, yarim tayyor mahsulotlar yoki tayyor mahsulotlar namunasi VNIHP-VCh qurilmasida (Chizova qurilmasi) 160°C haroratda qog'oz qoplarda 3-10 daqiqa davomida quritish. VNIKhP - VCh dumaloq yoki to'rtburchaklar shaklidagi ikkita massiv metall taxtalardan, menteşeli va termostatdan iborat. Pechkalar ichida elektr isitgichlar mavjud. Qog'oz qoplar filtrlangan yoki zaif yopishtirilgan qog'ozdan (masalan, rattan qog'oz yoki gazeta qog'oz) tayyorlanadi. Nima uchun 16x16 sm o'lchamdagi kvadrat choyshablarni kesib olish kerak. Dumaloq qurilmada quritganda diagonal bo'ylab 1,5-2 sm ga egiladi, to'g'ri

to'rtburchak moslamadan foydalanganda yarmiga egiladi va to'rtburchakning chetlari ham egiladi. 1,5-2 sm ga.

Namlikning massa ulushini aniqlagandan so'ng, mahsulot namunasi texnik tarozida qopga tortiladi, qop ichida yupqa qatlamda taqsimlanadi va qop yopiladi. Ikkinchi namuna tayyorlanmoqda. 160°C ga qadar qizdiriladi, namunalar solingan ikkita qop plastinkalar bilan bir vaqtda joylashtiriladi va 3-10 daqiqa davomida quritiladi, keyin 3-4 daqiqa davomida eksikatorida sovutiladi va tortiladi. Chizhova apparatidagi materialning tez suvsizlanishi paketning isitish plitalari bilan to'g'ridan-to'g'ri aloqasi va isitgichlar chiqaradigan infraqizil nurlarining kuchli issiqlik ta'siri bilan ta'minlanadi.

Bunday nurlar moddaga 3-4 mm chuqurlikda kirib borishi mumkin, bu esa quritishni tezlashtiradi. Bu usul tez, lekin juda aniq emas, shuning uchun u asosan o'simlik ichidagi nazorat uchun ishlatiladi.

2 Moddiy ta'minot

O'rganish ob'ekti: un yoki non, shakar eritmasi, tuz.

Kimyoviy shisha idishlar: diametri 5 sm bo'lgan silindr.

Qurilmalar: quritish shkafi SESH-3M; asbob VNIKhP-VCh; laboratoriya texnik tarozilari; desikator; gidrometrlar har xil; refraktometr RPL3; metall idishlar; piknometr

3 Tadqiqot qismi 3.1 Undagi namlikning massa ulushini tezlashtirilgan usulda aniqlash

Undagi namlikning massa ulushini aniqlash quyidagi qoidalarga muvofiq amalga oshiriladi. GOST 9404. Oldindan quritilgan va tortilgan 2 ta kolbalarda har birining og'irligi 5 g bo'lgan unni 0,01 g aniqlikda torting. Undan olingan qopqoqchalarga un solingan kolbalarni SESH-3 yoki SESH-1 quritish shkafi rozetkalariga qo'ying, 1300C haroratgacha oldindan qizdirilgan. Quritish shkafidagi harorat 5-10 daqiqa ichida yana 130°C ga tiklanganligiga ishonch hosil qiling.

Quritish vaqti yuklangandan keyin 40 minut. Keyin idishlarni quritish shkafidan qisqichlar bilan olib tashlang, qopqog'i bilan yoping va 20 daqiqaga (2 soatdan ko'p bo'lmagan) sovutish uchun eksikatorga qo'ying.

Sovutilgan shishalar un bilan 0,01 g aniqlik bilan tortiladi va namlikning massa ulushi V_t , % formulasi (1) W yordamida hisoblanadi. Natijani eng yaqin 0,1% gacha yaxlitlang. Parallel tahlillar orasidagi farq un uchun 0,2% va non uchun 1,0% dan ko'p emas.

Natijalarni 2.1.-jadvalga yozing.

2.1.-jadval

Ptchda quritish paytida undagi namlikning massa ulushini aniqlash natijalari

O'lchov ko'rsatkichlari nomlari	Ko'rsatkichning raqamli qiymati		
	1-aniqlik	2-aniqlik	o'rtacha qiymat
1. Bo'sh byuksning og'irligi, g			
2. Namuna vazni M, g			
3. quritishdan oldin namuna bilan byuksning og'irligi, M_1 ni G			
4. Quritgandan keyin namuna bilan byuksning og'irligi M_2 , g			
5. Unning namligi, %			
6. Aniqlanishlar orasidagi og'ish, %			

Xulosa:

3.2 VNIKXP –VCH asbobida undagi namlikning massa ulushini ekspress usulida aniqlash

Aniqlash uchun 16×16 m o'lchamdagi filtrlangan yoki gazeta qog'ozidan paketlar tayyorlanadi, ularni qurilmada quritiladi, 3 minut davomida 160°C gacha qizdiririladi, so'ngra qisqich bilan olib tashlanadi va 2-3 daqiqa davomida eksikatorida sovutiladi.

Sovutgandan so'ng qoplarni texnik tarozida tortiladi, unni bir tekis qatlam qilib qo'yiladi va 4 g tortiladi, so'ngra qopni yana yopiladi va 2 ta qopni mashinada 160°C haroratda 5 daqiqa quritiladi, bir daqiqa sovutib olinadi, tortiladi va (1)- formula bo'yicha namlikni hisoblanadi. Natijalarni 2.2.-jadvalga yoziladi.

2.2.-jadval

VNIKXP-VCh qurilmasida quritish vaqtida undagi namlikning massa ulushini aniqlash natijalari1.

O'lchov ko'rsatkichlari nomlari	Ko'rsatkichning raqamli qiymati		
	1-aniqlik	2-aniqlik	o'rtacha qiymat
1. Bo'sh paketning og'irligi, g			
2. Namuna vazni M, g			
3. quritishdan oldin namuna bilan paketning og'irligi, M_1 ni G			
4. Quritgandan keyin namuna bilan paketning og'irligi M_2 , g			
5. Unning namligi, %			
6. Aniqlanishlar orasidagi og'ish, %			

Xulosa:

Nazorat savollari

- 1 Oziq-ovqat namligining texnologik qiymati.
- 2 Oziq-ovqat mahsulotlarining TCAda namlikning massa ulushini aniqlashning qanday usullari kengroq qo'llaniladi?
3. Namlikning massa ulushini aniqlashning termik usullarining mohiyati nimada?
4. Usulni ko'rsating va namlikning massa ulushini aniqlashning qiyosiy tavsifini bering:
 - doimiy og'irlikda quritish;
 - tezlashtirilgan usul;
 - arbitraj usuli.
5. Undagi namlikning massa ulushini aniqlash qanday amalga oshiriladi?

3-Laboratoriya mashg'uloti

O'simlik moylarini fizik-kimyoviy ko'rsatkichlarini aniqlash usullari

Yog'lar tabiatda oddiy lipidlarning eng keng tarqalgan guruhi - suvda erimaydigan, lekin organik erituvchilarda (benzin, neft efiri, oltingugurt efiri, aseton, xloroform, uglerod disulfidi, metil va etil spirti va boshqalar) eriydigan tabiiy organik birikmalar, ular yuqori lipidlarning hosilalaridir yog' kislotalari va tirik organizmlar tomonidan ishlatilishi mumkin.

Odatda inson tanasidagi yog'larning roli energiya etkazib beruvchi vazifasini bajaradi, deb

ishoniladi Ammo bu mutlaqo to'g'ri emas. Albatta, yog'larning muhim qismi energiya materiali sifatida iste'mol qilinadi va tirik organizmlar uchun ichki va tashqi ishlarni bajarish uchun muhim energiya ta'minotchisi hisoblanadi.

1 g yog'ning CO₂ va H₂O ga biologik parchalanishi natijasida 38,9 kJ energiya ajralib chiqadi, 1 g uglevodlar yoki oqsillarning parchalanishi esa atigi 16,1 kJ, ya'ni taxminan ikki baravar ko'p.

Yog'lar tabiatda juda keng tarqalgan: ular inson tanasining, hayvonlar, o'simliklar, mikroblar va hatto ba'zi viruslar bir qismi. Ba'zi biologik ob'ektlar, to'qimalar va organlarda ularning miqdori 90% ga etadi.

Oziqaviy yog'lari bir necha mezonlarga ko'ra tasniflanadi. Xom-ashyoga ko'ra ular hayvon, o'simlik va qayta ishlangan (margarinli mahsulotlar), qattiq va suyuq konsistensiyalarga bo'linadi.

Hayvon va o'simlik yog'larining fizik-kimyoviy xossalariidagi farq ularning tarkibini tashkil etuvchi yuqori yog' kislotalari qoldiqlarining tuzilishi bilan bog'liq. Tabiiy yog' kislotalari odatda teng miqdordagi uglerod atomlarini o'z ichiga oladi, tarmoqlanmagan tuzilishga ega va to'yingan va to'yinmaganlarga bo'linadi. To'yingan yog'li kislotalar ko'pincha palmitin, stearin va araxid kislotalardir. to'yinmagan yog'lar kislotalar "to'yinmaganlik" darajasida farqlanadi: mono- (olein kislotasi) va ko'p to'yinmagan (linolein, linolenik va araxidon kislotalari).

Biokimyoda yog' kislotalarini belgilash uchun kislotaning kimyoviy tuzilishi parametrlarini o'rnatadigan soddalashtirilgan raqamli belgilardan foydalanish odatiy holdir, ya'ni: birinchi raqam - uning molekulasidagi uglerod atomlari soni, yo'g'on ichakdan keyingi raqam - raqam. qo'sh bog'lar va qavs ichidagi raqamlar qo'sh bog'lanish joylashgan uglerod atomlarini ko'rsatadi. Masalan, oleyin kislota molekulasi raqamli kodi 18:1 (9) ga teng, ya'ni u 18 ta uglerod atomini o'z ichiga oladi va 9 va 10 uglerod atomlari orasida joylashgan bitta qo'sh bog'ga ega.

Yog'lar deb ataladigan o'simlik moylarida to'yinmagan yog'li kislotalarning miqdori to'yinganlarga qaraganda yuqori. To'yingan yog'li kislotalardan farqli o'laroq, to'yinmagan yog'li kislotalarning erish nuqtasi pastroqdir. Shuning uchun ularni o'z ichiga olgan yog'lar 5 ° C dan past haroratlarda ham suyuq bo'lib qoladi. To'yingan yog'li kislotalarning yuqori miqdori tufayli hayvonlarning yog'lari xona haroratida qattiqdir.

Tabiiy yog'lar aralashmalar ekanligi tufayli murakkab triatsilgliseridlar (1-jadval), ular ma'lum bir harorat oralig'ida eriydi.

3.1.-jadval

Hayvon va o'simlik yog'larining tasnifi

Yog '	YuyK(VJK) tarkibi, %		T _{er} , °C
	to'yingan	to'yinmagan	
Mol yog'i	24–29 ¹ 27–30 ² 2–3 ⁵	41–42 ³ 37–44 ⁴ 3–3,5 ⁵	42–52
Saryog'	24–29 ¹ 9–13 ² 8–17 ⁵	19–34 ³ 2–54 45	28–36
Kungaboqar	6–9 ¹	24–40 ³	(–16)–(–19)

moy	1,6–4,6 ² 2 ⁵	46–72 ⁴ 1 ⁵	
-----	--	--------------------------------------	--

Izohlar:¹ - palmitin, ² - stearin, ³ - oleyin, ⁴ - linoleik, ⁵ – boshqa
Shunday qilib, yog'larning xususiyatlari sifati bilan belgilanadi **YuyK** larning tarkibi va ularning miqdoriy nisbati.

Yog'lar oziq-ovqatning muhim tarkibiy qismi, energiya manbai va inson uchun strukturaviy-plastmassa material, shuningdek, u uchun zarur bo'lgan bir qator moddalar, ya'ni uning biologik samaradorligini belgilaydigan ajralmas oziqaviy omildir. Inson ratsionida tavsiya etilgan yog' miqdori (kaloriya bo'yicha) 30-35%, massa birliklarida esa kuniga o'rtacha 90-100 g. Ratsionda yog'larni uzoq muddatli cheklash yoki muhim tarkibiy qismlarning past miqdori bo'lgan yog'larni muntazam iste'mol qilish tananing fiziologik holatida og'ishlarga olib keladi, markaziy asab tizimining faoliyati buziladi, immunitet pasayadi, ya'ni qarshilik infektsiyalar kamayadi va umr ko'rish davomiyligi qisqaradi.

Oziq-ovqat mahsulotlari tarkibiga "ko'rinmas" (go'sht va go'sht mahsulotlari, baliq, sut va sut mahsulotlari, don, non va qandolat mahsulotlaridagi yog'lar) va "ko'rinadigan" yog'lar - oziq-ovqatga maxsus qo'shiladigan o'simlik moylari va hayvon yog'lari kiradi, sariyog', margarin, pishirish yog'i. Bu, albatta, shartli bo'linish, lekin u keng qo'llaniladi.

Yog'larning eng muhim dietali manbalari o'simlik moylari (tozalangan yog'larda 99,7–99,8% yog'), sariyog' (61,5–72,5%), margarin (82,0% gacha), osh yog'lari (99%), sut mahsulotlari (3,5–30%), shokolad (35) –40%, shirinliklarning ayrim navlari (35% gacha), yong'oqlar (53–65%), yormalar – grechka (3,3%), jo'xori uni (6,1%), tariq (3,3%), pechene (10-11%).), pishloqlar (25-30%), smetana (30%), cho'chqa go'shti mahsulotlari, kolbasa (10-23%) va boshqalar. Bu mahsulotlarning ba'zilar o'simlik moylari (o'simlik moylari, yormalar), boshqalari - hayvonlarning manbai yog'lar.

Oziqlanishda yog'larning nafaqat miqdori, balki kimyoviy tarkibi ham muhimdir.

To'yingan yog' kislotalari (palmitin, stearin h.k.) butun organizm tomonidan energiya materiali sifatida ishlatiladi. To'yingan yog' kislotalarining eng ko'p miqdori hayvon yog'larida uchraydi: masalan, mol go'shti va cho'chqa yog'ida - 25% palmitin, mos ravishda 20% va 13% stearin kislotalar, sariyog'da - 7% stearin, 25% palmitin va 8% miristin kislotalar. Ular tanada uglevodlardan (va hatto oqsillardan) qisman sintezlanishi mumkin. Ratsionda to'yingan yog'li kislotalarning ko'pligi ko'pincha yog' almashinuvining buzilishiga, qonda xolesterin miqdorining oshishiga olib keladi.

Eng keng tarqalgan mono to'yinmaganlar orasida zaytun moyi (65%), margarin (43-47%), cho'chqa yog'i (43%), mol go'shti (37%), sariyog' (23%) tarkibidagi yog' kislotalari. Tarkibida oleyin kislota (18:1 (9), bu r. %). Ko'p to'yinmagan yog'li kislotalar mavjud: linolenin (18:3), linolein (18:2 (9, 12) va araxidonin (20:4 (5, 8, 11, 14) to'qimalarga kirib, organizmda bir qator muhim funktsiyalarni bajaradi. Linoleik va linolenik kislotalar inson organizmida sintez qilinmaydi, araxidon kislotasi linoleik kislotadan sintezlanadi.

Oziq-ovqat mahsulotlari orasida o'simlik moylari ko'p to'yinmagan kislotalarga eng boy bo'lib, ulardagi linolin kislota miqdori 50-60% ga, margarinida kamroq - 20% gacha, hayvon yog'larida juda kam (mol yog'ida - 0,6%). Araxidon kislotasi oziq-ovqat mahsulotlarida oz miqdorda, o'simlik moylarida esa deyarli yo'q. Tuxumlarda oz miqdorda araxidon kislotasi - 0,5%, ich mahsulotlarida- 0,2-0,3%, miyada - 0,5% mavjud.

Ko'p to'yinmagan yog'li kislotalar, to'yinganlardan farqli o'laroq, tanadan xolesterinni olib tashlashga yordam beradi.

Yog'larning ozuqaviy qiymatini kamaytiradigan asosiy jarayon oksidlanish hisoblanadi.

Oziq-ovqat tarkibidagi yog'ning massa ulushini aniqlash

Balansli ovqatlanish zarurati tufayli bu muhim ahamiyatga ega tayyor mahsulotlardagi yog'ning massa ulushini aniqlang. Xom ashyo va oziq-ovqat mahsulotlarida yog'ni miqdoriy aniqlash usullari xilma-xil bo'lib, tahlil usullariga ko'ra ikkiga bo'linadi. guruhlar:

- 1) to'g'ridan-to'g'ri ob'ektdagi yog'ning massa ulushini aniqlash usullari va
- 2) yog'ni oldindan olish bilan bog'liq usullar.

Ikkinchisini izolyatsiya qilmasdan yog'larning miqdorini aniqlash oziq-ovqat materiallaridan bunday usullar yordamida amalga oshiriladi, yadro magnit-rezonans usuli sifatida, IQ spektroskopiya, turbidimetriya, ultratovush va boshqalar. Biologik materialdagi yog' miqdorini aniqlashning ikkinchi ko'p sonli usullari lipidlarning organik erituvchilarda erish qobiliyatiga asoslangan. Bu guruh lipidlar qaysi usullarini o'z ichiga oladi yoki yog'lar avval organik fazaga o'tkaziladi, so'ngra ularning ekstraktidagi miqdori gravimetrik yoki boshqa ko'rsatkichlar bilan aniqlanadi.

Oziq-ovqat tarkibidagi yog'lar bepul va turli quvvatdagi oqsillar va uglevodlar bilan komplekslar shaklida. Erkin yog'lar qutbsiz erituvchilar bilan chiqariladi. Tizimlar bog'langan yog'larni olish uchun ishlatiladi odatda spirtli ichimliklarni o'z ichiga olgan ikki yoki uchta erituvchi. Umumiy yog'lar ko'pincha etanol va dietil efir yoki xloroform va metanol aralashmasi bilan chiqariladi. Metanol qo'llanilishi mahsulotdan yog'ni to'liqroq ajratib olishni ta'minlaydi. Biroq metanolning toksikligi tufayli xloroform aralashmasi ishlatiladi etanol bilan. Kuchli bog'langan yog'larni ajratib olishda, ekstraksiya odatda materialni ishqor yoki ishqor bilan ishlov berishdan oldin amalga oshiriladi.

Yog'ni gravimetrik aniqlash mahsulotning quritilgan namunasidan organik erituvchi bilan yog'ni qayta-qayta ajratib olishga, so'ngra erituvchini olib tashlashga asoslangan. Ekstraksiya Soxlet apparatida amalga oshiriladi. qog'oz gilzasi joylashtirilgan ekstraktordan iborat sinov materiali, muzlatgich va ekstraksiya bilan kolbalar. Erituvchi sifatida neft yoki oltingugurt efiri, shuningdek, dikloroetan ishlatiladi. Ekstraksiya jarayonida erituvchi unda erigan yog 'bilan birga ekstraksiya kolbasiga oqib tushadi. Yog 'kolbada qoladi va erituvchi bug'i yana ko'tariladi va yangi qismini ajratib oladi. Shunday qilib, o'rganilayotgan ob'ekt takroriy ekstraksiyaga duchor bo'lgan, butunlay yog'sizlangan. Ekstraksiyaning taxminiy davomiyligi 6-8 soat.

Ekstraksiya oxirida gilza ekstraktordan chiqariladi, quritiladi va tortiladi. Yog' miqdori aniqlanadi qazib olishdan oldingi material bilan gilzaning massasi o'rtasidagi farq bilan va undan keyin formula bo'yicha

$$\omega = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot 100\%$$

bu yerda ω — yog 'miqdori, %; m_1 - gacha bo'lgan material bilan gilzaning massasi ekstraksiya, g; m_2 - qazib olingandan keyin material bilan gilzaning massasi, g; m_0 - namunaning massasi, g.

Yog 'miqdorini ekstraksiya kolbasini olingan yog' bilan tortish orqali ham aniqlash mumkin, undan erituvchi olib tashlandi. Bunday holda, yog'ning massa ulushi mahsulotda shunga o'xshash formula bo'yicha hisoblanadi, bu erda m_1 – massa yog' solingan kolba massasi; g; m_2 - bo'sh kolbaning massasi, g.

Suyuq mahsulotlarda yog'ning massa ulushini aniqlashda, masalan, sutda namunaning og'irligi formula bo'yicha hisoblanadi

$$m_0 = V \cdot \rho$$

bu yerda V - tahlil uchun olingan namunaning hajmi, sm^3 ; ρ - zichlik, g/sm^3 .

Organik erituvchilar bilan ekstraksiya qilinganda probirkaga nafaqat yog'lar, balki kislotalar, fosfolipidlar, sterollar, efir moylari, pigmentlar (masalan, xlorofill) va boshqa bir qator moddalar erkin yog' kislotalari ham o'tadi. Shuning uchun mahsulot tahlil natijasida "xom yog'" deb ataladi. Amaliy maqsadlar uchun bu ko'rsatkich odatda etarli, agar kerak bo'lsa, ko'proq "haqiqiy yog'" ning aniq ta'rifi individual ravishda hisobga olinadi fosfolipidlar (fosfor uchun), efir moylari (bug 'distillash orqali) tarkibini o'rganish uchun material namunalari yog 'kislotalari (titrimetrik usul) va boshqalar.

Oziq-ovqat mahsulotlarining yog 'kislotalari tarkibini aniqlash

Oziq-ovqat mahsulotlarining yog 'kislotalari tarkibini aniqlash gaz-suyuqlik xromatografiyasi (GSX) usuli bilan amalga oshiriladi, bu yuqori sezuvchanlik va ajratish kuchiga, tezkorlikka, ko'p qirralilikka ega va ko'p komponentli aralashmalarning alohida birikmalarini aniqlash va miqdorini aniqlash imkonini beradi.

Aniqlash uchun GOST 29033 bo'yicha o'simlik xom ashyosidan olingan yog' ishlatiladi.

Yog 'kislotalari uzoq vaqt ushlab turish muddatiga ega, shuning uchun ajratishni tezlashtirish uchun ulardan sezilarli darajada yuqori uchuvchanlikka va natijada samarali bo'linish koeffitsientiga ega bo'lgan metil efirlari olinadi. Yog 'kislotalarining metil efirlarini olish usulining asosiy xususiyati metanolning minimal miqdori bilan qutbsiz uglevodorod erituvchida triglitseridlarni ishlab chiqarishdir. Buning uchun yog 'yoki eritilgan og'irlik yog 'geksan yoki dietil efirda eritiladi va olingan eritmaga natriy metoksidning metanoldagi eritmasi qo'shiladi. Aralashtirgandan so'ng, reaksiya aralashmasi glitserinni olib tashlash uchun qog'oz filtri orqali filtrlanadi. Olingan filtrat to'g'ridan-to'g'ri xromatografik tahlil uchun ishlatiladi.

Xromatografiya shartlari: qattiq tashuvchi - xromato

N-AW (yoki inverton), bu xlorid kislotalari bilan ishlov berilgan diatomli tuproq; statsionar suyuqlik fazasi - polietilenglikolsuksinat; mobil faza - azot; ustunning ish harorati - 170°S ; olovni ionlash detektor.

Moddalar nisbiy saqlanish vaqti trel (2-jadval), ya'ni tahlil qiluvchi moddaning ushlab turilgan hajmining standart sifatida olingan moddaning ushlab turilgan hajmiga nisbati bilan aniqlanadi, ya'ni oleyk kislotalari (18 : 1).

3.2.-jadval

170 ° C da yog' kislotalari metil efirlarning nisbiy saqlanish vaqti

Kislota belgilanishi	Kislota nomi	t_{qar.}
12:0	Лaurinli	0,12
13:0	Тridetsilli	0,17
14:0	Miristinli	0,23
14:1(9)	Miristooleinli	0,29
15 :0	Pentadetsilli	0,32
16:0	Palmitinli	0,45
16:1(9)	Palmitooleinli	0,55
16:2 (6,9)	Geksadekadiyenli	0,66
16:3 (6,9,12)	Geksadekatriyenli	0,88
17:0	Margarinovaya	0,62
18:0	Stearinovaya	0,86
18:2	Linolevli	1,27

18:3	γ -Linolenli	1,51
18:3	α -Linolenli	1,73
18:4	Stioridovli	2,06
19:0	Nonadetsilovli	1,18
20:0	Araxinovli	1,63

Filtrdagi yog 'kislotalarining ulushi normalash usuli bilan aniqlanadi. Filtrdagi yog 'kislotalarining ulushi normalash usuli bilan aniqlanadi.

Yog'larning oziq-ovqatning buzilishi Saqlash vaqtida yog'lar beqaror bo'ladi, chunki atmosfera kislorodi, namlik va quyosh nurlari ta'sirida katalizatorlar - fermentlar organik moddalar ishtirokida yo'q bo'lib ketadi, xiralashadi.

Yog'larning beqarorligi ularning tuzilishining o'ziga xos xususiyatlarining natijasidir. Ular, shuningdek, oziq-ovqat xom ashyosi va tayyor oziq-ovqat mahsulotlarining eng labil komponentlari hisoblanadi.

Yog'larning oziq-ovqatning buzilishi

Saqlash vaqtida yog'lar beqaror bo'ladi, chunki atmosfera kislorodi, namlik va quyosh nurlari ta'sirida katalizatorlar - fermentlar organik moddalar ishtirokida yo'q bo'lib ketadi, xiralashadi.

Yog'larning beqarorligi ularning tuzilishining o'ziga xos xususiyatlarining natijasidir. Ular, shuningdek, oziq-ovqat xom ashyosi va tayyor oziq-ovqat mahsulotlarining eng labil komponentlari hisoblanadi.

Yog'larning muhim xususiyati ularning oksidlanish qobiliyatidir. Shu bilan birga, oksidlanish qobiliyati kuchli yog 'kislotalari tarkibiga bog'liq. To'yinmagan kislotalarga boy o'simlik moylari qattiq yog'larga qaraganda tezroq oksidlanadi. Mahsulotlarni uzoq vaqt saqlashda yoqimsiz hid paydo bo'ladi, mahsulot rangi ham o'zgaradi, masalan, sariyog' qora rangga aylanadi, sariyog' va yog' uzoq muddat saqlashda sarg'ayadi. Yog'larning oksidlanishi ularning organoleptik xususiyatlarining yomonlashishi va turli oksidlanish mahsulotlari - birinchi navbatda peroksidlar, so'ngra toksik ta'sirga ega bo'lgan turli polimerik birikmalarning oksidlanishi bilan birga keladi.

Fermentatsiya jarayoni antioksidantlar qo'shilishi bilan oldini oladi, ularning eng faol va toksik bo'lmagani E vitaminidir.

Kimyoviy tarkibini, shuningdek sifatini tavsiflash uchun

Yog'lar va yog'lar quyidagi fizik-kimyoviy ko'rsatkichlardan foydalanadi: kislota soni, sovunlanish soni, asosiy raqam, yod soni va peroksid soni.

SanPiN 2.3.2.1078 ga muvofiq yog'li mahsulotlarda oksidlovchi buzilishning bunday ko'rsatkichlari nazorat qilinadi kislota qiymati va peroksid qiymati.

Shuni ta'kidlash kerakki, yod soni va sovunlanish soni yog'ning yog 'kislotalari tarkibini tavsiflaydi, bu izolyatsiya va qayta ishlash jarayonida sezilarli darajada o'zgarmaydi. Biroq, bu fizik-kimyoviy ko'rsatkichlarga ko'ra, o'simlik moylari bir xil.

Shuni ta'kidlash kerakki, yod soni va sovunlanish soni yog'ning yog 'kislotalari tarkibini tavsiflaydi, bu izolyatsiya va qayta ishlash jarayonida sezilarli darajada o'zgarmaydi. Biroq, ushbu fizik-kimyoviy ko'rsatkichlarga ko'ra, bir xil savdo nomidagi o'simlik moylari, ammo turli hududlarda o'stirilgan o'simliklar urug'idan ajratilgan holda farqlanadi. Yog'larning yog 'kislotalari tarkibidagi farqlar o'simliklarda yog' hosil bo'lish jarayoni ko'p jihatdan iqlim sharoitlariga bog'liqligi bilan bog'liq. Bu, ayniqsa, to'yingan va to'yinmagan yog 'kislotalari tarkibidagi nisbatda, shuningdek, turli darajadagi to'yinmagan to'yinmagan yog'li kislotalarda

yaqqol namoyon bo'ladi.

Shuni ta'kidlash kerakki, yod soni va sovunlanish soni yog'ning yog 'kislotalari tarkibini tavsiflaydi, bu izolyatsiya va qayta ishlash jarayonida sezilarli darajada o'zgarmaydi. Biroq, ushbu fizik-kimyoviy ko'rsatkichlarga ko'ra, bir xil savdo nomidagi o'simlik moylari, ammo turli hududlarda o'stirilgan o'simliklar urug'idan ajratilgan holda farqlanadi. Yog'larning yog 'kislotalari tarkibidagi farqlar o'simliklarda yog' hosil bo'lish jarayoni ko'p jihatdan iqlim sharoitlariga bog'liqligi bilan bog'liq. Bu, ayniqsa, to'yingan va to'yinmagan yog 'kislotalari tarkibidagi nisbatda, shuningdek, turli darajadagi to'yinmagan to'yinmagan yog'li kislotalarda yaqqol namoyon bo'ladi.

Yog'larning kislotali sonini aniqlash

Kislota soni (AN) erkin mavjudligini tavsiflaydi yog'dagi yog' kislotalari va 1 g yog'da mavjud bo'lgan erkin yog' kislotalari va boshqa gidroksidi neytrallashtiruvchi triglitserid bilan bog'liq moddalarni zararsizlantirish uchun zarur bo'lgan kaliy gidroksidning milligramm soni bilan o'lchanadi. Kislota sonini aniqlash GOST 5476 ga muvofiq amalga oshiriladi.

Kislota soni boshqa fizik va kimyoviy ko'rsatkichlar bilan birga neft sifatini tavsiflaydi. Neftni saqlash vaqtida glitseridlarning gidrolitik parchalanishi kuzatiladi, bu esa erkin yog 'kislotalarining to'planishiga, ya'ni kislotalikning oshishiga olib keladi. Yog 'kislotalarining ortishi uning sifatining pasayishini ko'rsatadi.

Kislota soni GOST va texnik shartlar bilan normallashtiriladi. Jadvalda. 9

kungaboqar yog'i uchun kislota raqamlari berilgan. Qayta qilinmagan yog'larning kislota soni tozalanganlarga qaraganda ko'proq.

Qayta qilingan soya yog'ining kislotali qiymati 0,13-1,50 mg KOH/g. Yangi yog' uchun kislota sonining qiymati 0,02-0,5 dan oshmaydi. Kislota sonining ko'payishi yog'ning darajasini pasaytiradi va kislota soni 3,5 dan ortiq bo'lsa, yog' texnik maqsadlarga yo'naltiriladi.

3.3.-jadval

Kungaboqar yog'i uchun kislota sonlari

Kungaboqar yog'i	mg KOH/g yog'ining kislota sonlari
Pafinasiyalangan	0,40
Rafinasiyalangan gidratlangan	1,25
1-navli gidratlangan	2,25
2-navli gidratlangan	6,00
Rafinasiyalanmagan oliy navli	1,50
Rafinasiyalanmagan 1-navli	2,25
Rafinasiyalanmagan 2-navli	6,00

Kislota soni kislota-asos titrlash usuli bilan titrlashning oxirgi nuqtasini vizual yoki potentsiometrik ko'rsatish bilan aniqlanadi. Usul moy tarkibidagi erkin yog 'kislotalarining kaliy gidroksid eritmasi bilan o'zaro ta'siriga asoslangan. Natriy gidroksidni titrant sifatida ishlatish mumkin emas, chunki hosil bo'lgan natriy sovunlari aniqlash sharoitida kamroq eriydi.

Taroziga olingan miqdordagi moy konussimon kolbaga solinadi va unga erituvchilar aralashmasi qo'shiladi. Erituvchi sifatida spirtning efir va spirtning xloroform bilan aralashmasi ishlatiladi. Spirtli-efir aralashmasidan foydalanganda titrlash titrantning suvli yoki spirtli eritmasi bilan, spirt-xloroform aralashmasidan foydalanganda kaliy gidroksidning spirtli eritmasi bilan amalga oshiriladi.

Yengil va tozalangan yog'larning, shu jumladan paxta xom ashyosidan olinadigan yog'larning kislotali sonini aniqlashda indikator sifatida fenolftalein, quyuq yog'lar (tozalanmagan paxta yog'i va boshqalar) uchun indikator sifatida timolftalein ishlatiladi. Tarozi olingan miqdordagi moy konussimon kolbaga solinadi va unga erituvchilar aralashmasi qo'shiladi. Erituvchi sifatida spirtning efir va spirtning xloroform bilan aralashmasi ishlatiladi. Spirtli-efir aralashmasidan foydalanganda titrlash titrantning suvli yoki spirtli eritmasi bilan, spirt-xloroform aralashmasidan foydalanganda kaliy gidroksidning spirtli eritmasi bilan amalga oshiriladi.

Yengil va tozalangan yog'larning, shu jumladan paxta xom ashyosidan olinadigan yog'larning kislotali sonini aniqlashda indikator sifatida fenolftalein, quyuq yog'lar (tozalanmagan paxta yog'i va boshqalar) uchun indikator sifatida timolftalein ishlatiladi.

Kislota soni quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$KS = \frac{V_{KOH} \cdot T_{KOH}}{m}$$

Bu erda V_{KOH} - olingan yog' namunasini titrlash uchun ishlatiladigan kaliy gidroksid eritmasining hajmi, sm^3 ;

T_{KOH} - kaliy gidroksid eritmasining titri, mg/sm^3 ; m - yog'ning og'irligi, g.

Kislota soniga ko'ra, siz yog'lardagi (ω_{JK}), erkin yog' kislotalarining taxminiy tarkibini hisoblashingiz mumkin, bu yog'lar va yog'larning kislotaligini ham tavsiflaydi. Hisoblash odatda formula bo'yicha kungaboqar, soya yog'lari va qandolat yog'larida eng keng tarqalgan erkin yog' kislotalari sifatida oleyk kislotalari uchun amalga oshiriladi.

$$\omega_{JK} = KS \cdot \frac{M_{OK} \cdot 100}{M_{KOH} \cdot 1000} = 0,5034 \cdot KS,$$

bu erda M_{OK} - oleinli kislotalarining molyar massasi, 282,47 g / mol; M_{KOH} - kaliy gidroksidning molyar massasi, 56,11 g/mol; 100 - foizli konvertatsiya koeffitsienti; 1000 - grammdagi konvertatsiya koeffitsienti; 0,5034 – oleinli kislota uchun qayta hisoblash.

Yog'larning sovunlanish sonini aniqlash

Sovunlanish soni (SS) yog'dagi erkin va bog'langan yog' kislotalari sonini tavsiflaydi. SS - erkin va bog'langan moddalarni neytralizatsiyalash uchun zarur bo'lgan milligramm kaliy gidroksidi (glitseridlar shaklida) 1 g yog' tarkibidagi yog' kislotalari. Sovunlanish sonini aniqlash GOST 5478 bo'yicha amalga oshiriladi.

4-jadvalda moylarning sovunlanish sonlari qiymatlarini keltirilgan

3.4.-jadval

O'simlik moylarining sovunlanish soni

Yog '	mg KOH/g yog'ining sovunlanish soni
Kungaboqar yog'i	189,9–190,6
Palma yog'i	196,0–210
Soya yog'i	191,6–192,1
Saryog'	220–230

SS ni aniqlash kislota-asos titrlash orqali amalga oshiriladi. Namunaga ortiqcha kaliy gidroksidning spirtli eritmasi qo'shiladi, sovunlash amalga oshiriladi, shundan so'ng fenolftalein (timolftalein) qo'shiladi va xlorid kislota eritmasi bilan titrlanadi.

Sovunlanish soni quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi

$$SS = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T_{HCl/KOH}}{m}$$

Bu erda V_1 va V_2 - bo'sh va sinov eritmasini titrlash uchun ishlatiladigan xlorid kislota eritmasining hajmlari mos ravishda, sm^3 ; $T_{HCl/KOH}$ - kaliy gidroksid eritmasining titri xlorid kislotasi uchun, mg/sm^3 ; m - yog'ning og'irligi, g.

