

سلسلة محاضرات في GC MS

المحاضرة الأولى

# إرشادات تحضير العينة GC-MS

سلسلة محاضرات في GC MS  
المحاضرة الأولى

الاستاذ الدكتور ضياء الفكيكي

دكتوراه في علوم الأغذية  
متخصص في تحليل الأغذية  
مشرف مختبرات أبحاث الأغذية وحماية المستهلك  
جامعة البصرة

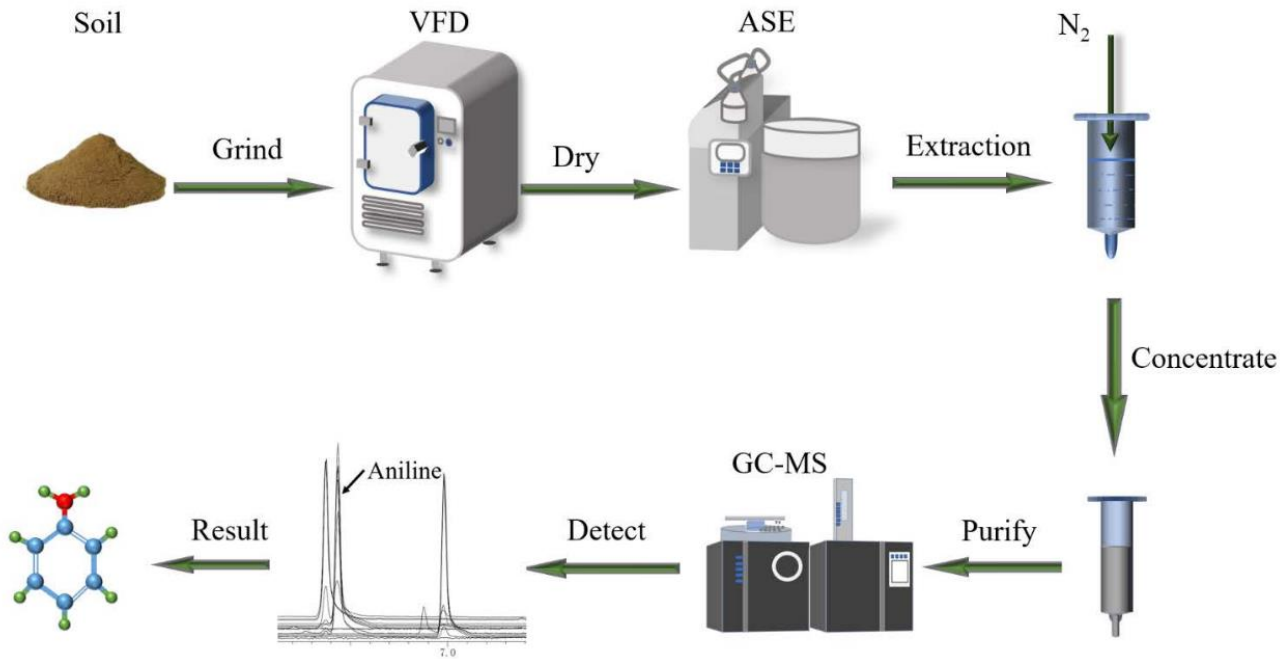
2023



## 1. التركيزات: Concentrations

يجب تقديم المحلول حوالي 10 ميكروغرام / مل في مذيب مناسب لـ GC-MS

: Solutions should be submitted approximately 10 ug/mL in a solvent suitable for GC-MS



## 2. تحليل Analysis

يجب تحضير تركيز العينة بهدف تحقيق تحميل عمود حوالي 10 نانو غرام مع حقنة 1 مايكرو لتر (spitless) بدون تقسيم العينة). يجب ألا تحتوي العينات على أي جزيئات أو المترسب الذي من شأنه أن يسد الحقنة ويلوث الحاقن والعمود. و يفضل اجراء الطرد المركزي قبل نقل إلى قناني الاختبار vials .

