

**AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASI TƏHSİL NAZİRLİYİ
AZƏRBAYCAN DÖVLƏT İQTİSAD UNİVERSİTETİ**

Fərzəliyev Elsevər Baba oğlu

**QIDA MƏHSULLARININ
MÜASİR TƏDQİQAT
ÜSULLARI**

Ali məktəblər üçün dərslik

Azərbaycan Respublikası Təhsil
Nazirliyinin 07.05.2012-ci il tarixli,
772 sayılı qərarı ilə dərslik kimi
təsdiq edilmişdir

BAKİ – 2014

Redaktor: t.e.n., dos. **V.Ş.Mikayilov**, “AzGranata”
ATSC-nin baş məsləhətçisi, Azərbaycan
Kooperasiya Universitetinin “Əmtəəşünaslıq
və ekspertiza” kafedrasının dosenti

Rəyçilər: t.e.n., dos. **M.Ə.Məhərrəmov**, Bakı Qida
Sənayesi Kollecinin direktoru

t.e.n. **N.T.Kərimov**, Azərbaycan Kooperasiya
Universitetinin “Texnologiya və
Standartlaşdırma” kafedrasının dosenti

t.e.n. **N.H.Qurbanov**, Azərbaycan Dövlət
İqtisad Universitetinin “Qida məhsullarının
texnologiyası” kafedrasının dosenti

b.e.n., dos. **V.Q.Qılıçov**, Azərbaycan Dövlət
İqtisad Universitetinin “Qida məhsullarının
texnologiyası” kafedrasının dosenti

Fərzəliyev E.B. Qida məhsullarının müasir tədqiqat üsulları.
Ali məktəblər üçün dərslik. – Bakı: “İqtisad Universiteti”
Nəşriyyatı, 2014. – 365 s.

Dərslik mövcud tədris proqramına uyğun olaraq tərtib edilmişdir. O xeyli yeni və kifayət qədər dəyərli məlumatlarla, o cümlədən qida məhsullarının müasir tədqiqat üsullarını həm nəzəri və həm də praktiki cəhətdən əsaslandıran dərin elmi-nəzəri və praktiki məlumatlarla zəngindir.

Kitabda qida məhsullarının müasir tədqiqat üsullarının əhəmiyyəti, spektral, xromatoqrafik, lüminessentli və reoloji analiz üsulları, habelə qida məhsullarının keyfiyyətinə nəzarət üçün işlənən cihaz və texniki vasitələr haqqında hərtərəfli elmi məlumatlar verilmişdir.

Dərslik ali təhsil müəssisələrinin 050642 – “Qida məhsulları mühəndisliyi” ixtisası üzrə bakalavr pilləsində təhsil alan tələbələr üçün nəzərdə tutulmuşdur. Ondan, eyni zamanda uyğun istiqamətdə təhsil alan magistrantlar, aspirantlar və habelə müvafiq qida sənayesi sahəsində çalışan mütəxəssislər də faydalana bilər.

© Fərzəliyev E.B. 2014

© «İqtisad Universiteti» – 2014

GİRİŞ

Müasir dövrdə insanların sağlamlığının qorunması ən vacib məsələlərdən biri hesab olunur və bu haqda Azərbaycan Prezidenti mütəmadi olaraq müvafiq əmr və sərəncamlar imzalayır. Bu da dövlət proqramlarının vaxtında, layiqincə yerinə yetirilməsinə, Azərbaycan əhalisinin sağlamlığının qorunmasına bilavasitə xidmət göstərir.

Yüksək keyfiyyət göstəriciləri ilə üstünlük təşkil edən, kifayət qədər uzun müddət ərzində korlanmadan saxlanma qabiliyyətinə malik, ekoloji cəhətdən təmiz və eləcə də insan orqanizmi üçün zərərli komponentsiz olan müxtəlif çeşidli qida məhsulları istehsalının təmin edilməsi, müasir zamanda ən yeni cihaz və qurğularla təchiz olunmuş müəssisə elmi-tədqiqat laboratoriyalarının olması zərurətini tələb edir. Bu laboratoriyalar ən müasir tədqiqat metodikaları ilə təmin olunduğu halda, təqdim edilən qida məhsullarının bütün fiziki-kimyəvi göstəriciləri (kimyəvi tərkibi, ekoloji təmizliyi, insan orqanizmi üçün əhəmiyyəti və s.) haqqında hərtərəfli və dəqiq məlumatlar əldə etmək mümkün olur.

Qida məhsullarının hazırlanması texnologiyalarında xammalların keyfiyyəti və tərkib göstəriciləri, istehsal proseslərinin effektivliyi, ekoloji təhlükəsizlik, istehsal edilən məhsulların müəyyən olunmuş normalara – yəni müvafiq Standartın tələblərinə uyğunluğu, sanitar-gigiyenik tələblərin yerinə yetirilməsi böyük əhəmiyyət kəsb edir. Yuxarıda sadalanan bütün məsələlərin həlli qida xammallarının və hazır qida məhsullarının tədqiqat üsullarını bilməyi tələb edir. Bu elm sahəsi qida sistemlərinin yeni prinsip və üsullarının yaradılması ilə yanaşı, eləcə də qida məhsullarının tərkibinə daxil olan ayrı-ayrı maddələrin quruluşunun, onların funksiyaları və digər komponentlərlə qarşılıqlı əlaqələrinin müəyyən edilməsini nəzərdə tutur.

İstənilən hər hansı bir qida məhsulunun tədqiq edilməsi müəyyən mürəkkəbliklə fərqlənən analitik prosesdir. Qida məhsullarının tərkib xüsusiyyətləri və çoxkomponentli olduqları nəzərə alınaraq, standart tədqiqat metodlarını məhsulların fiziki-kimyəvi strukturuna və tərkib xüsusiyyətlərinə görə uyğunlaşdırmaq vacibdir, yəni hər bir konkret halda bu və ya digər ölçü həddində analitik tədqiqat işlərinin aparılması tələb olunur.

Müasir zamanda qida sənayesinin müxtəlif sahələrində geniş miqyasda tətbiq olunan aşağıdakı tədqiqat üsullarını misal göstərmək olar: qaz, maye xromatoqrafiyası, qaz-maye, kağız üzərində paylaşımcı, nazik təbəqəli, kolonkalı və ion mübadilə xromatoqrafiyası, atom-absorbsiyalı spektrometriya, fotometriya, lüminessensiya, kapilyar elektroforez, infraqırmızı spektroskopiya, elektrokimya, klassik analiz üsulları (refraktometriya, titrləmə, qravimetriya) və reoloji tədqiqat üsulları və s.

Son illər ərzində qida məhsullarının tədqiqi üsulları arasında xromatoqrafik və kapilyar elektroforez tədqiqat üsullarının həcmnin xeyli artması qeyd olunur ki, bu da qida sənayesi üçün adı çəkilən üsulların, ilk növbədə, mənimsənilmə vacibliyini göstərir. Yeni çeşidli yüksəkkeyfiyyət göstəriciləri ilə üstünlük təşkil edən ekoloji cəhətdən təmiz qida məhsullarına olan tələbatın artmasına müvafiq olaraq, gələcəkdə bir sıra digər analiz üsullarından qida xammalları və hazır qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin tədqiqi üçün istifadə edilmə intensivliyi yüksələcəkdir. Buradan belə nəticəyə gəlmək olar ki, “Qida məhsulları mühəndisliyi” ixtisası üzrə təhsil alan mühəndis-texnoloqlar üçün qida xammallarının və eləcə də hazır qida məhsullarının xüsusiyyətlərinin qiymətləndirilməsi metodologiyasının mənimsənilməsi, yəni məhsulların keyfiyyət göstəricilərinin təyin edilməsinin müasir metodlarının öyrənilməsi olduqca vacib əhəmiyyət kəsb edir.

Ümumiyyətlə bu dərslik, “Qida məhsullarının müasir tədqiqat üsulları” fənninin tədrisi üçün ali məktəb sistemində Azərbaycan dilində tərtib edilmiş ilk dərslikdir və uyğun ixtisas üzrə bakalavr, magistr pilləsində təhsil alan ali məktəb, orta ixtisas məktəbləri tələbələri, kolleclərdə təhsil alan tələbələr, eyni zamanda qida sənayesinin müxtəlif sahələrində çalışan mühəndis-texniki işçilər üçün kifayət qədər yüksək elmi və praktiki əhəmiyyət kəsb edir.

Dərsliyin tərtib olunub ərsəyə gəlməsində öz məsləhət və tövsiyələrini əsirgəməyən insanlara: Azərbaycan Dövlət İqtisad Universitetinin əməkdaşları – kafedra müdiri, texnika elmləri doktoru, prof. M.H.Fərzəliyevə, kafedra müdiri, kimya elmləri namizədi, dos. G.A.Abbasbəyliyə, texnika elmləri namizədi, dos. N.H.Qurbanova, biologiya elmləri namizədi, dos. V.Q.Qılıcova, Azərbaycan Kooperasiya Universitetinin əməkdaşları – texnika elmləri namizədi, dos. N.T.Kərimova, texnika elmləri doktoru, dos. V.Ş.Mikayılova, Bakı Qida Sənayesi Kollecinin direktoru, texnika elmləri namizədi, dos. M.Ə.Məhərrəmovaya dərin minnətdarlıq hissi ilə təşəkkür bildirməyi özümə borc hesab edirəm.

Dərslik haqqında irad və təkliflərinizi Bakı şəhəri, İstiqlaliyyət küçəsi, 6 ünvanına göndərməyiniz xahiş olunur. Bu, dərsliyin təkrar nəşri zamanı keyfiyyətinin yaxşılaşdırılmasına xidmət göstərər.

Müəllif

I BÖLMƏ

QIDA XAMMALLARI VƏ HAZIR QIDA MƏHSULLARININ KEYFİYYƏT QIYMƏTLƏNDİRİLMƏSİNİN NƏZƏRİ ƏSASLARI

1.1. Termin və təyinlər

M ə h s u l u n x ü s u s i y y ə t i – onun hazırlanması və ya istehlakı zamanı meydana çıxan obyektiv xassəsidir. Məhsulun xüsusiyyətlərini şərti olaraq iki qrupa bölmək olar:

1. Bəsit xüsusiyyətlər qrupuna dad, xarici görünüş, rəng aiddir;

2. Mürəkkəb xüsusiyyətlər qrupuna isə – həzm olunma, mənimsənilmə və digərləri aiddir.

M ə h s u l l a r ı n k e y f i y y ə t i onların texniki və texnoloji xüsusiyyətlərinin məcmusu kimi müəyyənləşdirilə bilər. Bu xüsusiyyətlər vasitəsilə, istehlakçının tələblərini keyfiyyət təmin edir.