Efir sonini aniqlash

Efir soni (EC) tegishli yog 'kislotalari efirlarining tarkibini tavsiflaydi va 1 g yog'da efir sifatida bog'langan yog' kislotalarini neytrallash uchun zarur bo'lgan kaliy gidroksidning milligramm soni bilan belgilanadi. Eksperimental ravishda, efirlar soni SS va KS o'rtasidagi farq bilan aniqlanadi:

$$ES = SS - KS$$

Erkin yog' kislotalari bo'lmagan yog'lar uchun EC va SS qiymatlari bir xil. Yog'larni saqlash vaqtida gidroliz va sovunlanish jarayonlari bilan birga ES kamayadi. Shunday qilib, efir soni kislota soni bilan birga past molekulyar og'irlikdagi kislotalarning to'planishi bilan birga yog'ning oksidlovchi buzilish darajasining ko'rsatkichidir.

ES ga asoslanib, yog'dagi triatsilgliserin (ω_{TAG} , %) va glitserin (ω_G , %) miqdori formulalar yordamida hisoblanadi.

$$\omega_{TAG} = \frac{M_{TAG} \cdot ES}{3 \cdot M_{KOH} \cdot 1000} \cdot 100$$

$$\omega_G = \frac{M_G \cdot ES}{3 \cdot M_{KOH} \cdot 1000} \cdot 100 = 0,0547 \cdot ES$$

bu yerda M_{TAG} va M_{KOH} mos ravishda triatsilgliserid va kaliy gidroksidning molyar massalari, g/mol; 3 - glitserinning asosliliigi.

Yod miqdorini aniqlash

Yod soni (YOS) yoki to'yinmaganlik koeffitsienti yog'ning to'yinmaganlik darajasini tavsiflaydi. Yog' tarkibida to'yinmagan yog' kislotalari qancha ko'p bo'lsa, YOS shunchalik yuqori bo'ladi (5-jadval).

3.5.-jadval

Ba'zi hayvon va o'simlik yog'larining yod miqdori

Yog'	g I ₂ /100 g yog'ning YOS
Mol yog'i	32–47
Saryog'	25–42
Kungaboqar yog'i	119–145

YOS 100 g yog'ga qo'shilgan gramm yod sonini ko'rsatadi. YOS yog'lar (yog'lar) uchun eng muhim kimyoviy ko'rsatkichlardan biridir. Bu yog'dagi to'yinmagan kislotalarning miqdoriy tarkibidan dalolat beradi, bu uning oksidlanishga, "quritishga", achchiqlanishga va oziq-ovqat va sanoat moylarini saqlash va qayta ishlash jarayonida yuzaga keladigan boshqa o'zgarishlarga chidamliligini baholashga imkon beradi. Yod soni har qanday yangi yog'ning ko'rsatkichidir.

Ikki tomonlama aloqalar bilan, yoddan tashqari, boshqalar ham reaksiyaga kirishadilar galogenlar - Cl_2 va Br_2 . Biroq, ular nafaqat qo'sh bog'lar bilan bog'langan uglerod atomlarini qo'shibgina qolmay, balki radikalidagi vodorod atomlarini ham almashtiradilar. Yod, ma'lum sharoitlarda, ikkilamchi bog'lar bilan bog'langan uglerod atomlariga afzallik bilan biriktiriladi.

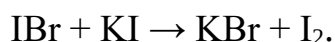
Yod sonini aniqlash uchun yog' namunasi eritiladi etil spirtiga yodning spirtli eritmasi solinadi, qorong'i joyda qoldiriladi va 5-10 daqiqadan so'ng natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi.

YOS quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$YOS = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T_{Na_2S_2O_3/I_2}}{m}$$

Bu yerda V_1 va V_2 natriy tiosulfat eritmasining mos ravishda nazorat va tekshiriladigan eritmalarni titrlash uchun sarflangan hajmlari, sm^3 ; $T_{Na_2S_2O_3/I_2}$ - natriy tiosulfat eritmasining yod titri, g/sm^3 ; m - yog 'massasi, g.

Yod miqdorini aniqlash yod bromidi yordamida ham amalga oshiriladi (Gansga ko'ra), yodning brom bilan o'zaro ta'siridan hosil bo'lgan sirka kislotali muhitda. Yod bromidi qo'sh bog'lanishning uzilishida to'yinmagan yog'li kislotalarga miqdoriy jihatdan birlashtiriladi. Reaksiyaga kirmagan yod bromidning ortiqcha miqdori tenglamaga muvofiq kaliy bromid bilan reaksiyaga kirishad



Ajratilgan yod natriy tiosulfat eritmasi bilan titrlanadi.

Peroksid sonini aniqlash

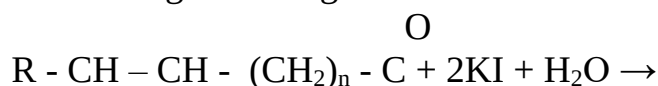
Yog'lar va yog'larning bir qismi bo'lgan to'yinmagan yog'li kislotalar atmosfera kislorodi, namlik, yorug'lik ta'sirida, lipoksigenaza (lipoksidaza) fermenti ishtirokida oson oksidlanadi. Oksidlanish tezligi, chuqurligi va yo'nalishi yog'lar va yog'larning tarkibiga bog'liq: glitseridlarni tashkil etuvchi yog' kislotalarining to'yinmaganlik darajasining oshishi bilan oksidlanish tezligi oshadi. Yog'lardagi oksidlanish jarayonlari namlik, metallar izlari, atmosfera kislorodi mavjudligi bilan katalizlanadi. Yog 'oksidlanishining asosiy mahsulotlari peroksidlardir.

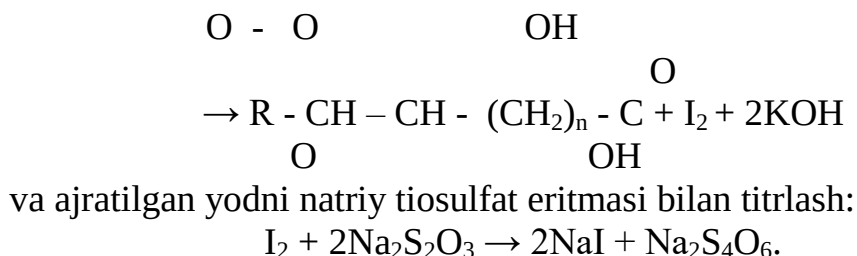
Peroksidlar oksidlar hosil bo'lishi va atom kislorodining chiqishi bilan oson parchalanadigan beqaror birikmalar bo'lib, ular o'z navbatida ozon va vodorod peroksidni hosil qilish uchun manba bo'lib xizmat qiladi. Keyinchalik peroksidlar va oksidlar gidroksi kislotalarga aylanadi. Chiqarilgan ozon to'yinmagan kislotalarning yangi molekulalarini oksidlaydi. Beqaror birikmalar hosil bo'ladi, ozonidlar, ular gidrolitik ravishda bo'linib, aldegidlarga aylanadi va hokazo. Shunday qilib, peroksid o'zgarishlari natijasida ikkilamchi oksidlanish mahsulotlari hosil bo'ladi: spirtlar, aldegidlar, ketonlar, turli uzunlikdagi uglerod zanjiriga ega kislotalar, shuningdek. ularning polimerlari. Shuning uchun, peroksidlar va aldegidlar tarkibini aniqlash neft sifatini baholashda katta yordam berishi mumkin. Bundan tashqari, yog'lardagi peroksid birikmalarining konsentratsiyasini nazorat qilish kerak, chunki ular toksik bo'lib, yog'da eriydigan vitaminlar va ko'p to'yinmagan yog'li kislotalarni yo'q qilishi mumkin.

Yog 'tarkibidagi peroksid birikmalarining tarkibi peroksid soni bilan baholanadi, bu oksidlanish jarayonlarini va buzilish mahsulotlarining paydo bo'lishini organoleptik aniqlashdan ancha oldin aniqlash imkonini beradi.

Peroksid qiymati (PP) - 100 g yog'da mavjud bo'lgan peroksid birikmalari bilan kaliy yodididan ajratilgan gramm yod soni. Peroksid sonini aniqlash GOST 26593 ga muvofiq amalga oshiriladi. Peroksid qiymati yodometrik usul bilan aniqlanadi,

Kaliy yodidning sirka kislotasi muhitida ilgari xloroformda erigan yog'ning peroksidlari va gidroperoksidlari bilan oksidlanishiga asoslangan.





Peroksid soni quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$PS = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{I}_2}}{m}$$

Bu yerda V_1 va V_2 natriy tiosulfat eritmasining mos ravishda nazorat va tekshiriladigan eritmalarni titrlash uchun sarflangan hajmlari, sm^3 ; $T_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{I}_2}$ - natriy tiosulfat eritmasining yod titri, g/sm^3 ; m - yog 'massasi, g.

6-Jadvaldan yangi yog'ning peroksid qiymati kerakligini ko'rsatadi 0,03% dan ko'p bo'lmagan, buzilgan yog'lar - 0,1% dan ortiq bo'lmasligi kerak.

3.6.-jadval

Peroksid sonidan yog'ning oksidlanish darajasiga bog'liqligi.

g I_2 /100 g yog'ning PS	Yog'ning buzilish darajasi
< 0,03	Yangi
0,03–0,06 S	Yangi, lekin saqlanmaydi
0,06–0,1	Shubhali yangi
> 0,1	Buzilgan

Nazorat savollari

1. Xom ashyo turlariga ko'ra yog'lar necha tutga bo'linadi?
2. Konsistensiyasiga ko'ra yog'lar qanday turlarga bo'linadi?
3. To'yingan yog' kislotalarga qaysi kislotalar kiradi?
4. To'yinmagan yog' kislotalarga qaysi kislotalar kiradi?
5. Yog' kislotalarining raqam bilan belgilanishi nimani anglatadi?
6. Inson kuniga o'rtacha necha gramm yog' iste'mol qilishi kerak?
7. Past miqdori bo'lgan yog'larni muntazam iste'mol qilish qanday asoratlarga olib keladi?
8. Ratsionda to'yingan yog'li kislotalarning ko'pligi ko'pincha nimalarga olib keladi?
9. Yog'larning ozuqaviy qiymatini kamaytiradigan asosiy jarayonni ayting/

4-Laboratoriya mashg'uloti

Oziq-ovqat mahsulotlarida kislotalik va ishqorlikni aniqlash.

Nazariy materialni o'rganish va laboratoriya ishlarini bajarish natijasida talaba: Bilishi:

- xom ashyoning kislotalilik va ishqoriylik xususiyatlari va normalari va tayyor mahsulotlar;

1 Nazariy qism

Oziq-ovqat sanoatining xom ashyolari, yarim tayyor mahsulotlari va tayyor mahsulotlari odatda kislotali reaksiyaga ega. Har bir muhitda haqiqiy (faol) va umumiy (titrlanadigan) kislotalikni ajratiladi. Haqiqiy kislotalik vodorod ionlarining konsentratsiyasi bilan tavsiflanadi va pH qiymati bilan ifodalanadi. Agar pH 7 dan yuqori bo'lsa, u holda muhit ishqorli, pH 7 dan past bo'lsa, muhit kislotali hisoblanadi.

Umumiy (titrlanadigan) kislotalik ionlarga parchalangan va ajralmagan kislotalar va kislota-reaktiv moddalarning umumiy miqdori bilan tavsiflanadi. Ko'pgina oziq-ovqatlarning umumiy kislotaligi kislotalik darajasida o'lchanadi. Kislotalik darajasi deganda, 100 g mahsulotdagi kislotalar va kislota-reaktiv moddalarni neytrallashtirish uchun ketgan, molyar konsentratsiyasi 1 mol / dm³ bo'lgan ishqor eritmasining sm³ miqdori tushuniladi.

Ba'zi mahsulotlarning kislotaligi mahsulotdagi kislota ustunligi bilan ifodalanadi. Shunday qilib, presslangan xamirturushning kislotaligi 100 g xamirturushdagi milligramm sirka kislotasi soni bilan o'lchanadi.

Kimyoviy pishirish kukuni (pechenye, pryaniklar, keksler) yordamida tayyorlangan qandolat mahsulotlari ishqoriy reaksiyaga ega. Umumiy ishqoriylik umumiy kislotalik bilan bir xil tarzda aniqlanadi, ammo titrlash uchun xlorid yoki sulfat kislota eritmasi ishlatiladi. Mahsulotlarning ishqoriyligi 2 darajadan oshmasligi kerak, chunki yuqori ishqoriylik mahsulotlarga sho'r-achchiq ta'm beradi, mahsulotlarning qorayishiga olib keladi, ovqat hazm qilishni yomonlashtiradi.

Oziq-ovqat mahsulotlari uchun faol emas, ammo umumiy kislotalik normallashtiriladi, chunki u oddiy titrlash orqali osongina aniqlanadi.

Kislota, ayniqsa faol, yarim tayyor mahsulotlar va xom ashyolarda sodir bo'ladigan kolloid, mikrobiologik va fermentativ jarayonlarning intensivligiga sezilarli ta'sir ko'rsatadi.

Xom ashyo uchun titrlanadigan kislotalik uning yangiligini tavsiflaydi, shuningdek, yarim tayyor mahsulot sifatini tavsiflovchi tashqi ko'rsatkichdir. Titrlanadigan kislotalikning oshishi bilan pishirish jarayoni qanday kechganligini aniqlash mumkin, bu xamir yoki xamirning tayyorligini aniqlash uchun muhimdir.

Tayyor xamirning titrlanadigan kislotaligi qiymatiga ko'ra, nonning kislotaligi va uning ta'mi baholanadi.

Faol kislotalik kolorimetrik va elektrometrik usullar bilan aniqlanadi.

pH universal indikator qog'oz yordamida kolorimetrik usul bilan aniqlanadi.

pH ni elektrometrik usullar bilan aniqlash uchun bir juft elektrod yordamida potansiyometrlar qo'llaniladi: kumush xlorid (mos yozuvlar elektrod) va shisha (o'lchash). O'lchov elektrodi sinov eritmasiga botirilganda, u bilan mos yozuvlar elektrod o'rtasida elektr harakatlantiruvchi kuch paydo bo'ladi. Bu kuch potensiometr bilan o'lchanadi va pH qiymati sifatida ifodalanadi.

Hozirgi vaqtda pH o'lchagichlar pH qiymatini aniqlash uchun ishlatiladi, bu erda shkala pH birliklarida kalibrlanadi. Tadqiqotda pH-340, pH-125, pH-1014 va boshqalar kabi portativ pH o'lchagich kabi qurilmalar qo'llaniladi.

Umumiy (titrlanadigan) kislotalik quyidagicha aniqlanadi:

- suv-un suspenziyasi, buning uchun mahsulot va suvning ma'lum miqdoridan suspenziya tayyorlanadi va ishqor eritmasi bilan fenoltaleinning 3-5 tomchi 1 yoki 3% spirtli eritmasi ishtirokida pushti ranggacha titrlanadi; Hozirgi vaqtda pH o'lchagichlar pH qiymatini aniqlash uchun ishlatiladi, bu erda shkala pH birliklarida kalibrlanadi. Tadqiqotda pH-340, pH-125, pH-

1014 va boshqalar kabi portativ pH o'lchagich kabi qurilmalar qo'llaniladi.

Umumiy (titrlanadigan) kislotalilik quyidagicha aniqlanadi:

- suv-un suspenziyasi, buning uchun mahsulot va suvning ma'lum miqdoridan suspenziya tayyorlanadi va ishqor eritmasi bilan fenolftaleinning 3-5 tomchi 1 yoki 3% spirtli eritmasi ishtirokida pushti ranggacha titrlanadi;

- suspenziyani filtrlash yo'li bilan tayyorlanadigan suv ekstrakti yoki suv-spirtli ekstrakt bilan; Ishqoriylik asosan suvli ekstraktdan aniqlanadi.

To'q rangli mahsulotlarning kislotaligi va ishqoriyligi maxsus ionometr yordamida elektrometrik titrlash orqali aniqlanadi.

2. Moddiy ta'minot

1 O'rganish ob'ekti: un, non mahsulotlari, pechene yoki gingerbread.

2 Kimyoviy reagentlar: molyar konsentratsiyasi 0,1 mol/dm³ bo'lgan ishqor eritmasi; fenolftaleinning 3% va 1% spirtli eritmasi; 0,1 mol/dm³ molyar konsentratsiyali xlorid yoki sulfat kislota eritmasi; 1% bromtil ko'k eritmasi.

3 Kimyoviy shisha idishlar: chinni ohak; 50 sm³ hajmli o'lchash tsilindri; sig'imi 500 sm³ bo'lgan konussimon kolba; hajmi 250 sm³ bo'lgan o'lchov kolbasi; voronka; sig'imi 25-30 sm³ bo'lgan byuretk; sig'imi 50 sm³ bo'lgan pipetka;

sig'imi 150 sm³ bo'lgan konussimon kolba;

4 Asbob va jihozlar: texnik tarozilar; pH o'lchagichni titrlash uchun o'rnatish.

3 Tadqiqot qismi

3.1 Unning titrlanadigan kislotaliligini suv-un suspenziyal GOST 27493 bo'yicha aniqlash

Laboratoriya tahlili uchun un namunasidan har birining og'irligi 5 g bo'lgan 2 o'lcham un 0,01 g aniqlik bilan olinadi. Har bir namunani quruq konussimon kolbaga soling va un bo'lsa, 50 sm³ distillangan suv qo'shiladi va bug'doy va javdar un bo'lsa, 100 sm³.

Kolbaning tarkibini bo'laklar yo'qolguncha darhol silkitib aralashtiring. Olingan bug'doy unining suspenziyasiga 3 tomchi fenolftaleinning 3% spirtli eritmasi, javdar unining suspenziyasiga 5 tomchi qo'shing. Aralash chayqatiladi va 0,1 mol/dM NaOH yoki KOH eritmasi bilan tiniq pushti rang paydo bo'lguncha titrlanadi, bu rang kolbada 20-30 s turgandan keyin ham yo'qolmaydi.

Kislotaligi X, formula bilan aniqlanadi

$$X = \frac{V \cdot k \cdot 100}{m \cdot 10} \quad (3.1)$$

bu yerda V - NaOH yoki KOH eritmasining hajmi, sm³;

k - ishqor eritmasining titriga tuzatish koeffitsienti;

m - namunaning og'irligi, g

1/10 - 0,1 mol/dm³ gidroksidi eritmasini 1 mol/dm³ ga aylantirish koeffitsienti;

100 - 100 g un miqdorini qayta hisoblash.

O'zgartirishlardan so'ng formula (3.1.) quyidagi ko'rinishga ega bo'ladi

$$X = \frac{V \cdot k \cdot 100}{5 \cdot 10} = 2Vk \quad (3.2)$$

Ikki parallel titrlash orasidagi tafovut 0,2 darajadan oshmasligi kerak. Natijani 0,5 graduslik aniqlik bilan ifodalang va 20-jadvalga kiriting.

4.1.-jadval

Kislotalikni aniqlash uchun suv-un suspenziyalı tadqiqot ma'lumotlari

Aniqlanadigan qiymat	Sonli qiymat		
	1-aniqlash	2-aniqlasg	O'rtacha
Titrlash uchun ishqorning hajmi V, sm ³			
Kislotaligi X, grad			
Aniqlashlar orasidagi og'ish, grad			

3.2. Non mahsulotlarining kislotaliligini suv ekstrakti li bilan GOST 5670 bo'yicha aniqlash

Mahsulotning o'rtasidan taxminan 70 g og'irlikdagi bo'lakni ajratib olinadi, qobiqlarni taxminan 1 sm qalinlikdagi qatlamni kesib olinadi va maydalanadi.

Maydalangan massadan 25 g namuna olinadi, uni sig'imi 500 sm³ bo'lgan quruq kolbaga (sut shishasiga) joylanadi.

Hajmi 250 sm³ bo'lgan o'lchov kolbasiga 18-20⁰S haroratda distillangan suv soling. ¼ ga yaqin suvni qopqoqli shishaga to'kiladi, bir hil massa olinmaguncha hamma narsani yog'och belkurakcha bilan tez surtiladi. O'lchov kolbasidan qolgan suvni aralashmasi bilan shishaga to'kiladi, shishani tiqin bilan yopib, aralashmani 2 daqiqa davomida kuchli silkitiladi, keyin 10 daqiqa qoldiriladi, yana 2 daqiqa silkitiladi va 8 daqiqa tindiriladi. So'ngra turgan suyuq qatlamni quruq stakanga marli orqali quyiladi. Stakandan olingan 50 sm³ ekstrakt pipetka bilan har birining sig'imi 100-150 sm³ bo'lgan konussimon kolbalarining ikki qismiga bo'linadi. Fenoltaleinning 1% li spirt eritmasidan 2-3 tomchi tomiziladi va probirkaga molyar konsentratsiyasi 0,1 mol/dm³ bo'lgan natriy yoki kaliy gidroksid eritmasi bilan 1 minut ichida turg'un och pushti rang olinmaguncha titrlanadi.

Mahsulotning kislotaliligi, grad, (3.2.) formula bo'yicha hisoblanadi

Parallel aniqlashlar orasidagi tafovut 0,3 darajadan oshmasligi kerak. Natijani 0,5 daraja aniqlik bilan ifodalanadi va 3.2. jadvalga kiritiladi.

3.2.-jadval

Kislotalikni aniqlash uchun suv ekstraktli non mahsulotlaridagi tadqiqot ma'lumotlari

Aniqlanadigan qiymat	Sonli qiymat		
	1-aniqlash	2-aniqlasg	O'rtacha
Titrlash uchun ishqorning hajmi V, sm ³			
Kislotaligi X, grad			
Aniqlashlar orasidagi og'ish, grad			

3.3. Faol kislotalilikni aniqlash

Haqiqiy (faol) kislotalilik erkin vodorod ionlarining konsentratsiyasi bilan tavsiflanadi va pH bilan ifodalanadi. PH qiymati universal indikator qog'ozi, pH metr va ionometrlar yordamida aniqlanadi. Haqiqiy (faol) kislotalilik erkin vodorod ionlarining konsentratsiyasi bilan tavsiflanadi va pH bilan ifodalanadi. PH qiymati universal indikator qog'ozi, pH metr va ionometrlar yordamida aniqlanadi.

3.3.1. Universal indikator qog'ozi yordamida pH ni aniqlash (kolorimetrik usul)

Sinov mahsulotidan olingan ekstraktga universal indikator qog'ozining chizig'ini botiring,

so'ngra chiziqni olib tashlang va natijada olingan rangni rangga qarab ma'lum pH qiymatlari ko'rsatilgan indikator qog'oziga biriktirilgan shkala bilan darhol solishtiring. Bu usul oddiy, tez, lekin taxminiy natijalar beradi, shuning uchun u kamdan-kam qo'llaniladi.

3.3.2 pH o'lchagich bilan pHni aniqlash

pH ni o'lchash uchun pH-1014 tipidagi portativ pH o'lchagich kombinatsiyalangan shisha elektrodlar (EKS-10601 yoki EX-10602) bilan birgalikda ishlatiladi.

200C da suvli eritmalarning pH o'lchov diapazoni 0 dan 14 gacha. Tahlil qilinayotgan muhitning harorat diapazoni 0 dan 1000 C gacha.

Sinov eritmasining pH qiymatini o'lchash uchun asbobni "pH-metr" rejimida yoqiladi:

- elektrodni eritmaga kamida 16 mm chuqurlikka botiririladi;
- "Ha" tugmasini bosiladi;

- yuqori chiziqda tekshiriluvchi eritmaning pH qiymatini va uning haroratini o'qing. 200C da suvli eritmalarning pH o'lchov diapazoni 0 dan 14 gacha. Tahlil qilinayotgan muhitning harorat diapazoni 0 dan 1000 C gacha.

Sinov eritmasining pH qiymatini o'lchash uchun asbobni "pH-metr" rejimida yoqing:

- elektrodni eritmaga kamida 16 mm chuqurlikka botiring;
- "Ha" tugmasini bosiladi;
- yuqori chiziqda tekshiriluvchi eritmaning pH qiymatini va uning haroratini ko'rib aniqlanadi

Xulosa:

3.4 GOST 5898 bo'yicha pechene yoki pryaniklarning ishqoriyligini aniqlash

25 g mayda to'g'ralgan pechenye (yoki pryanik) dan 0,01 g gacha tortiladi, 500 sm³ sig'imli konussimon kolbaga (sut shishasiga) solinadi. Hajmi 250 sm³ bo'lgan o'lchov kolbasiga xona haroratidagi distillangan suv quyib, maydalangan namunali kolbaga suv quyib, qattiq chayqaladi, kolbani tiqin bilan yoping va har 10 daqiqada chayqab, kolbani 30 minut yolg'iz qoldiring.

Keyin kolba tarkibini doka yoki paxta orqali quruq kolba yoki stakanga filtrlanadi. Pipetka 50 sm³ har birining sig'imi 100-150 sm³ bo'lgan ikkita konussimon kolbalarga ekstraktlarni olib, 2-3 tomchi bromtimol ko'kning 1% li eritmasidan qo'shiladi. Aralashmani molyar konsentratsiyasi 0,1 mol/dm³ bo'lgan sulfat yoki xlorid kislota eritmasi bilan sariq rang paydo bo'lguncha titrlanadi.

Parallel aniqlashlar orasidagi tafovut 0,2 darajadan oshmaydi.

Ishqoriylik X, grad, quyidagi formula bilan aniqlanadi:

$$X = \frac{V \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 25 \cdot 50} \cdot k = 2Vk,$$

bu yerda V - kislota hajmi, sm³, titrlash uchun sarflangan;

250 - ekstrakt tayyorlash uchun distillangan suv hajmi, sm³;

100 - 100 g mahsulot miqdorini qayta hisoblash;

25 - mahsulot namunasining og'irligi, g;

1/10 - 0,1 mol / dm³ kislota eritmasini 1 mol / dm³ molyar konsentratsiyaga aylantirish omili;

50 – titrlash uchun olingan ekstrakt hajmi, sm³;

k - kislota eritmasining titriga tuzatish koeffitsienti.

Natijalarni 3.3.-jadvalga yozing.

3.3 - jadval

Pechene (pryaniklar) ishqoriyligini aniqlash uchun eksperimental ma'lumotlar

Aniqlanadigan qiymat	Sonli qiymat		
	1-aniqlash	2-aniqlasg	O'rtacha
Titrlash uchun ishqorning hajmi V, sm^3			
Kislotaligi X , grad			
Aniqlashlar orasidagi og'ish, grad			

Xulosa:

Nazorat savollari

1. Mahsulotlarning kislotaligining qanday turlari ajratiladi?
2. Umumiy va haqiqiy kislotalik nima bilan tavsiflanadi?
3. Mahsulotlarning umumiy va haqiqiy kislotaligi qanday birliklarda o'lchanadi?
4. Xom ashyo, yarim tayyor mahsulotlarning kislotaliligining texnologik ahamiyati nimada?
5. Ishqoriylik qaysi mahsulotlar uchun normallashtiriladi? Nega?
6. Mahsulotlarning kislotaliligi va ishqorligi qanday usullar bilan aniqlanadi?
7. Har bir usulga qisqacha tavsif bering?

5-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (HPLC) usulida mahsulot tarkibidagi kofein miqdorini aniqlash.

Ishning maqsadi: Alkogolsiz ichimliklardagi kofein tarkibini ultrabinafsha aniqlovchi teskari fazali Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (HPLC- High Performance Liquid Chromatography) orqali, konsentratsiyani aniqlash uchun cho'qqi balandligi va maydonidan foydalangan holda aniqlash.

Kerakli reaktivlar: Sirka kislotasi (CH_3COOH), Kofein, HPLC darajasidagi Metanol (CH_3OH), Deionlashtirilgan distillangan (dd) suv, Millipore filtrlash moslamasi orqali 0,45 mm neylon membranalar bilan filtrlanadi va gazzsizlanadi.

20 mg kofein / 100 ml dd suv (0,20 mg / ml) eritmasini tayyorlang. 0,05, 0,10, 0,15 va 0,20 mg/ml bo'lgan standart eritmaları 2,5, 5,0, 7,5 va 10 ml eritmani mos ravishda 7,5 5,0, 2,5 va 0 ml dd suv bilan birlashtirib tayyorlang.

materiallar: Bir martalik plastik shprits, 3 ml (filtrlash uchun namuna), Gamilton shishasi HPLC shprits, 25 ml (namunani qo'lda yuklashdan foydalanilganda namunani yuborish uchun), Paster pipetkalari va lampochka, Avtomatik namuna oluvchi uchun flakon namunaları (agar avtomatik namuna oluvchi ishlatilsa), Alkogolsiz ichimliklar, kofeinli, Shprits filtri majmuasi, Membran filtri, Whiteplain, tsellyuloza nitrat, diametri 13 mm, gözenek hajmi 0,45 mm (namunani filtrlash uchun), Probirkalar, masalan, 13×100 mm bir martalik kultura quvurlar (namunani filtrlash uchun).

Uskunalar: Analitik balans, HPLC tizimi, UV-Vis detektor bilan, Membranani filtrlash va gazzizlantirish tizimi.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (HPLC) shartlari

Ustun- Waters mBondapak C18 (Waters, Milford, MA) yoki ekvivalent teskari fazali ustun;

Qo'riqlash ustuni- C18 Guard-Pak qo'shimchalari yoki unga tenglashtirilgan Waters Guard-Pak ustunli moduli;

Mobil bosqich- dd H₂O : HPLC darajasidagi metanol: sirka kislotasi, 65:35:1 (h/h/v)
(Birlashtirish, keyin filtrlash va gazzizlantirish);

Oqim tezligi- 1 ml/min;

Namuna halqasi hajmi -10 ml;

254 nm yoki 280 nm da detektorning absorbsiyasi;

Sezuvchanlik To'liq shkaladagi absorbans=0,2;

Grafik tezligi -1 sm/min.

Nazariy qism

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (HPLC) oziq-ovqat kimyosida ko'plab ilovalarga ega. HPLC bilan tahlil qilingan oziqovqat tarkibiy qismlariga organik kislotalar, vitaminlar, aminokislotalar, shakarlar, nitrosaminlar, ba'zi pestitsidlar, metabolitlar, yog' kislotalari, aflatoksinlar, pigmentlar va ba'zi oziqovqat qo'shimchalari kiradi.

Gaz xromatografiyasidan farqli o'laroq, tahlil qilinayotgan birikma uchuvchan bo'lishi shart emas. Biroq, aralashmalar harakatchan fazada bir oz eruvchanlikka ega bo'lishi kerak. In'ektsiya uchun erigan namunalar barcha zarrachalardan xoli bo'lishi muhim, shuning uchun santrifugalash va filtrlash keng tarqalgan protsedura hisoblanadi. Bundan tashqari, qattiq fazali ekstraktsiya odatda HPLC tahlilidan oldin namuna matritsasi bilan aralashadigan birikmalarni olib tashlash uchun namuna tayyorlashda qo'llaniladi.

Oziq-ovqat bilan bog'liq ko'plab HPLC tahlillari suv, suyultirilgan bufer, metanol yoki asetonitril kabi mobil faza nisbatan qutbli bo'lgan teskari fazali xromatografiyadan foydalanadi. Statsionar faza (ustunli qadoqlash) nisbatan qutbsiz bo'lib, odatda C8 yoki C18 uglevodorod bilan qoplangan kremniy zarralari. Aralashmalar ustun bo'ylab harakatlanar ekan, ular uglevodorodning statsionar fazasi va harakatlanuvchi fazasi o'rtasida bo'linadi.

Harakatlanuvchi faza xromatografik ajratish vaqtida doimiy bo'lishi mumkin (ya'ni, izokratik) yoki bosqichma-bosqich yoki doimiy ravishda o'zgarishi mumkin (ya'ni, gradient). Ustun oxirida bir-biridan ajratilgan birikmalar elute qilinganda, ularni aniqlash va miqdorini aniqlash uchun aniqlash kerak. Identifikatsiya ko'pincha ustundan birikmani elutsiya qilish uchun zarur bo'lgan suyuqlik hajmini (ushlab turish hajmi yoki ushlab turish vaqti sifatida ifodalanadi) bir xil sharoitlarda to'ldirilgan standart xromaning hajmi bilan solishtirish orqali amalga oshiriladi. Miqdorni aniqlash, odatda, qiziqish cho'qqisining cho'qqisi balandligi yoki maydonini standartning cho'qqi balandligi yoki maydoni bilan (bir xil saqlash vaqtida) solishtirishni o'z ichiga oladi. Natijalar odatda gramm boshiga milligram yoki oziq-ovqat namunasining millilitrlarida ifodalanadi.

Kofein. Kofein (shuningdek, matein, tein, guaranin purin alkaloidi, rangsiz yoki oq achchiq kristallardir. Bu qahva, choy, energetik ichimliklar va ko'plab alkogolsiz ichimliklar tarkibida mavjud bo'lgan psixoaktiv moddadir. Shuningdek, u farmatsevtik preparatlar tarkibiga kiradi. Kofein o'simliklarda mavjud: kofe, choy barglari, kakao loviyalari. Paragvay gulbarglari (mate) guarana, kola va boshqalar. U o'simliklar tomonidan barg, poya va donalarni iste'mol qiladigan hasharotlardan himoya qilish, shuningdek changlatuvchilarni rag'batlantirish uchun sintezlanadi. Hayvonlarda va odamlarda kofein markaziy asab tizimini rag'batlantiradi, yurak faoliyatini kuchaytiradi, yurak urishini tezlashtiradi, qon tomirlarining kengayishiga olib keladi (asosan skelet mushaklari tomirlari, miya (miya arteriyalari bo'shlig'ini toraytiradi), yurak, buyraklar), ko'payadi. siyish, trombositlar agregatsiyasini kamaytiradi (ammo, ba'zi hollarda, teskari ta'sirlar qayd etiladi).

Tibbiyotda kofein bosh og'rig'i, migrenni davolash vositasi sifatida, shamollashda nafas olish va yurak faoliyatini stimulyator sifatida, aqliy va jismoniy ish faoliyatini oshirish, uyquchanlikni bartaraf etish uchun ishlatiladi.

Kofein ko'pchilik "energetik ichimliklar" ning faol moddasidir (bu ichimliklarning ko'pchiligi 250-350 mg / l ni o'z ichiga oladi, lekin ba'zi energetik ichimliklar, xususan, sportchilar uchun ishlab chiqarilganlar, o'n baravar ko'proq kofeinni o'z ichiga olishi mumkin)

Kofein "energiya chaynash saqichlari" tarkibida mavjud (ko'pchilik 50-75 mg ni o'z ichiga oladi, ammo ba'zi STAY ALERT® energiya chaynash saqichlari, masalan, AQSh armiyasi uchun ishlab chiqarilganlar, 100 mg gacha kofeinni o'z ichiga oladi).

Qahvadagi kofein miqdori 380-650 mg/l, eriydigan kofeda 310-480 mg/l, Espresso kofeda 1700-2250 mg/l. "Cola" ichimligida taxminan 150 mg/l kofein mavjud. Choy tarkibidagi kofein miqdori juda keng diapazonda - quruq bargda 5-6 baravargacha - choy tupining navi va yoshiga, yig'ish vaqtiga, fermentatsiya davomiyligiga va boshqa omillarga qarab o'zgaradi. Pishirilgan choyda kofein miqdori ko'p jihatdan pishirish usuliga (davomiyligi, suv harorati) bog'liq va bir necha marta farq qilishi mumkin. Ko'pgina hollarda, qaynatilgan choydagi kofein miqdori 180-420 mg / l oralig'ida bo'ladi. Kofeinsiz mahsulotlar hali ham kofeinni o'z ichiga oladi, ammo kam miqdorda. Masalan, kofeinsiz qora choy odatda 1 litr ichimlik uchun 8 dan 42 mg gacha kofeinni o'z ichiga oladi. Kofeinsizlantirish jarayoni odatda qahvadan kofeinning 94% dan 98% gacha olib tashlanadi.

Kofe turi. Eriydigan kofe turlarida ishlatiladigan Robusta qahvasi jahon bozorida eng ko'p tarqalgan kofe donalari turi bo'lmish Arabicadan ikki barobar ko'p kofeinni o'z ichiga oladi. Shunday qilib, taxminan 170 g hajmdagi Robusta espresso stakanida 200 mg gacha kofein mavjud. Arabikaning shunga o'xshash chashkasida - taxminan 110 mg.

Har xil turdagi kola 100 g ga 15 dan 20 mg gacha kofeinni o'z ichiga oladi.