### 3. قنينة الزجاجية سعة glass 1.5 mL vials

يجب تحضير العينات في قناني زجاجية سعة 1.5 مل من GC مع أو بدون إدراج الحشوات الدقيقة للحجوم الصغيرة (Micro-inserts) تُستخدم الحشوات الدقيقة لتقليل حجم قناني العينات القياسية إلى مساحة سطح أقل ، من أجل توفير الظروف المثالية للإبرة لسحب العينة . وهي متوفرة بأحجام مختلفة اعتمادًا على تصميمها (قاع مسطح، مخروطي مع نابض بلاستيكي للأسفل لرفعها) . يوصى بتحميل 50uL من العينة كحد أدنى لضمان وصول الإبرة والتقاطها حتى العينة (لا يحتوي الحاقن على مستشعر قاع القارورة).



• **Micro-inserts** الحشوة للحجوم الدقيقة التي يتم وضعها داخل القورير من أجل سحب العينات ذات الحجم الصغيرة بواسطة الحاقن بسهولة

• انواع من قناني الخاصة بجهاز GC MS  
• types of vials

### 4. المذيبات Solvents

يتطلب GC-MS مذيبات عضوية متطايرة مثل ثنائي كلورو ميثان ، هكسان ، ميثانول ، إيثيل الأثير ، إلخ. لا يمكن إجراء GC-MS مباشرة على العينات المذابة في الماء.

## 5. تجنب: Avoid

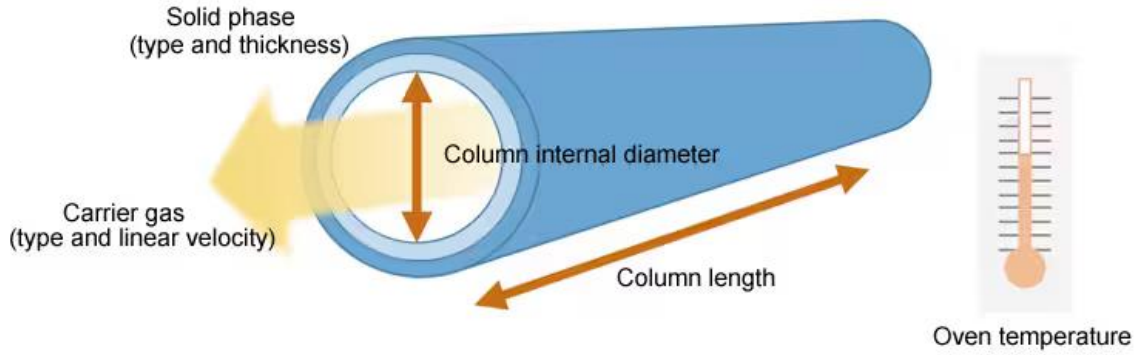
- بعض فئات المركبات غير قابلة لتحليل GC-MS ويجب عدم تقديمها. تشمل هذه المركبات على أحماض قوية، أو قواعد قوية، أو أملاح ، أو ماء ، أو معادن ، أو مادة بوليميرية و بلاستيك
- يجب أيضاً تجنب القناني والبارا فيلم. تأكد من أن مكونات العينة الخاصة بك تتبخر في درجات الحرارة أقل من 300 درجة مئوية، وإلا فإنها ستبقى على العمود وتلوثه.
- حدد برنامج درجة حرارة GC ودرجة حرارة الحاقن ونوع العمود إما عالية القطبية (DB-Wax) أو غير قطبية.(DB-5)

- تحليل المركبات غير القطبية ← عمود غير قطبي
- تحليل المركبات القطبية ← عمود قطبي قوي
- اختيار العمود من خلال المركب المستهدف
- فرق كبير في نقطة الغليان بين المركبات المستهدفة التحليلية ← عمود غير قطبي
- ايزومرات أو مركبات أخرى مع اختلاف بسيط في نقاط الغليان ← عمود قطبي قوي
- دليل لاختيار القطر الداخلي والطول وسمك الطلاء للعمود