Məhsulların keyfiyyətini qiymətləndirmək üçün *keyfiyyət göstəricilərindən* istifadə edirlər. Bu göstəricilər məhsulun müəyyən istehsal və ya istehlak şərtləri nəzərə alınmaqla keyfiyyətini təşkil edən bir və ya bir neçə xüsusiyyətinin miqdarıdır. Verilən göstərici məhsulun müəyyən tələbləri təmin etmək yararlılığını miqdarca xarakterizə edir. Keyfiyyət göstəricisi müxtəlif vahidlərlə (kkal, faiz və s.), eləcə də ölçüsüz ifadə oluna bilər. Məhsulların keyfiyyətini qiymətləndirmək üçün göstəricilər sistemi (tək göstərici, kompleks göstərici, müəyyənləşdirici, integral) tətbiq edilir.

T ə k g ö s t ə r i c i – məhsulun xüsusiyyətlərindən birini (məsələn dad, rəng, aromat, nəmlik, möhkəmlik, konsistensiya, qabarma və s.) xarakterizə edən keyfiyyət göstəricisidir.

K o m p l e k s g ö s t ə r i c i – məhsulun bir neçə xüsusiyyətini və ya bir neçə bəsit xüsusiyyətdən ibarət olan bir mürəkkəb xüsusiyyətini xarakterizə edən göstəricidir.

Kompleks göstəricilərə aiddir:

- **q i d a l ı q d ə y ə r i** – məhsulların tərkibində olan qida komponentlərinin (zülallar, yağlar, karbohidratlar, mineral maddələr, vitaminlər və s.) miqdarı, məhsulların enerji dəyəri və orqanoleptiki göstəriciləri;

- **b i o l o j i d ə y ə r** – məhsulda mövcud olan zülalların keyfiyyəti, onların aminturşu tərkibinə görə balanslılığı, yalnız aminturşu tərkibindən asılı olmayıb həm də zülalın struktur xüsusiyyətlərindən asılı olan həzmolunma və mənimsənilmə;

- **e n e r j i d ə y ə r i** – bioloji oksidləşmə prosesi zamanı qida maddələrindən ayrılı bilən və orqanizmin fizioloji tələblərini təmin etmək üçün istifadə olunan enerjinin miqdarını xarakterizə edən termindir

Məhsulların tərkibi (zülallar, yağlar, karbohidratlar və digərlərinin miqdarı) onun qidalıq dəyərini xarakterizə edir, bioloji və enerji dəyəri haqqında (bəzi hallarda qismən) anlayış verir.

İnsan orqanizminə qida məhsulları ilə onun sağlamlığı üçün təhlükəli olan xeyli miqdarda maddə daxil olur. Bu amil uşaq ərzağı və profilaktik qidalanma üçün xüsusilə vacibdir.

Bununla əlaqədar olaraq, uşaqların sağlamlığı üçün qida məhsullarına zəmanət verən, bunların effektivliyinə, keyfiyyətinə obyektiv və məsuliyyətli nəzarətin yüksəldilməsi mühüm məsələlərdən biridir.

İnsan orqanizminə kanserogen, mutagen və ya digər arzu-edilməz təsirlərlə üstünlük təşkil etməyən, toksiki maddələrə malik olmayan (və ya sanitar keyfiyyət normaları həddində, az miqdarda toksiki maddələrə malik olan) qida məhsullarının insan sağlamlığı üçün təhlükəsiz hesab olması qəbul edilmişdir.

Qida xammalları və hazır qida məhsullarının təhlükəsizliyini onların tərkibindəki mikroorqanizmlərin və bu canlıların həyat fəaliyyətindən əmələ gələn bioloji və kimyəvi təbiətə malik məhsulların miqdarına və ya keyfiyyət tərkibinə görə qiymətləndirirlər.

Qida məhsullarının insan orqanizmi üçün təhlükə yaratması onların tərkibində patogen (xəstəliktörədən) mikroorqanizmlərin, süni və təbii radionukleidlərin, ağır metal duzlarının, nitritlərin, nitratların, pestisidlərin, eləcə də qida əlavələrinin, yəni konservantların, boyaq maddələrinin və bir sıra digərlərinin olması ilə şərtlənir.

1.2. Laboratoriya nəzarətinin təşkili

Qida məhsullarının yüksəkkeyfiyyətliliyinin təmin edilməsində, qida sənayesi müəssisələrində texniki nəzarət şöbəsi funksiyalarını yerinə yetirən istehsalat (zavod, fabrik) laboratoriyaları vacib rol oynayır. Texniki nəzarət şöbəsi funksiyalarının yüksək səviyyədə və layiqincə yerinə yetirilməsi işçilərin peşəkarlığından, laboratoriyanın vacib nəzarət vasitələri ilə, kimyəvi reaktivlərlə, köməkçi avadanlıqlarla və cihazlarla təchizatından, normativ sənədlər və sorğu məlumatları ilə təmin edilməsindən asılıdır.

Son illər qida məhsullarının keyfiyyətinə nəzarət xeyli dərəcədə yüksəlmişdir. Qida sənayesində qəbul zamanı statistik metodlara əsaslanan yeni nümunə seçimi və qəbul qaydaları tətbiq edilmiş, habelə qida məhsullarının fiziki - kimyəvi göstəricilərinin təyini metodlarına yeni standartlar işlənilərək (yaradılaraq) daxil edilmişdir. Bu aspektdə uşaq ərzağı üçün süd məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin təyini metodları xüsusi yer tutur.

Əksər qida sənayesi müəssisələrində istehsalat laboratoriyası texniki nəzarət şöbəsinin fəaliyyəti haqqında tipik

qaydalarla tənzimlənən texniki nəzarət şöbəsinin funksiyalarını yerinə yetirir.

Qida sənayesi müəssisəsi yalnız istehsalat laboratoriyası tərəfindən qəbul edilən və məhsulun müəyyən edilmiş tələblərə uyğunluğunu təsdiqləyən sənədlə tərtib olunan məhsulları realizə edə bilər.

İstehsalat (zavod) laboratoriyası qida sənayesi müəssisəsinin sərbəst struktur şöbəsi sayılır və müəssisə direktoru tərəfindən təsdiq olunmuş “İstehsalat laboratoriyaları haqqında Qaydalar”a əsasən fəaliyyət göstərir.

İstehsalat laboratoriyasının strukturu, işçi ştat cədvəli istehsalın iş şəraiti, buraxılan məhsulun həcmi və çeşidi nəzərə alınmaqla müəssisənin kateqoriyasından asılı olaraq müəyyənləşdirilir, Birliyin və ya müəssisənin direktoru tərəfindən təsdiqlənir. İstehsalat laboratoriyasının strukturunda məcburi qaydada baş kimyaçının rəhbərlik etdiyi kimyəvi analiz qrupu və baş mikrobioloqun rəhbərlik etdiyi mikrobioloji qrup nəzərdə tutulmalıdır.

İstehsalat laboratoriyasının əsas vəzifələrinə aşağıda göstərilənlər daxildir:

- reseptlər və texnoloji instruksiyalarla təsdiqlənmiş qüvvədə olan normativ-texniki sənədlərin tələblərinə uyğun gəlməyən məhsullar istehsalının və bu məhsulların istehlakçıya çatdırılmasının qarşısını almaq;

- qida sənayesi müəssisələrində istehsal və sanitariya intizamının möhkəmləndirilməsi;

- buraxılan məhsulların keyfiyyət göstəricilərinə görə bütün istehsal strukturlarının məsuliyyətini artırmaq.

Göstərilən bu vəzifələri həyata keçirmək üçün qida sənayesi müəssisələrində istehsalat laboratoriyası tərəfindən aşağıdakı funksiyalar yerinə yetirilir:

- zavoda daxil olan xammallara, yarımfabrikatlara, köməkçi materiallara, taralara girişdə suyun keyfiyyətinə nəzarət edir. Mövcud texnoloji və sanitar-bakterioloji nəzarətə görə

olan sənədləşməyə uyğun olaraq vacib kimyəvi və mikrobioloji analizləri yerinə yetirərək istehsal prosesinə, məhsullarda toksiki maddələrin miqdarına nəzarət edir və ya təşkil edir və hazır məhsulun qəbul edilməsinə nəzarəti həyata keçirir;

- müəyyən olunmuş reseptura tərkibinə, texnoloji sənədlərin tələblərinə, sanitar məsələlərə görə qüvvədə olan sənədlərlə şərtlənən norma və qaydalara istehsal zamanı əməl edilməyə inspeksiya nəzarətini aparır;

- qəbul edilmiş hazır məhsulların müəyyən olunmuş tələblərə uyğunluğunu təsdiqləyən vacib sənədləri, eləcə də xammalların, yarımfabrikatların, köməkçi materialların və taraların tədarükçülərinə iddia irəli sürmək üçün əsasən malik sənədləri tərtib edir;

- müəssisə tərəfindən çatdırılan məhsulların müəyyən edilmiş tələblərə olan uyğunsuzluğuna istehlakçıların iddialarının uçotunu aparır və təsdiq edilmiş formaya görə məhsulların keyfiyyəti haqqında hesabatları hazırlayır;

- yeni məhsul növlərinin sınaqdan keçirilməsində (dequstasiya) və yeni xammal növlərinin texnoloji sort - sınağına, yeni texnoloji proseslərin tətbiqinə və ya kimyəvi - texniki hesabat məlumatlarını nəzərə almaqla xammal sərfi uçotunun aparılması üzrə texnoloji rejimlərin dəqiqləşdirilməsinə görə aparılan işlərdə və yüksək miqdarda itki və tullantıların aradan qaldırılması üzrə tədbirlərin keçirilməsində iştirak edir.

Məhsulların keyfiyyətinin analizi üzrə işlərin böyük hissəsi bu və ya digər ölçü vasitələrinin köməyi ilə yerinə yetirilir. Bu vasitələr xüsusi şəkildə seçilir və xüsusi məqsədlə xidmət göstərir ki, bu da nəzarətin dəqiqliyini təmin edir. Ölçü vasitələrinə: ölçülər, ölçücü dəyişdiricilər, ölçmə cihazları və ölçmə ləvazimatları aid edilir.