Energetik ichimliklarning standart qutisi (230 g) 70 dan 300 mg gacha kofein beradi. Ushbu ichimlikni sotib olayotganda, kompozitsiyani o'rganishni unutmang - ishlab chiqaruvchi o'z mahsulotidagi kofein tarkibini ko'rsatishi kerak.

200 g chashka kakaoda taxminan 20 mg kofein mavjud.

Taxminan 30 g og'irlikdagi qora shokolad bo'lagi - 20 mg kofein.

Taxminan 20 g og'irlikdagi sutli shokolad bo'lagi - olti mg kofein.

Ichimliklardagi kofein tarkibini teskari fazali HPLC yordamida ichimlikning boshqa tarkibiy qismlaridan ajratishdan oldin oddiy filtrlash orqali osongina aniqlash mumkin. Izokratik mobil faza odatda kofeinni ichimlikning boshqa tarkibiy qismlaridan etarli darajada ajratishni ta'minlaydi. Biroq, ko'proq tarkibiy qismlarga ega bo'lgan qahva kabi ichimliklarga qaraganda, alkogolsiz ichimliklar uchun ajratish va miqdorini aniqlash ancha osondir. Savdoda mavjud

bo'lgan kofein ichimliklardagi kofein miqdorini tepalik balandligi yoki maydoni bo'yicha aniqlash uchun tashqi standart sifatida ishlatilishi mumkin.

Ishni bajarish tartibi:

1. Ichimlik namunasini filtrlang.

(a) 3 ml li plastik shpritsdan pistonni chiqarib oling va shprits filtri moslamasini (membrana joyida) shprits bochkasiga ulang.

(b) Ichimlik namunasining bir qismini shprits bochkasiga o'tkazish uchun Paster pipetkasidan foydalaning.

Namunani membranali filtrdan o'tkazib, kichik probirkaga o'tkazish uchun shprits pistonini soling va bosing.

2. Hamilton HPLC shpritsini filtrlangan namuna bilan yuving, so'ngra 15-20 ml filtrlangan namunani oling (havo pufakchalarini olmaslikka harakat qiling).

3. HPLC injektor valfi YUKLASH holatida bo'lsa, shprits ignasini igna portiga oxirigacha kiriting.

4. 10 ml injektor halqasini namuna bilan to'liq to'ldirish uchun shprits pistonini sekin bosing.

5. Shpritsni bir vaqtning o'zida joyida qoldirish valfni INJECT holatiga o'tkazing (mobil faza endi namunani ustunga suradi) va detektordagi diagramma belgisi tugmasini bosing (diagramma yozuvchisi qog'ozida ish boshlanishini belgilash uchun).

6. Shpritsni chiqarib oling. (Vanani INJECT holatida qoldiring, shunda pastadir doimiy ravishda mobil faza bilan yuviladi va shu bilan o'zaro ifloslanishning oldini oladi.).

7. Kofein cho'qqisiga chiqqandan so'ng, keyingi in'ektsiyaga tayyorgarlik ko'rish uchun valfni LOAD holatiga qaytaring.

8. Qog'oz chetiga ismingizni va namuna turini yozib, namunangiz uchun xromatogrammani aniqlang.

9. 3–7-bosqichlarni takrorlang, har bir kofein standart eritmasini ikki yoki uch nusxada AOK qiling. (Eslatma: laborant laboratoriya mashg'ulotidan oldin barcha standart eritmalarni AOK qilishi mumkin. Keyin barcha xromatogrammalardagi cho'qqilarni kesib, nusxalash va har bir talabaga berish uchun bitta sahifaga yopishtirish mumkin.)

Hisoblash:

1. Namunangiz va kofein standartlari uchun kofein cho'qqisining balandligini (sm) o'lchang.

2. Namunangiz uchun kofein cho'qqisining maydonini (sm²) va kofein standartlarini hisoblang: Uchburchak uchun tenglamadan foydalaning, maydon=(yarim balandlikdagi kenglik) (balandlik).

Standart egri chiziq:

Kofein konsentratsiyasi. (mg/ml)	Rep Peak balandligi (sm)	Tepalik maydoni (sm ²)
0,05	1	
	2	
	3	
0,10	1	
	2	
	3	
0,15	1	
	2	
	3	

0,20	1	
	2	
	3	

3. Kofein standartlari ma'lumotlaridan foydalangan holda ikkita standart egri chiziqni tuzing: (a) Cho'qqi balandligi (sm) va kofein kontsentratsiyasi (mg/ml) va (b) Tepalik maydoni (sm²) va kofein kontsentratsiyasi (mg/ml).

4. Har ikkisi uchun chiziqlar tenglamalarini aniqlang standart egri chiziqlar. Cho'qqi balandligiga asoslangan chiziq tenglamasi: Tenglik maydoniga asoslangan chiziq tenglamasi.

5. Namunangizdagi kofein kontsentratsiyasini mg kofein/ml hisobida (a) cho'qqi balandligiga asoslangan standart egri chiziqdan va (b) cho'qqi maydoniga asoslangan standart egri chiziqdan foydalanib hisoblang. Har bir takrorlash uchun qiymatlarni hisobot qiling va vositalarni hisoblang. Namuna kofein konsentratsiyasi (mg/ml):

Rep	Cho'qqi balandligi	Tepalik maydoni
1		
2		
3		

6. Yuqoridagi 5-bosqichda aniqlangan o'rtacha qiymatlardan foydalanib, namunangizdagi kofein kontsentratsiyasini 12-ozda milligramm kofein bilan ifodalangan holda hisoblang. (1 ml=0,0338 oz) (a) cho'qqi balandligiga asoslangan standart egri chiziq va (b) cho'qqi maydoniga asoslangan standart egri chiziq yordamida mumkin.

Nazorat savollari

1. Uch nusxadagi qiymatlar va standart egri chiziqliligidan kelib chiqib, konsentratsiyani hisoblashda qo'llanilgan ikki usuldan qaysi biri bu holatda eng yaxshi ishlagandek tuyuldi?

2. Mobil faza va namunalarni filtrlash va gazsizlantirishnima uchun muhim edi?

3. Bu yerda qo'llaniladigan "teskari fazali" HPLC statsionar va harakatlanuvchi fazalar va elutsiya tartibi bo'yicha "normal faza" dan qanday farq qiladi?

6-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (HPLC) usulida mahsulot tarkibidagi antosiyanin miqdorini aniqlash.

Ishning maqsadi: Standart kontsentratsiyalarni aniqlash uchun spektrofotometrik absorbsiya ko'rsatkichlari va antosiyanidinlarning so'nish koeffitsientlaridan foydalangan holda teskari fazali HPLC orqali oddiy meva va sabzavotlardan antosiyanin kontsentratsiyasini ajratib olish va miqdorini aniqlashdan iborat.

Kerakli reaktivlar: 4 N HCl suvda (antotsiyanin gidrolizi uchun), Suvda 0,01% HCl (namunani olish uchun), Metanoldagi 0,01% HCl (C18 dan elutsiya uchun), Mobil faza A: 100% suv (o-fosfor kislotasi bilan pH 2,4), Mobil faza B: 60% metanol va 40% suv (o-fosfor kislotasi bilan pH 2,4). [Har bir mobil faza 0,45-dan filtrlanishi kerak. mm neylon membrana (Millipore) va vakuum ostida (taxminan 20 min/litr erituvchi) yoki sonikatsiya yordamida azotli shparj yordamida aralashtirish paytida gazsizlantiriladi.]

materiallar: Stakan, Pireks, 500 ml (gidroliz uchun qaynoq suv uchun), Blender, oshxona o'lchovi, namunani homogenlashtirish uchun, Bir martalik plastik shprits, 3–5 ml (filtrlash uchun namuna), Bir martalik plastik shprits, 3–5 ml (filtrlash uchun, Tarkibida antosiyaninlar bo'lgan meva yoki sabzavotlar (ko'k, uzum, qulupnay, qizil karam, mayin, gilos yoki antosiyaninlar bo'lgan tijorat sharbatlari), Gamilton shishasi HPLC shprits, 25 μ l (in'ektsiya uchun namuna), Teskari fazali C18 kartrij (SPE uchun, masalan, Waters C18 Sep-Pak, WAT051910), Shprits filtri (0,45 mikron PTFE, politetrafloroetilen), masalan, Whatman, Cat. #6785-2504, Probirkalar, vintli qopqoq, qopqoqli (antosiyanin gidrolizi uchun).

Uskunalar: Analitik balans, Issiq plastinka, HPLC tizimi, gradient, Vis detektorli (520 nm), Membranani filtrlash va gabsizlantirish tizimi, Spektrofotometr va kyuvetlar (1 sm yo'l uzunligi).

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (HPLC) shartlari

Ustun- Suvlar NovaPak C18 (WAT044375) yoki unga tenglashtirilgan teskari fazali ustun;
Qo'riqlash ustuni- C18 Guard-Pak qo'shimchalari bilan Waters Guard-Pak precolumn moduli;
Mobil bosqich- A bosqichi: 100% suv; B bosqichi: 60% metanol va 40% suv (ikkalasi o-fosforik kislota bilan pH 2,4 ga sozlangan);

Oqim tezligi- 1 ml/min;

Namuna halqasi o'lchami o'zgaruvchan -10-100 ml;

Detektor -520 nm da ko'rinadi;

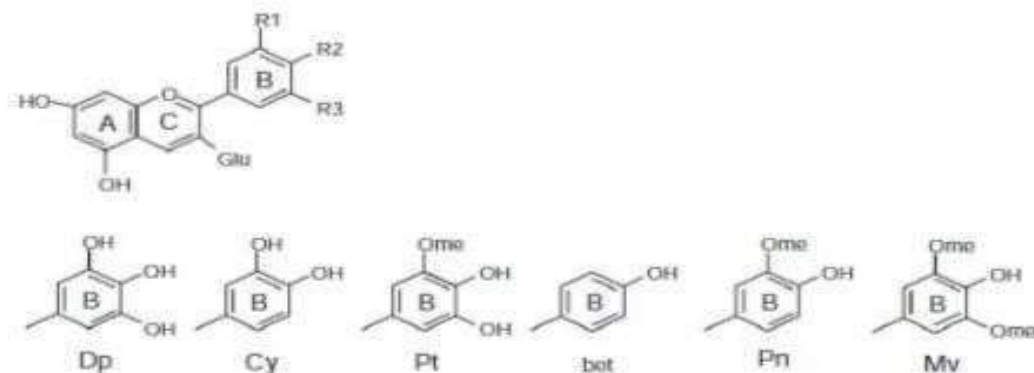
Gradient Lineer rampa. Vaqtni 100% Faza sharoitida ushlab turing B 15 daqiqadan so'ng ustun uzunligi va yoki ustun qadoqlash materialiga qarab farq qilishi mumkin.

Nazariy qism

Antosiyaninlar tabiiy ravishda paydo bo'lgan o'simlik pigmentlari bo'lib, eritma pH ga qarab turli xil ranglari bilan tanilgan. Antosiyaninlarni tahlil qilish ko'pincha ularning molekulyar tuzilishi va qutbliligi va shakar va / yoki organik kislota o'rnini bosuvchi moddalarning xilma-xilligi tufayli qiyin. Rang intensivligi antosiyaninlarni tahlil qilishning keng tarqalgan vositasidir, chunki monomerik antosiyaninlar 1 dan 3 gacha past pH qiymatlarida (oksonium yoki flaviliy shakllari) yorqin qizil rangga ega va 4 dan 6 gacha yuqori pH qiymatlarida deyarli rangsizdir (karbinol yoki psevdobaza shakllari). . Eritmadagi sof antosiyanin odatda Pivo qonuniga amal qiladi; shuning uchun kontsentratsiyani haqiqiy standart mavjud bo'lmaganda so'nish koeffitsienti bo'yicha baholash mumkin. Biroq, ko'p standartlar miqdorini aniqlash uchun ko'pincha ishlatiladigan siyanidin 3-glyukozid bilan tijoratda mavjud.

Qizil go'shtli meva va sabzavotlar turli xil esterlangan shakar o'rnini bosuvchi moddalar va / yoki asil bilan bog'langan organik kislotalar tufayli juda ko'p turli xil antosiyanin shakllarini o'z ichiga oladi. Biroq, ko'pchilik oziq-ovqatlar oltitagacha antosiyanin aglikonini (shakar yoki organik kislota o'rnini bosuvchi moddalarsiz, antosiyanidinlar deb ataladi) o'z ichiga oladi, ular delphinidin, siyanidin, petunidin, pelargonidin, peonidin va malvidinni o'z ichiga oladi (17-1-rasm). Antosiyaninni tahlil qilish uchun namuna tayyorlash odatda oziq-ovqat matritsasiidan ushbu birikmalarning qattiq fazali ekstraksiyasini, so'ngra shakar va/yoki organik kislota bog'lanishlarini olib tashlash uchun kislota gidrolizini o'z ichiga oladi. Keyin antosiyanidinlar teskari fazali HPLC bilan osongina ajratiladi.

Qattiq fazali ekstraksiyadan (SPE) foydalanish HPLC tahlilidan oldin biologik matritsadan aralashadigan birikmalarni olib tashlash uchun ishlatiladigan keng tarqalgan xromatografik namuna tayyorlash usuli hisoblanadi. Ushbu jismoniy ekstraksiya texnikasi teskari fazali HPLC ustunidagi haqiqiy ajratishga o'xshaydi. Ko'pgina SPE statsionar fazalari mavjud bo'lsa-da, teskari fazali C18 dan foydalanish. Odatda oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish uchun ishlatiladi. Nisbatan, antosiyaninlar meva va sabzavotlardagi boshqa kimyoviy tarkibiy qismlarga qaraganda kamroq qutbga ega va teskari fazali C18 SPE kartridjiga bog'lanishni o'qiydi. Qandlar, organik kislotalar, suvda eriydigan vitaminlar yoki metall ionlari kabi boshqa birikmalar kartrijga juda kam yoki umuman yaqinlik qilmaydi



(1-rasm) Antosiyanin tuzilmalari. B-halqadagi keng tarqalgan almashtirishlar quyidagilarni o'z ichiga oladi: Delphinidin (Dp), Cyanidin (Cy), Petunidin (Pt), Pelargonidin (Pg), Peonidin (Pn) va Malvidin (Mv).

HPLC yordamida birikmalarni ajratish qattiq tayanch (ustun) dan foydalanishni o'z ichiga oladi, uning ustida doimiy ravishda suyuq mobil faza oqadi. AOK qilingan namuna va statsionar va mobil fazalar bilan kimyoviy o'zaro ta'sirlar kolonkadan birikma funt suzish tezligiga ta'sir qiladi. Xuddi shunga o'xshash qutbli birikmalar uchun ko'pincha harakatlanuvchi fazalarning aralashmalaridan (gradient elyusiyasi) foydalanish qo'llaniladi. Teskari fazali statsionar fazalar antosiyanin ajralishlari uchun eng keng tarqalgan bo'lib, ular C8 yoki C18 kabi n-alkanlarning zanjir uzunligi o'zgarib turadigan silika asosidagi ustunning ustun hidrofobikligiga asoslanadi. Qutbli (suv) harakatchan fazadan keyin organik (spirtli) harakatlanuvchi faza bilan elute uchun dastlabki xromatografik sharoitlarni o'rnatish orqali antosiyaninlar odatda qutblanish tartibiga ko'ra elute bo'ladi. Siz shakar gliko tomonlarini olib tashlash uchun SPE va kislota gidrolizidan so'ng antosiyanidinlar (aglikonlar) uchun meva yoki sabzavotlardan ajratilgan antosiyaninlarni tahlil qilasiz. Shakar gidrolizidan so'ng namunalar birikmalarni ajratish uchun HPLC ga AOK qilinadi. O'simlik manbasiga qarab, siz qutulish mumkin bo'lgan o'simliklarda uchraydigan antosiyanidinlarini ifodalovchi 1 dan 6 gacha xromatografik cho'qqilarni olasiz.

Ishni bajarish tartibi:

1. 1. Taxminan torting. Antosiyaninli 10 g meva yoki sabzavot (aniq og'irlikni qayd eting) va blenderga soling. Taxminan qo'shing. 0,01% HCl ni o'z ichiga olgan 50 ml suv va yaxshilab aralashtiriladi (kislotali aseton, metanol yoki etanol ham suvni almashtirish uchun mos keladi). Antosiyaninlarni o'z ichiga olgan meva sharbatlari qo'shimcha tayyorgarliksiz ishlatilishi mumkin. 2. Hamilton HPLC shpritsini filtrlangan namuna bilan yuving, so'ngra 15-20 ml filtrlangan namunani oling (havo pufakchalarini

olmaslikka harakat qiling).

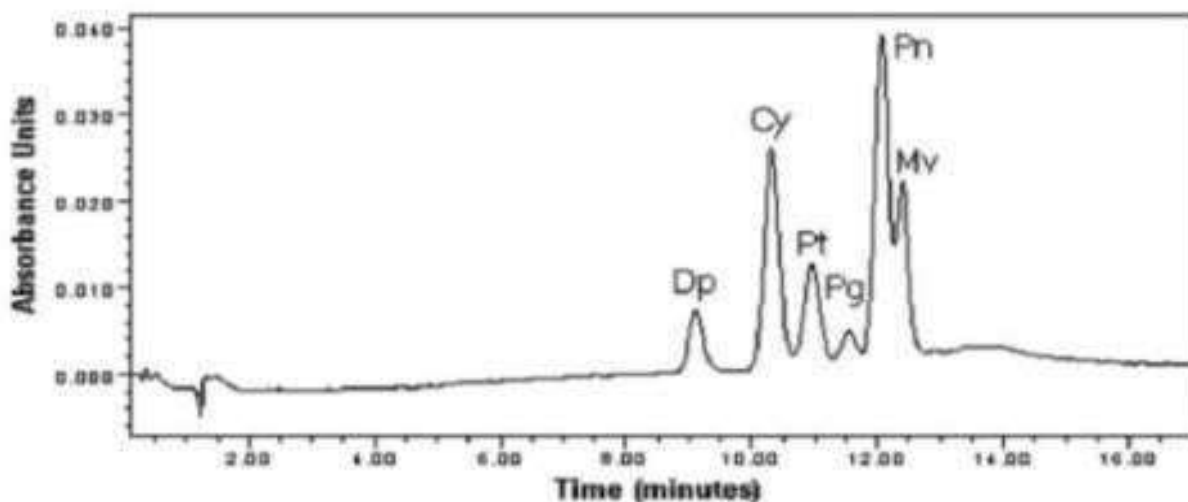
2. Gomogenatni filtr qog'ozidan filtrlang va suvli filtratni to'plang.
3. Zarur bo'lgunga qadar muzlatgichda saqlang.

Qattiq fazali ekstraksiya

1. Oldin 4 ml 100% metanol va keyin 0,01% HCl bilan kislotalangan 4 ml suv bilan yuvish orqali teskari fazali SPE kartrijini holatiga keltiring.
2. Ko'rinadigan pigmentni yo'qotmaslik uchun SPE kartrijidan sekin 1-2 ml sharbat yoki filtratni (aniq hajmni qayd eting) o'tkazing. Antosiya ninslari SPE tayanchiga yopishadi va shakar, organik kislotalar va askorbin kislota kabi kamroq qutbli birikmalar chiqariladi.
3. Suvda eruvchan qoldiqlarni olib tashlash uchun kartrijdan asta-sekin qo'shimcha 4 ml suv (0,01% HCl bilan to'ldirilgan kislota) o'tkazing. Bo'sh shprints bilan kartrij orqali havoni itarish yoki kartrijni azot gazi bilan quritib bo'lguncha yuvish orqali kartrijdagi qoldiq namlikni olib tashlang.
4. Antosiyaninlarni metanolda 4 ml 0,01% HCl bilan eluting va keyingi gidroliz uchun to'plang.

Kislota gidrolizi

1. Metanolda eritilgan 2 ml antosiyaninni pipetka bilan vintli probirkaga soling va ikki marta suyultirish koeffitsienti uchun teng hajmdagi suvli 4 n HCl (oxirgi kislota konsentratsiyasi=2 N) qo'shing (quyidagi hisob-kitoblarga qarang).



(2-rasm) Antosiyanidinlarning tipik teskari fazali HPLC xromatografi (uzum).

2. Qopqoq ostida vintli qopqoqli flakonni mahkam yoping va qaynoq suvga soling. 90 min.
3. Flakonni ochishdan oldin probirkalarni olib tashlang va xona haroratiga qadar sovutib oling. HPLC orqali tahlil qilish uchun 0,45 mikron PTFE shprints filtri orqali alikvotni filtrlang.
4. Filtrlangan ekstrakti HPLC ga AOK qiling va har bir birikma miqdorini aniqlash uchun eng yuqori joylarni yozing (2-rasmga qarang).

Hisoblash:

Tanlangan antosiyaninlar uchun haqiqiy standartlarni bir nechta manbalardan olish mumkin va ular ishlab chiqaruvchining tavsiyalariga muvofiq ishlatilishi kerak. Agar antosiyanin glikozidlaridan foydalansangiz, HPLC tahlilidan oldin kislota gidrolizi jarayoni o'tkazilishi kerak.

Ba'zi antosiyanin etkazib beruvchilari quyidagilarni o'z ichiga oladi:

1. Sianidin xlorid (Fisher Scientific, Pitsburg, PA, Cat.#: A385003M010).
2. Malvidin xloridi [ICN Biomedicals, Costa Mesa, CA, Cat.#: 203888, molekulyar og'irligi (MW) = 366,75].
3. Har xil antosiyanin standartlari (Polyphenolics Laboratoriyalar, Sandnes, Norvegiya).
4. Har xil antosiyanin standartlari (Indofine Chemical Company, Somerville, NJ).

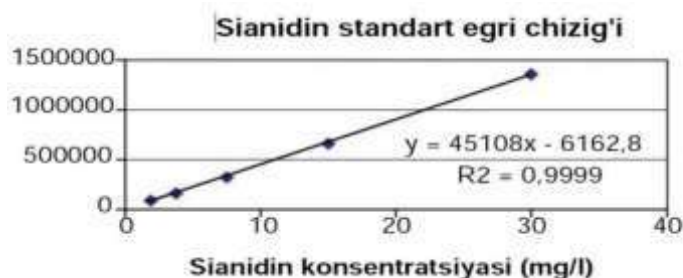
Siyanidin ko'plab meva va sabzavotlarda kata konsentratsiyalarda mavjud bo'lgan oddiy antosiyanin bo'lib, masalan, hisob-kitoblar uchun ishlatiladi. Standart egri chiziqni yaratish uchun A mobil fazasida (pH 2,4 da suv) siyanidinning standart eritmasi tayyorlanishi kerak. Haqiqiy konsentratsiya ishlab chiqaruvchidan ma'lum

bo'lmasa, standart bir xil erituvchining blankasiga nisbatan 520 nm spektrofotometrda uning absorbsiyasini aniqlash orqali aniqlanishi kerak. Siyanidin uchun molyar so'nish koefitsientidan foydalanish ishlab chiqaruvchidan; yoki siyanidin-3-glu kozid ekvivalentlari sifatida ifodalangan, 1 M eritma va 1 sm yorug'lik yo'li uchun $\epsilon=29,600$), konsentratsiya yordamida hisoblanadi.

1. Standart egri chiziq hosil qilish uchun HPLC ga bir qator standart konsentratsiyalarni kiriting (Eslatma: Bu muolajalar laboratoriya mashg'ulotidan oldin laboratoriya yordamchisi tomonidan bajarilishi mumkin).

2. Tijorat standarti uchun qiyalik olish uchun antosiyanin konsentratsiyasining eng yuqori maydonga nisbatan grafigini yarating va kislota gidrolizlangan namunalar joylariga qo'llang (3-rasmga qarang).

3. Har bir aniqlanishi mumkin bo'lgan birikmaning nisbiy konsentratsiyasini siyanidin ekvivalentlari (mg/L) sifatida ularning eng yuqori maydoniga qarab ifodalang (agar tijorat maqsadlarida foydalanilmasa).



**Siyanidin uchun odatiy standart egri chiziq.
standartlar xromatografidagi har bir tepalik uchun mavjud.**

Tepalik	Tepalik maydoni	Nisbiy konsentratsiya (mg/l)
1		
2		
3		
4		
5		
6		

Tepalik maydoni 2 marta ko'paytirilsa, kislota gidrolizi paytida yuzaga kelgan ikki karra suyultirishni qoplaydi. Namuna suyultirish koefitsientlari meva/sabzavotning ekstraktsiya hal qiluvchi hajmiga (namuna og'irligi + erituvchi hajmi/namuna og'irligiga) qarab hisoblanadi. Bitta quvvatli meva sharbatlari namunadagi suyultirish koefitsienti 1 ga teng bo'ladi.

7-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulida baliq moyi tarkibidagi A vitamin miqdorini aniqlash.

Ishning maqsadi: Baliq moyi tarkibidagi vitamin A miqdorini yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi usulida aniqlash

Kerakli reaktivlar va uskunalar: Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya, baliq moyi, geksan, kolbalar, analitik tarozi, pepetka.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (HPLC) shartlari

Ustun- Waters mBondapak C18 (Waters, Milford, MA) yoki ekvivalent teskari fazali ustun; Qo'riqlash ustuni- C18 Guard-Pak qo'shimchalari yoki unga tenglashtirilgan Waters Guard-Pak ustunli moduli;

Mobil bosqich- dd H₂O : HPLC darajasidagi metanol: sirka kislotasi, 65:35:1 (h/h/v) (Birlashtirish, keyin filtrlash va gabsizlantirish);

Oqim tezligi- 1 ml/min;

Namuna halqasi hajmi -10 ml;

254 nm yoki 280 nm da detektorning absorbsiyasi;

Sezuvchanlik To'liq shkaladagi absorbans=0,2;

Grafik tezligi -1 sm/min.

Nazariy qism

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi suyuqlik xromatografiyasi usulining bir ko'rinishi bo'lib, bunda qo'zg'aluvchan faza - elyuent kolonkadagi sorbentdan katta tezlikda yuqori bosim ostida o'tadi. Usul yuqori va quyi molekulali issiqlikka chidamsiz moddalarni ajratib olishga, ularning chinligini va miqdorini aniqlashga imkon beradi.

Hozirgi zamon xromatografiyalari quyidagi qismlardan tashkil topgan: yuqori samarali kolonka, dozator, yuqori bosimli nasos, yozuv qurilmali detektor, mikroprotessor (rasm 31). xromatograflar, shuningdek namunalarni avtomatik ravishda kolonkaga yuborish, reja asosida xromatografiyalash muhitini ushlab turish, ajratish jarayonining qulay sharoitini avtomatik tanlab berish, tahlil qilinayotgan aralashma tarkibidagi moddalarning chinligi va miqdorini aniqlab beruvchi moslamalar bilan ta'minlangan.

Yuqori bosimli nasos (200-500 atmgacha) elyuentni berilgan doimiy tezlikda kolonkaga etkazib beradi. Ba'zida mikrokolonkali xromatograflarda nisbatan past bosimli nasoslar qo'llaniladi (1-20 atmgacha). xromatografik kolonkalar zanglamaydigan po'lat (yokishisha)dan tayyorlangan bo'lib, uzunligi 10-25 sm, ichki diametri 0,3-0,8 sm (ko'pincha 0,4-0,5 sm) ga teng. Kolonkalar diametri 5-10 mkm bo'lgan dumaloq yoki notekis shakldagi adsorbent bilan yuqori bosimda suspensiyalar usul yordamida to'ldiriladi. Suspensiyalar usul bilan to'ldirilganda sorbent kolonkada bir tekis bo'lib zich joylashadi. Mikrokolonkali xromatograflarda kolonkalarining uzunligi va ichki diametri kichik bo'ladi (0,1-0,2 sm va undan ham kichik).

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida qo'llaniladigan adsorbent zarrachalari yuqori bosim ostida parchalanmasligi kerak. Zich joylashgan kichik diametrli (5-10 mkm) adsorbent bilan to'ldirilgan kolonkalar aralashmalarni yuqori samarali xromatografik taqsimlash xususiyatiga ega. xromatografiyalash jarayoni ketayotgan vaqtda kolonka harorati $\pm 0,10^\circ\text{S}$ aniqlikda ushlab turiladi. xromatografik taqsimlanish ko'pincha 20-250 da olib

boriladi.

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida ko'pincha refraktometrik yoki flyuorimetrik, to'liq uzunligi o'zgaruvchan (190-900nm) yoki o'zgarmaydigan (ko'pincha 254 nm) spektrofotometrik, shuningdek, alanga-ionlanish, elektro-kimyoviy, mass-spektrometrik va boshqa detektorlar ishlatiladi.

Adsorbent sifatida ko'pincha gidroksil guruhlar bilan qoplangan silikagel, turli funksional guruhlar bilan ishlangan silikagel, aluminiy oksidi, polimerlar, amaliyotda esa tayyor kolonkalar ishlatiladi. Silikagel bilan to'ldirilgan kolonkalar bilan ishlashda elyuent sifatida uglevodorodlar, ba'zida esa turli erituvchilar yoki spirt bilan aralashtirilgan uglevodorodlardan foydalaniladi.

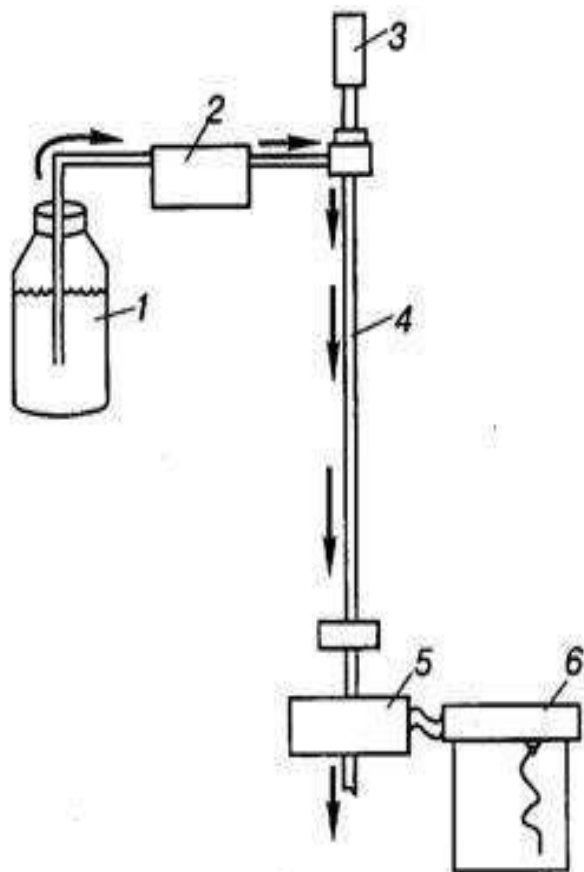
Gidrofob guruhlar bilan qoplangan silikagel bilan to'ldirilgan kolonkalarni yuvishda esa tarkibida quyi spirtlar yoki atsetonitril bo'lgan suvli eritmalar ishlatiladi. Ba'zida erituvchilar ikki marta tozalangan bo'lishi kerak. Tuz, kislota va asos ko'rinishidagi organik birikmalarni ajratishda juft-ion xromatografik usuldan foydalaniladi. Bunda gidrofob guruhlar bilan qoplangan silikagel adsorbenti, anion yoki kation tarkibida gidrofob guruh saqlovchi ionli birikmalar qo'shilgan suv-spirtli yoki suv-atsetonitrilli elyuentlar ishlatiladi.

Organik tuzilishga ega bo'lgan anion va kationlarni ion-almashinish suyuqlik xromatografiyasi yordamida ajratiladi. Adsorbentlar sulfo-, karboksil- yoki aminoguruhlar bilan qoplangan bo'lishi kerak. Elyuent sifatida ma'lum rN muhitga va ion kuchiga ega bo'lgan suvli bufer eritmalar ishlatiladi.

Metal kationlari bilan kompleks hosil qiluvchi moddalarni ajratishda ligand almashinish xromatografiyasi usulidan foydalaniladi. Taqsimlanish yoki moddalarning ajralishi tekshirilayotgan birikmalarning koordinatsion bog'lar hosil qilish xususiyatlari o'rtasidagi farqqa asoslangan bo'lib, ko'pincha aminokislotalarning izomerlari tahlil qilinadi. Adsorbentlar metal ionlari va ajralayotgan modda bilan kompleks birikmalar hosil qiluvchi guruhlar bilan qoplangan bo'ladi.

Moddalarning ajralish darajasi xromatogrammadagi ikki qo'shni cho'qqilarning balandliklari o'rtasidagi masofa va xromatografik chizmaning kengligi bo'yicha aniqlanadi. Cho'qqilar balandligi o'rtasidagi masofa aniqlanuvchi moddaga nisbatan adsorbentning selektivligiga, kengligi esa adsorbentning joylashishiga va elyuentning quyuqlik darajasiga bog'liq. Yuqori samarali kolonka adsorbentning selektivligi kichik bo'lsa ham moddalarni ajratib berish xususiyatiga ega.

Moddalar miqdorini aniqlashda xromatogramma mutlaq kalibrlash yoki ichki standartlar (gaz xromatografiyasi usuli kabi) usullari yordamida tahlil qilinadi. Yot moddalar xromatogrammadagi cho'qqilarni solishtirish bo'yicha aniqlanadi. Bir hil muhitda moddaning kolonkadan chiqish vaqti bir xil va doimiy bo'ladi va bu xususiyatdan aniqlanuvchi birikmaning chinligini aniqlashda foydalaniladi. Miqdoriy tahlilda cho'qqilar yuzalari hisoblanadi, chunki cho'qqi yuzasi moddaning miqdoriga to'g'ri mutanosib



1-расм. Юқори самарали
суюқлик хроматографининг
тузилиш чизмаси

1 - кўзгалувчан фаза солинган
идиш, 2 - насос, 3 - текширилувчи
намунани киритиш жойи, 4 -
хроматографиялаш колонкаси, 5
- детектор

Baliq moyi — treska, kambala, olabug‘a, sulaymonbaliq, paltus baliqlari jigaridan va dengiz sut emizuvchilarining teri osti yog‘ qatlamidan olinadigan moy. Sarg‘ish, tiniq suyuqlik bo‘lib, baliq hidi va mazasi bor. Tarkibida ko‘p miqdorda A va D vitaminlari, shuningdek yod va boshqa birikmalar bo‘ladi. Vitaminlashtirilgan Baliq moyi ham ishlab chiqariladi. Raxit, sil, shabko‘rlikning oldini olish va davolashda, singan suyakning bitishini tezlatish maqsadida ishlatiladi. Bolalarga 2 — 3 oyligidan kuniga 1-marta 1 — 2 tomchidan ichirib, har kuni 1 tomchidan ko‘paytira borib, bir choy qoshiqqa yetkaziladi. Homiladorlarga ham beriladi. Yozda Baliq moyi ichmagan ma‘qul. Kuygan, jarohatlangan joylarni, yarachaqalarni davolashda sirtidan ishlatiladi. Chorvachilikda buzoqlarga bir kunda 15 — 20 g, cho‘chqalarga 20 — 40 g berish tavsiya etiladi. Tovuqlarga kuniga 5 g dan berilganda tuxum qilishi ko‘payadi. Baliq moyi og‘zi berk idishlarda qorong‘i va salqin joyda saqlanishi kerak, chunki yorug‘likda Baliq moyi dagi D vitamini zaharli toksisterolga aylanishi mumkin. Baliq sanoati chiqindilaridan texnik Baliq moyi olinadi va u teri hamda sovun ishlab chiqarish da ishlatiladi. Baliq moyi tarkibidagi vitamin A miqdorini yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi usulida aniqlash

Aniqlanuvchi eritmani tayyorlash:

0,7 g baliq moyi (aniq tortma) 25 ml hajmli o‘lchov kolbasida geksanda eritiladi va belgisigacha geksan bilan etkaziladi. Tayyorlangan eritma xromatografik kolonkaga yuborishdan oldin sentrifugalanadi.

Standart eritmani tayyorlash:

0,035 g yoki 0,021 g (aniq tortma) faolligi 1 yoki 1,7 mln-ME/g bo‘lgan retinol palmitatning moyli eritmasi hajmi 100 ml bo‘lgan o‘lchov kolbasiga solinadi, geksanda eritiladi va belgisigacha etkaziladi. Tayyorlangan eritmadan 2 ml olib, hajmi 50 ml bo‘lgan o‘lchov kolbasiga solinadi va geksan bilan belgisigacha etkaziladi. Eritma xromatografik kolonkaga yuborishdan oldin sentrifugalanadi. Eritmani qorong‘i, harorati 00Sdan oshmagan joyda 5 kun

davomida saqlash mumkin.

xromatografiyalash sharoitlari:

Silasorb-600 (zarracha kattaligi 5 mkm) sorbent bilan to'ldirilgan 120x2 mm li kolonka. Qo'zaluvchan faza: geksan-dietil efiri (99,8:1,2). Oqim tezligi - 200 mkl/min. Kolonka harorati - hona xarorati. Detektor - UB-spektrofotometr, 326 nm.