### 1. الاختيار على أساس الفصل المطلوب

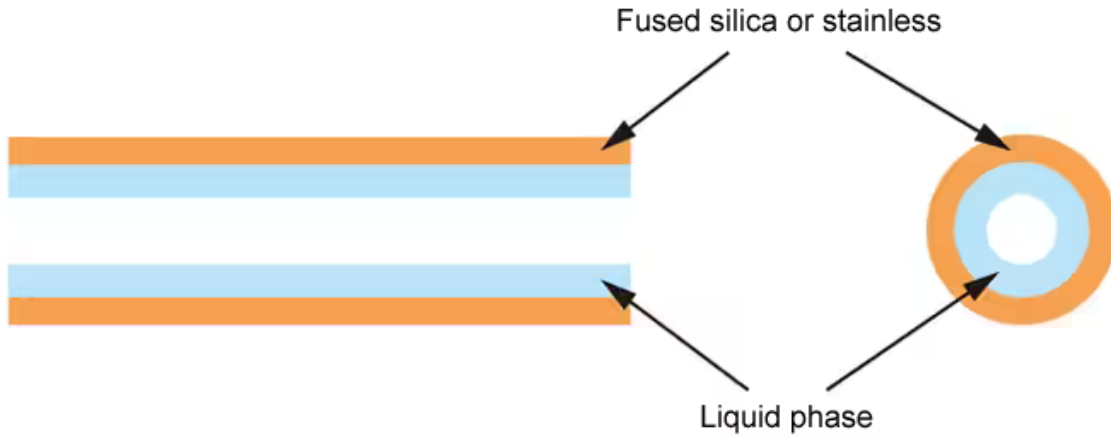
- مطلوب فصل عالي الدقة ← القطر الداخلي: رفيع، الطول: طويل
- الفصل المناسب مع وقت تحليل أقصر ← القطر الداخلي: سميك، الطول: قصير، سمك الطلاء: رفيع

### Elements that Affect Separation



### 2. الاختيار حسب الهدف التحليلي

- تحليل مركبات نقطة الغليان المنخفضة ← الطول: طويل، سمك الطلاء: سميك
- تحليل المركبات ذات درجة الغليان العالية ← الطول: قصير، سمك الطلاء: رفيع



## 6. اشتقاق Derivatization

يمكن تحليل المركبات شبه المتطايرة والقطبية عن طريق اشتقاق العينة. إذا اتبعت أبروتوكول الاشتقاق، يرجى ذكر الطريقة أو الكواشف في نموذج التقديم. إذا كنت كذلك لست متأكدًا من نوع الاشتقاق الذي يجب اختياره.

يشير الاشتقاق هنا بشكل ضيق إلى التفاعلات السابقة لتحليل GC ، لأن معظم الاشتقاقات الكيميائية المطلوبة في الاستخراج الدقيق السائل يتم دمجها مع GC. الأغراض الرئيسية لهذا الإجراء هي

(1) تحويل المركبات القطبية أو غير المتطايرة إلى منتجات غير قطبية أو متطايرة نسبيًا ؛