Ö l ç ü l ə r verilmiş ölçünün fiziki kəmiyyətini (çəki, həcm, uzunluq və s.) təsəvvür etmək üçün nəzərdə tutulur. Ölçü kimi çəki daşı, çəki daşları yığımı (dəstəsi), şablonlar, qum saatı, uzunluq həddinin sonları, ölçücü kimyəvi qablar,

standart məhlullar, nümunəvi maddələr və digərləri istifadə olunur.

Ölçücü dəyişdiricilər verilən siqnalı ötürmək məqsədilə əlverişli olan formaya çevirmək, saxlamaq və işləmək üçün xidmət göstərirlər. Ölçücü dəyişdiricilər adətən az və ya çox mürəkkəb ölçücü komplekslərin tərkib hissələri kimi təsəvvür edilir.

Ölçmə cihazları siqnalı bilavasitə qəbul etmək məqsədi ilə əlverişli formada işləmək üçün nəzərdə tutulur. Cihazlar şkalalı, rəqəmsal və ya qeydedici olur. Ölçmə cihazlarına termometrlər, ionometrlər, manometrlər, saniyəölçənlər, refraktometrlər, fotokolorimetrlər, spektrofotometrlər, ion ölçücüləri, ampermetrlər, voltmetrlər və s. aid edilir.

Ölçmə ləvazimatları ölçmələr zamanı istifadə olunur və ölçmə nəticələrinə təsir göstərir. Bunlara quruducu şkaflar, termostatlar, sublimasiya qurğuları və digərləri aiddir.

Ölçmə vasitələrinin seçilməsi, onların metroloji xüsusiyyətləri, yəni ölçmə dəqiqliyinin asılı olduğu texniki parametrlər nəzərə alınmaqla həyata keçirilir.

İstənilən ölçmə vasitəsinin seçilmiş ölçü məqsədi üçün yararlılığını müəyyən edən əsas metroloji xüsusiyyətlərdən biri - ölçmənin aşağı və yuxarı hədləri, yəni verilən nəzarət vasitəsilə ölçülməsi mümkün olan miqdarın ən aşağı və ən yuxarı qiymətləridir. Ölçmələrin aşağı və yuxarı hədləri ölçmə diapazonunu məhdudlaşdırır. Ölçmə diapazonu dedikdə ölçülən kəmiyyətlərin qiymət oblası başa düşülür.

Ölçücü cihazının az əhəmiyyət kəsb etməyən metroloji xüsusiyyətlərdən biri onun həssaslığıdır.

Ölçücü vasitənin xətası, onun seçilməsini əsaslandırıran vacib xüsusiyyətdir. Xətanın ifadə üsulu ölçü vasitəsinin növündən asılıdır. Ölçmə dəqiqliyi mütləq və nisbi xətalara xarakterizə edilir. Ölçü vasitələrinin xətalarını *statik* və *dinamik* olmaqla iki qrupa bölmək qəbul edilmişdir.

Ölçmələrlə olan normativ sənədlərdə ölçücü dəyişdiricilər və cihazlar ölçü vasitələrinin *dəqiqlik sinfini* (dərəcəsinə) göstərir. Dəqiqlik sinfi dedikdə əsas və əlavə xətlərin hədləri ilə, eləcə də ölçmə nəticələrinin dəqiqliyinə təsir edən bir sıra digər xüsusiyyətlərlə müəyyənləşdirilən ümumiləşdirilmiş xarakteristika başa düşülür.

Metroloji xidmət, yəni laboratoriyalarda istifadə edilən bütün ölçü vasitələrinin uçotu, təftişi, təmiri, yoxlanışı müəssisənin metroloji xidmət şöbəsi tərəfindən, ya öz qüvvələri hesabına və ya da uyğun kənar təşkilatların köməyi ilə həyata keçirilməlidir. Lakin istehsalat (zavod) laboratoriyasında aparılan analizlər zamanı dəqiq işləməyən və yoxlanılmayan ölçü vasitələrindən istifadəyə görə laboratoriya müdiri məsuliyyət daşıyır. Buna görə də laboratoriya müdiri bütün ölçü vasitələrinin işlək vəziyyətdə olmasını, onların yoxlamadan keçirilməsini (kalibrlənmə) və bu haqda tələb edilən təsdiqlənmiş sənədlərin olmasını təmin etməlidir.

Vaxtaşırı yoxlama müddətləri (yoxlamalararası interval) faktiki etibarlılıq haqqında, istifadə (ekspluatasiya) şərtləri haqqında məlumatlar nəzərə alınmaqla, müəssisənin metroloji xidmət şöbəsi tərəfindən müəyyənləşdirilir. Bir qayda olaraq istehsal laboratoriyalarında istifadə olunan əsas cihaz növlərinin yoxlanma müddəti ildə bir dəfə qəbul edilir.

Kimya laboratoriyalarında xüsusi kimyəvi laboratoriya və kvarts şüşədən yaxud çini materialdan hazırlanan qablardan istifadə edirlər. Kimyəvi laboratoriya şüşəsinə olan əsas tələbat, onun *kimyəvi dayanıqlılığı* (müxtəlif kimyəvi reagentlərin təsirinə qarşı dözümlülük) və kəskin temperatur dəyişkənliyinə dözmək qabiliyyəti ilə ifadə olunan termiki dözümlülük xassəsi ilə şərtlənir.

Kvarts şüşə yüksək istiliyə və istilik qradientinə qarşı daha davamlıdır, belə ki, şəffaf kvartsın istidən genişlənmə əmsalı adi kimyəvi laboratoriya şüşənin istidən genişlənmə əmsalından təqribən 15 dəfə azdır. Digər şüşə növləri ilə müqayisədə

kvars şüşə həm də suya və aqressiv turş mühitə qarşı yüksək dayanıqlığı ilə üstünlük təşkil edir. Buna görə də şəffaf kvars şüşədən hazırlanan qablardan 1000°C-dək istilik hədlərində turş və neytral maddələrlə işləmək üçün istifadə edilir. Şəffaf kvars şüşədən müxtəlif tutumlu putalar, fincanlar, stəkanlar, kolbalar, sınaq şüşələri və bu kimi digər qablar hazırlayırlar. Kvars şüşə adi şüşədən daha kövrəkdir və buna görə də bu növ şüşədən hazırlanmış laboratoriya qablarını zərbədən qorumaq lazımdır.

Çinidən hazırlanan qablar möhkəm və istiyə davamlıdır. Çininin xətti genişlənmə əmsalı təqribən şüşənin xətti genişlənmə əmsalı ilə eynidir. Buna baxmayaraq çinidən hazırlanan məmulatları tədricən qızdırmaq lazımdır, qızdırılmış çini borucuğu soyuq maşa ilə götürmək və ya soyuq altlıq üzərinə qoymaq məsləhət deyil, əks halda çini çatlayar və ya qəlpələnər.

Laboratoriyalarda analizlər zamanı müxtəlif təmizlik dərəcəsinə malik kimyəvi maddələrdən istifadə edilir. Müvafiq standartı uyğun olaraq, sənaye miqyasında buraxılan bütün kimyəvi məhsullar dörd qrupa bölürlər:

1. Təbii mənşəli işlənilməmiş (emal edilməmiş) xam məhsullar və çoxlu miqdarda qarışıqlara malik yarımfabrikatlar;

2. Nisbətən az qarışıqlara malik texniki məhsullar;

3. Analitik, preparativ və digər işlər üçün reaktivlər;

4. Keyfiyyəti kimyəvi reaktivlərin keyfiyyətindən xeyli yüksək olan xüsusi təmiz məhsullar.

Qida sənayesində kimyəvi analizlər üçün başlıca olaraq, əsas maddənin miqdarından və qarışıqların yol verilən həcmindən asılı olaraq aşağıdakı ixtisaslaşmalarda buraxılan reaktivlərdən istifadə edilir:

– *təmiz (t) – reaktivin az təmizlik dərəcəsinə olduğunu əks etdirir;*

– *analiz üçün təmiz (a.ü.t.) – preparatın analitik işlərdə tətbiqini xarakterizə edir;*

– *kimyəvi təmiz (k.t.)* – reaktivin yüksək təmizlik dərəcəsində olduğunu göstərir;

– *xüsusi təmiz (x.t.)* – maddənin mikromiqdarını təyin etmək üçün istifadə olunur.

Laboratoriyaya qəbul edilən reaktivlərin üzərində adı, təmizlik dərəcəsi və saxlanma müddəti (əgər vacibdirsə), göstərilən etiket (yarlıq) olmalıdır. Hər bir ixtisaslaşmaya aid reaktiv üçün tara (qab), üzərindəki etiket müəyyən rəngə malik olur (və ya etiket üzərinə rəngli zolaq çəkilir). Məsələn, “təmiz” ixtisaslaşması üçün yaşıl, “analiz üçün təmiz” ixtisaslaşması üçün göy, “kimyəvi təmiz” ixtisaslaşması üçün qırmızı, “xüsusi-təmiz” ixtisaslaşması üçün sarı və digər reaktivlər üçün açıq qəhvəyi rənglərdən istifadə olunması qəbul edilmişdir.

Laboratoriyalarda havanın və reaktivlərin çirklənməsinə yol verməmək məqsədilə, onlar ağzı bağlı tutumlarda saxlanılır. Turşuların qatı məhlulları və ammoniyak cilalanmış tıxaca malik şüşə qabda saxlanılır ki, qabın üzərinə örtük və ya kimyəvi stəkan keçirilir. İşığın təsirindən dəyişən bütün reaktivlər, məsələn, kalium-yod, kalium-permanqanat və bu qəbildən olan digər reaktivlər tünd rəngli şüşədən hazırlanmış qablarda, hər hansı bir analiz aparılarkən artıq qalmış reaktivlər isə ümumi kütləyə qarışdırmayıb ayrıca saxlanılır.

1.3. Qida xammalları və hazır qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin təyini metodları

Tətbiq olunan ölçmə vasitələrindən asılı olaraq təyin metodlarının ölçücü, qeydedici, hesablayıcı, sosioloji, ekspert və orqanoleptiki olmaqla altı qrupa ayrılır.

Ö l ç ü c ü m e t o d l a r – ölçmə və nəzarət metodlarından istifadə etməklə alınan məlumatlara əsaslanır. Ölçücü metodların köməyi ilə kütləni, əndaza ölçülərini, optik sıxlığı, tərkibi, strukturu və bu kimi bir çox digər göstəricilər təyin edilir.

Ölçücü metodlar fiziki, kimyəvi və bioloji olmaqla üç qrupa bölünür.