Aniqlanuvchi va standart eritmalar hajmi - 10 mkl dan. xromatografiyalash kamida 3 marta qaytariladi. Bitta tahlil uchun elyuent hajmi - 2000 mkl. Retinol palmitatning ushlanish vaqti: 1,3-sis-izomer - 580 mkl (2,9 minut), trans-izomer (to'liq) - 710 mkl (3,5 minut).

Ishni bajarish tartibi:

Xromatograf yuqorida keltirilgan sharoitda tayyorlanadi. Namunalar kolonkaga yuboriladi va retinol palmitatning cho'qqilari bo'yicha sistemalarni ishlatish mumkinligi xaqidagi 1 va 2 mezonlar hisoblanadi.

Baliq moyi tarkibidagi A vitamin xromatogrammadagi 2 ta cho'qqi retinol palmitatning 1,3-sis va trans izomerlarining ushlanish vaqti bo'yicha aniqlanadi.

A vitamin miqdori (x) 1 g preparatga nisbatan ME da quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$X = \frac{S_i \cdot C_s \cdot 25}{S_s \cdot m}$$

bunda:

Si-aniqlanayotgan eritmadagi retinol efirlari cho'qqilari yuzalarining yig'indisi;

Ss-standart eritmadagi retinol efirlari cho'qqilari yuzalarining yig'indisi

Cs-standart eritmadagi A vitaminining ME/ml dagi konsentratsiyasi

m-baliq moyining g lardagi aniq og'irligi

25 - suyultirish hajmi, ml

Baliq moyi tarkibidagi A vitaminining miqdori 350-1000 ME/g bo'lishi kerak.

8-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Gaz xromatografiya usulida sharob tarkibidagi metanolni aniqlash

Ishning maqsadi: Sharob tarkibidagi metanol, n-propil spirti va izobutil spirtini ichki standart sifatida benzil spirtidan foydalangan holda gaz xromatografiyasi orqali aniqlash.

Kerakli reaktivlar: Etanol, 16% (hajm/hajm) deionizatsiyalangan distillangan (dd) suv bilan, 500 ml, Etanol, 50% (hajm/hajm) dd suv bilan, 3200 ml, Etanol, 95% (hajm/hajm) dd suv bilan, 100 ml,

Ma'lum miqdorda etanol va fusel spirlari yoki metanol bilan tayyorlangan:

1. 10,0 g metanol va 50% (hajm/hajm) etanol 1000ml
2. 5,0 g n-propil spirti va 50% (hajm/hajm) et. Anol 1000ml
3. 5,0 g izobutil spirti va 50% (hajm/hajm) eta nol 1000 ml gacha
4. 95% (hajm/hajm) etanolda 5,0 g benzil spirti 100 ml.

materiallar: Mexanik pipetka, 1000 ml, uchlari bilan, Dumaloq tubli kolba, 500 ml ,

Shpirts (GC uchun), 6 ta hajmli kolba, 100 ml, 4 ta hajmli kolba, 1000 ml.

Uskunalar: Analitik balans, Distillash moslamasi (issiqlik elementi 500 ml dumaloq pastki kolbaga mos keladi; sovuq suv kondensatori) , Gazli xromatografiya qurilmasi:

Gaz xromatografiyasi shartlari

Ustun-DB-mumi (30 m, 0,32 mm ID, 0,5 mm plyonka qalinligi) (Agilent Technologies, Palo Alto, CA) yoki ekvivalenti (kapillyar ustun) yoki 80/120 Carbowax BAW/5% Carbowax 20M, 6 fut×1/4 OD × 2 mm ID shisha ustunida (qadoqlangan ustun)

Injektor harorati 200 ° C

Ustun harorati 70 ° C dan 170 ° C gacha @ 5 ° C / min

Tashuvchi gaz- U 2 ml/min (qadoqlangan kolonka uchun 20 ml/min N₂)

Detektor - Olovning ionlanishi

Zaiflash- 8 (barcha yugurishlar uchun).

Nazariy qism

Gaz xromatografiyasi (GC) oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilishda juda ko'p qo'llaniladi. GC yog 'kislotalari, triglitseridlar, xolesterin, gazlar, suv, spirtlar, pestitsidlar, lazzat birikmalari va boshqalarni aniqlash uchun ishlatilgan. GC shakar, oligosakkaridlar, aminokislotalar, peptidlar va vitaminlar kabi boshqa oziq-ovqat komponentlari uchun ishlatilgan bo'lsada, bu moddalar yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi bilan tahlil qilish uchun ko'proq mos keladi. GC termal barqaror bo'lgan uchuvchi moddalarni tahlil qilish uchun juda mos keladi. Ushbu mezonlarga javob beradigan pestitsidlar va lazzat birikmalari kabi moddalar oziq-ovqatdan ajratilishi va to'g'ridan-to'g'ri GCga kiritilishi mumkin. Termik jihatdan barqaror bo'lmagan, uchuvchanligi juda past yoki qutblilik tufayli yomon xromatografik ajratishni beradigan birikmalar uchun GC tahlilidan oldin derivatizatsiya bosqichi amalga oshirilishi kerak. Bu erda tasvirlangan tajribaning ikki qismiga derivatizatsiya bosqichini talab qilmaydigan spirtlar tahlili va derivatizatsiyani talab qiladigan yog 'kislotalari tahlili kiradi. Tajribalar kapillyar ustunlardan foydalanishni belgilaydi, lekin birinchi tajriba o'ralgan ustun uchun shartlarni o'z ichiga oladi.

Sharob va distillangan spirtli ichimliklardagi fusel moylari deb ham ataladigan yuqori spirtlarning miqdorini aniqlash ushbu birikmalarning potentsial lazzat ta'siri tufayli muhimdir. Bu yuqori spirtlarga n-propil spirti, izobutil spirti va izoamil spirti kiradi. Ba'zi mamlakatlarda ma'lum alkogolli ichimliklardagi umumiy yuqori spirtli ichimliklarning maksimal va/yoki minimal miqdorini belgilovchi qoidalar mavjud. Stol sharobi odatda past darajadagi yuqori spirtli ichimliklarni o'z ichiga oladi, lekin shirin sharoblar, ayniqsa, sharob brendi bilan mustahkamlangan bo'lsa, yuqori darajalarni o'z ichiga oladi.

Metanol vino ishlab chiqarish jarayonida fermentative ravishda ishlab chiqariladi. Pektin-metilesteraza a-1,4-Dgalakturonopiranozaning metil efirini gidrolizlaydi.

Spirtli ichimliklarning tuzilishi va qaynash nuqtasi

1-jadval

Spirtili ichimliklar	Tuzilishi	bp (°C)
Metanol	CH_3OH	64.5
Etanol	$\text{CH}_3\text{—CH}_2\text{OH}$	78.3
n-propanol	$\text{CH}_3\text{—CH}_2\text{—CH}_2\text{OH}$	97
Izobutil spirti (2-metil 1-propanol)	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{—CH—CH}_2\text{OH} \end{array}$	108
Izoamil spirti (3-metil 1-butanol)	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{—CH—CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	
Faol amil spirti (2-metil-1-butanol)	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{—CH}_2\text{—CH—CH}_2\text{OH} \end{array}$	128
Benzil spirti	 $\text{—CH}_2\text{OH}$	205

Uzumda tabiiy ravishda mavjud bo'lgan va vinifikatsiya paytida ham qo'shilishi mumkin bo'lgan ushbu fermentning ta'siri sharobni to'g'ri tiniqlashtirish uchun zarurdir. Qo'shma Shtatlarda ishlab chiqarilgan oq vinolar qizil va pushti vinolarga (48-227 mg / l) nisbatan kamroq metanol (4-107 mg / L) o'z ichiga oladi. Metanol yuqori spirtlarga qaraganda past qaynash nuqtasiga ega (1-jadval), shuning uchun u tezroq uchuvchan bo'ladi va gaz xromatografiyasi (GC) ustunidan ertaroq chiqariladi. Metanol vino ishlab chiqarish jarayonida fermentative ravishda ishlab chiqariladi. Pektin-metilesteraza a-1,4-Dgalakturonopiranozaning metil efirini gidrolizlaydi. Distillangan suyuqliklardagi metanol va undan yuqori spirtlar gaz xromatografiyasi yordamida benzil spirti, 3-penli tanol yoki n-butil spirti kabi ichki standart yordamida osonlik bilan aniqlanadi. Quyida keltirilgan usul AOAC usullari

968.09 va 972.10 [Distillangan suyuqliklardagi alkogollar (yuqori) va etil asetat] ga o'xshaydi.

Ishni bajarish tartibi:

Gaz xromatografiyasi kolonnaning statsionar fazasidan o'tayotganda ajraladigan va miqdoriy aniqlash uchun aniqlanadigan birikmalarni uchuvchi holga keltirish uchun yuqori haroratlardan foydalanadi.

Namunani tayyorlash

1. Hajmi 100 ml li o'lchov kolbasini hajmiga qadar to'ldiring tahlil qilinadigan vino namunasi.
2. Sharobni 500 ml hajmli dumaloq tubi kolbaga quying va o'tkazishni yakunlash uchun o'lchov kolbasini bir necha marta dd suv bilan yuving. Agar kerak bo'lsa, qo'shimcha suv qo'shing va namunaning hajmini taxminan dd suvga keltiring. 150 ml.
3. Namunani distillash va distillatni toza 100 ml o'lchov kolbasiga oling. 100 ml hajm belgigacha to'lguncha distillashni davom ettiring.
4. Tahlil qilinadigan har bir ish standart eritmasi va vino namunasining 100 ml ga 1,0 ml dan benzil spirit eritmasidan qo'shing.

Namuna va ishchi standart yechimlarni tahlil qilish

1. Har bir namunadan va ishlaydigan standart eritmada 1 ml dan GC ustuniga alohida yugurishlarda AOK qiling (bo'linish nisbati 1:20). (Qadoqlangan kolonka uchun 5,0 ml AOK

qiling.)

2. Piklarning integrasiyasidan xromatogramma va ma'lumotlarni olish.

Hisoblash:

1. To'rtta ishchi standart eritmaning har birida metanol, n propil spirti va izobutil spirtining konsentratsiyasini (mg/ L) hisoblang (quyida namunaviy hisob-kitobga qarang).

Spirтли ichimliklar konsentratsiyasi (mg/l):

Ishlash standarti	Metanol	N-propil spirti	Izobutil spirti
-------------------	---------	-----------------	-----------------

1

2

3

4

2. Metanol, n-propil spirti va izobutil spirti uchun cho'qqi balandligi yoki cho'qqi maydoni nisbatlarini, har bir Ishchi standart yechim va vino namunasi uchun ichki standart bilan solishtirganda hisoblang. Qaysi biri metanol, n-pro pil spirti va izobutil cho'qqisi ekanligini aniqlash uchun quyidagi kromatogramma misoliga qarang. E'tibor bering, cho'qqilarning avtomatik integratsiyasi ma'lumotlari ushbu hisob-kitoblar uchun ishlatilishi mumkin. Jadvalda ko'rsatilgan nisbatlar haqida xabar bering. Spirтли ichimliklarning har bir turi uchun konsentratsiyani hisoblash misolini ko'rsating.

Ichki standart sifatida benzil spirti bilan metanol, n-propil spirti va izobutil spirtining turli konsentratsiyalarida alkogolning eng yuqori balandligi nisbati:

Tepalik balandligi nisbati

Spirтли ichimliklar kons.

Metanol

n-propil spirti

Izobutil spirti

(mg/l)

Benzil spirti

Benzil spirti

Benzil spirti

25

50

75

100

150

200

Sharob

namunasi

a Individual qiymatlar va nisbatni bering

3. Metanol, n-propil spirti va izobutil spirti uchun eng yuqori balandlik nisbatlaridan foydalangan holda standart egri chiziqlarni tuzing. Barcha chiziqlar bitta grafikda

ko'rsatilishi mumkin. Chiziqlar uchun tenglamalarni aniqlang.

4. Sharob namunasidagi metanol, n-pro-pil spirti va izobutil spirtining eng yuqori nisbatlarini va ularning konsentratsiyasini mg/L da hisoblang.

9-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Gaz xromatografiya usulida oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi yog' kislotalarini aniqlash va metil efirlarini tayyorlash.

Ishning maqsadi: Oziq-ovqat moylarida yog' kislotalarini aniqlash va metil efirlarini tayyorlash uchun ikkita usuldan foydalangan holda gaz xromatografiyasi orqali yog' kislotalari profilini va ularning yog'lardagi konsentratsiyasini aniqlash.

Kerakli reaktivlar: Bor trifloridi, Geksan, metanol, natriy xlorid (NaCl), Natriy gidroksid (NaOH), natriy sulfat (Na₂SO₄), Natriy metoksid.

Bor triflorid (BF₃) – metanolda, 12–14% yechim;

Geksan (GC darajasi. Agar yog' kislotalari tarkibida 20 C yoki undan ortiq atom bo'lsa, heptan tavsiya etiladi.);

Metanol natriy gidroksid 0,5N (2 g NaOH ni 100 ml metanolda eritib yuboring.);

Yog'lar: sof zaytun moyi, aspir yog'i, qizil ikra yog'i;

FAME GLC-60 mos yozuvlar standarti

1-jadval

Yo'q.	Zanjir	Element	og'irligi %
	C4:0	Metil butirat	4.0
1	C6:0	Metil kaproat	2.0
2	C8:0	Metil kaprilat	1.0
3	C10:0	Metil kaprat	3.0
4	C12:0	Metil laurat	4.0
5	C14:0	Metil miristat	10.0
6	C14:1	Metil miristoleat	2.0
7	C16:0	Metil palmitat	25.0
8	C16:1	Metil palmitoleat	5.0
9	C18:0	Metil stearat	10.0
10	C18:1	Metil oleat	25.0
11	C18:2	Metil linoleat	3.0
12	C18:3	Metil linolenat	2.0
13 14	C20:0	Metil araxidat	2.0

Ma'lumot standarti [GLC-60 gaz-suyuqlik xromatografiyasi (GLC) mos yozuvlar standarti, FAME 25 mg 10 ml geksanda eritiladi, (1-jadval) (Nu-Chek Prep, Inc. MN);

Natriy metoksid, metanoldagi 0,5 M eritmasi (Aldrich);

natriy xlorid, to'yingan;

Natriy sulfat, suvsiz donador.

Materiallar: Qaynayotgan kolba, 100 ml, sovunlash va esterifikatsiya qilish uchun suv bilan sovutilgan kondensatorli, Paster pipetkasi, Shprits, Qopqoq yopilgan flakonlar yoki namunali shisha.

Uskunalar: Analitik balans, sintrifuga, Vorteks aralashtirgich, Gazli xromatografiya qurilmasi(ishlash sharoitlari bilan).

Gaz xromatografiyasi shartlari

2-jadval

Asbob	Gaz xromatografi (Agilent 6890 yoki shunga o'xshash)
Detektor	Olovni ionlash detektori
Kapilyar ustun uzunligi ID (ichki diametri) 0,32 mm Df 1,0 mm	DB-Wax (Agilent, CA) yoki ekvivalenti 30 m
Tashuvchi gaz He	
Bo'yanish gazi	Azot
Namuna quyish	1 ml
Split nisbati Oqim tezligi	1:20 2 ml/min (xona haroratida o'lchanadi)
Injektor harorati 250 ° C	
Detektor harorati 250 ° S	
Harorat dasturi	
	Pechning dastlabki harorati 100°C
	Dastlabki vaqt 2 min
	Tezligi 5°C/min
	Yakuniy harorat 230 ° C
	Yakuniy vaqt 10 min

Nazariy qism

Gaz xromatografiyasi (GC) oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilishda juda ko'p qo'llaniladi. GC yog 'kislotalari, triglitseridlar, xolesterin, gazlar, suv, spirtlar, pestitsidlar, lazzat birikmalari va boshqalarni aniqlash uchun ishlatilgan. GC shakar, oligosakkaridlar, aminokislotalar, peptidlar va vitaminlar kabi boshqa oziq-ovqat komponentlari uchun ishlatilgan bo'lsada, bu moddalar yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi bilan tahlil qilish uchun ko'proq mos keladi. GC termal barqaror bo'lgan uchuvchi moddalarni tahlil qilish uchun juda mos keladi. Ushbu mezonlarga javob beradigan pestitsidlar va lazzat birikmalari kabi moddalar oziq-ovqatdan ajratilishi va to'g'ridan-to'g'ri GCga kiritilishi mumkin. Termik jihatdan barqaror bo'lmagan, uchuvchanligi juda past yoki qutblilik tufayli yomon xromatografik ajratishni beradigan birikmalar uchun GC tahlilidan oldin derivatizatsiya bosqichi amalga oshirilishi kerak. Bu erda tasvirlangan tajribaning ikki qismiga derivatizatsiya bosqichini talab qilmaydigan spirtlar tahlili va derivatizatsiyani talab qiladigan yog 'kislotalari tahlili kiradi. Tajribalar kapilyar ustunlardan foydalanishni belgilaydi, lekin birinchi tajriba o'ralgan ustun uchun shartlarni o'z ichiga oladi.

Oziq-ovqat mahsulotidagi yog 'kislotalari profili to'g'risidagi ma'lumotlar nafaqat umumiy yog'larni, balki to'yingan, to'yinmagan va mono to'yinmagan yog'larni ham o'lchashni o'z ichiga olgan ovqatlanishni belgilash uchun muhimdir. Gaz xromatografiyasi oziq-ovqat mahsulotining yog 'kislotalari profilini yoki yog' kislotalari tarkibini (sifat va miqdoriy jihatdan) aniqlash uchun ideal vositadir. Bu odatda lipidlarni ajratib olish va ularni kapillyar gaz xromatografiyasi yordamida tahlil qilishni o'z ichiga oladi.

Bunday tahlildan oldin triatsilgliserinlar va fosfolipidlar sovunlanadi va ajralib chiqqan yog 'kislotalari yog' kislotalari metil efirlarini (FAMES) hosil qilish uchun esterlanadi, shuning uchun uchuvchanlik kuchayadi.

Ushbu tajribada FAMElarni aniqlash uchun namuna tayyorlashning ikkita usuli qo'llaniladi: (1) natriy metoksid usuli va (2) bor trifluorid (BF₃) usuli. Natriy metoksid usulida natriy metoksid yog 'kislotalarini eritish uchun katalizator sifatida ishlatiladi. Bu usul dan o'z ichiga olgan to'yingan va to'yinmagan yog'li kislotalarga nisbatan qo'llaniladi. 4 dan 24 gacha uglerod atomlari. BF₃ usulida lipidlar sovunlanadi, yog 'kislotalari esa keyingi tahlil uchun BF₃ katalizatori ishtirokida ajralib chiqadi va esterlanadi.

Bu usul keng tarqalgan hayvon va o'simlik moylari va yog'lar, yog' kislotalari uchun qo'llaniladi. Sovunlanishi mumkin bo'lmagan lipidlar hosil bo'lmaydi va agar ko'p miqdorda bo'lsa, keyingi tahlilga xalaqit berishi mumkin. Ushbu usul ko'p miqdorda epoksi, gidroperoksi, aldegid, keton, siklopropil va siklopentil guruhlari va konjugatsiyalangan ko'p to'yinmagan va asetilen birikmalarini o'z ichiga olgan yog' kislotalarining metil efirlarini tayyorlash uchun mos emas, chunki bu guruhlar qisman yoki to'liq yo'q qilinadi.

Shuni ta'kidlash kerakki, ushbu laboratoriya mashg'ulotida AOAC Methods 996.06 emas, balki AOAC 969.33 usuli qo'llaniladi, bu trans yog'lariga e'tibor qaratilib, oziqlanishni belgilash usuli hisoblanadi. AOAC 969.33 usuli bilan taqqoslaganda, 996.06 usuli uzoqroq va qimmatroq kapillyar ustundan foydalangan, har bir namuna uchun ko'proq tahlil qilish vaqtini talab qiladi va murakkabroq hisob-kitoblarni o'z ichiga oladi.

Ishni bajarish tartibi:

(Bir namunani tayyorlash va in'ektsiya qilish bo'yicha ko'rsatmalar berilgan, ammo namunalar va standartlarning in'ektsiyalari takrorlanishi

I. Metil efirlarini tayyorlash

A usuli: Bor triflorid yordamida metil efirlarini tayyorlash (AOAC usuli 969.33 dan moslashtirilgan)

Eslatmalar: Metil esterni iloji boricha tezroq tahlil qilish yoki ampulada muhrlab, muzlatgichda saqlash kerak.

Bundan tashqari, ekvivalent 0,005% 2, 6-di-tert-butil 4-metilfenol (BHT) qo'shishingiz mumkin. 3 -jadvalga muvofiq kolba hajmini va reaktivlar miqdorini aniqlash uchun namuna hajmini bilish kerak .

Taxminiy namunadan kolba hajmi va reagent miqdorini aniqlash Hajmi

3-jadval

Namuna (mg)	Kolba (ml)	0,5 N NaOH (ml)	BF3 reaktivi (ml)
100–250	50	4	5
250–500	50	6	7
500–750	100	8	9
750–1000	100	10	12

1. 500 mg namunani (19-3-jadvalga qarang) 100 ml qaynoq kolbaga qo'shing. 8 ml metanolik NaOH eritmasi va qaynatish chipini qo'shing.
2. Yog 'globulalari paydo bo'lguncha kondensatorni va qayta oqimni biriktiring yo'qoladi (taxminan 5-10 minut).
3. Kondenser orqali 9 ml BF3 eritmasi qo'shing va 2 daqiqa qaynatishda davom eting.
4. Kondensator orqali 5 ml geksan solinadi va qaynatiladi yana 1 daqiqa.
5. Qaynayotgan kolbani olib tashlang va ca. 15 ml to'yingan NaCl eritmasi.
6. Qopqoqli kolba va 15 soniya davomida kuchli silkiting eritma hali ham iliq bo'lsa.
7. Suzish uchun qo'shimcha to'yingan NaCl eritmasini qo'shing kolba bo'yniga geksan eritmasi soling.
8. 1 ml yuqori geksan eritmasidan kichik shishaga soling va H₂O ni olib tashlash uchun suvsiz Na₂ SO₄ qo'shing.

B usuli: natriy bilan metil efirlarini tayyorlash Metoksid usuli:

1. O'tkazish uchun Pasteur pipetkasidan foydalanib, 100 mg ($\pm$ 5 mg) namunadagi moyini 0,1 mg aniqlikda torting va mahkam yopilgan qopqoqli flakon yoki kichik shishaga soling.
2. Flakonga 5 ml geksan qo'shing va qisqa vaqt ichida aylantiring lipidni eritish uchun.
3. 250 ml natriy metoksid reagentini qo'shing, flakonni mahkam yoping va 1 daqiqa davomida har 10 sekundda to'xtab, girdobning yiqilishiga imkon bering.
4. Flakonga 5 ml to'yingan NaCl eritmasidan qo'shing, flakon qopqog'ini yoping va 15 soniya davomida kuchli silkiting. 10 daqiqa tursin.
5. Geksan qatlamini olib tashlang va oz miqdorda Na₂ SO₄ ni o'z ichiga olgan flakonga o'tkazing . Fazalararo cho'kma (agar mavjud bo'lsa) yoki suvli fazani o'tkazmang.
6. Metil efirlarini o'z ichiga olgan geksan fazasini tahlil qilishdan oldin kamida 15 daqiqa davomida Na₂ SO₄ bilan aloqa qilishiga ruxsat bering.
7. Geksan fazasini keyingi GK tahlili uchun flakon yoki kichik shishaga o'tkazing. (Geksan eritmasi muzlatgichda saqlanishi mumkin).

II. Standartlar va namunalarni GCga kiritish

1. Shpirtsni uch marta geksan bilan va uch marta mos yozuvlar standart aralashmasi (25 mg 20A GLC Reference Standard FAME 10 ml geksanda eritilgan) bilan yuving. 1 ml standart eritma yuboring, shpirtsni in'ektsiya portidan chiqarib oling, so'ngra boshlash tugmasini bosing. Shpirtsni yana uch marta erituvchi bilan yuvib tashlang. Olingan xromatogrammani quyida tavsiflanganidek ishlatning.
2. Shpirtsni geksan bilan uch marta va A usuli bo'yicha tayyorlangan namuna eritmasi bilan uch marta yuving. 1 ml namuna eritmasini yuboring, shpirtsni in'ektsiya portidan chiqarib oling, so'ngra start tugmasini bosing. Shpirtsni yanauch marta erituvchi bilan yuvib tashlang. Olingan xromatogrammani quyida tavsiflanganidek ishlatning.
3. B usuli bilan tayyorlangan namunali eritma uchun 3-bosqichni takrorlang.

Ma'lumotlar va hisob-kitoblar

1. FAME mos yozuvlar standart aralashmasidan xromatogrammadagi cho'qqilar uchun saqlash vaqtlari va nisbiy tepalik joylari haqida hisobot bering. Ushbu ma'lumotdan xromatogrammadagi 14 ta tepalikni aniqlash uchun foydalaning.

Tepalik	Saqlash vaqti	Tepalik maydoni	Tepalikning identifikatori
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			

2. FAME mos yozuvlar standart aralashmasidan olingan xromatogrammadagi cho'qqilarni ushlab turish vaqtlaridan va moy profili haqidagi bilimingizdan foydalanib, tahlil qilingan har bir moy turi uchun xromatogrammadagi cho'qqilarni aniqlang. [Har bir yog'ning yog 'kislotali profiliga oid ma'lumot manba(lar)ingizni keltiring.] Derivatizatsiyaning ikkala usulidan olingan namunalar uchun hisobot natijalari.
Metil efirlarini tayyorlash uchun bor triflorid usulidan foydalangan holda xromatogramma natijalari:

Tepalik	Safflower yog'i		Sof zaytun moyi		Qizil ikra yog'i	
	Saqlash vaqt	Identifikatsiya	Saqlash vaqt	Identifikatsiya	Saqlash vaqti	Identifikatsiya
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						
13						
14						

Metil efirlarini tayyorlash uchun bor triflorid usulida foydalangan holda xromatogramma natijalari:

Tepalik	Safflower yog'i		Sof zaytun moyi		Qizil ikra yog'i	
	Saqlash vaqt	Identifikatsiya	Saqlash vaqt	Identifikatsiya	Saqlash vaqti	Identifikatsiya
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9						
10						
11						
12						
13						
14						

3. Guruhingiz tomonidan tahlil qilingan bitta moy uchuntajribada aniqlangan yog’ kislotali profilingizni keltirilgan adabiyot manbangizdagi bilan solishtirgan holda jadval (tegishli birliklar

bilan) tayyorlang.

	Miqdori aniqlangan	
	Adabiyotdagi miqdor	Bor trifluo minish usuli
C4:0		
C6:0		
C8:0		
C10:0		
C12:0		
C14:0		
C14:1		
C16:0		
C16:1		
C18:0		
C18:1		
C18:2		
C18:3		
C20:0		

Sinov qilingan moy turi:

10-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Gaz-suyuqlik xromatografida yog'-kislotalar tarkibini taxlil qilish va hisoblash.

Ishning maqsadi: Oziq-ovqat moylarida Gaz-suyuqlik xromatografiya usulida yog'-kislotalar tarkibini taxlil qilish va hisoblash.

Reaktiv va asboblari:

1. Metillangan yog' kislotalar
2. Gazli xromatogramma
3. Xromatografning miqro shpristi.

Materiallar: Qaynayotgan kolba, 100 ml, sovunlash va esterifikatsiya qilish uchun suv bilan sovutilgan kondensatorli, Paster pipetkasi, Shprits, Qopqoq yopilgan flakonlar yoki namunali shisha.

Gaz xromatografiyasi shartlari

1-jadval

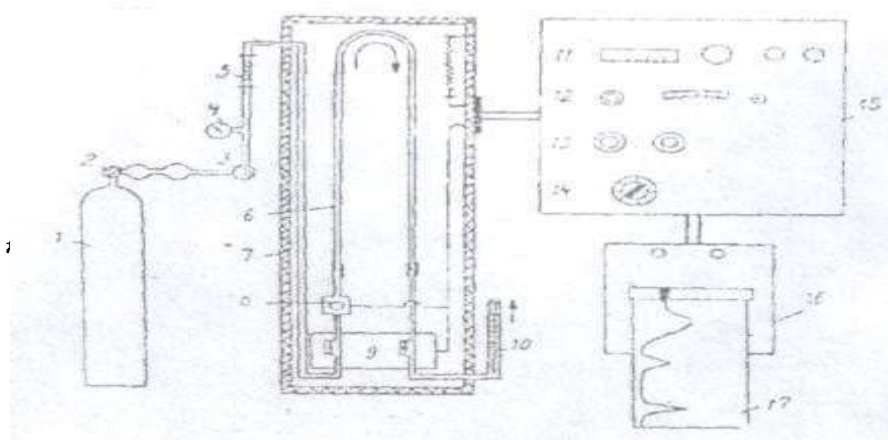
Asbob	Gaz xromatografi (Agilent 6890 yoki shunga o'xshash)
Detektor	Olovni ionlash detektori
Kapilyar ustun	DB-Wax (Agilent, CA) yoki ekvivalenti
uzunligi ID (ichki diametri) 0,32 mm	30 m
Df 1,0 mm	
Tashuvchi gaz He	
Bo'yanish gazi	Azot
Namuna quyish	1 ml
Split nisbati Oqim	1:20
tezligi	2 ml/min (xona haroratida o'lchanadi)
Injektor harorati 250 ° C	
Detektor harorati 250 ° S	
Harorat dasturi	
Pechning dastlabki harorati 100°C	
Dastlabki vaqt 2 min	
Tezligi 5°C/min	
Yakuniy harorat 230 ° C	
Yakuniy vaqt 10 min	

Nazariy qism

Gaz-suyuqlik xromatografiyasining boshqa taqsimlovchi xromatografiya usullaridan asosiy farqi shundaki, xarakatlanuvchi faza sifatida inert gaz ishlatiladi, xarakatsiz faza qattiq tutuvchiga adsorbstiyalangan holatda bo'ladi. Xarakatsiz fazalardan biri (polietilenglikoladipat, PEGA, PEG sukstinat yoki repleks 400) o'zining erituvchisida eritilib, xromatograf kolonkasiga to'ldiriladigan qattiq tutuvchi fazalardan biriga (xromosorb 101-105, porapak T yoki stelit 545) singdiriladi. To'g'ri tayyorlangan qattiq tutuvchi faza sochiluvchan bo'lishi va undan erituvchining xidi kelmasligi kerak. Qattiq tutuvchi faza kolonkaga oz-ozdan, ma'lum va doimiy zichlikda to'ldirilib, xarakatlanuvchi gaz fazasining qarshiliksiz o'tishi mumkin bo'lgan kanalchalar qolmasligi kerak. Tayyorlangan kolonkalarni ishlatishdan oldin bir necha soat ishchi haroratdan 25°S haroratda qazdirilib, ishlov beriladi. Bu vaqtda kolonka orqali xarakatlanuvchi gaz fazasi 5-

10 ml/min, tezlikda o'tkazilib turiladi. Kolonkadan chiqayotgan gaz defektor ifloslanmasligi uchun havoga chiqariladi.

Bu usulda aralashma tarkibidagi moddalarni bir-biridan individual holatda ajratish maxsus qurilma – gazli xromatograflarda amalga oshiriladi. Xromatografning asosiy qismlari quyidagilar: xromatografiya kolonkasi, defektor va samopisest (yozuvchi uskuna). Xromatograf ishlashi uchun inert gaz baloni ulanadi. Quyidagi rasmda xromatografning prinstipial sxemasi keltirilgan.



Rasm. Gaz-suyuqlik xromatografining prinstipial tuzilishi

- 1 – inert gazli balon; 2 – reduktor; 3 – aniq boshqarish ventili; 4 – manometr; 5 – reometr; 6 – xromatografiya kolonkasi; 7 – kolonka uchun termostat; 8 – tadqiqot qilinayotgan aralashmani kiritish joyi; 9 – detektor; 10 – gaz o'lchagich; 11 – termostat boshqaruvchisi; 12 – detektor boshqaruvchisi; 13,16 – samopisest; 14 – asosiy chizig'ini boshqaruvchisi; 15 – nazorat jixozlari paneli; 17 – xromatogramma.

Yog 'kislotalari to'rt guruhga bo'linadi: to'yingan, bir to'yinmagan, ko'p to'yinmagan va trans yog'lar. To'yingan yog 'kislotalari va trans yog'lari koroner yurak kasalligi xavfini oshiradi. Bir to'yinmagan yog 'kislotalari va ko'p to'yinmagan yog'li kislotalar yurak-qon tomir kasalliklari xavfini kamaytirish bilan bog'liq. Omega-3 yog 'kislotalari, ko'p to'yinmagan yog'li kislotalarning bir turi, shubhali yallig'lanishga qarshi xususiyatlari tufayli turli xil tibbiy sharoitlar uchun potentsial terapevtik vosita sifatida qaraladi. Mutaxassislarning ta'kidlashicha, vodorodlangan yog'lar va trans yog'lari bo'lgan ovqatlardan saqlanib, chunki ular yurak kasalliklari bilan bog'liq.

Yog 'kislotalari uzoq zanjirli uglevodorodlardir. Oziq-ovqatlarda yigirmadan ortiq turdagi yog' kislotalari mavjud. Yog 'kislotalarining manbalariga mevalar, o'simlik moylari, urug'lar, yong'oqlar, hayvon yog'lari va baliq yog'lari kiradi. Omega-3 yog 'kislotalari kabi muhim yog' kislotalari muhim hujayra funktsiyalarini bajaradi.

To'yingan yog'li kislotalarni iste'mol qilish yomon xolesterin darajasini oshiradi. Qisqa zanjirli yog 'kislotalari kamroq samarali. Uzunroq zanjirli yog 'kislotalari ham yomon xolesterin darajasini oshiradi. To'yingan yog'li kislotalarni iste'mol qilishni ko'paytirish yurak xastaliklari xavfini oshiradi.

Ishni bajarish tartibi:

Gaz-suyuqlik xromatografiyasini gazli xromatografda bajarishning mohiyati quyidagicha:

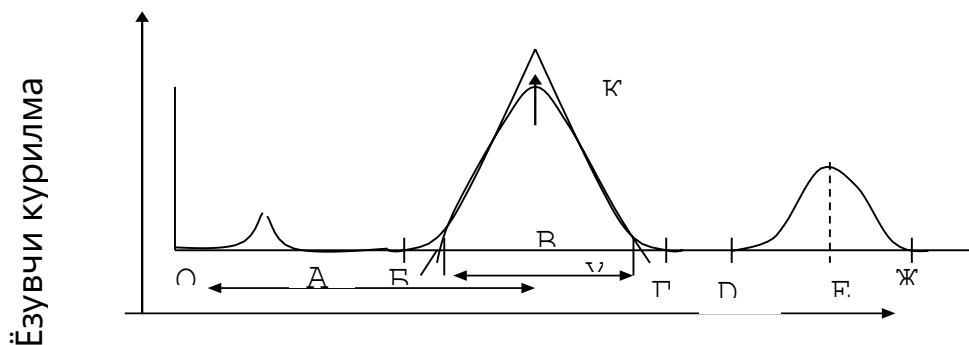
Xromatograf kolonkasi xaraktsiz suyuq faza shimdirilgan, kukunsimon qattiq tutuvchi faza bilan to'ldiriladi.

Termostatga joylangan kolonka qizdirilib, u orqali doimiy tezlikda inert gaz o'tkaziladi. Ma'lum haroratga etganda kolonkaga, mikroshprist yordamida, moy tarkibidan ajratilgan va metillangan yog' kislotalar aralashmasi yuboriladi. Aralashma yuqori harorat ta'sirida tezda qaynab, bug'ga aylanadi. Bug'langan aralashma komponentlarining bir qismi inert gaz bilan birga harakatlanib, xaraktsiz fazada eriydi, boshqalari esa kolonka bo'ylab uchishni davom ettiradi. Bug'langan komponentning xaraktsiz fazada eruvchanligi qancha kam bo'lsa, u shunchalik tez kolonka orqali o'tib ketadi.