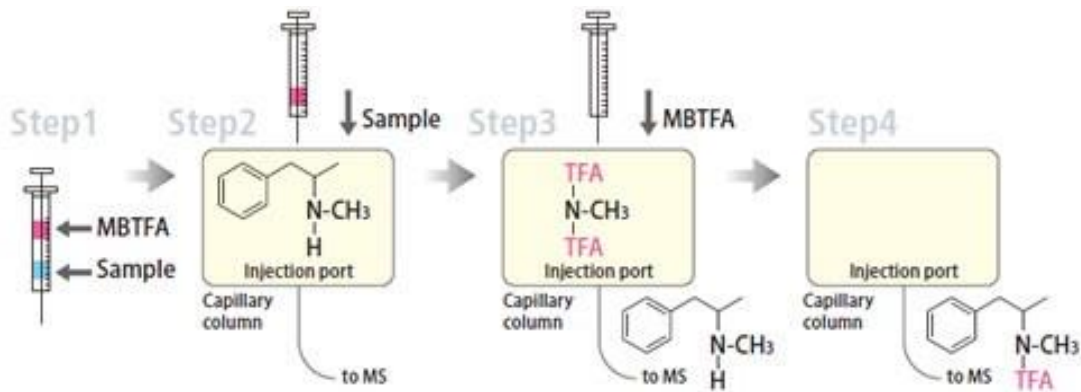
(2) تحسين الاستقرار الحراري للمركبات المستهدفة

(3) زيادة استجابة الكاشف من خلال دمج المجموعات الوظيفية التي تؤدي إلى ارتفاع إشارات الكاشف ؛

(4) تحسين أداء فصل GC. تشمل تفاعلات الاشتقاق الشائعة الاستخدام على التحلل ، والأسترة ، والأستلة

، والألكلة . تتوفر مجموعة واسعة من كواشف الاشتقاق تجارياً. ويتراوح وقت الاشتقاق من عدة ثوان إلى

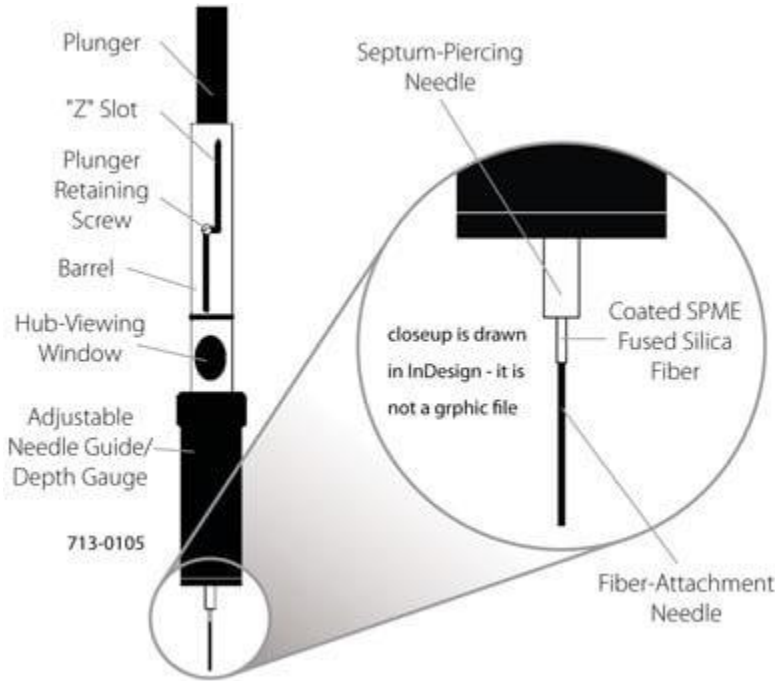
عشرات الدقائق



7. يمكن تحليل المركبات الموجودة في فراغ الرأس (الطور الغازي) مباشرة، إما عن طريق الحقن المباشر

بغاز محكم حقنة أو عن طريق الاستخلاص دقيق من الطور الصلب Solid phase

microextraction (SPME).