Fiziki metodlar – məhsulların fiziki xassələrini – sıxlığını, refraksiya əmsalını, özlülüyünü, yapışqanlılığını və s. təyin etmək üçün tətbiq olunur. Mikroskopiya, polyarimetriya, kolorimetriya, refraktometriya, spektroskopiya, reologiya, lüminessentli analiz və digərləri fiziki metodlara aid edilir.

Kimyəvi metodlar – məhsula daxil olan maddələrin tərkibi və miqdarını təyin etmək üçün tətbiq edilir. Bu qrup metodlar iki qrupa ayrılır:

1. Keyfiyyətə təyinat metodları;
2. Miqdarca təyinat metodları.

Bioloji metodlardan qida məhsullarının qidalılıq və bioloji dəyərliliyini təyin etmək üçün istifadə edilir. Bu metodlar da fizioloji və mikrobioloji olmaqla iki qrupa ayrılır.

Fizioloji metodlar – qidalı maddələrin həzm olunması və mənimsənilməsi dərəcəsini, zərərsizliyini, bioloji dəyərini müəyyənləşdirmək üçün tətbiq edilir.

Mikrobioloji metodlar – qida məhsullarının müxtəlif mikroorqanizmlərlə sirayətlənmə dərəcəsini təyin etmək üçün tətbiq olunur.

Qeydedici metodlar – müəyyən hadisələrin sayının, əşyaların və sərfiyyatın hesablanması və müşahidəsi əsasında həyata keçirilən qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin təyinat metodlarıdır. Bu metodlar müəyyən hadisələrin (məsələn, məhsul partiyalarındakı qüsurlu məmulatların sayının hesablanması və s.) qeydə alınması və hesabatı yolu ilə əldə edilən məlumatlara (informasiyalara) əsaslanır.

Hesablayıcı metodlar – qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin onların parametrlərindən nəzəri və empirik asılılıqlarının istifadə olunmasını əks etdirir. Bu metodlar, əsasən qida məhsulları layihələndirilərkən, onlar hələ eksperimental tədqiqat obyektləri kimi çıxış edə bilmədikdə

tətbiq edilir. Bu metodlarla məhsulların ayrı-ayrı keyfiyyət göstəriciləri arasındakı asılılıqlar müəyyənləşdirilə bilər.

S o s i o l o j i m e t o d l a r – qida məhsullarının faktiki və mümkün istehlakçılarının rəylərinin toplanması və analizinə əsaslanır; şifahi üsulla, sorğu və ya sual-anketlərin paylanması, konfransların, sərgilərin, müşavirlərin, dequstasiyaların və s.-nin keçirilməsi yolu ilə reallaşdırılır. Bu metoddan çəki əmsallarını müəyyənləşdirmək üçün istifadə edilir.

E k s p e r t m e t o d l a r – bunlar ekspertlər tərəfindən qəbul edilən qərarlar əsasında həyata keçirilən metodlardır. Belə metodlar idarəetmənin müxtəlif mərhələlərində nəzərə alınan göstəricilərin nomenklaturası müəyyənləşdirilərkən ayrıca və kompleks keyfiyyət göstəricilərinin cəmi əsasında ümumi göstəriciləri müəyyənləşdirmək və keyfiyyət səviyyəsini qiymətləndirmək üçün (ballarla), eləcə də məhsulların keyfiyyəti attestasiya olunarkən geniş istifadə edilir. Qida məhsullarının keyfiyyət qiymətləndirilməsinin ekspert metodları konkret qiymətləndirmə şərtlərinə görə hesablama və ya ölçmə metodlarından istifadə etmək mümkünsüz olduğu və ya məqsədəuyğun olmadığı zaman tətbiq edilir. Bu metodları müstəqil halda, yaxud məhsula olan normativ-texniki sənədlər və məhsulun keyfiyyəti qiymətləndirilərkən, məhsulun keyfiyyətinin idarə edilməsində realizəolunan daha yaxşı nəticələr seçilərkən, eləcə də qiymətləndirilən məhsulun və istehlakçıların təsnifatlaşdırılması, keyfiyyət göstəricilərinin nomenklaturasını və kütlə əmsallarını təyin etmək, baza nümunələrinin seçilməsi və baza göstəricilərinin əhəmiyyətini müəyyən göstəriciləri hiss üzvlərinin köməyi ilə ölçmək və qiymətləndirmək, hesablama və ya ölçmə metodu ilə əhəmiyyəti müəyyənləşdirilən ayrı-ayrı göstəriciləri dəyərləndirmək, kompleks keyfiyyət göstəricilərini müəyyənləşdirmək üçün və digər hallarda başqa metodlarla birlikdə istifadə edilir.

Ekspert metodlarının köməyi ilə qida məhsullarının keyfiyyətini qiymətləndirmək üçün ekspert komissiyaları (texniki

komissiya, dequstasiya komissiyası və s.) yaradırlar. Ekspert komissiyaları: i ş ç i və e k s p e r t qrupundan ibarətdir. Ekspert qrupları yaradılarkən ekspertin psixofizioloji imkanları və sağlamlığı nəzərə alırlar. Ekspert bacarıqlı, işgüzar və obyektiv olmalıdır.

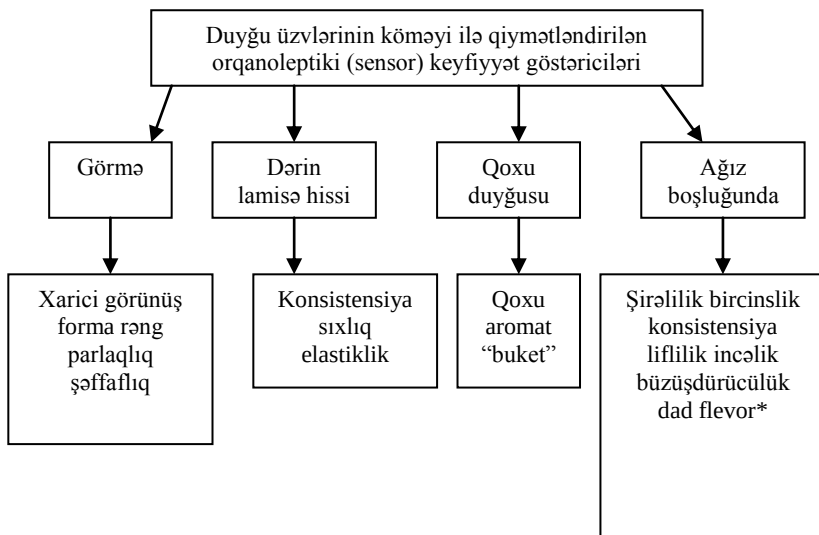
İşçi qrup məhsulun keyfiyyətinin ekspert qiymətləndirməsinin hazırlanmasını və yerinə yetirilməsini, eləcə də onun nəticələrinin analizini həyata keçirir.

Məhsulun keyfiyyət səviyyəsinin qiymətləndirilməsi – qiymətləndirilən məhsulun keyfiyyət göstəricilərinin nomenklaturasının seçilməsi, bu göstəricilərin əhəmiyyətinin müəyyənləşdirilməsi və onların baza göstəriciləri ilə tutuşdurulmasını özündə birləşdirilən əməliyyatlar məcmusudur. Məhsulların keyfiyyətinin ekspert qiymətləndirilməsi aparılarkən onlar iyerarxiya strukturu şəklində (bəsit strukturda) təsəvvür olunur.

Ümumiləşdirilmiş keyfiyyət göstəriciləri ən yüksək həddə, qrupşəkilli kompleks göstəriciləri isə aşağı həddə aid edilir. Struktur sxemin aşağı həddində ayrı-ayrı göstəriciləri tapırlar. İyerarx (bəsit) hədlərin sayını məhsulların mürəkkəbliyi, göstəricilərin miqdarı, məqsəd və tələb olunan dəqiqlik nəzərə alınmaqla təyin edilir.

Orqanoleptiki metodlar – orqanoleptika yunanca alət, orqan, leptikos (götürməyə və qəbul etməyə meyilli deməkdir) insanın duyğu üzvlərinin köməyi ilə təhlilə əsaslanaraq həyata keçirilən metodlardır. Keyfiyyət göstəricilərinin qiyməti mövcud təcrübə əsasında hissiyyatın təhlili yolu ilə tapılır.

Orqanoleptiki xüsusiyyətlər – insanın hiss üzvlərinin köməyi ilə (dad, qoxu, konsistensiya, rəng, xarici görünüş, forma və s.) qiymətləndirilən obyektlərin xassələridir. Qida məhsullarının orqanoleptiki təhlili “*d e q u s t a s i y a*” ilə, yəni ölçü cihazlarından istifadə etməməklə “*d e q u s t a t o r*” adlandırılan mütəxəssisin duyğu üzvlərinin köməyi ilə həyata keçirilən tədqiqat yolu ilə yerinə yetirilir (şəkil 1).



Şəkil 1. Orqanoleptiki göstəricilərin təsnifatı

Bəzi qida məhsullarını qiymətləndirmək üçün şəkil 1-də göstərilməyən spesifik əlamətlərdən də istifadə edilir.

Qida məhsullarının keyfiyyətinə nəzarət, bir qayda olaraq, orqanoleptiki və instrumental (və ya digər qeyri-sensor) metodların birləşdirilməsinə əsaslanır. Məsələn, orqanoleptiki göstəricilərlə birlikdə mikrobioloji göstəricilərdən qida məhsullarının təzəliyini (tərliyini) dəyərləndirmək üçün istifadə olunur.

Qarşıya qoyulan tapşırıqdan asılı olaraq müxtəlif metodlar tətbiq edilir ki, bunları da üç qrupa ayırılır:

- *qəbul oluna bilən və üstün tutulmağa layiq olan (üstün tutulmaq, arzu edilmək, qaneedicilik) metodlar;*
- *fərqləndirici, müqayisələndirici (tutuşdurmaq, diferensləşdirmək) metodlar;*

* flevor (dadlılıq) – ağız boşluğunda hərəkət etdirilərkən həm keyfiyyətə və həm də miqdarca təyin edilən dad, qoxu və ləmisə (toxunuş) hissiyatının kompleks təəssüratı.

• *şərhedici metodlar.*

Məhsulun keyfiyyəti haqqında istehlakçıların rəyini öyrənmək vacib olduqda, qəbul oluna bilən və üstün tutulmağa layiq olan metodlar istifadə olunur, buna görə də dequstasiya qiymətləndirilməsinə, adətən çoxlu miqdarda istehlakçı cəlb edirlər.