Kolonkadan chiqayotgan inert gaz oqimi birin-ketin aralashma komponentlarini olib chiqadi. Har bir komponent bug'lari inert gaz xajmi bilan ajratilgan. Kolonkadan chiqayotgan gaz-bug' oqimining o'zgarayotgan fizik yoki kimyoviy xossasi detektorda qayd qilingan signali kuchaytirilib, chizuvchi moslama (samopisest) yordamida xromatogramma ko'rinishida chizib boriladi.

Xromatogrammani hisoblash

Xromatogrammada quyidagicha ko'rinish bo'lishi mumkin.



Vaqt yoki gazning doimiy tezlikdagi xajmlari

Xromatogrammadagi O vaqt kolonkaga aralashma yuborilgan vaqtga to'g'rikeladi.

OA, AB, GD orqali xromatogramma asosi bo'lib, bunda kolonkadan faqat inert gaz chiqayotgan vaqtga mos keladi. Xromatogrammadagi OV, OE, oraliqlar ayni komponentlarning to'xtash vaqti bo'lib, shu vaqtdagi kolonkadan o'tgangazning xajmi to'xtalish xajmi (V_R) deyiladi. To'xtalish xajmi xar bir komponentning o'ziga xos ko'rsatkichidir.

Gaz – suyuqlik xromatografiyasining aniqligini xromatogramмага qarab bilish mumkin. Bunda xakaratsiz fazaning xossalari va miqdori, kolonkaning uzunligi va temperaturasi cho'qqilar orasidagi masofaga ta'sir qilsa, inert gaz tezligi va bosimi, kolonkadagi qattiq tutuvchi faza zichligi, uning shakli va kesim yuzasi cho'qqi asosining enini belgilaydi.

Shuning uchun tadqiqot qilinayotgan aralashma tarkibidan kelib chiqqan xolda kolonka uzunligi va shakli tanlanadi.

Xromatogrammani hisoblash uchun xar bir cho'qqi uchburchak shaklida ko'rilib, uning yuzasini aniqlash uchun, cho'qqi balandligi asosiga ko'p aytilib ikkiga bo'linadi:

$$S = \frac{x}{N} \cdot \frac{y}{2};$$

S_n – har bir cho'qqining (uchburchakning) yuzasi modda miqdori deb qabul qilinadi.

Aralashma tarkibidagi har bir yog' kislotaning % miqdorini aniqlash uchun, uchburchaklar yuzlari o'lchamlari yig'indisi ($\sum S_n$) 100% deb qabul qilib, quyidagi bilan hisoblanadi:

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

Oziq-ovqat mahsulotlarini spektroskopiya usullarida tahlil qilish. Atom yutilish spektroskopiyasi orqali oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi natriy va kaliy miqdorini aniqlash

Ishning maqsadi: Ushbu tajribaning maqsadi oziq-ovqat mahsulotlarining natriy va kaliy tarkibini atom yutilish spektroskopiyasi yordamida aniqlashdan iborat.

Kerakli reaktivlar: Xlorid kislotasi (HCl) 7647-01-1 Vodorod periks, 30% (H_2O_2), Lantan xlorid ($LaCl_3$), Azot kislotasi (HNO_3), Kaliy xlorid (KCl), Natriy xlorid (NaCl).

(** Ushbu yechimlarni darsdan oldin laborant tomonidan tayyorlash tavsiya etiladi.)

Kaliy va natriy standart eritmalari, 1000 ppm

1 -jadvalda keltirilgan konsentratsiyalarning har birining 100 ml eritmalarini tayyorlash uchun ishlatiladi . Har bir standart eritma 10 ml konsentratsiyani o'z ichiga olishi kerak. HCl/100 ml yakuniy hajm.

1-jadval

AAS		ICP-AES	
Na	K	Na	K
0,20	0,10	50	50
0,40	0,50	100	100
0,60	1.00	200	200
0,80	1.50	300	300
1,00	2.00	400	400

Materiallar:

- Oldindan tozalangan va 550°C da mufelli pechda 18 soat davomida isitiladigan 2 ta tigel (quruq kul uchun);
- Desikator, quruq qurituvchi bilan;
- Ovqat hazm qilish naychalari (ho'l kul uchun; mos keladigan o'lcham ovqat hazm qilish bloki);
- Filtr qog'ozi, kulsiz;
- Hunilar, kichik (namunalarni filtrlash uchun);
- 50 ml sig'imga mo'ljallangan qopqoqli plastik butilkalar (yoki agar mavjud bo'lsa, avtomatik namuna oluvchiga sig'adigan qopqoqli plastik naychalar, 50 ml sig'irish uchun);
- 8 ta hajmli kolba, 25 ml;

- 4 ta hajmli kolba, 50 ml;
- O'lchov kolbasi, 100 ml;
- Volumetrik pipetkalar, 2 ml, 4 ml, 5 ml, 10 ml (2);
- Qayiq'larni/qog'ozlarni torting.

Uskunalar: Analitik balans, Atom yutish spektroskopiya birligi, Ovqat hazm qilish bloki (nam kullash uchun; 175°C ga sozlangan), Induktiv bog'langan plazma-atomik yutilish spektroskopiya birligi.

Nazariy qism

Oziq-ovqatlardagi o'ziga xos minerallarning konsentratsiyasini turli usullar bilan aniqlash mumkin. Ushbu laboratoriyaning maqsadi sizni atom yutilish spektroskopiyasi (AAS) va atom emissiya spektroskopiyasidan (AES) shu maqsadda foydalanish bilan tanishtirishdir. AESning o'ziga xos turi induktiv ravishda bog'langan plazma-atom emissiya spektroskopiyasi (ICP-AES) bo'ladi.

So'nggi yillarda ba'zi asboblarda ishlab chiqaruvchilari AES asboblari "optik emissiya spektrometrlari" (OES) deb atay boshladilar, chunki ular hayajonlangan atomlar asosiy holatga qaytganda chiqariladigan yorug'likni o'lchaydilar. Ushbu tajribada OES emas, balki AES atamasi qo'llaniladi, ammo bu ikki atama o'zaro o'zgaruvchan.

Ushbu tajriba AAS va ICP-AES tomonidan natriy (Na) va kaliy (K) tarkibini aniqlash uchun standartlar va namunalarni tayyorlashni belgilaydi. Tahlil qilish uchun tavsiya etilgan namunalarga tahlildan oldin nam va/yoki quruq kulni talab qiluvchi ikkita qattiq oziq-ovqat mahsuloti (kushpoq va kartoshka chiplari) va bitta suyuq oziq-ovqat mahsuloti (tiniq sport ichimligi yoki tiniq meva sharbati) kiradi.

Qattiq namunalarni nam kullash va quruq kullash jarayonlari tasvirlangan. Ikkala turdagi kul bilan tajriba to'plash mumkin va ikkala usulning natijalarini solishtirish mumkin. Ushbu tajribadan olingan natriy natijalarini ion selektiv elektrodni, Mohr titrlash va Quantab® test chiziqlarini tahlil qilishning tezroq usullaridan foydalanadigan tajribada bir xil mahsulotlarni tahlil qilish natijasida olingan natriy natijalari bilan solishtirish mumkin.

Ishni bajarish tartibi:

Atom yutilishi atomlarning energiyani *yutishiga* asoslanadi, bir marta olovdan olingan issiqlik energiyasi molekulalarni atomlarga aylantiradi. Energiyani yutib, atomlar asosiy holatdan hayajonlangan holatga o'tadi. So'rilgan energiya ichi bo'sh katod chiroqdan ma'lum bir to'lqin uzunligiga ega.

Ulardan biri yutilishni ichi bo'sh katodli chiroqdan chiqadigan va detektorga yetib boradigan energiya miqdori o'rtasidagi farq sifatida o'lchaydi. So'rilish konsentratsiya bilan bog'liq.

Namuna tayyorlash: Suyuq namunalar

1. Tegishli hajmdagi suyuqlik namunasini 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga soling. Sport ichimligi uchun AAS tomonidan Na va K tahlillari uchun 0,2 ml dan foydalaning.

ICP-AES orqali Na tahlili uchun 50 ml va K tahlili uchun 80 ml dan foydalaning.

2. 10 ml kons. HCl.
3. Hajmigacha deionizatsiyalangan distillangan (dd) suv qo'shing.
4. Yaxshilab silkiting. (Agar zarrachalar mavjud bo'lsa, namunani kulsiz filtr qog'ozi orqali filtrlash kerak bo'ladi.)
5. Tegishli suyultiring va tahlil qiling (AAS uchun namunaga LaCl_3 ni yakuniy 0,1% ga qo'shing).

Bo'sh suyuqlik:

Namuna tayyorlash tartib-qoidalariga rioya qilgan holda, namunani hisobga olmaganda, tahlil qilish uchun suyuq bo'sh namunani tayyorlang.

Namuna tayyorlash: qattiq namunalar

I. Nam kul

Eslatma: Ta'riflangan ovqat hazm qilish jarayoni nitrat kislota va vodorod periks bilan nam hazm qilishdir. Buning o'rniga boshqa hazm qilish turlaridan foydalanish mumkin.

1. Har bir namunaga bitta hazm qilish trubkasi va reagent blankasi uchun bitta naychani belgilang (nazorat).
2. Har bir namunadan 300-400 mg aniq torting va ovqat hazm qilish trubasiga soling. Namunalarni ikki yoki uch nusxada tayyorlang.
3. Har bir probirkaga 5 ml konsentrlangan nitrat kislota pipetka bilan soling, kislota qo'shayotganda probirkaning yon tomonlarini yuving.
4. Namunalar va reagent blankasi bo'lgan naychalarni hazm qilish blokiga o'rnatib. Ovqat hazm qilish blokini yoqing va hazm qilishni boshlash uchun 175°C ga qo'ying.
5. Namunalarni nitrat kislota sindirish jarayonida qisqichlar va himoya qo'lqoplar yordamida bir yoki ikki marta muloyimlik bilan aylantiring.
6. Jigarrang gaz suzishni boshlaganda (yoki eritma bug'lana boshlaganda, agar jigarrang gaz bo'lmasa) ovqat hazm qilish blokidan naychalarni olib tashlang va sovutgichga o'rnatib. Ovqat hazm qilish blokini o'chiring.
7. Namunalarni kamida 30 daqiqa sovutib turing. (Namunalar shu nuqtada 24 soatgacha saqlanishi mumkin.)
8. Har bir kolbaga 4 ml 30% li vodorod periks qo'shing, bir vaqtning o'zida bir nechta naychani bajaring. Naychalarni muloyimlik bilan aylantiring. Naychalarni hazm qilish blokiga qaytaring. Hali 175°C ga o'rnatilgan hazm qilish blokini yoqing.
9. Tez aylanayotgan pufakchalar paydo bo'lishi bilan ko'rsatilgan reaksiyaning boshlanishi uchun naychalarni diqqat bilan kuzatib boring. Reaksiya boshlanishi bilanoq naylarni blokdan olib tashlang va reaksiyani sovutish tokchasida davom ettiring.
10. Barcha namunalar va reaktiv blankasi uchun 8 va 9-bosqichlarni takrorlang.
11. Barcha naychalarni hazm qilish blokiga qo'ying va taxminan 10 gacha qoldiring. 1-1,5 ml qoladi, so'ngra har bir naychani hazm qilish blokidan olib tashlang.

Bu hazm qilish jarayonida har 10-15 daqiqada naychalarni tekshiring. (Agar naychalar hazm qilish blokida juda uzoq vaqt qolsa va ular qurib qolsa, olib tashlang, sovutib oling va ehtiyotkorlik bilan taxminan 2 ml konsentrlangan nitrat kislota qo'shing va isitishni davom eting.) Barcha naychalar hazm bo'lganda va olib

tashlangandan keyin hazm qilish blokini o'chiring. .

12. Namunalarni dd suv bilan o'lchov kolbasida ko'rsatilganidek suyultiring. 2-jadval . (AAS uchun namuna olish uchun 0,1% yakuniy konsentratsiyaga LaCl₃ qo'shing.)

13. Agar kerak bo'lsa, Whatman tomonidan qotib qolgan kulsiz y540 filtr qog'ozidan foydalangan holda namunalarni AAS yoki ICP-AES tomonidan tahlil qilish uchun mos idishga filtrlang.

(Ehtiyot bo'ling: Ba'zi namunalar kuchli reaksiyaga ega bo'ladi va ba'zilari uchun namuna qaynab ketish xavfi bilan naychaning yuqori qismiga ko'tariladi.)

II. Quruq kul

1. Aralashtirilgan yoki maydalanganlarni aniq torting. Ig quruq moddadan namunani tigelga soling (ya'ni, namlik miqdorini hisobga oling, shuning uchun sizda taxminan 1 g quruq mahsulot bo'ladi).

2. Qaynayotgan suv hammomida namunani oldindan quriting.

3. Namunani vakuumli pechda to'liq quritish 100 ° S, 26 dyuym Hg, 16 soat davomida.

4. Quruq kul namunasini 550°C da 18 soat davomida quriting, keyin desikatorda sovushini kuting.

5. Kulni 10 ml HCl eritmasida (1:1, HCl:H₂O) eritiladi.

6. 11-2 -jadvalda ko'rsatilganidek, namunalarni o'lchov kolbasida dd suv bilan mos ravishda suyultiring . (AAS uchun namuna olish uchun 0,1% lik LaCl yakuniy konsentratsiyasini qo'shing.).

7. Agar kerak bo'lsa, Whatman tomonidan qotib qolgan kulsiz y540 filtr qog'ozidan foydalangan holda namunalarni AAS yoki ICP-AES tomonidan tahlil qilish uchun mos idishga filtrlang.

Tahlil:

AAS va ICP-AESni ishga tushirish, ishlatish va o'chirish uchun ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga amal qiling. AAS dan foydalanganda asetilen va olovdan, ICP-AES dan foydalanganda suyuqlik yoki gaz argon va plazmadan ehtiyotkorlik bilan foydalaning. Standartlarni, reagent blankalarini va namunalarni tahlil qiling.

AAS va ICP-AES tomonidan Na va K tahlillari uchun namunalarni suyultirish, Wet a yoki Dry Ashingb dan foydalanish.

2-jadval

Namuna	Na		K	
	AAS	ICP-AES	AAS	ICP-AES
Mushuk				
Nam kullash Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi	Ashed namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,4 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 10 ml ga suyultiriladi
Quruq kul. Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 50 ml ga suyultiriladi	Ashed namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi
Tvorog				
Ho'l kul. Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,5 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 10 ml ga suyultiriladi	Ashed namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,7 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 5 ml ga suyultiriladi
Quruq kul. Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi	Ashed namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,5 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi
Qaynatilgan kartoshka				
Nam kullash Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 10 ml ga suyultiriladi	Ashed namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi
Quruq kul. Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi	Ashed namunasi 50 ml ga suyultiriladi, keyin 0,1 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 50 ml ga suyultiriladi

a Nam kullash uchun taxminan foydalangan. 300-400 mg

namunasi b Quruq kullash uchun taxminan foydalangan. 1 g namuna, quruq modda (plastik idishda foydalaning)

Ma'lumotlar va hisob-kitoblar

Eslatma: Turli ICP-AES ishlab chiqaruvchilari uchun chop etishlar orasidagi farqlar tabiati tufayli ICP operatori ICP-AES natijalarini sharhlashda yordam berishi kerak. Quyidagi ma'lumotlarga ishlov berish bo'yicha ko'rsatmalarda ko'rsatilganidek, agar ICP-AES emissiya ma'lumotlari standartlar uchun mavjud bo'lsa, ular qayd etilishi va AAS standart egri chiziqlari bilan taqqoslash uchun chizilishi kerak. Agar namunalar uchun ICP-AES emissiya ma'lumotlari mavjud bo'lsa, ular tegishli standart egri chiziq yordamida ppmdagi konsentratsiya ma'lumotlariga aylantirilishi kerak. Agar ICP-AES emissiya ma'lumotlari mavjud bo'lmasa, konsentratsiyani ppm da hisobot qiling.

Yakuniy javobning o'rtacha qiymatini aniqlashdan oldin har bir takroriy namuna uchun barcha hisob-kitoblarni alohida bajaring.

Standart egri chiziq ma'lumotlari

Kaliy standart egri chiziqlari		Natriy standart egri chiziqlari	
AAS	ICP-AES	AAS	ICP-AES
ppm Yutish	ppm Emissiya	ppm Absorbsiya	ppm Emissiya
50	1	50	1
100		100	5
200	5 10	200	10
300	20	300	20

Ma'lumotlar namunasi

Atom yutilish spektroskopiyasi

Namuna vakili		Namuna hajmi	Yutish ppm	Suyultirish	Suyultirilgan	Asl (mg/
		(g yoki ml)			ml (mg/ml).	mg/g)
					yoki g/g)	yoki mg/g)
Bo'sh	1			-	-	-
suyuqlik	2			-	-	-
Sport	1					
ichimligi	2					
Qattiq	1			-	-	-
bo'sh	2			-	-	-
Mushuk	1					
	2					
Dacha	1					
shaxmati	2					
Kartoshka	1					
chiplar	2					

12-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini spektroskopiya usullarida tahlil qilish. Induktiv bog'langan plazma-atom emissiya spektroskopiyasi yordamida oziq- ovqat mahsulotlari tarkibidagi natriy va kaliy miqdorini aniqlash.

Ishning maqsadi: Ushbu tajribaning maqsadi oziq-ovqat mahsulotlarining natriy va kaliy tarkibini induktiv bog'langan plazma-atom emissiya spektroskopiyasi yordamida aniqlashdan iborat.

Kerakli reaktivlar: Xlorid kislotasi (HCl) 7647-01-1 Vodorod periks, 30% (H_2O_2), Lantan xlorid ($LaCl_3$), Azot kislotasi (HNO₃), Kaliy xlorid (KCl), Natriy xlorid (NaCl).

(** Ushbu yechimlarni darsdan oldin laborant tomonidan tayyorlash tavsiya etiladi.)

Kaliy va natriy standart eritmaları, 1000 ppm

1 -jadvalda keltirilgan konsentratsiyalarning har birining 100 ml eritmalarini tayyorlash uchun ishlatiladi . Har bir standart eritma 10 ml konsentratsiyani o'z ichiga olishi kerak. HCl/100 ml yakuniy hajm.

1-jadval

AAS		ICP-AES	
Na	K	Na	K
0,20	0,10	50	50
0,40	0,50	100	100
0,60	1.00	200	200
0,80	1.50	300	300
1,00	2.00	400	400

Materiallar:

- Oldindan tozalangan va 550°C da mufelli pechda 18 soat davomida isitiladigan 2 ta tigel (quruq kul uchun);
- Desikator, quruq qurituvchi bilan;
- Ovqat hazm qilish naychalari (ho'l kul uchun; mos keladigan o'lcham ovqat hazm qilish bloki);
- Filtr qog'ozi, kulsiz;
- Hunilar, kichik (namunalarni filtrlash uchun);
- 50 ml sig'imga mo'ljallangan qopqoqli plastik butilkalar (yoki agar mavjud bo'lsa, avtomatik namuna oluvchiga sig'adigan qopqoqli plastik naychalar, 50 ml sig'dirish uchun);

- 8 ta hajmli kolba, 25 ml;
- 4 ta hajmli kolba, 50 ml;
- O'lchov kolbasi, 100 ml;
- Volumetrik pipetkalar, 2 ml, 4 ml, 5 ml, 10 ml (2);
- Qayiqqlarni/qog'ozlarni torting.

Uskunalar: Analitik balans, Atom yutish spektroskopiya birligi, Ovqat hazm qilish bloki (nam kullash uchun; 175°C ga sozlangan), Induktiv bog'langan plazma-atomik yutilish spektroskopiya birligi.

Nazariy qism

Oziq-ovqatlardagi o'ziga xos minerallarning konsentratsiyasini turli usullar bilan aniqlash mumkin. Ushbu laboratoriyaning maqsadi sizni atom yutilish spektroskopiyasi (AAS) va atom emissiya spektroskopiyasidan (AES) shu maqsadda foydalanish bilan tanishtirishdir. AESning o'ziga xos turi induktiv ravishda bog'langan plazma-atom emissiya spektroskopiyasi (ICP-AES) bo'ladi.

So'nggi yillarda ba'zi asboblarni ishlab chiqaruvchilari AES asboblarni "optik emissiya spektrometrlari" (OES) deb atay boshladilar, chunki ular hayajonlangan atomlar asosiy holatga qaytganda chiqariladigan yorug'likni o'lchaydilar. Ushbu tajribada OES emas, balki AES atamasi qo'llaniladi, ammo bu ikki atama o'zaro o'zgaruvchan.

Ushbu tajriba AAS va ICP-AES tomonidan natriy (Na) va kaliy (K) tarkibini aniqlash uchun standartlar va namunalarni tayyorlashni belgilaydi. Tahlil qilish uchun tavsiya etilgan namunalarga tahlildan oldin nam va/yoki quruq kulni talab qiluvchi ikkita qattiq oziq-ovqat mahsuloti (kushpoq va kartoshka chiplari) va bitta suyuq oziq-ovqat mahsuloti (tiniq sport ichimligi yoki tiniq meva sharbati) kiradi.

Qattiq namunalarni nam kullash va quruq kullash jarayonlari tasvirlangan. Ikkala turdagi kul bilan tajriba to'plash mumkin va ikkala usulning natijalarini solishtirish mumkin. Ushbu tajribadan olingan natriy natijalarini ion selektiv elektrodnlarni, Mohr titrlash va Quantab® test chiziqlarini tahlil qilishning tezroq usullaridan foydalanadigan tajribada bir xil mahsulotlarni tahlil qilish natijasida olingan natriy natijalari bilan solishtirish mumkin.

Ishni bajarish tartibi:

Atom emissiyasi olovdan olingan issiqlik energiyasi molekulalarni atomlarga aylantirgandan so'ng, atomlarni asosiy holatdan hayajonlangan holatga ko'targandan so'ng, energiya chiqaradigan atomlarga asoslanadi. Atomlar hayajonlangan holatdan asosiy holatga tushganda ma'lum bir to'lqin uzunligi energiyasini chiqaradi.

Ulardan biri qiziq element uchun xos bo'lgan to'lqin uzunligining chiqarilgan energiya miqdorini o'lchaydi. Emissiya konsentratsiya bilan chiziqli bog'liqdir.

Namuna tayyorlash: Suyuq namunalar

1. Tegishli hajmdagi suyuqlik namunasini 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga soling. Sport ichimligi uchun AAS tomonidan Na va K tahlillari uchun 0,2 ml dan foydalaning.

ICP-AES orqali Na tahlili uchun 50 ml va K tahlili uchun 80 ml dan foydalaning.

2. 10 ml kons. HCl.
3. Hajmigacha deionizatsiyalangan distillangan (dd) suv qo'shing.
4. Yaxshilab silkiting. (Agar zarrachalar mavjud bo'lsa, namunani kulsiz filtr qog'ozi orqali filtrlash kerak bo'ladi.)
5. Tegishli suyultiring va tahlil qiling (AAS uchun namunaga LaCl_3 ni yakuniy 0,1% ga qo'shing).

Bo'sh suyuqlik:

Namuna tayyorlash tartib-qoidalariga rioya qilgan holda, namunani hisobga olmaganda, tahlil qilish uchun suyuq bo'sh namunani tayyorlang.

Namuna tayyorlash: qattiq namunalar

I. Nam kul

Eslatma: Ta'riflangan ovqat hazm qilish jarayoni nitrat kislota va vodorod periks bilan nam hazm qilishdir. Buning o'rniga boshqa hazm qilish turlaridan foydalanish mumkin.

1. Har bir namunaga bitta hazm qilish trubkasi va reagent blankasi uchun bitta naychani belgilang (nazorat).
2. Har bir namunadan 300-400 mg aniq torting va ovqat hazm qilish trubasiga soling. Namunalarni ikki yoki uch nusxada tayyorlang.
3. Har bir probirkaga 5 ml konsentrlangan nitrat kislota pipetka bilan soling, kislota qo'shayotganda probirkaning yon tomonlarini yuving.
4. Namunalar va reagent blankasi bo'lgan naychalarni hazm qilish blokiga o'rnatib. Ovqat hazm qilish blokini yoqing va hazm qilishni boshlash uchun 175°C ga qo'ying.
5. Namunalarni nitrat kislota sindirish jarayonida qisqichlar va himoya qo'lqoplar yordamida bir yoki ikki marta muloyimlik bilan aylantiring.
6. Jigarrang gaz suzishni boshlaganda (yoki eritma bug'lana boshlaganda, agar jigarrang gaz bo'lmasa) ovqat hazm qilish blokidan naychalarni olib tashlang va sovutgichga o'rnatib. Ovqat hazm qilish blokini o'chiring.
7. Namunalarni kamida 30 daqiqa sovutib turing. (Namunalar shu nuqtada 24 soatgacha saqlanishi mumkin.)
8. Har bir kolbaga 4 ml 30% li vodorod periks qo'shing, bir vaqtning o'zida bir nechta naychani bajaring. Naychalarni muloyimlik bilan aylantiring. Naychalarni hazm qilish blokiga qaytaring. Hali 175°C ga o'rnatilgan hazm qilish blokini yoqing.
9. Tez aylanayotgan pufakchalar paydo bo'lishi bilan ko'rsatilgan reaksiyaning boshlanishi uchun naychalarni diqqat bilan kuzatib boring. Reaksiya boshlanishi bilanoq naylarni blokdan olib tashlang va reaksiyani sovutish tokchasida davom ettiring.
10. Barcha namunalar va reaktiv blankasi uchun 8 va 9-bosqichlarni takrorlang.
11. Barcha naychalarni hazm qilish blokiga qo'ying va taxminan 10 gacha qoldiring. 1-1,5 ml qoladi, so'ngra har bir naychani hazm qilish blokidan olib tashlang.

Bu hazm qilish jarayonida har 10-15 daqiqada naychalarni tekshiring. (Agar naychalar hazm qilish blokida juda uzoq vaqt qolsa va ular qurib qolsa, olib tashlang, sovutib oling va ehtiyotkorlik bilan taxminan 2 ml konsentrlangan nitrat kislota qo'shing va isitishni davom eting.) Barcha naychalar hazm bo'lganda va olib

tashlangandan keyin hazm qilish blokini o'chiring. .

12. Namunalarni dd suv bilan o'lchov kolbasida ko'rsatilganidek suyultiring. 2-jadval . (AAS uchun namuna olish uchun 0,1% yakuniy konsentratsiyaga LaCl₃ qo'shing.)

13. Agar kerak bo'lsa, Whatman tomonidan qotib qolgan kulsiz y540 filtr qog'ozidan foydalangan holda namunalarni AAS yoki ICP-AES tomonidan tahlil qilish uchun mos idishga filtrlang.

(Ehtiyot bo'ling: Ba'zi namunalar kuchli reaksiyaga ega bo'ladi va ba'zilar uchun namuna qaynab ketish xavfi bilan naychaning yuqori qismiga ko'tariladi.)

II. Quruq kul

1. Aralashtirilgan yoki maydalanganlarni aniq torting. Ig quruq moddadan namunani tigelga soling (ya'ni, namlik miqdorini hisobga oling, shuning uchun sizda taxminan 1 g quruq mahsulot bo'ladi).

2. Qaynayotgan suv hammomida namunani oldindan quriting.

3. Namunani vakuumli pechda to'liq quritish 100 ° S, 26 dyuym Hg, 16 soat davomida.

4. Quruq kul namunasini 550°C da 18 soat davomida quriting, keyin desikatorda sovushini kuting.

5. Kulni 10 ml HCl eritmasida (1:1, HCl:H₂O) eritiladi.

6. 11-2 -jadvalda ko'rsatilganidek, namunalarni o'lchov kolbasida dd suv bilan mos ravishda suyultiring . (AAS uchun namuna olish uchun 0,1% lik LaCl yakuniy konsentratsiyasini qo'shing.).

7. Agar kerak bo'lsa, Whatman tomonidan qotib qolgan kulsiz y540 filtr qog'ozidan foydalangan holda namunalarni AAS yoki ICP-AES tomonidan tahlil qilish uchun mos idishga filtrlang.

Tahlil:

AAS va ICP-AESni ishga tushirish, ishlatish va o'chirish uchun ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga amal qiling. AAS dan foydalanganda asetilen va olovdan, ICP-AES dan foydalanganda suyuqlik yoki gaz argon va plazmadan ehtiyotkorlik bilan foydalaning. Standartlarni, reagent blankalarini va namunalarni tahlil qiling.

AAS va ICP-AES tomonidan Na va K tahlillari uchun namunalarni suyultirish, Wet a yoki Dry Ashingb dan foydalanish.

2-jadval

Namuna	Na		K	
	AAS	ICP-AES	AAS	ICP-AES
Mushuk				
Nam kullash Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi	Ashod namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,4 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 10 ml ga suyultiriladi
Quruq kul. Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 50 ml ga suyultiriladi	Ashod namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi
Tvorog				
Hot kul. Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,5 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 10 ml ga suyultiriladi	Ashod namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,7 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 5 ml ga suyultiriladi
Quruq kul. Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi	Ashod namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,5 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi
Qaynatilgan kartoflik				
Nam kullash Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 10 ml ga suyultiriladi	Ashod namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi
Quruq kul. Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi, keyin 0,2 ml 100 ml ga suyultiriladi.		Kul namunasi 25 ml ga suyultiriladi	Ashod namunasi 50 ml ga suyultiriladi, keyin 0,1 ml 100 ml ga suyultiriladi	Kul namunasi 50 ml ga suyultiriladi

a Nam kullash uchun taxminan foydalaning: 300-400 mg

namunasi b Quruq kullash uchun taxminan foydalaning: 1 g namuna, quruq modda (namlik miqdori asosida filtrlang)

Ma'lumotlar va hisob-kitoblar

Eslatma: Turli ICP-AES ishlab chiqaruvchilari uchun chop etishlar orasidagi farqlar tabiati tufayli ICP operatori ICP-AES natijalarini sharhlashda yordam berishi kerak. Quyidagi ma'lumotlarga ishlov berish bo'yicha ko'rsatmalarda ko'rsatilganidek, agar ICP-AES emissiya ma'lumotlari standartlar uchun mavjud bo'lsa, ular qayd etilishi va AAS standart egri chiziqlari bilan taqqoslash uchun chizilishi kerak. Agar namunalar uchun ICP-AES emissiya ma'lumotlari mavjud bo'lsa, ular tegishli standart egri chiziq yordamida ppmdagi konsentratsiya ma'lumotlariga aylantirilishi kerak. Agar ICP-AES emissiya ma'lumotlari mavjud bo'lmasa, konsentratsiyani ppm da hisobot qiling.

Yakuniy javobning o'rtacha qiymatini aniqlashdan oldin har bir takroriy namuna uchun barcha hisob-kitoblarni alohida bajaring.

Standart egri chiziq ma'lumotlari

Kaliy standart egri chiziqlari		Natriy standart egri chiziqlari	
AAS	ICP-AES	AAS	ICP-AES
ppm	Yutish ppm	Emissiya ppm	Absorbsiya ppm
50	1	50	1
100		100	5
200	5 10	200	10
300	20	300	20

Ma'lumotlar namunasi

Induktiv ravishda bog'langan plazma - atom emissiyasi Spektroskopiya

Namuna vakili	Namuna hajmi (g yoki ml)	Emissiya ppm	Suyultirish	Suyultirilgan	Asl (mg/
				ml (mg/ml).	mg/g)
				yoki g/g)	yoki mg/g)
Bo'sh	1		-	-	-
suyuqlik	2		-	-	-
Sport	1				
ichimligi	2				
Qattiq	1		-	-	-
bo'sh	2		-	-	-
Mushuk	1				
	2				
Dacha	1				
shaxmati	2				
Kartoshka	1				
chiplar	2				

Ma'lumotlar bilan ishlash

1. Natriy va kaliy uchun standart egri chiziqlar tayyorlang AAS tomonidan o'lchangan sum.
2. ICP-AES tomonidan o'lchangan natriy va kaliy uchun standart egri chiziqlarni tayyorlang (agar emissiya ma'lumotlari mavjud bo'lsa).
3. Tahlil qilingan oziq-ovqat namunalari uchun natriy va kaliyning ppm konsentratsiyasini aniqlash uchun ICP-AES standart egri chiziqlari va namunalarning emissiya ko'rsatkichlaridan foydalaning (ya'ni, kullangan va/yoki suyultirilgan). Agar namunalar uchun emissiya ma'lumotlari mavjud bo'lmasa, tahlil qilingan oziq-ovqat namunalari uchun natriy va kaliy konsentratsiyasini ppm da yozing (ya'ni, kul va/yoki suyultirilgan).
4. Namunalar uchun ICP-AES qiymatlarini ppmdagi sport ichimligi uchun mg/ml ga, mushuk va kartoshka chiplari uchun mg/g ga aylantiring.
5. ICP-AES bo'yicha natriy va kaliy tarkibini sport ichimligi (mg/ml da), mushukcha (mg/g) va kartoshka chiplari (mg/g) (ho'l vazn asosida) uchun hisoblang.).

ICP-AES uchun ma'lumotlar va hisoblangan natijalarni bitta jadvalda jamlang. Jadval ostidagi barcha hisob-kitoblarning misollarini ko'rsating.

13-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini spektroskopiya usullarida tahlil qilish. Yuqori unumdorlikka ega mass-spektrometriya usulida Soya unida turli xil fitokimyoviy moddalarni (asosan izoflavonlar,) aniqlash.

Ishning maqsadi: Soya unida turli xil fitokimyoviy moddalarni (asosan izoflavonlar, 1-jadval va 1 -rasm) aniqlash va aniqlangan birikmaning massa va strukturaviy ma'lumotlarini olish uchun massa spektrini qanday tahlil qilishni tushunishdan iborat.

Kerakli reaktivlar: HPLC darajasidagi asetnitril, HPLC darajasidagi metanol, Deionizatsiyalangan distillangan suv, HPLC darajasidagi suv, Metanol/suv aralashmasi, 80/20.

Materiallar:

- Alyuminiy folga;
- Avtomatik pipetkalar, 1000 mkl, 200 mkl, 100 mkl va 10mkl;
- Avtonamuna oluvchi flakonlar, 1,5 ml, qopqoqli;
- 3 ta stakan, 125 ml, har birida 80/20 metanol, deionizatsiyalangan distillangan suv yoki atsetonitril mavjud;
- Santrifuga naychalarini muvozanatlash uchun 1 stakan, 125 ml;
- Buchner voronkasi;
- 2 ta santrifuj naychalari, 50 ml santrifuj naychalari;
- Yog'sizlangan soya uni;

- Erlenmeyer kolbasi, 25 ml (oldindan 80/20 metanol bilan yuviladi);
- Erlenmeyer kolbasi, 10 ml (oldindan 80/20 metanol bilan yuviladi);
- 3 ta gradusli tsilindr, 10 ml;
- Filtr qog'ozi, Whatman 42, diametri 90 mm;
- Shisha tayoqchalar;
- Markerlar;
- Parafilm;
- Aylanadigan bug'lantiruvchi (rotovap) yig'ish idishlari (125 ml yoki undan kichikroq) (oldindan 80/20 metanol bilan yuviladi);
- Qo'ltiqli kolba, 125 ml, vakuum nasosini ulash uchun nozul bilan (oldindan 80/20 metanol bilan yuvib tashlang);
- Aralashtirgichlar va aralashtirgich;
- Shpritslar, 3 ml;
- Shprits filtrlari, steril bo'lmagan, neylon; teshik hajmi 0,45 mkm; diametri 25 mm;
- Lenta;
- Vakuum nasosi;
- Vortex.

Uskunalar.

- Analitik balans;
- 15 ml naychalar uchun santrifuj;
- Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya tizimi;
- Mass-selektiv detektor (to'rt kutupli), jihozlangan elektrosprey ionlash manbai bilan;
- Aylanadigan bug'latgich.

Mass spektroskopiya tahlillari uchun ionlanish manbalari va massa analizatorlarining turli kombinatsiyalaridan foydalanish mumkin (2-jadvalga qarang). Ta'riflanganidek, ushbu laboratoriya mashg'uloti elektr trospray ionizatsiyasi (ESI) va to'rt kutupli massa analizatori bilan birlashtirilgan LC-MS tizimidan foydalanadi.