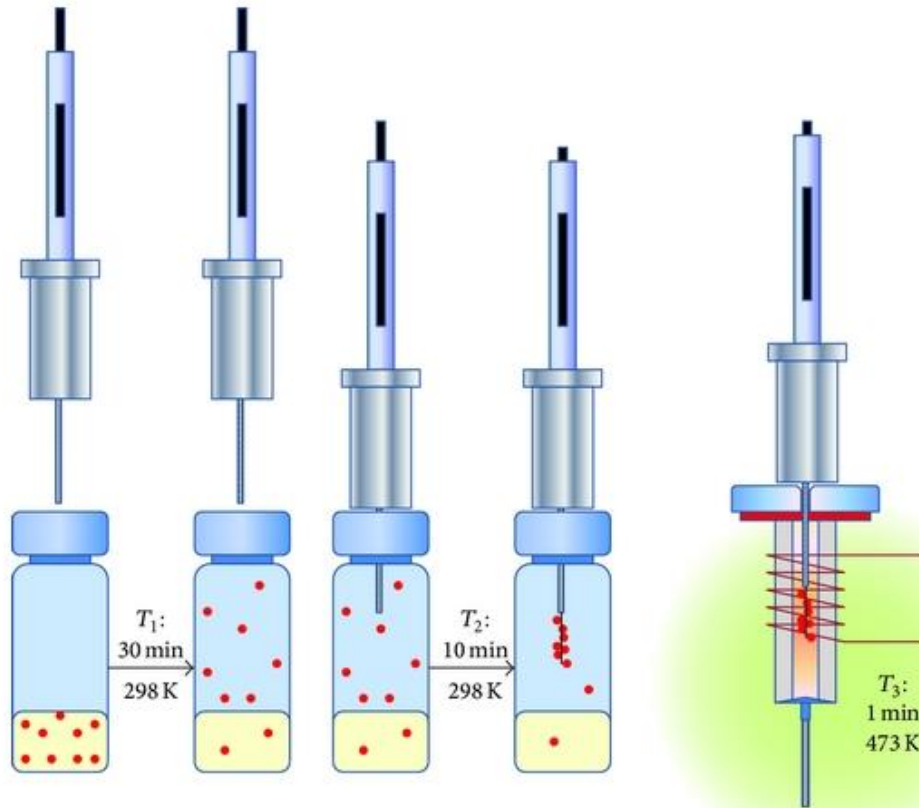
### Solid phase microextraction (SPME)

يعد الاستخلاص الدقيق للطور الصلب (SPME) تقنية مبتكرة وحساسة لتحضير العينات الخالية من المذيبات. استناداً إلى مبدأ الامتصاص / الامتصاص والامتصاص، يستخدم SPME الألياف المطلية لتركيز المركبات المتطايرة وشبه المتطايرة من العينة.

يستخدم SPME على نطاق واسع في مجموعة متنوعة من التطبيقات التي تشمل العينات البيئية والبيولوجية والصيدلانية والأطعمة والمشروبات والنكهات والعطور والطب الشرعي وعلم السموم واختبار المنتجات. تشمل الاستخدامات النموذجية ما يلي:

- التحاليل البيئية لعينات الماء والهواء
- تحليل فراغ الرأس للشوائب النزرة في البوليمرات والعينات الصلبة
- تحليلات الرائحة الجزيئية لكل تريليون

- تحليل نكهة المنتجات الغذائية
- تحليل الطب الشرعي لعينات الحرائق والمتفجرات
- تحليلات علم السموم لكحول الدم أو المخدرات في البول والمصل







## Dhia F. Al-Fekaiki (Ph.D.)

- in Food Sciences - Biochemistry - Enzymology
- **Expert** in GC MS, HPLC , Akta PURE 25 (FPLC)
- Interesting: Food Analysis, Safety Food , Honey Analysis
- Department of Food Science -College of Agriculture - University of Basrah
- Iraq – Basra
- 009647801022618
- dhia.alfekaiki@uobasrah.edu.iq
- <https://orcid.org/0000-0002-7510-5881>
- [https://www.researchgate.net/profile/Dhia\\_Al-Fekaiki](https://www.researchgate.net/profile/Dhia_Al-Fekaiki)
- <https://www.linkedin.com/in/prof-dr-dhia-al-fekaiki-60265186/>
- <https://independent.academia.edu/Dhiaalfekaiki>
- <https://publons.com/researcher/1718509/dhia-al-fekaiki/>
- <https://www.facebook.com/profile.php?id=100000822257891>