Qiymətləndirilən nümunələr arasında fərqlərin mövcudluğunu aydınlaşdırmaq tələb edildikdə fərqləndirici, müqayisələndirici metodlardan istifadə edilir. Bu qrupdan olan bəzi metodlar mövcud olan fərqi, hətta miqdarca qiymətləndirməyə imkan verir. Dequstatorların sensor qabiliyyətləri yoxlanılarkən də fərqləndirici, müqayisələndirici metodlardan geniş istifadə olunur.

Şərhedici metodların köməyi ilə məhsulun hər hansı bir xassəsini müəyyən edən parametrləri cəmləşdirmək, xassələrin intensivliyini, bəzi hallarda isə habelə məhsulun xassələrini təşkil edən ayrı-ayrı cəhətlərin mövcudluğu qaydalarını araşdırmaq, yəni xüsusiyyətlərin profillərini qurmaq (məsələn, məhsulun dad, iy, konsistensiya profilləri) mümkündür.

İstehlak qiymətləndirməsi metodlarının əsas məqsədi resept tərkibinin və texnoloji rejimlərin dəyişdirilməsi ilə əlaqədar olaraq istehlakçıların reaksiyalarının yoxlanılmasıdır. Yeni məhsulların dəyərləndirilməsi ilə eyni vaxtda, ənənəvi üsullarla hazırlanan mövcud məhsulları da dəyərləndirmək lazımdır. İstehlakçılar çox böyük müxtəliflik təşkil etdiklərinə görə aşağıdakı şərtlərə riayət olunması vacibdir:

– qiymətləndirməyə, məhsulun daha çox realizə olunaçağı regiondan daha geniş istehlakçı kütləsini cəlb etmək lazımdır. Bu zaman məhsul əhalinin hansı kateqoriyadan olan hissəsinə satılacaqsa, bu şəxslərin rəyi əsas kimi qəbul edilməlidir. Məsələn, təyinatı uşaqlar üçün olan qida məhsullarının keyfiyyəti qiymətləndirilərkən, müəyyən yaş həddində olan uşaqların və onların valideynlərinin rəyinə üstünlük verilməlidir.

– əgər eyni əmtəə qrupundan olan məhsulların dequstasiyasına, dequstasiyanın keçirilməsi qaydaları və istifadə edilən metodlar haqqında qabaqcadan məlumatı olan eyni qiymətləndirici kollektiv cəlb edilsə, belə istehlakçı qiymətləndirməsinin nəticələri daha etibarlı olar.

Orqanoleptiki analizin analitik metodları keyfiyyət göstəricilərinin miqdarca qiymətləndirilməsinə əsaslanır və ayrı-ayrı əlamətlər arasındakı **korrelyasiyanı** müəyyən etməyə imkan verir. Analitik metodlara qoşa müqayisələndirmə, üçbucaq, duo-trio, bal qiymətləndirilməsi və başqaları aid edilir.

Dequstasiya komissiyası xüsusi biliklərlə, vərdislər və yoxlanılmış hissiyyatla üstünlük təşkil edən 5-9 nəfər mütəxəssisdən ibarət olmalıdır.

Analitik metodlar arasında keyfiyyətə və miqdarca fərqləndirici testlərin qruplarını ayırmaq olar.

Keyfiyyətə fərqləndirmə metodları keyfiyyət göstəricilərindən (dad, qoxu, konsistensiya, xarici görünüş və s.) hər hansı birinə və ya keyfiyyət haqda ümumi təəssürata görə dəyərləndirilən nümunələr arasında fərqlənmə mövcudluğu haqqında sualı cavablandırmağa imkan verir, lakin nümunələr arasında hansı fərqləndirmə olduğu haqqında suala cavab vermir. Bu qrupa qoşa, üçbucaq, üçdən ikisi, beşdən ikisi kimi fərqləndirmə metodları aid olunur. Bu metodlar zəif fərqlənən iki oxşar nümunənin müqayisələndirilməsinə əsaslanır.

Nümunələr cüt şəkildə (qoşa metod), üç nümunədən ibarət (bu nümunələrdən ikisi identik olur) və ya beş nümunədən ibarət prob şəkildə (probda bir nümunə iki dəfə, digəri isə üç dəfə təkrarlanır) təqdim oluna bilər. Problar kodlaşdırılmış şəkildə olmalıdır. Bu metodlar məhsulun iki nümunəsi arasında fərqlənmə mövcudluğuna əminlik olduğu hallarda tətbiq edilir.

Bu testlər eləcə də dequstatorların seçilməsi zamanı istifadə olunur.

Keyfiyyətə fərqləndirmə testlərinə durulaşdırmalar indeks metodları və *scoring* metodu aiddir. Bu metodlar

müəyyən xüsusiyyətin intensivliyinin və ya bütövlükdə məhsulun keyfiyyət səviyyəsini miqdarla qiymətləndirməyə imkan verir.

Durulaşdırmalar indeksi metodu durulaşma həddinin böyüklüyünə görə məhsulun qoxusunu, dadını, rənginin intensivliyini təyin etmək üçün nəzərdə tutulmuşdur. Bu metodda maye məhsulu ayrı-ayrı göstəriciləri orqanoleptiki yolla müəyyənləşdirmək mümkün olmayan halda konsentrasiya alınanda bir neçə dəfə durulaşdırmaya məruz qoyurlar. Dad, qoxu, rəng göstəricisi (indeksi) durulaşma ədədi və ya ilkin maddənin məhluldakı faiz miqdarı ilə ifadə olunur.

S c o r i n q metodu (ingiliscə „balların sayılması” mənasını verir) qrafiki və şifahi şkalalardan istifadəyə əsaslanır.

Dequstatora dəyərləndirilən xassəsi minimum və maksimum əhəmiyyət kəsb edən məhsulun iki nümunəsi və xüsusiyyəti məlum olmayan nümunə təklif edirlər. Üçüncü nümunənin ilkin iki nümunə ilə müqayisə edərkən xüsusiyyətlərin nisbi əhəmiyyəti dəyərləndirilir və hər iki sonluqdan olan məsafə nəzərə alınmaqla şkalada perpendikulyar ştrixlə qeyd edilir.

S c o r i n q (bal) metodu məhsulların keyfiyyət əlamətlərini kəmiyyətcə dəyərləndirməyə imkan verir, onların orqanoleptiki xüsusiyyətləri və instrumental metodlarla ölçülən obyektiv parametrləri arasındakı korrelyasiyanı öyrənmək üçün böyük imkanlar açır.

Qeyd etmək lazımdır ki, daha obyektiv və dəqiq məlumatlar, yalnız ölçücü metodlardan istifadə etməklə əldə oluna bilər. Orqanoleptiki analizlərlə müqayisədə ölçmə metodları daha uzun müddət tələb edir, daha mürəkkəbdir, lakin onlar ekspertin subyektivliyindən azaddır.

1.4. Qida məhsullarının tədqiqinin müasir üsullarının əhəmiyyəti

Müasir zamanda istehsal edilən bütün növ qida məhsullarının istehsal həcmnin və çeşidinin artırılması ilə yanaşı, həm orqanoleptiki (sensor) və həm də fiziki-kimyəvi keyfiyyət göstəricilərinin yaxşılaşdırılması qida sənayesinin müxtəlif sahələrində çalışan mühəndis-texniki işçilərin qarşısında duran ən ümdə vəzifələrdən biridir.

Geniş anlamda keyfiyyət probleminə, eyni zamanda, həm də qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin yüksəldilməsi daxildir.

Qida xammalları kimi, onlardan istifadə etməklə istehsal olunan hazır qida məhsulları da öz müxtəliflikləri ilə diqqəti cəlb edir. Belə ki, bütün növ qida məhsullarının çeşidi o qədər çoxdur ki, onları müxtəlif qruplarda təsnifatlaşdırmaq da xeyli çətinlik tələb edir.

Müasir şəraitlərdə qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin, rəşional istifadə olunmasının, qidalılıq dəyərinin və istehlak əhəmiyyətinin təyin olunma problemləri, onların tərkibinin, fiziki-kimyəvi, bioloji və reoloji xüsusiyyətlərinin müasir analiz metodlarından istifadə etməklə dərinlən tədqiq olunması əsasında həll edilir.

Bu analiz metodlarının tətbiqedilmə vacibliyi müəyyən ləşdirilir ki, bu da məhsulun qidalandırıcı dəyəri, hər şeydən əvvəl, optimal nisbətdə həzm olunan maddələrin və elementlərin miqdarından asılı olur. Lakin sutkalıq (günlük) orta qida rasionunda qidalandırıcı maddələrin və elementlərin balanslaşdırılmış miqdarı haqqında A.A.Pokrovskinin məlumatları təsdiq edir ki, məhsulların qidalandırıcı dəyəri zülalların, yağların (piylərin), karbohidratların, makro- və mikroelementlərin, vitaminlərin yalnız ümumi miqdarından asılı olmayıb, həm də əhəmiyyətli dərəcədə zülalın aminturşu tərkibindən, lipidlərin yağ turşusu tərkibindən və s. asılı olur.

Məhsulların kompleks tədqiqi, ancaq fiziki-kimyəvi üsulların üstünlük təşkil etdiyi müasir analiz metodlarının istifadəsi əsasında mümkün olur. Belə metodlar hər bir məhsulun tərkibinə daxil olan maddələrin strukturunu dərinlən öyrənməyə, onun tərkibini və xüsusiyyətlərini obyektiv olaraq qiymətləndirməyə imkan verir.

Bu metodlardan müxtəlif modifikasiyalarda daha sadələrindən (kağız üzərində və nazik təbəqələrdə xromatoqrafiya) daha mürəkkəb avtomatlaşdırılmışlaradək (qaz xromatoqrafiyası və yüksək sürətli maye xromatoqrafiyası) xromatoqrafiya metodları daha geniş miqyasda tətbiq olunur. Müasir xromatoqraflar lipidlərin doymuş və doymamış yağ turşularının və zülalların amin turşu tərkibini avtomatik şəkildə yazır və karbohidratların, turşuların, aromatik və digər birləşmələrin tərkibini təyin etmək üçün tətbiq olunur.

Makro- və mikroelementlərin keyfiyyət tərkibini, maddələrin konsentrasiyasını, onların keyfiyyət xüsusiyyətlərini böyük dəqiqliklə təyin etməyə imkan verən spektroskopik və spektrofotometrik tədqiqat metodlarının geniş tətbiq sahəsi və istifadə perspektivləri olduqca böyük əhəmiyyətə malikdir.