Nazariy qism

Mass-spektrometriya (MS) - bu birikmaning molekulyar og'irligi va kimyoviy xususiyatlari haqida ma'lumot beruvchi analitik usul. Ushbu texnologiya odatda yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (LC-MS), gaz xromatografiyasi (GC-) bilan bog'liq. Mass-spektrometr uchta muhim funktsiyaga ega: namunani ionlashtirish, ionlarni ajratish va ionni aniqlash. Namunadagi komponentlar turli ionlash usullari bilan ionlashtirilishi mumkin; manbadan qat'iy nazar, hosil bo'lgan zaryadlangan

zarralar ularning massa-zaryad nisbati asosida ajratiladi. Ajratish elektr va magnit maydonlarni qo'llash orqali turli ion massalarini saralaydigan massa analizatorida sodir bo'ladi. Keyin bu ionlar aniqlanadi, ular mavjud bo'lgan har bir ion

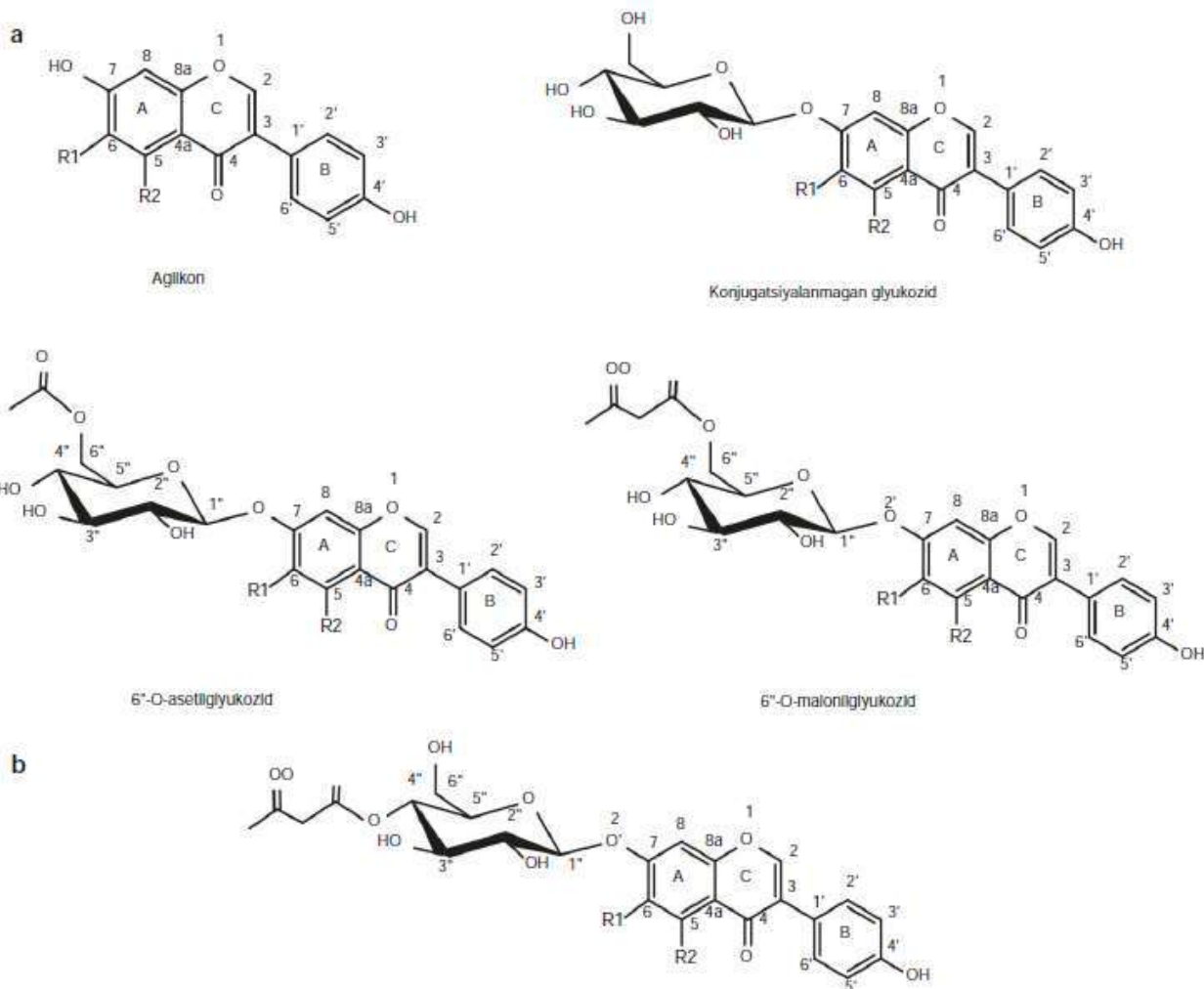
fragmentining ko'pligi haqida ma'lumot beradi.

LC-MS tahlili uchun aralashmalar birinchi navbatda LC tizimida ajratiladi. LC tizimida aniqlangandan so'ng (ultrabinafshako'rinadigan spektroskopiya (UV-VIS)) element massa spektrometrining ion manbaiga kiradi, u erda birikmalar ionlanadi va keyinchalik "massa-zaryad" (m/z) bo'yicha ajratiladi. m/z analizatoridagi nisbat. Keyin ajratilgan ionlar elektron ko'paytirgich yordamida aniqlanadi. Elektro spray ionizatsiyasi (ESI) yordamida ionlash ko'pincha ba'zi parchalanishlar bilan prekursor ionlarini ishlab chiqaradi. Parchalanishga uchragan ion prekursor ion, prekursor ionining parchalanishi natijasida hosil bo'ladigan ionlar esa mahsulot ionlari deyiladi. Murakkab haqida qo'shimcha strukturaviy ma'lumot olish uchun tandem massa spektr trometriyasidan (MS/MS) foydalanish mumkin. Ionlashdan so'ng, to'qnashuv gazi sifatida inert gaz (geliy, argon va boshqalar) yordamida to'qnashuv natijasida paydo bo'lgan dissotsiatsiya (CID) orqali qiziqish ionlari ajratiladi va bo'linadi. To'qnashuv gaziga beriladigan energiya parchalanishning kerakli darajasiga qarab o'zgaradi, bu qimmatli strukturaviy ma'lumotlarni beradi. Tandem MS tomonidan olingan massa spektri faqat mahsulot ionlarini o'z ichiga oladi. Tandemda MS ning afzalliklarini yaxshiroq tushunish uchun amaliy tadqiqot taqdim etiladi.

1-jadaval

Soyada topilgan o'n ikkita ma'lum izoflavonlar va ularning molekulyar og'irligi (MW)

Izoflavon	MW	Izoflavon	MW	Izoflavon	MW
Daidzein	254	Genistein	270	Glitsitein	284
Daidzin	416	Genistin	432	Glitsitin	446
Asetildaidzin	458	Asetigenistin	474	Asetilglitsitin	488
Malonildaidzin	502	Malonilgenistin	518	Malonilglitsitin	532



1-rasm 4"-O-malonilglyukozid

- (a) Aglikon, konjugatsiyalanmagan glyukozid, atsetilglyukozid va malonilglyukozid sifatida tasniflangan 12 ta ma'lum izoflavonlarning tuzilishi va raqamlanishi. R1 daidzin va genistin holatida -H yoki glitsitin holatida -OCH₃ bo'lishi mumkin, R2 esa daidzin va glitsitin holatida -H yoki genistin holatida -OH bo'lishi mumkin.
- (b) 4"-O-malonilglyukozidlarning (malonilglyukozid izomerlari) tuzilishi va raqamlash tizimi.

Xromatografik ajratish bilan birlashtirilgan ionlanish manbalari va massa analizatorlarining misol kombinatsiyasi

2-jadval

Ism	Ionizatsiya manbai	Massa analizatori	Tandem MS ajratish rejimi	
LITQ Orbitrap	Elektrospray ionizatsiyasi (ESI)	Chiziqli ion tuzoq va orbital tuzoq	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
5500 QTRAP® ESI		Uchta to'rt kutupli	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
4000 QTRAP® ESI		Q3 chiziqli tuzoq	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
		Uchta to'rt kutupli		
		Q3 chiziqli tuzoq		
LITQ	ESI	Chiziqli ion tuzog'i	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
LCT Premier	ESI	Parvoz vaqti (TOF)	Yo'q	Suyuqlik xromatografiyasi
4800 AB Sciex Matrix bilan bog'langan lazerli desorbsion ionizatsiya (MALDI)		TOF – TOF	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
Pegasus 4D	Elektron ta'siri (EI)	TOF	Yo'q	Gaz xromatografiyasi
Agilent 6130	Ikki tomonlama ESI/atmosfera bosimi kimyoviy ionlashuvi (APCI)	To'rt kutupli	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
LCQ (Z)	ESI	Ion tuzog'i	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
LCQ(1)	Ikki tomonlama ESI/APCI	Ion tuzog'i	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
Biflex III	MALDI	TOF	Yo'q	Suyuqlik xromatografiyasi
QSTAR XL	ESI	To'rt kutupli TOF	Ha	Suyuqlik xromatografiyasi
Solium 3	Ei/kimyoviy ionlanish (CI)	Ion tuzog'i	Ha	Gaz xromatografiyasi

Ishni bajarish tartibi:

Namuna tayyorlash.

1. 0,05 g yog'sizlangan soyani yorliqli qilib torting 25 ml Erlenmeyer kolbasi.;
2. 10 ml HPLC darajasidagi asetonitril qo'shing namuna oling va aralashtirgichga soling.
3. Magnit aralashtirish plastinasida namuna yaxshilab aralashtirilguncha aralashtiriladi (aralashtiruvchi tezligi=7, vaqt=5 min).
4. 9 ml DDW qo'shing va 2 soat davomida aralashtiring (aralashtiruvchi tezligi=7). Ba'zan, yon tomonlarga yopishib qolgan namuna eritma ichiga tushishi uchun plastik butilka yuzasini shisha tayoq bilan qirib tashlang.
5. Erlenmeyer kolbasidan olingan namunali eritmani miqdoriy jihatdan yorliqli markazlashtirilgan trubkaga o'tkazing. Kolbani 1 ml asetonitril bilan uch marta yuving va chayqashni sentrifuga trubkasiga soling. Naychani suv bo'lgan naycha bilan muvozanatlash uchun o'lchovdan foydalaning.
6. Eritmani sentrifugada sentrifugalang. Marathon 3200 tsentrifugasining misol shartlari:
Tezlik = 4000 rpm
Vaqt = 15 min
Harorat = 15 °C
7. Cho'kma buzilmasligi uchun santrifuga trubkasini rotordan ehtiyotkorlik bilan chiqarib oling.
8. Vakuum nasosi, Whatman 42 filtr qog'ozi va vacuum pompasini ulash uchun nozulli 125 ml lik filtrli kolba bilan Buchner voronkasi yordamida o'tkazgichni filtrlang. O'rnatish 9.2-rasmdagi kabi ko'rinishi kerak.
9. Filtrlangan eritmani miqdoriy ravishda etiketkali aylanma bug'lantiruvchi (rotovap) yig'ish kolbasiga o'tkazing. Yana uch marta 1 ml asetonitril bilan yuvib tashlang va rotovap kolbasiga chayishni qo'shing.
10. Rotovap yordamida quruqlikka bug'lang. Buchi R-II Rotavapor bilan ishlash shartlariga misol:
Sovutgichning harorati = 4 °C.
Suv hammomining harorati = 38 °C.
Rotovap RPM = 120.
Vaqt = 15 min (30 daqiqa yoki undan ko'proq vaqt olishi mumkin).



2-rasm Namuna o'tkazuvchanligini filtrlash uchun sozlash

Bosim: ikki bosqichli bug'lanish bo'lgani uchun asetonitrilning bug'lanishi 115 mbarda, suvning bug'lanishi 30 mbarda amalga oshiriladi.

Eslatma: Mavjud nasos namunadagi suvni bug'lantirish uchun etarli bo'lmasa, qobiqni muzlatish namunani muzlatish uchun qo'llaniladi, shuning uchun uni liofizator (muzlatib quritgich) yordamida quritish mumkin.

11. Siz uchun allaqachon quritilgan va keyingi bosqichga tayyor namuna bo'ladi. 10 ml 80/20 metanol/suv qo'shing va eritmani miqdoriy ravishda etiketli 25 yoki 10 ml Erlenmeyer kolbasiga o'tkazing. Bu safar yuvmang; faqat pipetka yordamida o'tkazing.

12. Vorteksni 2 m inut (Tezlik=5).

13. 3 ml lik shpirtsning uchiga 0,45 mkm filtrni ulang.

14. Namunaning bir qismini filtr majmuasiga quying.

15. Namunani filtr orqali autosampler flakoniga suring.

16. Namuna flakoniga yorliq qo'ying (guruh nomi, sana, namuna nomini kiriting).

17. Kolbani parafilm bilan yoping, kumush bilan o'rang folga soling va tegishli tarzda etiketlang.

LC-MS protsedurasi

Ikkita erituvchi nasos va CT-10A ustunli pech bilan jihozlangan Shimadzu LC-10 AD HPLC ishlatiladi.

Xromatografik ustun YMC AM-303 (ODS, 250 mm × 4,6 mm id) bo'lib, C18 teskari fazali qadoqlashdan (o'rtacha 5 mkm gözenek hajmi) o'z ichiga oladi, C18 himoya ustuni (4 mm × 20 mm id) bilan jihozlangan.

Tanlangan oqim tezligi 1 ml/min va pechning harorati 45 °C. Chiziqli HPLC gradienti qo'llaniladi: erituvchi A 0,1% (v/v) chumoli kislotasi va B erituvchisi asetonitril bo'ladi. Gradient vaqt dasturi 3-jadvalda tasvirlangan.

HPLC gradient vaqt dasturi

3-jadval

Solvent B konsentratsiyasi (5%)	Vaqt (daq)
11	0 (Dastlabki)
14	30
14	35
30	40
30	50
11	52
11	60

mass-spektrometriya shartlari

Mass-spektrometriya Waters ZQ quadrupole asbobida amalga oshiriladi. Ijobiy ionlash qo'llaniladi. Massalar 60 daqiqa davomida 200 dan 600 m/z gacha, bir skanerlash/s tezlikda skanerlanadi.

Quyidagi m/z ning sakkizta tanlangan ionlari kuzatilgan, [M+H⁺]: 255, 271, 417, 433, 459, 475, 503 va 519.

Inyeksiya hajmi 20 mkl; bo'linish nisbati 1:3 (shuning uchun oqimning ¼ qismi massa spektrometriga tushadi, ¾ oqim UV detektorini orqali o'tadi). Manba harorati 150 °C; desolvatsiya harorati 450 °C. Desolvatsiya gazining oqimi 600 l/soat; konusning gaz oqimi 75 L / soat. Konusning kuchlanishi 30 eV; kapillyarning kuchlanishi 3 kV.

1. Sozlash sahifasidagi "API gaz" tugmasini bosib gaz oqimini yoqing.
2. Ohangda "Ishlash uchun bosing" tugmasini bosing sahifa.
3. Pechni va desolvatsiya egasserni yoqing.
4. HPLC shartlarini kirish sahifasiga yuklang va oqimni yoqing.
5. HPLC ustuni konditsioner bo'lguncha va pech kerakli haroratga yetguncha kuting.
6. Fayl nomi, MS fayli, kirish fayli va MS tune fayl nomini kiriting va ma'lumotlar to'plamini saqlang.
7. Namunani yuborishdan oldin, massa spektrometrining "Yuklash" rejimida ekanligiga ishonch hosil qiling.
8. "Start" tugmasini bosing, namunani AOK qiling, "Start" tugmasini yana bosing va massa spektrometridagi "Inject" tugmasini bosing.

Ma'lumotlar va hisob-kitoblar

Laboratoriya mashg'ulotining oxirida sizga taqdim etilgan tanlangan izoflavonlarning umumiy ion xromatogrammasini va massa spektrlarini tahlil qiling. Murakkabning massaviy va strukturaviy ma'lumotlarini olish uchun massa spektrini qanday tahlil qilishni tushunishga yordam berish uchun, Case Study, Sect-ga qarang. 9.5. Quyidagi umumiy savollarga javob berish uchun taqdim etilgan manba materiallaridan foydalaning va izoflavonlarning ion xromatogrammasi va massa spektrlarini tahlil qiling..

Malonilgenistin soya fasulyasida ko'p uchraydigan izoflavonning bir turi. Epidemiologik tadqiqotlar izoflavonlarning ko'plab sog'liq uchun foydalari bilan bog'liqligini ko'rsatdi, masalan, saraton xavfini kamaytirish, postmenopozal simptomlarni yumshatish va hokazo. Soya loviyalarini turli soya mahsulotlariga qayta ishlash malonilgenistinining turli birikmalarga aylanishiga olib keladi.

Malonilgenistinining turli xil birikmalarga aylanishini kuzatish natijasida hosil bo'lgan birikmalarning biologik ahamiyatga ega yoki yo'qligini aniqlash muhim ahamiyatga ega.

Aniqlangan izoflavonlar, prekursor va mahsulot ionlari m/z qiymatlari

4-jadval

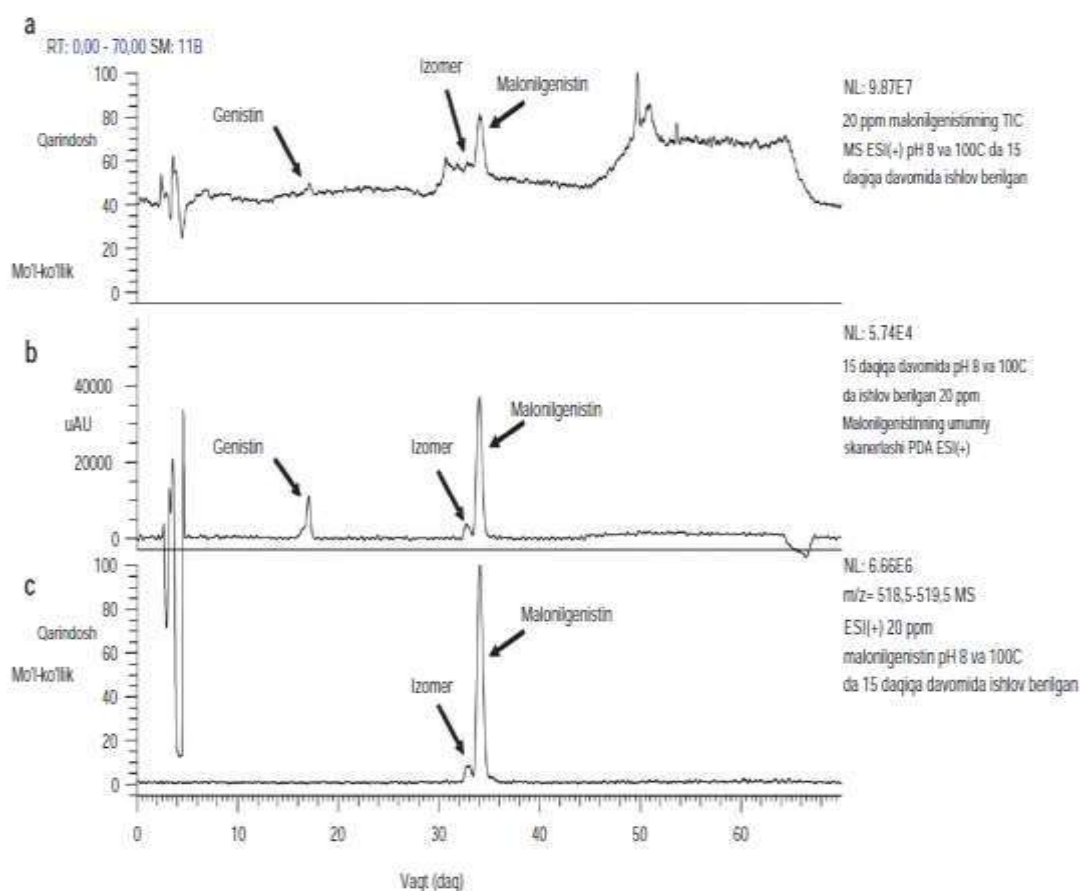
Saqlash vaqti	Izoflavon	Prekursor ioni m/z	Mahsulot ionlari ro'yxati (ism va m/z)

So'nggi tadqiqotlar malonilgenistinining issiqlik bilan ishlov berish natijasida yangi hosila hosil bo'lishini ko'rsatdi. Yangi lotin va malonilgenistinining fotodiodli massiv detektor (PDA) yordamida olingan to'lqinli skanerlar o'xshash edi. Shunday qilib, LC/UV ikkala birikma o'rtasidagi strukturaviy farqlar haqida hech qanday ma'lumot bera olmadi. Ikki birikmaning MS tahlili natijasida birikmalar bir xil massaga ega ekanligi aniqlandi ($m/z=519$ Dalton), bu yangi hosilaning malonilgenistin izomeri ekanligini ko'rsatdi (3-rasm). Ikki izomer o'rtasidagi strukturaviy farqlarni o'rganish uchun tandem massa spektri sinash ishlatilgan. Mahsulot ionlari spektrlarida ikkita sezilarli farq bor edi (4-rasm).

1. Izomer malonilgenistin bilan solishtirganda kamroq to'qnashuv darajasida ko'proq parchalanadi.

2. Malonilgenistin mahsuloti ion spektrlarida $m/z=433$ bo'lgan ion mavjud bo'lib, u izomer mahsuloti ion spektrlarida yo'q edi.

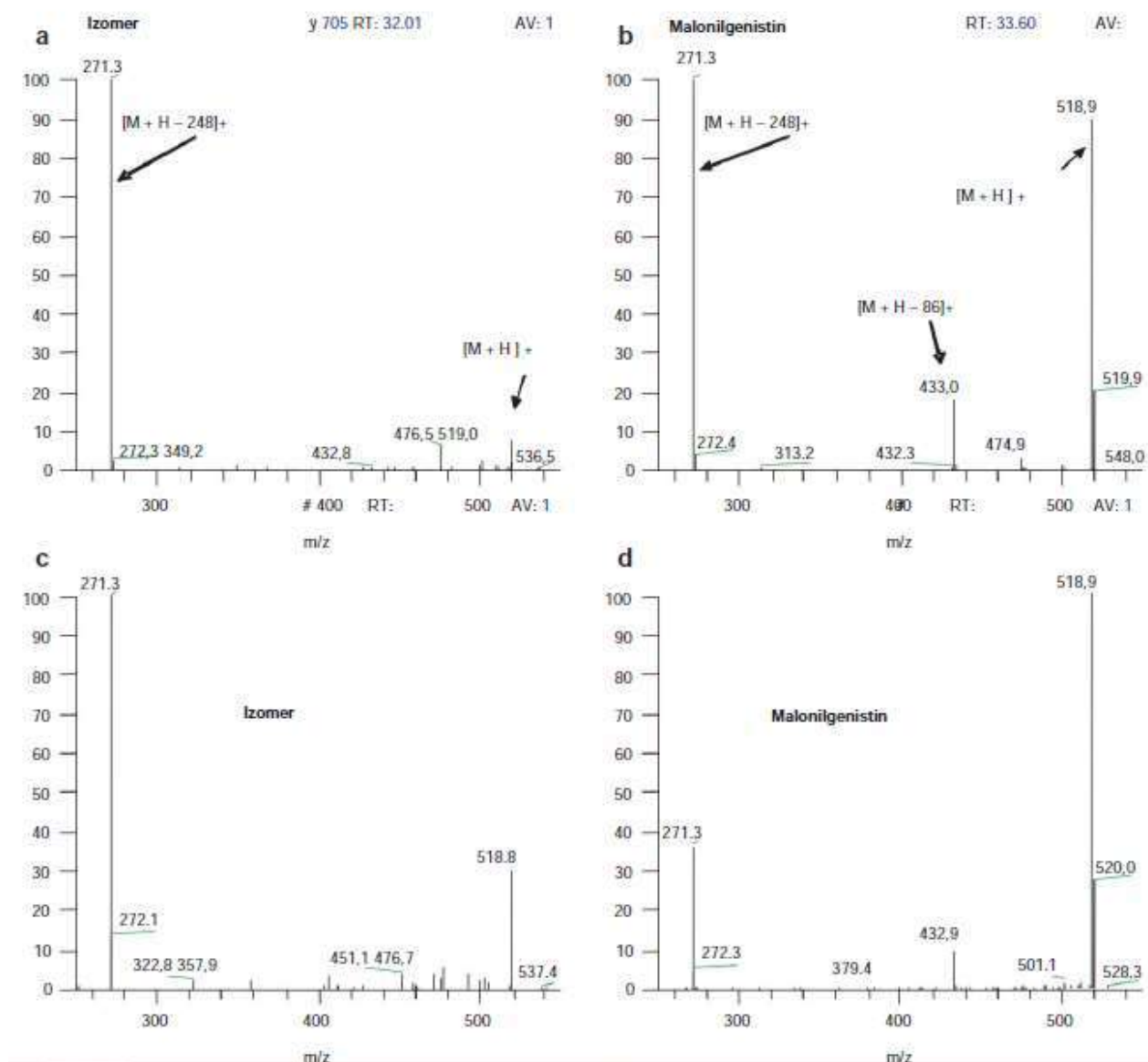
Ushbu farqlar ikki birikma o'rtasidagi strukturaviy farqni ta'kidlaydi. Qo'shimcha strukturaviy tafsilotlarni olish uchun yadro magnit rezonansidan foydalanish kerak.



(3-rasm)

ESI-MS tahlili malonilgenistin va uning izomeri: (a) umumiy ion xromatogrammasi, (b) malonilgenistin eritmasining PDA ko'rinishi va (c) m/z 519 ionining

rekonstruksiya qilingan yagona ionli xromatogrammasi (malonilgenistinning protonlangan molekulasini)



(4-rasm)

Turli xil to'qnashuv darajalarida izomer va malonilgenistinning protonlangan shakllarini ESI-MS/MS tahlili: **(a)** izomer 20%, **(b)** malonilgenistin 20%, **(c)** izomer 17% va **(d)** malonilgenistin 17 % to'qnashuv.

14-LABORATORIYA ISHI

Oziq-ovqat mahsulotlarini kalorimetrik usullarda tahlil qilish. Vitamin E ni aniqlashning kolorimetrik usullari.

Ishning maqsadi: Ushbu tajribaning maqsadi oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi vitamin E ni aniqlashdan iborat.

Kerakli reaktivlar, asboblari va jihozlari :

Dietil efir, mutloq etilspirti, temir xloridning 0,2 va 0,025% spirtli eritmasi ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$), yangi kaltsiylangan natriy sulfat, askorbinkislota, 0,5% spirtli eritma 2, 2'

- dipiridil ($C_{10}H_8O_2$), ortofosforkislotasining 0,03 M spirtliertmasi (H_3PO_4), 9 N kaliygidroksideritmasi, fenolftaleinning 1% spirtliertmasi, 100% a – tokoferolas etat preparati yoki 30% yog 'eritmasi; sig'imi 250 ml bo'lgan maydalangan tiqinli kolbalar, qayta oqim kondensatorlari, ajratuvchi voronkalar, Shott voronkalari, 100 ml sig'imli o'lchov kolbalari, pipetkalar, gradusli probirkalar; analitiktarozi, fotoelektrik kolorimetr ($\lambda = 490$ nm, optik yo'l uzunligi 10 mm bo'lgan kyuvetalar), spektrofotometr ($\lambda = 292$ nm), aylanuvchi vakuumli bug'lantiruvchi, suv hammomi.

Nazariy qism

E vitamini ko'plab oziq-ovqatlarda mavjud. Tanadagi antioksidant bo'lib, hujayralarni erkin radikallar ta'siridan himoya qilishga yordam beradi. Qaysi oziq-ovqat tarkibida E vitamini borligini har bir inson bilishi muhimdir, chunki u organizm tomonidan sintez qilinmaydi. Shunga ko'ra, oziq-ovqat yagona tabiiy manba bo'lib qoladi. Ammo tirik organizmlarning reproduktiv funksiyasini amalga oshirish mumkin bo'lmagan holda E vitamini (tokoferol) sun'iy usulda, unga asoslangan kapsulalarni olish orqali olinadi. Shunisi e'tiborga loyiqki, ushbu modda nafaqat jinsning davomi va umuman tos a'zolari sog'lig'i uchun javobgardir, uning vazifalari ancha kengroq. E vitamini qarish jarayonini sekinlashtirishi ilmiy jihatdan isbotlangan. Bu to'qimalarni kislorod bilan boyitishi va tokoferol yordamida osonroq o'zlashtirilishi bilan bog'liq. Yog'da eriydigan modda ayollar tomonidan og'iz orqali yuborish uchun, shuningdek kosmetik maqsadlarda faol foydalaniladi. Ko'pincha tokoferol yuz kremlari, sochlar uchun maskalar va boshqa mahsulotlarga kiradi.

E vitaminining afzalliklari quyidagicha:

- tromboz rivojlanish ehtimolini kamaytirish;
- hujayralar o'ladigan toksinlarni zararsizlantirish (E vitamini tabiiy antioksidant vazifasini bajaradi);
- endokrin tizimni, gipofiz va qalqonsimon bezni takomillashtirish;
- buyrak usti bezlari funksiyalarini rag'batlantirish;
- kislorod metabolizmini normallashtirish.

Yuqoridagi funktsiyalardan tashqari, u oqsil almashinuvida ham ishtirok etadi, shuning uchun sportchilar o'zlarining kundalik ratsionida tarkibidagi oziq-ovqat mahsulotlarini albatta qo'shishlari kerak. Ushbu xususiyat tufayli tokoferol charchoqni kamaytiradi, shuningdek uni ko'payishiga imkon beradi mushak massasi va inson tanasining chidamliligini oshirish.

Tibbiy amaliyotda tokoferol quyidagi maqsadlarga erishish uchun buyuriladi:

- qizil qon hujayralari sonining ko'payishi;
- yurak-qon tomir tizimi kasalliklarining oldini olish;
- katarakt rivojlanish ehtimolini kamaytirish;
- terining holatini yaxshilash;
- yuzaki ajinlar, kuyishlar va izlarni yo'q qilish;

- og'iz bo'shlig'ini shilliq qavat va tish go'shtiga ta'sir qiladigan zararli bakteriyalardan himoya qilish;
- ayollarda sut bezlarida va erkaklarda prostata bezlarida shish paydo bo'lish ehtimolini kamaytirish.

Tokoferol miqdorini 50 yoshdan oshgan odamlarda saqlash ayniqsa muhimdir. Bu oshqozon osti bezi, o't pufagi, jigar va boshqa organlarning surunkali kasalliklari mavjud bo'lganda qo'llab-quvvatlovchi terapiya sifatida buyuriladi.

Kundalik dozalar/ E vitamini inson tanasi tomonidan ishlab chiqarilmasligi sababli, uning darajasi faqat tokoferolni o'z ichiga olgan ovqatlarni iste'mol qilish orqali saqlanishi kerak. Voyaga etgan odamga kuniga 20 mg gacha bo'lgan modda kerak bo'ladi. Maksimal miqdori o'simlik moylarida mavjud. Shunday qilib, yog'da eriydigan moddaning zaxirasini to'ldirish uchun 2 osh qoshiq kungaboqar yoki iste'mol qilish kifoya zaytun yog'i... E vitaminining bir xil dozasi 50 g bodomda uchraydi. Agar biror kishi sport bilan shug'ullansa yoki shunchaki jismoniy mashaqqatga duchor bo'lsa, dietaning har 1000 kilokalori uchun dozani 8 mg ga oshirish kerak. Shuningdek, ko'paytiring kunlik stavka emizish uchun tavsiya etiladi.

E vitamini o'z ichiga olgan oziq-ovqat mahsulotlarining ro'yxati

Yuqorida aytib o'tilganidek, moddaning maksimal miqdori o'simlik moylarida mavjud.

E vitamini o'z ichiga olgan boshqa ovqatlar:

- yashil loviya;
- salat;
- maydanoz;
- bodom;
- yerfistiği, kaju;
- javdar donalari;
- jigar;
- tariq;
- jo'xori;
- grechka;
- tovuq tuxumlari;
- baliq, ikra va boshqa dengiz maxsulotlari;
- arpa va boshqalar.

Dandelion, zig'ir urug'i, gul kestirib, tarkibida E vitamini mavjud. Dukkaklilar tokoferolga boy.

E vitamini dozasini oshirib yuborishi

Inson tanasida E vitaminining haddan tashqari konsentratsiyasi ozuqa moddalarining to'liq singib ketishiga imkon bermaydi. Bundan tashqari, tokoferolning haddan tashqari dozasi turli organlar va tizimlarning disfunktsiyalariga olib keladi. Xususan, muvaffaqiyatsizliklar quyidagilarda namoyon bo'ladi:

- uyquchanlik;
- allergik reaksiyalar;

- ishlashni yo'qotish;
- qattiq charchoq;
- depressiya;
- zaiflik;
- ovqat hazm qilishning yomonlashishi.

Shifokorlarning fikriga ko'ra, ba'zida E vitaminining haddan tashqari dozasi hatto qon tomiriga olib keladi. Qoida tariqasida, bu ko'pincha chekuvchilarda bo'ladi.

E vitamini etishmasligi

E vitaminining doimiy etishmasligi bilan turli xil patologik holatlar rivojlanadi. Xususan, quyidagilar sodir bo'ladi:

- anemiya (yog'da eriydigan moddaning etishmasligi bilan qon hujayralari yo'q qilinadi);
- tananing himoya funktsiyalarining pasayishi;
- periferik neyropatiya;
- bosh og'rig'i;
- ichki organlarning barcha turlari, shu jumladan jigar, oshqozon osti bezi;
- mushaklarning distrofiyasi;
- qarish jarayonining tezlashishi, bu erta ajinlar paydo bo'lishi bilan namoyon bo'ladi;
- ozuqa moddalarining emishini yomonlashishi;
- terining qurishi va xiralashishi;
- tana vaznining ko'payishiga olib kelishi mumkin bo'lgan metabolik jarayonlarning buzilishi;
- reproduktiv tizim organlarining buzilishi;
- endokrin tizimining noto'g'ri ishlashi;
- tirnoq plitasi va sochlarning mo'rtligi;
- harakatni muvofiqlashtirishni buzish;
- teri osti qatlamlarida metabolik kasalliklar bilan bog'liq bo'lgan selülit ko'rinishi;
- mushaklarning kuchsizligi;
- yurak ishidagi muvaffaqiyatsizliklar;
- qondagi gemoglobin darajasining pasayishi.

Shunday qilib, E vitamini etishmovchiligi deyarli barcha organlar va tizimlarga salbiy ta'sir qiladi. Uni to'ldirish uchun siz dietangizni tubdan qayta ko'rib chiqishingiz kerak. Menyuda ko'p miqdordagi tokoferol bo'lgan ovqatlar bo'lishi kerak. Agar daraja juda past bo'lsa, qo'shimcha vitamin preparatlarini qabul qilish kerak.

Foydalanish uchun ko'rsatmalar

E vitamini bilan preparatlarni qo'llashning asosiy ko'rsatkichi gipovitaminozdir. U o'zini ma'lum alomatlar bilan namoyon qiladi va quyidagilar paydo bo'lganda buyurilishi mumkin:

- reproduktiv organlarning buzilishi, natijada erkak yoki ayolning bepushtligi;
- tushish xavfi;
- jismoniy faollikni oshirish;
- og'ir ortiqcha ishdan keyin paydo bo'lgan nevrasteniya;
- xarakterli alomatlar bilan namoyon bo'lgan ayollarda menopauza;

- mushaklar va ligamentlarning turli xil patologik holatlari;
- yoshi kattaroq;
- epilepsiya;
- periferik qon tomirlari spazmlari;
- tanadagi ko'p miqdordagi toksinlarning to'planishi (E vitamini antioksidant sifatida ishlatiladi);
- dermatoz;
- toshbaqa kasalligi.

Albatta, yuqoridagi sog'liq muammolari bilan E vitamini sizning farovonligingizni yaxshilashga yordam beradigan yagona vosita emas. Ammo bu umumiy davolanish rejimida muhim rol o'ynaydi.

Ishni bajarish tartibi:

Kolorimetrik usullar yordamida oziq-ovqat mahsulotlarida E vitaminini aniqlash usulning past o'ziga xosligi bilan murakkablashadi. O'rganilayotgan ob'ektlar tarkibidagi ko'plab moddalar oksidlanganda, masalan, a-tokoferol, xuddi shunday analitik signalga ega bo'lgan rangli mahsulotlarni ishlab chiqarishga qodir. Aniqlanishning selektivligini oshirish uchun begona moddalar (karotinoidlar, sterollar, A vitamini) antioksidantlar (pirogallol, askorbinkislotasi) qo'shilgan holda kaliygidroksidning alkogolli eritmasi bilan ishqoriy sovunlash, so'ngra tokoferolni ajratib olish orqali chiqariladi.

Oziq-ovqat mahsulotlari va E vitamini bilan boyitilgan mahsulotlarda tokoferollarni aniqlash uchun standartlashtirilgan usul qo'llaniladi (GOST 30627.3-98 - "Bolalar uchun sut mahsulotlari"), buning uchun yog' fraktsiyasini ekstraksiya qilish orqali oldindan izolyatsiya qilish majburiy bosqichdir. Izolyatsiyaning boshqa usullari, shuningdek, namunani to'g'ridan-to'g'ri sovunlash ham qo'llaniladi.

Yog' qismini birtekis taqsimlash uchun tahlil qilingan namunani (suyuq yoki pasta) 20-30 daqiqa davomida 37 ° C haroratda saqlang. Suyuq yoki xamirsimon mahsulot namunasini (taxminan 15 g) analitik tarozida 100 ml li dumaloq kolbaga torting va 10 ml distillangan suvda eritib oling. Quruq mahsulotlarni tahlil qilishda, tarkibidagi vitamin miqdoriga qarab namuna og'irligini tanlang (1-jadval).

Yog 'tarkibidagi mahsulotning tortilgan vaznining E vitaminining massa ulushiga bog'liqligi

1-jadval

E vitaminining massa ulushi , ppm	Quruq mahsulot namunasining og'irligi, g
8,5–16	10.0
15–45	5.0
45–120	2.0

Tahlil qilinayotgan namunaga askorbin kislotasi (0,1 - 0,15 g) solinadi, 40 ml etil spirti solinadi, aralashtiriladi va 5 - 7 ml 9 n kaliygidroksid eritmasidan solinadi. Kolbani qayta oqim kondensatoriga ulang va qaynoq suv hammomida 30

daqiqa davomida inkubatsiya qiling. Gidroliz oxirida tahlil qilingan namunani xona haroratiga sovutib, muzlatgichni ajratib oling.

Kolba tarkibini miqdoriy jihatdan ajratuvchi voronkaga o'tkazing. Kolbani uchmarta distillangan suv bilan yuving (umumiy suv hajmi 50 ml) va olingan yuvishlarni ajratuvchi voronkaga yig'ing. Gidrolizning to'liqligining belgisi suv qo'shgandagi drolizatning loyqaligining yo'qligi hisoblanadi. Loyqalik hosil bo'lgan taqdirda gidrolizni ishqor hajmini oshirish orqali takrorlang.

Gidrolizatga 25 ml dietilefir qo'shing, voronkani to'xtating va birnechamarta kuchli silkiting. Suvli va organik qatlamlarni ajratishni kuting, organikqatlamni (yuqori) ajrating. Sabunlanmaydigan moddalarning ekstraksiyasini ikki marta takrorlang, har safar dietilefirning yangi qismini, har biri 25 ml dan qo'shing.

Efir ekstraktlarini birlashtiring, ajratuvchi voronkaga o'tkazing va yuvish suyuqligi fenolftaleinga nisbatan neytral bo'lgunga qadar distillangan suv bilan uchmarta chaying (suvning umumiy hajmi 50 ml). Quruq, oldindan tortilgan dumaloq tubli kolbada efir ekstraktlarini Shott voronkasida suvsiz natriysulfat(20-30 g) qatlami orqali filtrlang. Filtrdagi cho'kmani dietilefir bilan uchmarta yuving (efirning umumiy hajmi 15 ml dan oshmaydi).

Birlashtirilgan efir feltirati bilan kolbani aylanadigan vakuumli bug'latgichga ulang va erituvchini inert gaz atmosferasida suv hammomida 30 ° C dan yuqori bo'lmagan haroratda distillang. Sabunlanmaydigan qoldiqni 15 ml mutlaq etanolda eritib yuboring.

Tahlil qilish uchun 1-5 ml sabunlanmaydigan qoldiqning spirtli eritmasidan (tokoferol tarkibiga qarab) olinadi, eritmaning hajmini mutlaq etilspirti bilan 5 ml ga yetkazing. Spirtli eritmaga 0,5 ml 2,2'-dipiridilning 0,5% li spirtli eritmasidan, 0,5 ml 0,025% li temir xloridning spirtli eritmasidan(III) solinadi, aralashtiriladi. 20 soniyadan oldin emas, 0,5 ml 0,03 M li fosforkislotasining spirtli eritmasidan qo'shing va yana aralashtiring. Parallel ravishda reagent blankini ishlating.

□□□□*tokoferolning standart eritmasining gidrolizi* . 100 ml tubi dumaloq kolbaga 5 ml □ - tokoferolning standart eritmasidan (0,4 mg/ml) pipetka solinadi, 15 ml etanol, 0,1 g askorbin kislota va 1 ml 9 n kaliygidroksid eritmasidan solinadi. Kolbani qayta oqim kondensatoriga ulang va qaynayotgan suv hammomida 20 daqiqa ushlab turing. Gidroliz oxirida kolbani sovutib, muzlatgichni ajratib oling va olingan gidrolizatni miqdoriy jihatdan ajratuvchi voronkaga o'tkazing. Kolbani uchmarta distillangan suv bilan yuving (umumiy suv hajmi 50 ml) va olingan yuvishlarni ajratuvchi voronkaga yig'ing. Sabunlanmaydigan moddalarni keyingi ekstraksiya yuqorida tahlil qilingan namuna uchun tavsiflangan usulga muvofiq amalga oshirilishi kerak.

Kolbani sabunlanmaydigan moddalarning efir ekstrakti bilan aylanuvchi vakuumli bug'latgichga ulang va erituvchini inert gaz atmosferasida suv hammomida 30 ° C dan yuqori bo'lmagan haroratda distillang . Sabunlanmaydigan qoldiqni miqdoriy jihatdan 15 ml mutlaq etilspirtida eritib yuboring. eritmani 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkazing va eritma hajmini bir xil erituvchi bilan belgiga keltiring.□□□ -tokoferolning standart eritmasining

konsentratsiyasi kamida 20 mkg/ml bo'lishi kerak.

Kalibrlash grafigini qurish. □ - tokoferolning (20 mkg/ml) ishchi eritmasidan sxema bo'yicha (2-jadval) gradusli naychalarga beshta kalibrlash eritmasi tayyorlang va eritmalar hajmini mutlaq etanol bilan 5 ml ga yetkazing.

□ -tokoferolning kalibrlasheritmalarinitayyorlashsxemasi

2-jadval

Kalibrlashraqami	bitta	2	3	to'rtta	5
□ - tokoferolning ishchieritmasininghajmi , ml	0,5	1.0	1.5	2.0	2.5
-tokoferolningtarkibi □ mkg/ml	2	to'rtta	6	sakkiz	o'n

Oltinchi probirkaga 5 ml absolyut etil spirtini pipetka bilan solib, blanka tayyorlang. Oltita probirkaga 0,5 ml 0,5% li 2,2'-dipiridil, 0,5 ml 0,025% li temir (III) xloridning spirtli eritmasidan quyiladi va aralashtiriladi. 20 soniyadan oldin emas, balki fosforkislotasining 0,03 M spirtli eritmasidan 0,5 ml qo'shing va hosil bo'lgan eritmalarini yana aralashtiring.

Mutloq etanolga nisbatan optic yo'l uzunligi 10 mm bo'lgan kyuvetlarda 490 nm to'lqin uzunligida fotokolorimetrda kalibrlash eritmaları va blankaning optic zichligini o'lchang. Koordinatalarda kalibrlash grafigini tuzing: kalibrlash eritmalarining optic zichligi o'qishlari va bo'sh tajriba(A_{490}) o'rtasidagi farq - □ - tokoferol ($C_{\square-TF}$, mkg / ml) tarkibi.

□□□□tokoferolning standarteritmasi (0,4 mg/ml) . Aniq og'irligi 0,04 g □ - tokoferolasetat preparati yoki 30% li moyli eritmasi 20 ml mutlaq etanolga eritiladi, miqdori bo'yicha 100 ml li o'lchov kolbasiga o'tkaziladi eritma hajmini belgigacha yetkaziladi. Birxil erituvchi.

□□□□tokoferolning ishchi eritmasi (20mkg/ml) . 50 ml hajmli o'lchov kolbasiga 2,5 ml standart-tokoferol (0,4 mg/ml) o'lchamda bolinadi va eritmaning hajmi belgilangan belgigacha mutlaq etanol bilan suyultiriladi.

Temirxloridning 0,2% spirtli eritmasi . Aniq og'irligi 0,2 g temirtrixlorid($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) 25 ml absolyut etanolga eritiladi, miqdoriy jihatdan 100 mlli o'lchov kolbasiga o'tkaziladi va eritma hajmini bir xil erituvchi bilan belgiga keltiriladi. Eritmani muzlatgichda qorong'i shishada saqlang.

Temirxloridning 0,025% spirtlieritmasi . 1,25 ml 0,2% litrixloridtemir eritmasiga 8,75 ml absolyutetli spirti solinadi va aralashtiriladi.

Fosfor kislotasining 0,03 M spirtli eritmasi . Aniqog'irligi 0,327 g fosfor kislotasini 25 ml mutloq etil spirtida eritib, miqdoriy ko'rinishida 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkazing va eritma hajmini bir xil erituvchi bilan belgiga keltiring.

2,2' - dipiridilning 0,5% spirtli eritmasi . Aniq tortilgan 0,5 g 2, 2'-dipiridil ($C_{10}H_8N_2$) 25 ml absolyut etanolga eritiladi, miqdoriy jihatdan 100 ml li o'lchov kolbasiga o'tkaziladi va eritma hajmi bir xil erituvchi bilan belgiga keltiriladi.

15-LABORATORIYA ISHI

Kjeldahl usuli yordamida oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi oqsil miqdorini aniqlash

Ishning maqsadi: Makkajo'xori unining oqsil miqdorini Kjeldahl usuli yordamida aniqlash.

Kimyoviy moddalar va reaktivlar: Borat kislotasi (H_3BO_3), Bromokresol yashil, Etanol, 95%, Xlorid kislotasi (HCl), Metil qizil, natriy gidroksidi ($NaOH$), Sulfat kislota, (H_2SO_4), Kjeldahl hazm qilish tabletkalari, Kaliy sulfat (K_2SO_4), Cuprik sulfat titan dioksidi (TiO_2), Tris (gidroksimetil) aminometan (THAM).

Reaktivlar:

(** Ushbu yechimlarni darsdan oldin laborant tomonidan tayyorlash tavsiya etiladi.)

- Sulfat kislota (konsentrlangan, N-siz).
- Katalizator/tuz aralashmasi (Kjeldahl hazm qilish tabletkalari) Kaliy sulfat, kup sulfat va titan dioksidi o'z ichiga oladi.

Eslatma: Kjeldahl hazm qilish tabletkalarining bir necha turlari mavjud bo'lib, ular tarkibida biroz boshqacha kimyoviy moddalar mavjud.

- Natriy gidroksid eritmasi, 50%, og'irligi, $NaOH$ in deionizatsiyalangan distillangan (dd) suv 2000 g natriy gidroksidni ($NaOH$) eritib, ~3,5 L dd suvga kiriting. Ajoyib. 4,0 l gacha suv qo'shing.
- Borik kislota eritmasi. 4 litrli kolbada taxminan 160 g borik kislotasi eritiladi. 2 L qaynatilgan va hali juda issiq, dd suv. Aralashtiring va keyin yana 1,5 l qaynatilgan, issiq dd suv qo'shing. Musluk suvi ostida xona haroratiga qadar sovutib oling (ehtiyot bo'ling: shisha idishlar to'satdan sovib ketishi tufayli sinishi mumkin) yoki bir kechada qoldiring. Tez protseduradan foydalanganda, borik kislotasining qayta kristallanishini oldini olish uchun kolbani vaqti-vaqti bilan silkitib turish kerak. 40 ml bromokresol yashil eritmasini qo'shing (100-mg bromokrezol yashil/100 ml etanol) va 28 ml metil qizil eritmasi (100 mg metil qizil/100 ml etanol). 4 litr suvda suyultiriladi va ehtiyotkorlik bilan aralashtiriladi. 25 ml boric kislota eritmasini qabul qiluvchi kolbaga o'tkazing va hazm qilingan blankani (hazm qilingan katalizator/tuz/kislota aralashmasi) distillang. Keyin kolba tarkibi neytral kulrang bo'lishi kerak. Aks holda 0,1 n $NaOH$ eritmasi bilan titrlang, bu rang olinmaguncha. 4 litrli kolbadagi borik kislota eritmasini sozlash uchun zarur bo'lgan $NaOH$ eritmasi miqdorini formula bilan hisoblang:

$$ml\ 0.1\ N\ NaOH = \frac{(ml\ titri) * (4000ml)}{(25)}$$

Bor kislotasi eritmasiga hisoblangan 0,1N $NaOH$ eritmasidan qo'shing. Yaxshilab aralashtiramiz. Yangi bo'sh namunani distillash orqali sozlash natijalarini tekshiring. Sozlangan eritmani 50 ml repipetator bilan jihozlangan shishaga soling.

- Standartlashtirilgan HCl eritmasi**

3,33 ml kons. dd suv bilan HCl dan 4 L gacha. Titrator rezervuaridagi eski HCl eritmasini bo'shating va yangi HCl eritmasining kichik qismi bilan uch marta yuving. Titratorni standartlashtiriladigan yangi HCl eritmasi bilan to'ldiring. Hajmli pipetkadan foydalanib, quyida tavsiflanganidek tayyorlangan THAM eritmasining

10 ml alikvotlarini uchta Erlenmeyer kolbasiga (50 ml) soling. Har bir kolbaga 3-5 tomchi indikator qo'shing (3 qism 0,1% etanoldagi yashil bromokrezolning 1 qismi 0,2% etanoldagi metil qizil) va aylantiring. Har bir eritmani HCl eritmasi bilan och pushti ranggacha titrlang.

Materiallar:

- Makkajo'xori uni (quritilgan emas).
- 5 ta ovqat hazm qilish naychalari.
- 5 ta Erlenmeyer kolbasi, 250 ml.
- Spatula.
- tortish qog'ozi.

Uskunalar.

- Analitik balans;
- Avtomatik titrator;
- Kjeldahl hazm qilish va distillash tizimi.

Nazariy qism

Oziq-ovqatlarning protein tarkibini ko'p usullar bilan aniqlash mumkin. Proteinni tahlil qilish uchun Kjeldahl usuli va azotni yoqish (Dumas) usuli azotni aniqlashga asoslangan. Ikkala usul ham oziqovqat mahsulotlarini oziq-ovqat belgilarini belgilash uchun rasmiy hisoblanadi. Kjeldahl usuli 100 yildan ortiq vaqt davomida keng qo'llanilgan bo'lsa-da, yaqinda Dyuma usuli uchun avtomatlashtirilgan asboblarning mavjudligi ko'p hollarda Kjeldahl usulidan foydalanishni almashtiradi.

Kjeldahl protsedurasi namunadagi azot miqdorini o'lchaydi. Keyin tahlil qilinadigan oziq-ovqat uchun protein va azot nisbatini hisobga olgan holda protein tarkibini hisoblash mumkin. Kjeldahl protsedurasini asosan uch qismga bo'lish mumkin: (1) hazm qilish, (2) distillash va (3) titrlash. Ovqat hazm qilish bosqichida organik azot taxminan 370°C da katalizator ishtirokida ammoniyga aylanadi. Distillash bosqichida hazm qilingan namuna NaOH bilan ishqoriy holga keltiriladi va azot NH_3 holida tozalanadi. Bu NH_3 borik kislotasi eritmasida "tupoqlangan". Bu eritmadagi ammiak azotining miqdori standart HCl eritmasi bilan titrlash orqali aniqlanadi.

Tahlil orqali reagent blankasi olib boriladi va har bir aniqlashdan bu blanka uchun zarur bo'lgan HCl titrantining hajmi chiqariladi.

Eslatmalar. Kjeldahl va azotni yoqish usullari ham avtomatlashtirilgan asboblarsiz amalga oshirilishi mumkin, lekin ular odatda avtomatlashtirilgan asboblardan bilan amalga oshiriladi. Quyidagi tavsiflar bunday avtomatlashtirilgan asboblardan mavjudligiga asoslanadi. Agar Kjeldahl va/yoki azot yonishi tomonidan tahlil qilingan namunalardagi oqsil miqdori oldingi tajribada yaqin infraqizil tahlil yordamida baholangan bo'lsa, qiymatlarni usullar o'rtasida solishtirish mumkin.

Ishni bajarish tartibi:

(Ko'rsatmalar tahlil qilish uchun uch nusxada berilgan. Muayyan Kjeldahl hazm qilish va distillash tizimi uchun ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga rioya qiling. Bu yerda berilgan ba'zi ko'rsatmalar Kjeldahl tizimining bir turiga xos bo'lishi mumkin.)

1. Ovqat hazm qilish blokini yoqing va mos haroratga qizdiring.
2. Taxminan 0,1 g makkajo'xori unini aniq torting. Og'irlikni yozib oling. Makkajo'xori unini hazm qilish naychasiga soling. Yana ikkita namuna uchun takrorlang.
3. Makkajo'xori uni solingan har bir naychaga bitta katalizator tabletkasi va tegishli hajmdagi (masalan, 7 ml) konsentrlangan sulfat kislota qo'shing. Ikki nusxadagi blankalarni tayyorlang: bitta katalizator tabletkasi + namunada ishlatiladigan sulfat kislota hajmi + tortish qog'ozi (agar makkajo'xori uni namunalari bilan tortish qog'ozi qo'shilgan bo'lsa).
4. Ovqat hazm qilish naychalari tokchasini hazm qilish blokiga joylashtiring. Egzoz tizimi yoqilgan ovqat hazm qilish blokini yoping.
5. Namunalar hazm qilish tugaguniga qadar hazm bo'lsin. Namunalar tiniq bo'lishi kerak (lekin neon yashil), yonib ketgan material qolmagan.
6. Namunalarni hazm qilish blokidan oling va egzoz tizimi hali yoqilgan holda sovushini kuting.
7. Dijestni tegishli hajmdagi dd suv bilan ehtiyotkorlik bilan suyultiring. Har bir naychani aylantiring.

Distillash

1. Distillash tizimini ishga tushirish uchun tegishli tartibni bajaring.
2. Qabul qiluvchi kolbaga tegishli hajmdagi borik kislota eritmasidan soling. Qabul qiluvchi kolbani distillash tizimiga joylashtiring. Namuna distillashdan keladigan naycha borik kislota eritmasiga botganligiga ishonch hosil qiling.
3. Sektdan namuna trubkasini qo'ying., uning ishonchli o'rnatilganligiga ishonch hosil qiling va distillash tugaguncha davom eting. Ushbu distillash jarayonida NaOH eritmasining belgilangan hajmi naychaga yetkaziladi va bug 'generatori namunani belgilangan vaqt davomida distillaydi.
4. Bitta namunani distillash tugallangandan so'ng, yangi namuna trubkasi va qabul qiluvchi kolba bilan ishlang.
5. Barcha namunalarni distillash tugagandan so'ng, distillash moslamasini o'chirish uchun ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga amal qiling.

Titrlash

1. O'qituvchi yordamchisi tomonidan aniqlangan standartlashtirilgan HCl eritmasining normalligini yozib oling.
2. Avtomatlashtirilgan pH o'lchagich titrlash tizimidan foydalansangiz, asbobni kalibrlash uchun ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga amal qiling. Sektdan qabul qiluvchi kolbaga magnit aralashtirgichni soling . va uni aralashtirish plastinkasiga qo'ying. Titrlashda eritmani tez aralashtirib turing, lekin aralashtirgichning elektrodga tegishiga yo'l qo'ymang. Har bir namunani titrlang va pH 4,2 ga teng bo'lguncha tozalang. Ishlatilgan HCl titrantining rekord hajmi.
3. Agar kolorimetrik so'nggi nuqta ishlatilsa, qabul qiluvchi kolbaga magnitli aralashtirgichni qo'ying, uni aralashtirish plastinasiga qo'ying va titrlash vaqtida eritmani tez aralashtirishni davom ettiring. Har bir namunani standartlashtirilgan HCl eritmasi bilan birinchi xira kulrang ranggacha titrlang. Ishlatilgan HCl titrantining rekord hajmi.

Ma'lumotlar va hisob-kitoblar

Ikki nusxadagi yoki uch nusxadagi makkajo'xori unining har bir namunasi uchun foiz azot va protein foizini hisoblang, so'ngra o'rtacha qiymatlarni aniqlang. Siz tahlil qilgan makkajo'xori uni namunasi quritilgan namuna emas edi. Protein natijalarini nam vazn asosida (wwb) va quruq vazn asosida (dwb) foizli hisobot bering. Namlikni 10% deb hisoblang (yoki ushbu makkajo'xori uni namunasida oldindan aniqlangan bo'lsa, haqiqiy namlikdan foydalaning). Azotni oqsilga aylantirish omili uchun 6,25 dan foydalaning.

“Oziq-ovqat mahsulotlarini tadqiq qilish usullari” fanidan laboratoriya mashg'ulotlari tematikasi

№	Mavzular	Ajratilgan soatlar	Betlari
	Kirish		3
1	Oziq –ovqat mahsulotlarini fizik ko'rsatkichlarini aniqlash.	4	4
2	Oziq- ovqat mahsulotlari tarkibidagi namlikning massa ulushini aniqlash usullari	4	6
3	O'simlik moylarini fizik-kimyoviy ko'rsatkichlarini aniqlash usullari	4	9
4	Oziq-ovqat mahsulotlarida kislotalik va ishqorlikni aniqlash.	4	20
5	Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (HPLC) usulida mahsulot tarkibidagi kofein miqdorini aniqlash.	4	24
6	Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (HPLC) usulida mahsulot tarkibidagi antosiyanin miqdorini aniqlash.	2	28
7	Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulida baliq moyi tarkibidagi A vitamin miqdorini aniqlash.	4	33
8	Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Gaz xromatografiya usulida sharob tarkibidagi metanolni aniqlash	4	36
9	Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Gaz xromatografiya usulida oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi yog' kislotalarini aniqlash va metil efirlarini tayyorlash.	4	40
10	Oziq-ovqat mahsulotlarini xromatografik usullarda tahlil qilish. Gaz-suyuqlik xromatografida yog'- kislotalar tarkibini taxlil qilish va hisoblash.	4	45
11	Oziq-ovqat mahsulotlarini spektroskopiya usullarida tahlil qilish. Atom yutilish spektroskopiyasi orqali oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi natriy va kaliyni miqdorini aniqlash	4	53
12	Oziq-ovqat mahsulotlarini spektroskopiya usullarida tahlil qilish. Induktiv bog'langan plazma-atom emissiya spektroskopiyasi yordamida oziq- ovqat mahsulotlari tarkibidagi natriy va kaliy miqdorini aniqlash.	4	53
13	Oziq-ovqat mahsulotlarini spektroskopiya usullarida tahlil qilish. Yuqori unumdorlikka ega mass-spektrometriya usulida Soya unida turli xil fitokimyoviy moddalarni (asosan izoflavonlar,) aniqlash.	4	59
14	Oziq-ovqat mahsulotlarini kalorimetrik usullarda tahlil qilish. Vitamin E ni aniqlashning kolorimetrik usullari.	4	67
15	Kjeldahl usuli yordamida oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi oqsil miqdorini aniqlash	4	74
	JAMI:	60	

Asosiy adabiyotlar

1. Leo M.L.Nollet ,Fideltoldila. Handbook of foot Analyasis, CRC Press, Taylor Francis Group. 2015. 1525 pages.
2. Fayziyev J.S., Qurbonov J.M. “Oziq-ovqat mahsulotlari tatqiqotining fizik kimyoviy uslublari” Toshkent “Ilmziyo” 2009 yil.
3. Конюхов В.Ю.Хроматография учебник В.Ю. Конюхов – Санкт – Петербург Лань 2012-224с.
4. Беккер Ю. Спектроскопия . Москва Техносфера 2009.-528с.

Qo‘shimcha adabiyotlar

- 5.Mirziyoyev SH.M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birga quramiz. – T.: O‘zbekiston, 2017, 488 b.
- 6.Mirziyoyev SH.M. Qonun ustuvorligi va inson manfaatlarini ta’minlash – yurt taraqqiyoti va xalq farovonligining garovi. – T.: O‘zbekiston, 2017, 48 b.
- 7.Mirziyoyev SH.M. Erkin va farovon demokratik O‘zbekiston davlatini birgalikda barpo etamiz. – T.: O‘zbekiston, 2016, 56 b.

Axborot manbaalari:

- 1.www.gov.uz – O‘zbekiston Respublikasi xukumat portalı.
- 2.www.lex.uz -O‘z R Adliya vazirligi sayti.
- 3.www.ziyonet.uz -O‘z R Oliy va o‘rta maxsus ta’lim vazirligi sayti.
- 4.www.bilim.uz - O‘z R Oliy va o‘rta maxsus ta’lim vazirligi sayti.
- 5.www.ziyonet.uz
- 6.<https://www.tan.com.ua>
- 7.<https://www.cimbria.com>
- 8.www.twirpx.com

GLOSSARIY

Cho'ktirish xromatografiyasi- uning asosida ajratiladigan moddalar bilan cho'ktiruvchi reaktiv o'rtasidagi reaksiya natijasida qiyin eruvchan birikmalarning hosil bo'lishi yotadi.

Frontal usul- bajarilishi jihatidan eng sodda usuldir. Sorbent bilan to'ldirilgan xromatografik kolonka orqali uzluksiz oqimda tekshirilayotgan moddalar aralashmasining eritmasi yoki gazlar aralashmasi o'tkaziladi.

Siqib chiqarish usuli- frontal va elyuentli usullardan shu bilan farq qiladiki, tekshirilayotgan aralashma namunasi kolonkaga kiritilgandan keyin kolonka eriydigan modda qo'shilgan erituvchi (suyuq fazali xromatografiyada) yoki gaz (bug') holdagi modda qo'shilgan gaz- tashuvchi bilan (gaz xromatografiyasida) yuviladi.

Saqlash usullari- xomashyoni po'lat yoki emallangan idishlarga solib, 40-60°S da ushlab turiladi. So'ng muzlagan xomashyoni - 15 - 18° S da saqlanadi. Maydalangan xomashyoga past haroratda aseton yoki etil spirt qo'shilsa, lipidprotein komplekslari parchalanib, fermentlar yaxshi chiqadi.

Absolyut ushlanish vaqti- sekundomer yordamida yoki diagramm lenta bo'lagini o'lchab, aralashmani yuborishdan berilgan cho'qqi maksimumi chiqqancha ketgan vaqt.

Ushlanish mexanizmi- gaz xromatografiyasida harakatdagi faza sorbsiya va ajratish jarayonida ishtirok ctmaydi, balki faqat sorbent qavatida komponentlarni tashish funksiyasini bajaradi.

Selektivlik- deganda xromatografik sistemaning berilgan juft birikmani ajratish qobiliyati tushuniladi.

Elektroforez-(elektro va grekeha (popeco, ya'ni tashimoq so'zlaridan hosil bo'lgan) — bu tashqi elektrik maydon ta'sirida suyuq yoki gazsimon muhitda dispersion fazalar zarralari qayta joylashuvining energokinetik hodisasi.

Poliakrilamid gelida elektroforez oqsillari - poliakrilamid gelining elektroforetik qo'zg'aluvchanligi (harakatchanligi) asosida undagi aralashma oqsillarni bo'lish (yoki taqsimlash) usuli.

Gidrofob xromatografiya- ushbu tur xromatografiyaga quyi va yuqori bosimdagi gidrofob xromatografiyalar kiradi.

Afin xromatografiyasi- afin sorbentining tarkiblari va ularni sintez qilish usullari. Afin va biospesifik xromatografiyani olib boorish yo'llarining o'ziga xosligi. Afin sorbentini tayyorlashda tikuvchi agentlarni tanlash.

Kovalent xromatografiya-kovalent xromatografiya usuli bilan moddalarni ajratishda matrisalarni tanlash va ularni faollashtirish yo'llari.

YaMR spektrometrlarini turkumlash - 1)Doimiy va elektromagnit uslubi asosida magnit maydoni hosil qilish.

2) Magnit maydonining kuchlanishi turlicha bo'lishi (40. 60. 100, 220, 300 va 500 MGs).

3) O'rganiladigan yadrolaming turiga qarab (^1N , ^{19}F , ^{31}P , ^{13}C va boshqa yadrolar).

Spin-spinlarning o'zaro ta'sir konstantasi - ekvivalent protonlarning YaMR spektri oddiy bo'lib. yagona signaldan tashkil topadi, ammo noekvivalent protonlarning spektri murakkab bo'ladi, bunga asosiy sabab ular o'rtasida spin-spin ta'sir bo'lganligidir.

Signallarning holati yoki g (je) - omili-yutilish singlet chizig'ining ko'rsatkichlaridan yana biri rezonans nuqtasining holati hisoblanadi. Maydon qiymati, ya'ni rezonans hodisasi ro'y beradigan, g- omil qiymatining ma'lum ozod juftlanmagan elektronga tegishli qiymatdir.

Signallarning multipletligi yoki ajralib chiqishi - EPR spektroskopiyasida signallar multipletligining ikki xil turi mavjud bo'lib, birinchi turini murakkab tuzilishli, ikkinchisini esa o'ta murakkab tuzilishli signallar deb yuritiladi.

Ionlanish -mass-spektrometrdagi bo'lakli ionlarning hosil bo'lish jarayoni molekulani elektronlar bilan ta'sirlanishidan boshlanadi. bunda energiya 100 eV ga teng bo'lsa, tezligi $5,9 \cdot 10^6$ m/s bo'ladi, molekula bilan lining to'qnashish vaqti taxminan 10^{-7} sekunda teng bo'ladi.

-Mass-spektrometrdagi bo'lakli ionlarning hosil bo'lish jarayoni molekulani elektronlar bilan ta'sirlanishidan boshlanadi. bunda energiya 100 eV ga teng bo'lsa, tezligi $5,9 \cdot 10^6$ m/s bo'ladi. molekula bilan uning to'qnashish vaqti taxminan 10^{-7} sekunda teng bo'ladi.

Fotonlar ta'sirida ionlanish- ko'pincha organik moddalarning ionlanish potentsiali 13 eV dan kichik qiymatda bo'lgani uchun ionlanishni olib borish uchun qisqa to'lqin uzunlikdagi nurlanishdan foydalaniladi.

Kintyoviy ionlanish- molekula va ionlar to'qnashganda yangi zaryadlangan zarrachalarni hosil bo'lish reaksiyalarini kuzatish mumkin. Masalan, metanning molekulyar ioni neytral molekulasi bilan reaksiyaga kirishib mustahkam SN_3 ion hosil qilishi mumkin: $\text{SN}_4 + \text{SN}_4 = \text{SN}_3 + \text{SH}_3$

Sovuq holda kiritish- bu usul gazlar uchun hamda uy temperaturasida va 10^{-2} mm.sim.ust. bosimida oson uchadigan moddalar uchun ishlatiladi.

Issiq holda kiritish- organik moddalarni bug' holatiga kelishi uchun mass-spektrometr sistemasini 300° gacha qizdiriladi.

To'g'ridan-to'g'ri kiritish- mass-spektr olish uchun sistemada chuqur vakuum hosil qilish (10^{-6} mm. sm. ustuniga yaqin) bilan birga qizdirilsa ko'p birikmalar oson bugdanadi. Bu usul bilan molekula ogdrligi 2000 gacha bo'lgan birikmalarning mass-spektrini olish mumkin.

Xromatografdan kiritish- gaz xromatograf ustunidan o'rganiladigan

moddaning va gaz tashuvchining aralashmasi chiqadi. Gaz tashuvchi oqimining tezligi odatda 50 ml.min. ni tashkil etadi.

Bo'lakli ionlar- molekulyar iondan dissosilanish jarayoni natijasida bodakli ionlar hosil bodadi. Neytral molekuladan hosil bodgan molekulyar ion kation radikal bodib, undan hosil bo'lgan bodakli ionlar yoki kation yoki kation radikal bo dishi mumkin. Molekulyar iondan ajralib chiqayotgan zarracha m° radikal yoki neytral molekula bodishi mumkin.

Surunkali xatolar – taxlil natijasini faqat ortish yoki faqat kamayish tarafiga aniqligini buzadi. Bu hatolar namuna ajratish uskunalarining nomukammalligi yoki tadqiqot usulidan cheklanishlar yo'l qo'yilishi natijasida, doimiy ravishda vujudga keladi.

Xromatografiya -lotincha «xromos» - rang va «grafo» - yozmoq so'zlaridan tashkil topgan. Birinchi marta 1903yil rus olimi M.S.IIvet tomonidan o'simlik pigmentlarini adsorbstiyalanish qobiliyati ko'ra ajratishda 227na227 tadqiqot usuli qo'llanib, usulning asosiy prinstip va texnikasi tavsiya qilingan va «xromatografiya» deb nomlangan. Xozirgi vaqtda bu usul ham rangli ham rangsiz moddalar taxlilida qo'llanadi.

Adsorbstiya – bu qattiq yoki suyuq modda sirtida boshqa modda molekulalari va atomlari yig'ilishi jarayonidir.

Desorbstiya – adsorbstiya jarayonining teskarisi, ya'ni modda sirtiga yutilgan gaz yoki suyuqlikning ajralishi.

Front chizig'i - qog'ozga shimilib borayotgan xarakatlanuvchi faza chegarasi tushuniladi.

Identifikastiya – ayrim-ayrim dog'lar ko'rinishidagi ajralgan moddalarni aynan qaysi modda ekanligini aniqlash.

Metillash-organik kislotalarni metil spirti bilan reakstiyaga kirishib, metil efirlarini hosil qilishi.

Lipidlar – yogsimon moddalar bulib, bu gurux moddalar turli xil kimyoviy strukturaga ega bulishiga karamay, gidrofobligi va suvda erimasligi xamda fakat organik erituvchilarda erish xususiyatlariga kura bir guruxga umumlashtirilganlar. Lipidlarga yoglar, mumlar, pigmentlar (xlorofillar va karatinoidlar), fosfolipidlar, glikolipidlar va stiroidlar kiradi.

Detektor – to'g'rilagich, ya'ni xromatografda kolonkadan chiqayotgan gaz-par oqimining o'zgarayotgan fizik yoki kimyoviy xossasi detektorda qayd qilingan signali kuchaytirilib, samopisest – chizuvchi moslama yordamida xromatogramma qurinishida chizib boriladi.

Glisterialid – glisterialinning organik kislotalar va boshqa moddalar bilan hosil qilgan murakkab birikmalari

Xromatogramma – xromatograf qurilmasida namunani tahlil qilganda

qog'ozda paydo bo'ladigan grafik. Unda xar bir pik(do'nglik) moddaning miqdoriga bog'liq bo'ladi.

Spektroskopiya – optik spektrlarni o'rganuvchi bo'lim. Moylar tadqiqotida spektroskopiya yog' kislotalari va efirlari, moylar va ularning oksidlanish, polimerlanish, gidrogenlanish maxsulotlari, tuzilishi va tarkibi murakkab bo'lgan moylarning yo'ldosh moddalari tadqiqot qilinadi

Kolorimetriya – kolorimetrik reakstiya maxsulotini yorug'lik nurini ko'rinuvchi spektrlarini yutishi orqali o'lchashga asoslangan

Kolorimetrik reakstiya – bu reakstiya natijasida rangsiz maxsulotning rang xosil qilishidir. Bu usulga 228na yorug'lik filtrlari yordamida, yorug'lik spektrlarini ayrim qismlarini ajratib, har qanday rangli moddalarning yorug'likni yutish qobiliyatini aniqlovchi uskunalarni qo'llash ham kiritilgan.

Diafragma – tanlab o'tkazuvchanlik xususiyatiga ega bo'lgan parda, to'siq.

Refraktometriya – moddalarni nur sindirish ko'rsatkichini o'lchashga asoslangan tadqiqot usullaridan biri.

Nur sindirish ko'rsatkichi- har bir muhit absolyut sindirish ko'rsatkichi (n) bilan harakterlanib, bu kattalik yorug'likning vakuumda tarqalish tezligining muhitda tarqalish tezligiga nisbati bilan aniqlanadi

Oqsil – aminokislotalarni peptid bog'lar orqali hosil qilgan murakkab birikmalari.