Lüminessensiyalarına görə maddələrin tərkibinin aşkarlanmasına və miqdarca təyininə əsaslanan lüminessentli analiz metodu da perspektivli metodlar sırasına aiddir. Bu metodun üstünlüyü onun yüksək həssaslığındadır ki, bu da dadına və iyinə görə məhsulun maddələrinin hissə olunan dəyişkənliklərini təyin etməyə, tapmağa və onu qida məhsullarının korlanmasının diaqnostikası, habelə vitaminləri və digər maddələri təyin etmək üçün istifadə etməyə imkan verir.

Məhsulların istehlak dəyəri onların möhkəmlik, plastiklik, özlülük kimi struktur – mexaniki xüsusiyyətlərlə şərtlənən konsistensiya ilə sıx əlaqədardır. Bir çox hallarda, məsələn, çörəyin, qənnadı məmulatların, ət və bir çox digər məhsulların qidalılıq, dad və aromatik maddələrin sabit miqdarında

istehlak dəyərini qiymətləndirərkən, struktur – mexaniki xüsusiyyətlər həlledici rola malik olur.

Reoloji tədqiqatlara əsaslanaraq nəinki məhsulun konsistensiyasını xarakterizə etmək, həm də verilmiş istənilən konsistensiyalı məhsullar almaq da mümkün olur.

Müasir tədqiqat üsulları həm də məhsullara kənd təsərrüfatı zərərvericiləri ilə mübarizə üçün tətbiq edilən (pestisidlər) müxtəlif kimyəvi birləşmələrin, radioaktiv izotopların, habelə süni boyaqların, kimyəvi konservantların, polisiklikl ətirli karbohidrogenlərin qarışması mümkünlüyü ilə əlaqədar məhsulların zərərsizliyini müəyyənləşdirmək üçün əvəzsizdir.

Qida məhsullarının müasir tədqiqat metodlarının tətbiqi nəinki onların xüsusiyyətlərini, keyfiyyətini və qidalılıq dəyərini dərindən öyrənməyə imkan verir, həm də orqanoleptiki, ya adi fiziki-kimyəvi metodlarla aşkar olunmayan tərkib və reoloji xüsusiyyətlərin dəyişilməsini açmağa, keyfiyyət dəyişkənliyini proqnozlaşdırmağa, saxlanma üsulları və istehlak müddətini müəyyənləşdirməyə imkan verir. Saxlanma proseslərini yoxlayarkən temperaturun, nəmliyin və digər saxlanma şəraitlərinin (ışığılandırma, havanın tərkibi və hərəkəti) məsafədən təyini metodları böyük əhəmiyyət kəsb edir ki, bu metodlar əsasında da optimal saxlanma rejimləri təmin olunur.

Müasir tədqiqat metodlarının elmi məqsədlərlə lazımı gələn istifadəsi, onların istehsalat, saxlanma və ticarətdə realizə olunma təcrübəsində və ictimai işədə tətbiqi, qida məhsullarının keyfiyyətini əsaslı dərəcədə yüksəltmək, onların qidalılıq, istehlak dəyərini yaxşılaşdırmaq, saxlanmasını təmin etmək və qida resurslarından daha böyük effektivliklə istifadə etmək üçün əsas olmalıdır.

Qida məhsullarının keyfiyyət problemlərinin rolu və əhəmiyyəti iqtisadiyyatın sonrakı inkişafı ilə əlaqədar dəyişmədən yüksəlir. Bunu nəzərə alaraq, qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin daha dəqiq, dolğun müəyyənləşdirilməsi üçün yeni tədqiqat metodlarının və bu metodlara müvafiq yeni

cihazların yaradılması vacibdir. Bununla bağlı müəllif qida məhsullarının müasir fiziki-kimyəvi tədqiqat metodlarının praktiki tətbiqinin əlverişli formaya salınmasını şərh etməyi qarşısına məqsəd qoymuşdur.

Kitabda qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərini təyin etmək üçün spektral, xromatoqrafik, lüminessentli və reoloji metodların bəzi nəzəri məsələləri və praktiki tətbiqi işıqlandırılmışdır. Hər bir metodun təsvir edilməsindən əvvəl hadisənin və prosesin fiziki əsası şərh olunur, sonra isə konkret metodika təqdim edilir.

Materialın belə tərtib edilməsi oxucuya metodların əsasını araşdırmağa və istənilən qida məhsulunu tədqiq edərkən istifadəyə kömək edir.

1.5. Miqdarı kimyəvi analiz, onun əhəmiyyəti və inkişafı

Analitik kimya – maddələrin kimyəvi tərkibinin təyini metodları haqqında elmdir. Miqdarca analizin əsas məqsədi müxtəlif maddələrin və materialların tərkib hissələrinin miqdar nisbətini müəyyən edib, miqdarca analizin əsas kimyəvi metodlarının nəzəri əsasları və praktiki tətbiqi öyrənilir.

Miqdarca analiz ümumi kimya, kimyəvi texnologiya, faydalı qazıntıların tədqiqi, metalşünaslıq, biokimya, torpaqşünaslıq və bir sıra digər elmlərlə sıx əlaqədardır. Miqdarca analizin inkişafı əhəmiyyətli dərəcədə praktiki tələblərlə, yəni müxtəlif materialların, habelə laboratoriyalarda alınan kimyəvi birləşmələrin tədqiqat vacibliyi ilə təyin edilir. Miqdarca analiz metodlarının işlənməsi üçün ümumi, üzvi və fiziki kimyanın nailiyyətlərindən nəzəri cəhətdən olduğu kimi, həm də metodiki eksperiment cəhətdən geniş istifadə edilir.

Qeyri-üzvi kimyanın, qismən nadir metallar kimyasının vacib problemlərindən biri, elementlərin ayrılmasının kimyəvi metodlarının öyrənilməsidir.

Bu problem, həmçinin, analitik kimyada da çox böyük əhəmiyyət kəsb edir və tez-tez bu sahələrin birindən alınan nəticələr digər sahədə də tətbiq edilir.

Kimya sahəsində elmi-tədqiqat işi, adətən analitik kimya metodlarının istifadəsi ilə əlaqədardır. Belə ki, yeni kimyəvi birləşmələr olarkən, onların tərkibini, həll olmasını və kimyəvi dəyişilmələrini tədqiq edərkən, müxtəlif kimyəvi proseslərin fiziki şəraitlərdən asılılığını öyrənərkən miqdarca analiz metodlarının tətbiqi tələb olunur. Buna görə də, qida sənayesinin bütün sahələrində çalışanlar, miqdarca analizin əsas əməliyyatlarını düzgün yerinə yetirməyi bacarmalıdırlar.

Miqdarca analizin kimyanın ayrı-ayrı sahələrində olduğu kimi, həm də elmin bir sıra digər sahələrində, o cümlədən, qida sənayesinin, demək olar ki, bütün sahələrində yerinə yetirilən tədqiqat işləri üçün böyük əhəmiyyət kəsb edir. Belə ki, **Tmiryazev K.A.** bitkilərin tənəffüsü haqqında klassik işlərində bir sıra fizioloji tədqiqatlarla yanaşı karbon qazının təyini üzrə yeni dəqiq metodlar işləmiş və tətbiq etmişdir. Bitkilər tərəfindən gübrələrin mənimsənilməsi, bitkilərin inkişafına mikrokomponentlərin təsiri haqqında məsələləri həll edərkən torpaqda baş verən mürəkkəb prosesləri öyrənmək üçün, bəzən adi kimyəvi analizlərdə olduğunda daha mürəkkəb və dəqiq miqdarca analiz metodlarının tətbiqi tələb olunur. Miqdarca analiz metodları qida sənayesi ilə yanaşı həm də geokimya, təbabət, radiokimya və digər elmi sahələrdə də geniş istifadə edilir.

Miqdarca kimyəvi analiz texnikada da böyük əhəmiyyət kəsb edir. Kimya texnologiyasının, xüsusilə metallurgiyanın inkişafı yeni analiz metodlarının yaradılmasına, habelə miqdarca analiz nəzəriyyəsinin genişlənməsi və dərinləşməsinə səbəb oldu. Faydalı qazıntıların tətbiqində kimyəvi analiz əvəzedilməzdir.

İstehsal tempinin sürətlənməsi də, həmçinin, yeni analiz metodlarının işlənilməsi vacibliyini şərtləndirir, belə ki, miq-

darca kimyəvi analiz, istehsal proseslərinə nəzarətin əsasını təşkil edir. Yəni çeşidli, yüksək keyfiyyət göstəriciləri ilə üstünlük təşkil edən ekoloji təmiz qida məhsulları istehsalını həyata keçirmək üçün, əksər hallarda miqdarca analiz metodları geniş miqyasda tətbiq olunur.

1.5.1. Miqdarı kimyəvi analizin inkişafı

Miqdarca kimyəvi analiz prinsipinin elmi əsaslandırılması yalnız kimyəvi reaksiyalarda maddələrin kütlələrinin saxlanması qanunu müəyyənləşdirildikdən sonra mümkün olmuşdur. XVIII əsrin ortalarında bu qanunu M.V.Lomonosov formalaşdırmış və praktiki olaraq sübuta yetirmişdir. Lomonosovun bu kəşfi bir çox əvvəlki elmi-tədqiqat işlərinin əhəmiyyətli dərəcədə yekunu olmuşdur. Uzun illər analiz metodikasına maddələr texnologiyasının bir bölməsi kimi baxılmışdır. Mineral-ların öyrədilməsi, dərman bitkilərinin tərkibinin araşdırılması və keyfiyyət yoxlanılması, müxtəlif qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin müqayisəli şəkildə öyrənilməsi və bu kimi digər işlər miqdarca kimyəvi analiz metodlarının inkişafına kömək etmişdir.

1494-1555-ci illərdə yaşayıb yaratmış Aqrikola çoxsaylı analizlərin qeydlərini tərtib etmişdir ki, onların bəzilərindən indiki dövrdə də istifadə edilir.

Xüsusi termin olan “*k i m y ə v i a n a l i z*” ifadəsini ilk dəfə XVII əsrin birinci yarısında İngilis alimi Boyle, digər maddələrin mövcudluğu şəraitində bir maddəni aşkar etməyə imkan verən kimyəvi reaksiyaları işarələndirmək üçün istifadə etmişdir. İndikatorların – müxtəlif təbii boyaların (lakmus və başqaları) turşuları və əsasları tanımaq üçün tətbiq edilməsini də Boyle qeyd etmişdir. O, həmçinin, sulfat və xlorid turşularının kalsium və gümüş duzları vasitəsilə alınması reaksiyalarını qeyd etmiş, dəmirin alınması üçün taninin tətbiqini həyata keçirmiş və bir sıra digər reaksiyaları öyrənmişdir.