Aminokislota – tarkibida amino grupp saqlovchi organik kislota

FAN YUZASIDAN TESTLAR

1. Oziq-ovqat mahsulotlari va xomashyo xavfsizligi mikroorganizmlar va ularning metabolik mahsulotlari qanday tarzda baholanadi?
A. Patogen mikroorganizmlar, suniy tabiiy radionuklitlarni solishtirish orqali;
B. Kimyoviy biologik tabiatdagi moddalarning miqdoriy yoki sifat jihatidan;
C. Moddalarning o'zaro almashinuvidagi konsentratsiyalash jihatidan;
D. Mahsulot tarkibiga kiradigan moddalarning tarkibi va miqdorini aniqlash orqali;
2. Zichlik sindirish ko'rsatkichi qovushqoqlik yopishqoqlik mahsulotlarni o'lchash xossalari qay biriga mos tushadi?
A. Biologik;
B. Kimyoviy;
C. Fizik;
D. Organoliptik;
3. Mahsulotlarni o'lchashda kimyoviy usullardan nima maqsadda foydalaniladi?
A. Mahsulot tarkibiga kiradigan moddalarning tarkibi va miqdorini aniqlash;
B. Muayyan hodisalar moddalar va xarajatlarni kuzatish;
C. Mahsulotning haqiqiy va potensial istemolchilalarning fikrlarini to'plash;
D. Sezgi azolarining sezgilarini tahlil qilish orqali mahsulotlarni tozalash;
4. Elementar analitik o'lchovlar sohasida hozirgi kunda eng sezgiri qaysi?
A. Atom yutilish, spektrometriyasi;
B. Gaz xromotografiyasi;
C. Induktev bog'langan plazma massa spektrometriyasi;
D. Spektrik suyuqlik xromotografiyasi;
5. Mahsulotning ozuqaviy va biologik qiymatini aniqlash uchun qanday usuldan foydalaniladi?
A. Kimyoviy;
B. Biologik;
C. Fizik;
D. Ozuqaviy;
6. Organoliptik so'zining manosi nima?
A. Moddaning qiymati;
B. Oziq-ovqat sifatini darajalashtirish;
C. Qabul qilishga moyil;
D. Chiqarib yuborishga moyil;
7. Nima ko'pincha S.F.K (superkretik suyuqlik xromotografiyasi) uchun mobil faza sifatida ishlatiladi.
A. Karbonad angdrit;

- B.Fosfor;
C.Oqsillar;
D.Xilor;
8. Nechinchi yildan boshlab yuqori samarali suyuqlik xromotografiyasi atamasi qo'llanila boshlandi?
A.1873;
B.1880;
C.1870;
D.1893;
9. Mahsulotning haqiqiy va potinsial istemolchilarning fikrlarini to'plash va tahlil qilishga asoslangan bo'limi nima deb nomlanadi?
A.Sotsiologik usul;
B.Ekspert usuli;
C.Hisoblash usuli;
D.Ro'yxatga olish usuli;
10. Organoleptik atamasi qaysi tildan olingan?
A.Lotincha;
B.Fransuzcha;
C.Ruscha;
D.Yunoncha.
11. Xromotografiya atamasi birinchi marta kim tomonidan aytib o'tilgan?
A.Mixail Tsvit;
B.M.Girs;
C.Fridrix Natshee;
D.Becher Staun.
12. Fizik kimyoviy ajratish ya'ni aralashmadagi moddalarni aniqlash usuli nima deb nomlanadi?
A.O'lchash usuli;
B.Hisoblash usuli;
C.Xromotografiya usuli;
D. Dozalash usuli;
13. Destributev qay holda vujudga keladi?
A.Erimaydigan birikmalarning cho'kishi oqibatida;
B.Fazalardagi moddalarning turli xil eruvchanligi tufayli;
C.Molikula shakli o'zgarishi tufayli;
D.Ion almashinuvi.
14. Aralashmani moddalarga ajratish ularni sifat va midoriy tahlil qilish xromotografiyaning qaysi turiga kiradi?
A.Preparatev xromotografiya;

- B. Sanoat xromotografiya;
C. Konsentr xromotografiya;
D. Analitik xromotografiya;
15. Xromotografiya atamasi nechinchi yilda ilk bor qo'llanilgan?
A. 1901;
B. 1970;
C. 1904;
D. 1903.
16. Fizik kimyoviy ajratish ya'ni aralashmadagi moddalarni aniqlash usuli nima deb nomlanadi?
A. Konsentratsiya;
B. Xromotografiya;
C. Ion almashinuvi;
D. Distributev.
17. Deneratsion nimaga asoslangan bo'ladi?
A. Molikulalarning shakli va o'lchamlaridagi farqga;
B. Ion almashinuvi muvozanatiga;
C. Fazalardagi moslashuvchanlikka;
D. Namuna tarkibiy qismlarining xossalriga.
18. Aralashmani moddalarga ajratish ularni sifat va miqdoriy tahlil qilish bilan xromotografiyaning qaysi turi qo'llaniladi?
A. Analitik xromotografiya;
B. Preparativ xromotografiya;
C. Cho'kindi xromotografiyasi;
D. Peniratsion xromotografiya.
19. Adsorbsiya nimaga asoslangan?
A. Fazalardagi moddalarning turli xil eruvchanligi;
B. Ion almashinuvi muvozanati;
C. Namuna tarkibiy qismlarining so'rilish qobiliyatidagi farqga;
D. Erimaydigan birikmalarning cho'kishi .
20. Cho'kindi nima sababli vujudga keladi?
A. Oksidlarning erishi orqali;
B. Erimaydigan moddalarning cho'kishi;
C. Karbonadning oksidlanishi;
D. Xloridning oksidlanishi.
21. Yupqa qatlamli xromotografiya nechinchi yilda kashf etilgan?
A. 1889;
B. 1893;
C. 1890;

D.1888.

22. Adsorbsion xromotografiyaning eng oddiy variant qaysi ?

- A.Kalonkali xromotografiya;
- B.Azotli xromotografiya;
- C.Ustunli xromotografiya;
- D.Diozotli xromotografiya .

23. Xromotografiyaning tekislik turlariga nimalar kiradi?

- A.Kalonkali, qog'oz
- B.Qog'oz, yupqa qavatli xromotografiya;
- C.Alyuminiy oksidi,selikagel;
- D.Adsorbent zarralari.

24. Xromotografiyalashni qanday usullarda o'tkazish mumkin?

- A.Yuqoriga harakatlanish;
- B.Pastga harakatlanish;
- C.Aylanib harakatlanish;
- D. Hamma javob to'g'ri.

25.Yupqa qatlamli xromotografiya usulida ko'pincha qaysi usul qo'llaniladi?

- A.Harakatlanish usuli;
- B.Pastga harakatlanish;
- C.Aylanib harakatlanish usuli;
- D.To'g'ri javob yo'q.

26. Xromotografiyaning sifat tahlili nechchi usulda amalga oshiriladi?

- A. 3 usulda;
- B.2 usulda;
- C. 4 usulda;
- D.5 usulda.

27. Bazi hollarda qiyin ajraluvchi aralashmalarni ajratishda qanday usullar qo'llanilad?

- A. Gidrodlanishli;
- B. Bosqichli yoki gradiyentli;
- C. Xromotografiyali;
- D.Diozotli usullardan.

28. Moddalar aralashmasini ajratishda kalonkali xromotografiyadan foydalaniladi?

- A.Aralashmali;
- B.Kalonkali;
- C.Yupqa qatlamli;
- D.Selyuloza xromotografiya;

29. Yupqa qatlamli xromotografiya nima sababdan katta imkoniyatlar

yaratadi?

- A.Moddalarni sifatli darajada ajratib olish uchun;
- B.Moddalarni eruvchanligini oshirish uchun;
- C.Murakkab diozotlarni turga ajratish uchun;
- D.Moddalarni tahlil qilish va ajratish uchun.

30. Yupqa xromotografiya usuli qachon Goppelsrederning asarlarida ishlab chiqilgan?

- A.19 asrning 30-yillarida;
- B.19-asrning 80-yillarida;
- C.20 asrning 30-yillarida;
- D.19-asrning 50-yillarida.

31. Detektorlar turli xususiyatlarga ko'ra farqlanadi. Ular orasida universal qanday vazifani bajaradi?

- A.Faqat aniq kimyoviy birikmalarni ajratadi;
- B.Yuqori steklevga ega bo'ladi;
- C.Ko'p moddalarni qayd qiladi;
- D.Moddalarni bir biridan ajratadi.

32. Qanday detektorlar kalonkadan ma'lum vaqt oralig'ida chiqqan komponentlarning umumiy miqdorini qayd qiladi?

- A.Integral;
- B.Defferant;
- C.O'tkazuvchanli;
- D.Aniqlash detektorlari.

33. Xromotografik kalonkalar nechta turga bo'linadi?

- A.3;
- B.5;
- C.2;
- D.6.

34. Doimiy ishlovchi aniqlanayotgan moddalarga tahliliy signal beruvchi qurilma nima deb nomlanadi.

- A.Detektor;
- B.Xromotografiya
- C.Selektiv;
- D.Spesifik.

35. Gibrid tahlil usuli bo'lib, bunda ajratish va o'lchash birgalikda amalga oshiriladi.

- A.Detektor;
- B.Xromotografiya;
- C.O'lchash usuli;

D.Kimyoviy usul.

36. Harakat o'zgarishlariga va qo'zg'aluvchi faza oqim tezligiga past sezuvchanlik nima deb nomlanadi?

A.Aniqlash chegarasi;

B.Natijalarni qayta ishlash;

C.Sezuvchanlik;

D. Ishning barqororligi.

37. Katarometr nima ?

A.Konsentrlangan detector;

B.Xromotografiya detektori;

C.Issiqlik o'tkazuvchanligi bo'yicha detector;

D.Konduktometrik detector.

38. Hozirgi juda kam uchraydigan detector turi qaysi?

A.Elektron;

B.Atom emession;

C.Ionli;

D.Kalonkali.

39. Qaysi detektorning ishlash prinsipi ko'p molekulalar barqaror anionlar hosil bo'lishi bilan elektronlar bilan tasirlasha olishiga asoslangan?

A.Atom emission;

B.Kalonkali;

C.Elektron tutish detektori;

D.Xromotografiya detektori.

40. Detektorning barqaror ishlashiga ta'sir qiluvchi eng muhim omil nima?

A.Vodorodning havo bilan nisbati va detektor harorati;

B.Gaz suyuqlik xromotografiya va harakatchanligi;

C.Molekulalarning o'zaro almashinuvchanligi;

D.Xromotografiya kalonkasining ta'sirchanligi.

41. Xromotografiyalash jarayoni ketayotgan vaqtda kalonka harorati qancha bo'lishi kerak?

A.20-25;

B.0,1;

C.0-3

D.-0,2.

42. Moddalar miqdorini aniqlashda xromotagramma qanday usullar yordamida tahlil qilinadi?

A.Mutlaq kalibrlash;

B.Ichki standartlar;

C.Gaz xromotografiyasi;

D.Hammasi to'g'ri.

43. Yuqori samarali suyuqlik xromotografiyasi qanday fazalarning ko'p turlaridan foydalaniladi?

A.Perfion;

B.Alyuminar;

C.Statsion;

D.Morfion.

44. Qanday xromotografiya organik erituvchilarni o'z ichiga olgan yoki bo'lmagan suvli harakatlanuvchi fazalardan foydalanadi?

A.Teskari fazali xromotografiya;

B.Almashinuvchan xromotografiya;

C.Ko'p qutbli xromotografiya;

D.Delyusserli xromotografiya.

45. Ko'chma faza komponentlari odatda qancha nkm dan kata zarrachalarni olib tashlash uchun filtrlanadi?

A.0,2 nkm;

B.0,35 nkm;

C.0,45 nkm;

D.0,24 nkm.

46. Qanday mobil fazalarni tayyorlashda alohida komponentlarning o'lchangan hajmlari aralashtiriladi?

A.Aralash komponentli;

B.Kalonkali;

C.Qutbiy birikmali;

D.Ko'p komponentli.

47. Ko'pincha nimadan detektor sifatida foydalanishimiz mumkin?

A. Ko'rinadigan hududda ishlaydigan Spektrofotometrlar;

B.Ultrabnafsha nurlari;

C.Magniydan olinadigan ko'p qutbli birikmalar;

D.Letfotsitlardan.

48. Bu usulda modda ikki bir-biriga aralashmadan suyuqlikda erish darajasiga qarab taqsimlanadi.Qaysi usul haqida gap ketmoqda?

A.Adsorbsion xromotografiya;

B.Taqsimlanuvchi xromotografiya;

C.Ion almashinuv xromotografiya;

D.Ion juftli xromotografiya.

49. Organik tuzilishga ega bo'lgan anion va kationlarni ion almashinish qanday xromotografiya yordamida ajratiladi ?

A.Ion xromotografiya;

- B.Kalonkali xromotografiya;
 C.Absorber xromotografiya;
 D.Suyuqlik xromotografiya.
50. Metall kationlar bilan kompleks hosil qiluvchi moddalarni ajratish qanday xromotografiya yordamida amalga oshiriladi?
 A.Riagent almashinish xromotografiya;
 B.Kalonkali;
 C.Ionli;
 D.Qo'sh qutbli.
51. Elastik sochilishni o'rganish orqali to'qimalarning tuzilishini aniqlaydigan aks ettirish spektroskopiyasining turi qaysi?
 A. Yorug'likning tarqalishi spektroskopiyasi;
 B. Vibratsiyali spektroskopiya;
 C. Biokimyoviy spektroskopiya;
 D. Molekulyar spektroskopiya.
52. Qora jismning nurlanishini spektroskopiya bilan izohlab bergan olim kim?
 A. Maks Plank;
 B. Shredinger;
 C. De-Broyl;
 D. Jeyms Klerk.
53. Nima uchun spektroskopiya fizik va analitik kimyoda qo'llaniladi?
 A. Chunki atomlar va molekulalar noyob spektrlarga ega;
 B. Moddalarning murakkabligi sababli;
 C. Atom tarkibining o'zgaruvchanligi sababli;
 D. Fazalarning bog'liqligi turlicha bo'lganligi sababli .
54. Absorbsion spektroskopiya: ?
 A. Absorbsiya nurlanish manbasidan energiya material tomonidan yutilganda sodir bo'ladi.;
 B. Absorbsiya nurlanish manbasidan energiya material tomonidan uzoqlashganda sodir bo'ladi.;
 C. Absorbsiya nurlanish manbasidan energiya material tomonidan uzatilganda sodir bo'ladi;
 D. Emissiya nurlangan energiya material tomonidan chiqarilganligini ko'rsatadi.
55. Materialning qora tana spektri – bu?
 A. Uning harorati bilan aniqlangan spontan nurlanish spektri.;
 B. Uning tezligi va yorug'lik spektri.;
 C. Uning zichligi va harakat spektri;
 D. Uning vazni hamda rang spektri.

56. Turli elementlarning atom spektrlari bir-biridan necha barobar farq qiladi?
- A. atomlari turli xil spektrlarga ega;
 - B. 2-3 birlikda;
 - C. 2 va 4 birlikda;
 - D. spektrning holatiga qarab.
57. To'liq uzunligi o'sishi bilan?
- A. foton energiyasi pasayadi;
 - B. foton energiyasi ortadi;
 - C. foton energiyasi o'zgarmaydi;
 - D. foton energiyasi tartibsiz holatga keladi.
58. Bir to'liq uzunlik xususiyatli nurlanish nima deyiladi ?
- A. monoxromatik;
 - B. polixromatik;
 - C. dixromatik;
 - D. megaxromatik.
59. Spektroskopiya fan sifatida _____ yorug'likni prizma bilan parchalashi va optika deb atalishi bilan boshlangan.?
- A. Nyutonning;
 - B. Faradeyning ;
 - C. Rentgenning;
 - D. Gaussning .
60. Atomlarda turli xil rentgen spektrlari ham mavjud bo'lib ular ?
- A. Ichki qobiqdagi elektronlarning qo'zg'aluvchan holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq;
 - B. Tashqi qobiqdagi elektronlarning qo'zg'aluvchan holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq;
 - C. O'zgaruvchan qobiqdagi elektronlarning qo'zg'almas holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq;
 - D. Ichki qobiqdagi elektronlarning qo'zg'almas holatlarga qo'zg'alishi bilan bog'liq.
61. Atom yutilish va emissiya spektrlari turlari va qizdirilgan gazning kimyoviy tarkibi o'rtasidagi bog'liqlik birinch bor kim tomonidan o'rganilgan?
- A. Gustav Robert Kirchhoff;
 - B. Alan Uolsh;
 - C. Robert Uels;
 - D. Nikola Tesla.
62. Atom yutilish spektral tahlili yordamida nechta element aniqlangan?
- A. 70 ga yaqin;

- B. 55 ta;
 - C. 30 dan ortiq;
 - D. 83 ta.
63. Maxsus selektiv lampalardan atom chizig'i nurlanishini yutish yo'li bilan atsetilen-havo alangasiga purkalgan eritmalardagi elementlarning miqdorini miqdoriy aniqlashning oddiy va amalga oshirishni oson usulini taklif qilgan olim kim.?
- A. Alan Uolsh;
 - B. Robert Uels;
 - C. Obert Kirchhoff;
 - D. Nikola Tesla.
64. Necha turdagi atomizatorlar mavjud?
- A. 3;
 - B. 2;
 - C. 4;
 - D. 5.
65. Elektrotermik atomizatorning asosiy komponentlari qaysilar.?
- A. grafit quvurli pech va quvvat manbai;
 - B. Detektor hamda shtativ.;
 - C. Reduktor va quvvat manbai;
 - D. Monoxrometr va nur sindiruvchi qism.
66. Turli elementlarning atom spektrlari bir-biridan necha barobar farq qiladi?
- A. atomlari turli xil spektrlarga ega;
 - B. 2-3 birlikda;
 - C. 2 va 4 birlikda;
 - D. spektrning holatiga qarab.
67. Atomizatorning turlari qaysilar?
- A. Olovli yo'l, elektrotermik atomizatsiya, sovuq bug' usuli va gidrid usuli;
 - B. Radiktiv atomizatsiya, selektiv atomizatsiya, monoxromatik;
 - C. Polixromatik atomizatsiya, nurlanish atomizatsiyasi;
 - D. Maxsus atomizatsiya, bog'langan atomizatsiya.
68. Olovli atomizator qanday asosiy qismlardan iborat.?
- A. pnevmatik aerosol qurilmasi, gaz regulyatori va burnerli atomizatsiya tizimidan
 - B. Detektor, reduktor va havo parragi;
 - C. Grafit quvurli pech, spektral atomizatsiya tizimi;
 - D. Optik linza, xotira manbai va illyustrator.
69. Piroliz jarayonida grafit pechini inert gaz bilan puflash atomizatsiya

jarayoniga qanday ta'sir ko'rsatadi.

- A. Ijobiy;
- B. Salbiy ;
- C. Neytral;

D. Atomizatsiya jarayonini neytrallashtiradi.

70. Yorug'likni monoxromatizatsiya qilishning an'anaviy usullari qaysilar ?

- A. prizma, difraksion panjara, interferentsiya filtrlari;
- B. Gauss usuli, prizmatik va olovli yo'l usuli;
- C. Rentgen usuli, Piroliz usuli, dixromatik usul;
- D. Elektrotermik usul, inert gaz usuli, gidrid usuli.

71. Atom emissiya spektroskopiyasi (AES) qanday usul,?

- A. Kimyoviy;
- B. Fizik;
- C. Mexanik;
- D. Ekektrofizik.

72. Induktiv bog'langan plazma atom emissiya spektroskopiyasi oziq-ovqatda sohasida nima uchun ishlatiladi ?

- A. Mishyak, vinodagi metallar mavjudligini aniqlash va oqsillar bilan bog'langan mikroelementlarni;
- B. Oziq-ovqat mahsulotlari tarkibidagi bakteriyalarni;
- C. Oqsilning zararlanganlik ko'rsatkichlarini aniqlash uchun;
- D. Oziq-ovqat mahsulotini yangiligini aniqlash uchun.

73. ICP atom emissiya spektroskopiyasining kamchiliklari

- A. Infratuzilmani saqlash va operatsion xarajatlarning katta xarajatlari, bir nechta emissiya chiziqlari yoki spektral shovqinlarning mavjudligi va eritmalarda eritilgan namunalarga ega bo'lish zarurati kiradi.;
- B. Spektrlarning kuchsizligi, nurlanishning yuqoriligi;
- C. Yakuniy natijadagi xatolikning kattaligi, uskunaning tez buzuluvchanligi
- D. Uskunada hech qanday kamchiliklar yo'q.

74. Atom emissiya spektroskopiyasida olov nima maqsadda ishlatiladi?

- A. Namunani eritish va bug'lash va spektroskopik o'rganish uchun erkin atomlarni hosil qilish uchun ishlatiladi;
- B. Sterilizatsiya hamda pasterizatsiya uchun;
- C. Jarayonni tezlashtirish uchun;
- D. Namunani sifatini yaxshilash uchun.

75. Detektor qanday turlarga bo'linadi?

- A. Bitta kanalli yoki ko'p kanalli;
- B. Ikki kanalli va to'rt kanalli;
- C. Monoxromatik va dixromatik;

D. Plazmatik va lyuminestsent;

76. Floresans ko'pincha qo'zg'atuvchi nurga nisbatan necha gradus burchak ostida o'lchanadi?

A. 90° ;

B. 45° ;

C. 30° ;

D. 120° .

77. Monoxromatorning uzatish samaradorligi qanday hollarda o'zgaradi.?

A. To'lqin uzunligiga qarab o'zgaradi;

B. Muhitning hilatiga qarab o'zgaradi;

C. O'zgarmaydi;

D. Uskunaning holatiga qarab.

78. An'anaviy yoy spektroskopiyasi usullarida qattiq moddaning namunasi odatda qachon va qay holatda yo'q qilinadi?

A. Tahlil paytida maydalanadi va yo'q qilinadi;

B. Tahlildan so'ng o'z holatida yo'q qilinadi;

C. Tahlildan so'ng maydalanib saqlab qo'yiladi;

D. Tahlildan 1 hafta o'tgach;

79. Plazmaning yuqori harorati qay holatda yuzaga keladi.

A. Zaryadlangan zarralar gaz bo'ylab harakatlanayotganda rezistorli isitish natijasida yuzaga keladi;

B. Olov haroratining oshirilishi natijasida ;

C. Reduktorning bosimini oshirilishi sababli;

D. Zarralarning tartibli harakati sababli.

80. Floresansni qachon old tomondan o'chanadi?

A. Shaffof bo'lmagan namunalar uchun amalga oshiriladi;

B. Shaffof bo'lgan namunalarnin o'lchash uchun;

C. Qimmatbaho namunalarni o'lchash;

D. Qoldiq namunalarni o'lchash uchun.

81. Infraqizil nurlanish - ko'rinadigan rangning qizil uchi nechchi mkm ?

A. $\lambda = 0,74$ mkm;

B. $\lambda = 0,76$ mkm;

C. $\lambda = 0,78$ mkm;

D. $\lambda = 0,79$ mkm.

82. Cho'zish tebranishlarining chastotasi mos keladigan bog'lanishlarning nimasi bilan bog'liq?

A. Chuziluvchanligi bilan;

B. Uzlüksizligi bilan;

C. Mustahkamligi bilan;

D.Egiluvchanligi bilan.

83. IQ spektroskopiyasida molyar soʻnish koeffitsienti (yutilish intensivligi) qancha qiymatni oʻz ichiga oladi?

A. 0 dan 200 gacha;

B.0 dan 14 gacha;

C. 0 dan 100 gacha;

D.0 dan 150 gacha.

84. IQ spektridagi eng qizg'in qanday tebranishlarga mos keladigan cho'qqilardir?

A.Chuzilgan;

B.Uzulgan;

C.Mustahkam;

D.Egiluvchan.

85. Tarmoq intensivligi o'tkazish darajasiga ko'ra IQ spektrlari nechchi turga bo'linadi?

A.2;

B.4;

C.3;

D.6.

86. Tarmoq intensivligi o'tkazish darajasiga ko'ra IQ spektrlari nomlari to'g'ri ko'rsatilgan qatorni toping?

A. kuchli, o'rta, zaif;

B.yuqori, kuchli,uchuvchan;

C. uziluvchan;

D. oquvchan, kuchli.

87. $1350 - 400 \text{ sm}^{-1}$ past chastotalar oralig'i mintaqasi nima deb ataladi?

A.egri chiziq;

B.ilon izi;

C.uzulgan iz;

D.barmoq izi.

88. Infraqizil spektrlarni qanday moddalar uchun o'lchash mumkin?

A.gazsimon, suyuq va qattiq;

B.suyuq;

C.qattiq;

D.barcha javoblar tug'ri.

89. Zamonaviy tadqiqot apparati butun diapazonda soniyasiga nechchi marta infraqizil o'lchovlarni amalga oshirishi mumkin?

A.35;

B.32;

- C.36;
D.99.
90. Infraqizil spektrometrlar va analizatorlarni nechchi toifaga bo'lish mumkin?
A.3;
B.2;
C.5;
D.4.
91. Mass spektroskopiya moddalarnini tahlil qilishning qanday usuli?
A.Biologik;
B.Fizik-kimyoviy;
C.Nazariy;
D.Amaliy.
92. Mass spektroskopiya qanday sohalarda qo'llaniladi?
A.Kimyo,biologiya;
B.Tibbiyot;
C. Huquq;
D.A va B
93. Massa spektori kim tomonidan yaratilgan?
A.Charliz Darwin;
B.Kalvin;
C.A.Dempster;
D.B.Kox.
94. Massa spektrining 100 yilligi qachon nishonlandi?
A.2010;
B.2018;
C.2002;
D.2011.
95. Nimaning tarkibini aniqlashda ham massa spetridan foydalaniladi?
A.Gazning;
B.Havoning;
C.Suvning;
D.Tuproq.
96. Gazlar nechta usul orqali o'rganiladi?
A 4 ta;
B. 5ta;
C.6 ta;
D 8 ta.
97. Birinchi Massa spektri kim tomonidan olingan?
A.Tomson,Radlikov;

- B.Tomson,Atson;
- C.Radlikov,Adson;
- D.Edison.

98. Tomson tomonidan nechchinch yilda massa spetri yaratilgan?

- A.1919;
- B.1910;
- C.1912;
- D. 1933.

99. Gaz xromatografiyasining eng keng tarqalgan muammosi nima?

- A.Tarqalishi;
- B.Quyilishi;
- C. Oqishi;
- D.Siljishi.

100. Nima ionlarning sonini turli xil defektlarda hisoblaydi?

- A.Gaz;
- B.Suyuqlik;
- C. massa;
- D.Spektr

101. Monomolekulyarni aniqlashning aniq usuli qanday usul hisoblanadi?

- A. YAMR spektroskopiyasi;
- B. Oddiy spektroskopiya;
- C.Uchuvchan spektroskopiya;
- D.Egiluvchan spektroskopiya.

102. YAMR spektroskopiyasi identifikatsiyadan tashqari yana nimalar haqida batafsil ma'lumot beradi?

- A.molekulalarning ta'mi haqida ma'lumot beradi;
- B. molekulalarning tuzilishi, dinamikasi, reaksiya holati va kimyoviy muhiti;
- C. molekulalarning hidi, ranglarning joylashishi;
- D. tezligi, kamayib ketishi.

103. YAMRning eng keng tarqalgan turli, yadrolarga ega bo'lgan har qanday namunaga nisbatan qo'llaniladigan spektroskopiya tug'ri berilgan javobni toping?

- A. proton va uglerod-13 YAMR spektroskopiya;
- B.refroktometrli spektroskopiya;
- C. xromatografiyalı spektroskopiya;
- D. neytronli spektroskopiya.

104. Ko'pgina elementar zarralar, xuddi tepalar kabi, o'z o'qi atrofida aylanadi. Agar zarracha elektr zaryadiga ega bo'lsa, u aylanayotganda

nima paydo bo'ladi?

A. Zarralangan zarracha;

B. Yangi modda;

C. Magnit maydon;

D. Tarqoq jismlar.

105. Magnit-rezonans usuli qanaqa fanlarning turli sohalarida qo'llaniladigan universal tadqiqot vositasi hisoblanadi?

A. biologiya, kimyo, geologiya va fizika;

B. matematika, tarix va biologiya;

C. Fizika, matematika, geografiya;

D. biologiya, matematika, yog'ochshunoslik.

106. Magnit rezonansning nechta asosiy turi mavjud?

A. 3 ta;

J. 4 ta;

K. 2 ta;

L. 5 ta.

M. Klassik Makro-Kjeldahl uskunasi

N. Klassik Makro-Kjeldahl uskunasi

107. Magnit rezonansning asosiy turlari nomi to'g'ri ko'rsatilgan qatorni toping?

A. elektron paramagnit rezonans (EPR) va yadro magnit rezonansi (YAMR);

B. elektron paramagnit rezonans (EPR) va yorug' magnit rezonansi;

C. elektron maydonli rezonans va yadro magnit rezonansi (YAMR)

D. elektron to'lqinli rezonans va yorug'lik rezonansi.

108. Elektron paramagnit rezonans (EPR) nechinchil yilda kashf etilgan?

A. 1988 yil;

B. 1911 yil;

C. 1905 yil;

D. 1944 yil.

109. Elektron paramagnit rezonans kim tomonidan kashf qilingan?

A. Tomson;

O. Edison;

P. E. K. Zavoiskiy

Q. M. Zeliniskiy.

110. EPR spektrlarini qayd qilish usullari nechta tashkil qiladi?

A. 10 ta;

B. 12 ta;

C. 3 ta;

D. 2 ta.

111. Moddaning asosiy xususiyatlarini aniqlash uchun uning sinishi ko'rsatkichini o'lchaydigan moddalarni optik tahlil qilish usuli nima deyiladi?

- A. Refraktometriya;
- B. Xromatografiya;
- C. Spektroskopiya;
- D. Mass spektroskopiya.

112. Abbe refraktometri qachon va kim tomonidan ixtiro qilingan?

- A. XX asrda Robert Guk;
- B. XIX asrda Ernst Abbe;
- C. XIX asrda Zeliniskiy;
- D. XX asrda Snel.

113. Abbe refraktometri qaysi sohalarda keng qo'llaniladi?

- A. Kimyo sanoati va temir yo'l sohasida;
- E. Texnik sohalarda;
- F. Oziq –ovqat va temir yo'l sanoatida;
- G. Oziq-ovqat sanoati va o'quv laboratoriyalarida.

114. Abbe refraktometrda yorug'lik manbai sifatida nima ishlatiladi?

- A. Chiroq;
- B. Nasos;
- C. DAD;
- D. Ustun.

115. Natriy D chizig'i deb ataladigan to'lqin uzunligi qancha nm eng ko'p ishlatilgan?

- A. 500,6 nm;
- B. 589,6 nm;
- C. 455,6 nm;
- D. 522,6 nm;

116. Siklogeksan va ba'zi shakar eritmaları haroratda bir xil sinishi ko'rsatki nechchi ?

- A. 20 ° C;
- B. 25 ° C;
- C. 27 ° C;
- D. 30 ° C;

117. Abbe refraktometriga tug'ri ta'rif berilgan qatorni toping?

- A. Bu ishonchli;
- E. Ular odatda arzon;
- F. Kam texnik vositadir;

G. Barcha javoblar to'g'ri.

118. Refraktometriya so'zining ma'nosi?

- A. lotincha refractus - singan va yunoncha metro - o'lchayman
- B. yunoncha refractus - singan va yunoncha metro - o'lchamayman
- C. lotincha refractus – yolg'iz va yunoncha metro - o'lchagich
- D. franso'zcha refractus – singan chiziq va yunoncha metro - o'lchayman.

119. Refraktometriya usulining vazifalari nimalardan iborat?

- A. kimyoviy birikmalarni aniqlash;
- B. miqdoriy va strukturaviy tahlil qilish;
- C. moddalarning fizik-kimyoviy ko'rsatkichlarini aniqlash;
- D. barcha javoblar tug'ri.

120. O'lchov odatda sinish ko'rsatkichini to'g'ridan-to'g'ri o'qish uchun sozlanadi?

- A. To'g'ridan to'g'ri o'qish uchun;
- B. Ishlatish uchun;
- C. Ishni tugatish uchun;
- D. Uskunani yuvish uchun.

131. Oziq-ovqat materiallarini qayta ishlash va saqlash va qo'shimcha qiymatli mahsulotlar ishlab chiqarish uchun bir nechta qanday usullar qo'llaniladi?

- A. Termal va notermal;
- B. fizik;
- C. kimyoviy;
- D. matematik.

132. Biofizikaviy usullar orasida qaysi usul oziq-ovqat mahsulotlarini tahlil qilish uchun juda mos keladi?

A. Refraktometriya;

E. Xromatografiya;

F. Kaloriyometriya;

G. pH metriya usuli.

133. Oziq-ovqat mahsulotlarini qayta ishlashning ko'plab usullaridan materiallarga termik ishlov berishning qanday turlari mavjud?

- A. isitish;
- B. sovutish;
- C. muzlatish;
- D. Barcha javoblar to'g'ri.

134. Qattiq moddalarning erishi va oqsillarning denaturatsiyasi qanday jaraayonni namoyon qiladi?

A. endotermik;

B. isitishni;

C. kislotalikni;

D. ishqoriylikni.

135. Uglevodlarning kristallanishi va oqsillarning agregatsiyasi ekzotermiya sifatida namoyon bo'ladi

A. endotermik;

B. kislotalikni;

C. ekzotermiya;

D. ishqoriylikni.

136. Endotermik va ekzotermik o'tishlar uchun haroratlar va bunday o'tishlardagi issiqlik kalorimetr yordamida o'lchanadi.

A. pH metrda;

B. refraktomertda;

C. ekzotermikda;

D. kalorimetr.

137. ".....turli xil harorat diapazonlari, kichik va katta hajmli, sezgirlikning keng diapazoni bilan ko'plab turli xil kalorimetrlar ishlab chiqilgan". Ushbu jumlaning to'ldiring.

A. Kalvet printsipligiga ko'ra;

B. Snel qonuniga ko'ra;

C. Nyuton qonuniga ko'ra;

D. Nyutonning 2 qonuniya ko'ra.

138. Qancha bo'lgan harorat oralig'ida kaloriya bloki atrofida suyuqlikning termostatik halqasi oqadi?

A. -20 °C dan 120 °C gacha;

B. -30 °C dan 130 °C gacha;

C. 20 °C dan 150 °C gacha;

D. 25 °C dan 140 °C gacha.

139. 100 MPa (1000 bar) gacha bo'lgan o'rtacha bosimlarda ishlaydigan ba'zi savdo kalorimetrlari mavjudmi?

A. Yo'q;

E. Hali uylab topilmagan;

C. Mavjud;

D. to'g'ri javob yo'q.

140. Olovli pechlar nima yordamida ezolyatsiya qilingan bo'ladi?

A. maxsus seramika elim bilan elektr izolyatsiya;

B. maxsus distellangan suv bilan;

C. Iyulent suyuqligi bilan;

D. Metanol bilan.

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR RO'YXATI

5. Leo M.L.Nollet ,Fideltoldila. Handbook of foot Analysis, CRC Press, Taylor Francis Group. 2015. 1525 pages.
6. Fayziyev J.S., Qurbonov J.M. “Oziq-ovqat mahsulotlari tatqiqotining fizik kimyoviy uslublari” Toshkent “Ilmziyo” 2009 yil.
7. Конюхов В.Ю.Хроматография учебник В.Ю. Конюхов – Санкт – Петербург Лань 2012-224с.
8. Беккер Ю. Спектроскопия . Москва Техносфера 2009.-528с.
9. Mirziyoyev SH.M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birga quramiz. – T.: O‘zbekiston, 2017, 488 b.
- 6 .Mirziyoyev SH.M. Qonun ustuvorligi va inson manfaatlarini ta’minlash – yurt taraqqiyoti va xalq farovonligining garovi. – T.: O‘zbekiston, 2017, 48 b.
- 7- Mirziyoyev SH.M. Erkin va farovon demokratik O‘zbekiston davlatini birgalikda barpo etamiz. – T.: O‘zbekiston, 2016, 56 b.

Axborot manbaalari:

1. www.gov.uz – O‘zbekiston Respublikasi xukumat portali.
2. www.lex.uz -O‘z R Adliya vazirligi sayti.
3. www.ziyonet.uz -O‘z R Oliy va o‘rta maxsus ta’lim vazirligi sayti.
4. www.bilim.uz - O‘z R Oliy va o‘rta maxsus ta’lim vazirligi sayti.
5. <http://www.tan.com.ua>
6. <https://www.cimbria.com>
7. www.twirpx.com