XVIII əsrin ortalarında yaşamış İsveç alimi T.Berqmanın apardığı çoxsaylı tədqiqat işləri haqqında geniş məlumatlar mövcuddur. Belə ki, Berqman bir sıra analiz metodikasını yaratmış və onları sistemləşdirmiş, təyin olunan maddənin miqdarı reaksiya nəticəsində əmələ gələn maddənin çəkisinə görə mülahizə yürütməyin mümkünlüyü qaydasını formalaşdırmışdır.

XIX əsrin əvvəllərində qaz analizi metodları inkişaf etməyə və geniş yayılmağa başlamışdır. Bu zaman Corc Dalton metanın, etilenin və digər qazların analizləri üzrə bir sıra klassik işlər yerinə yetirmişdir ki, bu işlər də Dalton qanununun (dəfəlik nisbətlə qanunu) kəşfinə gətirib çıxarmışdır. Key – Lüssak qazlar arasında baş verən reaksiyalarda vacib eksperimental qanunauyğunluqları müəyyənləşdirmişdir.

Müəyyən edilən bu yeni məlumatlar əsasında “*Avaqadro qanunu*” kimi məlum olan qanun kəşf edilmişdir.

Bu dövrlərdə *titrləmə metodları*, yəni həcmi analiz metodları da geniş miqyasda tətbiq olunmağa başlamışdır. Belə ki, həcmi analiz metodlarından texniki tədqiqatlar və əczaçılıq işlərinin yerinə yetirilməsində istifadə olunmuş və əvvəlki tədqiqat metodları ilə müqayisədə daha dəqiq elmi nəticələr əldə edilmişdir.

Rusiyada analitik kimyanın inkişafı da elə bu zamanlara, yəni XIX əsrin əvvəllərinə təsadüf edir.

Kimya elmi tarixində D.İ.Mendeleyevin “Elementlərin dövrü sistemi” qanununun kəşfi dönüş nöqtəsi oldu. Bu qanunun kəşfi bir çox müəmmalı məsələlərin açılması və elmi əsaslandırılması üçün əhəmiyyətli rol oynadı. Bu qanun nəinki qeyri-üzvi, habelə üzvi, biokimya, fiziki və analitik kimyanın və eləcə də kimya elmi ilə əlaqədar olan bütün digər elmi istiqamətlər qarşısında geniş imkanlar açmışdır.

XIX əsrin ikinci yarısından və XX əsrin əvvəllərindən başlayaraq analitik kimyanın nəzəriyyə və metodlarının intensiv inkişafı davam etmişdir. Kütlələrin təsiri qanununun

müəyyən edilməsi və eksperimental yoxlanılması, elektrolitik dissosiasiya nəzəriyyəsinin inkişafı və digər elmi nailiyyətlər çökmə, həllolma, turşu-qələvi, kompleks əmələgətirmə müvazinəti proseslərinin nəzəri əsaslarının işlənilməsi üçün əhəmiyyətli təkan oldu. Bununla yanaşı miqdar və həcm analiz metodları da (elektrokimyəvi, spektral, kalorimetrik və s.) inkişaf etməyə başladı.

XX əsrdə baş verən texniki tərəqqi və elmi nailiyyətlər analitik kimyanın inkişafına təkan verdi. Kimyəvi texnologiyanın, təbabətin, fizikanın, geokimyanın, habelə texnikanın və digər elmlərin inkişafı analitik kimya elminin qarşısında bir çox yeni vacib tapşırıqlar qoyur. Bundan başqa, texnikanın və elmin qarışıq sahələrinin inkişafı analitik kimyaçılara müxtəlif tapşırıqların həlli üçün yeni nəzəri məlumatlar və yeni vasitələr verir.

Hazırda bütün dünya ölkələrində analitik kimyaya həsr edilən 15-dən artıq, xüsusilə elmi jurnallar nəşr olunurki, bunlardan da “Təbii birləşmələr kimyası” adlı jurnalı qeyd etmək olar. Bu jurnalda, əsasən qida məhsullarında mövcud olan eksperimental yolla tədqiq edilərək müəyyənləşdirilən təbii kimyəvi birləşmələrin keyfiyyət və miqdarca analizinə həsr olunmuş elmi məqalələr nəşr edilir.

II BÖLMƏ

QIDA MƏHSULLARININ SPEKTRAL TƏDQIQAT ÜSULLARI

Müasir fiziki-kimyəvi analiz üsulları arasında məhsulun olduqca vacib xüsusiyyətləri haqqında daha tam və dolğun məlumat almağa imkan verən **s p e k t r o s k o p i y a** daha geniş təşəkkül tapmışdır.

Spektral tədqiqat üsullarından müxtəlif üzvi birləşmələri, eləcə də $10^{-2} - 10^{-6}$ mol. qatılıqda mineral maddələri təyin etmək üçün istifadə edilir.

2.1. Absorbsiyalı spektroskopiya

2.1.1. Absorbsiyalı spektroskopiyanın nəzəri əsasları

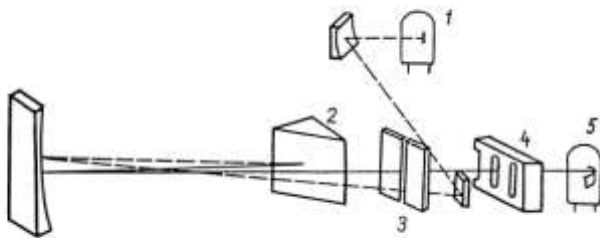
Spektroskopiya şərti olaraq iki qrupa bölünür:

1. Emissiyalı spektroskopiya;

2. Absorbsiyalı spektroskopiya.

E m i s s i y a l ı s p e k t r o s k o p i y a maddənin şüalanma qabiliyyətini öyrənir. Enerjinin ayrılması, enerji udularkən elektronlar əsas səviyyədən daha yüksək energetik səviyyəyə keçdikdə atomların qabaqcadan termiki və ya energetik həyəcanlanması ilə əlaqədardır.

A b s o r b s i y a l ı s p e k t r o s k o p i y a maddənin udulma qabiliyyətini öyrənir. Bu zaman analiz edilən nümunə müəyyən tezlik diapazonuna malik elektromaqnit şüalanma mənbəyi ilə spektrometr arasında yerləşdirilir. Spektrometr, verilən dalğa uzunluğunda ilkin şüalanma mənbəyi ilə müqayisədə sınaq nümunəsindən keçən işığın intensivliyini ölçür (şəkil 2.).



Şəkil 2. Fotoelektrik spektrometrin sxemi.

1 – işıq mənbəyi; 2 – prizma; 3 – yarıq;
4 – küvetli tutucular; 5 – fotoelement

Qida məhsullarının xassələrini tədqiq etmək üçün aşağıda qeyd olunan dalğa uzunluqları daha böyük maraq kəsb edir: *şüşə optika ilə görünən oblast* (200 – 400 nm), *kvars optika ilə ultrabənövşəyi oblast* (400 – 800 nm) və *infraqırmızı oblast* (2 – 15 mkm). Müxtəlif oblastlarda şüalanmanın maddələrlə qarşılıqlı təsir mexanizminin bir-birindən fərqlənməsinə baxmayaraq, müəyyən miqdar enerjinin molekullar tərəfindən udulması baş verir.

İşıq udularkən atom və ya molekulun daxili enerjisi sıçrayışlar şəklində olmaqla normal E_0 səviyyəsindən daha yuxarıda olan E_1 səviyyəsində yüksəlir. Udulan enerjinin miqdarı işıq təzyiqinə proporsional olur.

$$E_1 - E_0 = h\nu, \quad (1)$$

burada: $h = 6,624 \cdot 10^{-27} \frac{\text{erq}}{\text{san}}$ qiymətinə bərabər olan
universal P l a n k sabiti;

ν – düşən işıq tezliyidir, Hers və ya sm^{-1} .

ν – işıq tezliyi ilə λ – dalğa uzunluğu arasında aşağıdakı asılılıq mövcuddur:

$$\nu = \frac{C}{\lambda}, \quad (2)$$

burada: $C - 2,998 \cdot 10^{10} \frac{\text{sm}}{\text{san}}$ qiymətinə bərabər olan işıq sürətidir.

Hər hansı bir maddələr qrupu üçün nisbətən kiçik enerji ilə fərqlənən rəqsi və dövrü hərəkət vəziyyətləri xarakterikdir, buna görə də bir qrup molekullar spektrin müəyyən sahələrində enerjini udur və ya enerji buraxır. Buna baxmayaraq, müxtəlif molekullarda funksional qruplar heç də uyğun gələn dalğa uzunluqlarında həmişə udulma vermir. Bu onunla izah olunur ki, hər bir maddə qrupunun uducu dalğa uzunluğu keçid enerjisi ilə müəyyən edilir, müxtəlif molekullarda isə elektron keçidləri, onların ətrafının qeyri-bərabər qiymətləndirilməsi nəticəsində energetik xassələrə görə fərqlənilirlər. Görünən və ultrabənövşəyi oblastlarda udulma elektronların həyəcanlanması ilə əlaqədardır, buna görə də onların spektrləri molekulların quruluşu haqqında məhdud məlumat verir. İnfracırmızı spektrlərdə udulma molekulyar rəqslərlə əlaqədardır, onlara uyğun gələn spektrlər isə birləşmələrin quruluşu haqqında böyük təsəvvür yaradır.

2.1.1.1. Spektroskopiyanın əsas qanunu

Optik spektrlər oblastında bütün spektroskopiyanın udulmasının əsasını, udulma həcmi və udulan maddənin miqdarı arasındakı nisbəti müəyyənləşdirən ümumi qanunlar təşkil edir.

1729-cu ildə *Buqer* tərəfindən kəşf edilmiş *Buqer-Lambert* qanunu kimi adlanan birinci qanun, uduculuq qabiliyyəti ilə maddə təbəqəsinin qalınlığı arasında asılılığı əks etdirir. Monoxromatik işığın şüa axını uducu mühitdən keçərək, *eksponensial* qanuna əsasən zəifləyir:

$$I = I_0 \cdot C^{-K \cdot l}, \quad (3)$$

burada: I – keçən şüalanmanın intensivliyi;

I_0 – düşən şüalanmanın intensivliyi;

l – uducu təbəqənin qalınlığı;

K – maddənin təbiətindən və dalğa uzunluğundan asılı olan, lakin maddənin fərdi xassələrini əks etdirməyən və konsentrasiyasından asılı olmayan udulma əmsalı;

C – sabit kəmiyyət.

Bu bərabərliyi loqarifmləyərək tapırıq:

$$D = \lg \frac{I_0}{I} = K' \cdot l, \quad (4)$$

burada: D – məhlulun optik sıxlığı;

$$K' = 2,303K$$

Optik sıxlıq $\frac{I_0}{I}$ nisbətini göstərir və təbəqənin qalınlığından asılıdır. Bütün maddələr bu qanuna tabe olur.

1852-ci ildə *Ber* tərəfindən kəşf olunmuş ikinci qanun uduculuq qabiliyyətinin məhluldakı maddənin qatılığı ilə əlaqəsini müəyyənləşdirir. Udulma əmsalı:

$$K_1 = \varepsilon \cdot C, \quad (5)$$

burada: C – maddənin qatılığı (konsentrasiyası);
 ε – konsentrasiyadan (qatılıqdan) asılı olmayan əmsaldır.

İkinci qanun, birinci qanun kimi o qədər də universal əhəmiyyət kəsb etmir. Maddələrin konsentrasiyası və onların məhlulda özünü aparma xüsusiyyətləri ilə bağlı bir çox kənara çıxma halları baş verir. *Ber* qanunundan kənaraçıxma, konsentrasiyanın yüksəlməsi ilə dəyişən, maddələrin məhluldakı molekullararası qarşılıqlı təsiri nəticəsində baş tuta bilər. Rəngli birləşmələr rəngsiz ionlar əmələ gətirməklə məhlulda dissosiasiya edə bilərlər. Bəzi maddələr qatı məhlullarda, udulma spektrini dəyişmək qabiliyyəti ilə fərqlənən kompleks birləşmələr əmələ gətirməyə qadirdir. Maddələrin işığı udması məhluldakı hidrogen ionlarının qatılığından asılı ola bilər. Belə hallarda müəyyən pH-ı (aktiv turşuluğu) dəyişməz saxlamaq məqsədilə bufer məhlullardan istifadə edilir.

Ber qanununu yoxlamaq üçün optik sıxlığın qatılıqdan asılılığını müəyyənləşdirmək vacibdir. Spektrofotometrdə təyin edilən maddələrin müxtəlif qatılıqlı məhlullarının udulma əyrilərinin koordinatlarını müəyyənləşdirilir. Maksimum udulmaya yaxın olan bir neçə dalğa uzunluğu seçilir, optik sıxlığın qatılıqdan qrafiki asılılığını qurulur. Əgər düz xətt alınarsa, deməli, *Ber* qanunu yerinə yetirilir, yəni tam ödənilir.

(3) və (5) bərabərliklərini birləşdirərək, spektroskopiyanın əsas qanunu hesab edilən *Buqer – Lambert – Ber* qanunun riyazi bərabərliyi alınır:

$$I_x = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon \cdot l} \quad \text{və ya} \quad \lg \frac{I_0}{I} = D = \varepsilon_\lambda \cdot C \cdot l \quad (6)$$

Əgər qatılıq *mol.* ölçü vahidi ilə, təbəqənin (küvetin) qalınlığı isə *sm* vahidi ilə ifadə edildirsə, onda ε - əmsalı *molyar udulma əmsalı* adlandırırlar.

Bu əmsal düşən işığın dalğa uzunluğundan, məhlulun istiliyindən, həllolan maddənin təbiətindən asılı olmaqla sabit kəmiyyətdir və 1 sm qalınlıqlı küvetdə analiz edilən maddənin molyar məhlulunun işığı udmasına uyğun gəlir.

Əgər tədqiq olunan mürəkkəb üzvi maddənin molekulyar çəkisi məlum deyilsə, onda intensivliyi $\varepsilon_{1sm}^{1\%}$ kimi ifadə edilir ki, bu da 1 sm qalınlıqlı küvetdə 1%-li məhlul tərəfindən udulan işığı əks etdirir. Bu kəmiyyət aşağıdakı bərabərlikdən istifadə etməklə asanlıqla molyar ekstinsiyaya çevrilir:

$$\varepsilon = \varepsilon_{1sm}^{1\%} \cdot 0,1M \quad (7)$$

(6) bərabərliyindən görünür ki, optik sıxlıq məhluldakı maddələrin qatılığı ilə düz mütənasibdir. Bu asılılıq qrafiki şəkildə də təsvir edilə bilər. Alınan düz xətt Buqer – Lambert – Ber qanununa riayət olunduğunu sübut edir. Əgər asılılıq əyri xətlə xarakterizə edilsə bu hal, spektroskopiyanın əsas qanununa riayət olunmadığını sübut edir. Bu zaman optik sıxlığın qatılıqdan asılılığı koordinat başlanğıcından (sıfır nöqtəsi) keçən düz xəttə malik, təyin edilən maddələrin qatılığını seçmək lazım gəlir.

2.1.1.2. Molyar udulma əmsalı

Optik sıxlığın qatılıqdan asılılığı qrafiki ifadə edilərkən düz xəttin mailliyi küvetin qalınlığı və molyar udulma əmsalı ilə müəyyən edilir. (6) tənliyini C-yə görə diferensiallaşdırsaq, alırıq:

$$\frac{dD}{dC} = \varepsilon_{\lambda} \cdot \ell; \quad \frac{\Delta D}{\Delta C} = \varepsilon_{\lambda} \cdot \ell \quad (8)$$

Bu səbəbdən ΔC qatılığının dəyişməsi ilə molyar əmsal böyük olduqca optik sıxlığın dəyişməsi daha böyük qiymət alır. ε_λ əmsalı da maksimal udulmaya uyğun gələn dalğa uzunluğunda daha böyük kəmiyyətə malik olur. Buna görə də daha böyük dəqiqlik və həssaslıqla miqdarca spektral analiz həyata keçirilərkən optik sıxlığın ölçülməsini şüaların udulması maksimum olan spektr oblastında yerinə yetirmək məsləhətdir.

Molyar udulma əmsalı verilmiş dalğa uzunluqlu işıq keçərkən maddələrin konsentrasiyasından asılı olmur. Müxtəlif birləşmələr üçün molyar udulma əmsalının qiyməti geniş hədlərdə dəyişir. Udulma ölçüsüz kəmiyyət olduğundan ε – kəmiyyətinin ölçüsü ($C \cdot \ell$) hasili ölçüsünün əksinə olacaqdır, yəni $\varepsilon = \lambda \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^{-1}$. E – kəmiyyətinin qiyməti 1-dən yüz minlərədək dəyişir. Molyar udulma əmsalı spektral analizin həssaslıq ölçüsü hesab edilir. ε -nın qiyməti böyük olduqca təyinatın (analizin) həssaslığı da çox olur. Ona görə də dalğa uzunluğunun düzgün seçilməsinin aşağıdakı bərabərliklə hesablanan həssaslıqla birbaşa əlaqəsi var:

$$C_{\min} = \frac{D_{\min}}{\varepsilon_{\max} \cdot \ell_{\max}} \quad (9)$$

Məsələn, mis dietilditiokarbaminat məhlulunun qatılığı müxtəlif spektr sahələrində (dalğa uzunluqlarında) təyin edilir. Optik cihazla ölçülə bilən optik sıxlığın daha kiçik $D_{\min}$ qiyməti, eləcə də ℓ kəmiyyətinin qiyməti spektrin iki sahəsi üçün eyni olacaqdır. Onda (9) bərabərliyinə görə, minimum konsentrasiyalar onların molyar udulma əmsallarının qiymətinin əks nisbətində yerləşəcəkdir:

$$\frac{C_{\min.436}}{C_{\min.540}} = \frac{\varepsilon_{540}}{\varepsilon_{436}} \quad (10)$$

E ε_{436} və ε_{540} kəmiyyətlərinin hesablanmış qiymətləri 12800 və 1600-a uyğundur.

Bu qiymətləri (10) bərabərliyində yerinə yazaraq, alırıq:

$$\frac{C_{\min,436}}{C_{\min,540}} = \frac{1600}{12800} = \frac{1}{8} \quad (11)$$

Yəni, $\lambda = 436$ nm dalğa uzunluğunda misin dietil-ditiokarbaminat şəklində təyinat həssaslığı, $\lambda = 540$ nm dalğa uzunluğundakı təyinat həssaslığı ilə müqayisədə 8 dəfə yüksək olur.

1-ci cədvəldə spektroskopiya terminologiyasında qəbul edilən əsas fotometrik kəmiyyətlər əks olunmuşdur.

Cədvəl 1

Əsas fotometrik kəmiyyətlər

Termin	Simvol	Formula
Optik sıxlıq	D	$D^{++} = \lg \frac{i_0}{i} = K \cdot C \cdot \ell = -\lg T$
Buraxıcılıq	T	$T = \frac{i}{i_0} = 10^{-K \cdot C \cdot \ell}$
Udulma əmsalı	K	$K^{++} = \frac{D}{C \cdot \ell}$
Müəyyən dalğa uzunluğunda molyar udulma əmsalı	ε_λ	$\varepsilon_\lambda^{+3} = \frac{D}{C \cdot \ell}$
Uducu təbəqənin (küvetin) qalınlığı, sm	ℓ	
İşığın dalğa uzunluğu, nm	λ	

Qeyd:

1. Ənənəvi (yerli) və xarici terminologiyada “optik sıxlıq” termini əvəzinə “ekstinsiya” (E), “udulma əmsalı” termini əvəzinə isə “ekstinsiya əmsalı” terminindən istifadə olunur.

2. ++ Bu bərabərliklərdə qatılıq 9 (C) qram/litr , təbəqənin qalınlığı isə sm ölçü vahidləri ilə ifadə edilir.

3. +3 Bu bərabərlikdə qatılıq (C) $q \cdot \text{mol/litr}$, təbəqənin qalınlığı isə sm ölçü vahidləri ilə ifadə edilir.

Fotometrik kəmiyyətlərin xarici ədəbiyyatlarda verilən simvolları (işarələri) yerli ədəbiyyat mənbələrində göstərilən simvollarından bir o qədər fərqlənir: Optik sıxlıq – D əvəzinə A kimi, udulma əmsalı – K əvəzinə a kimi, küvetin qalınlığı – ℓ əvəzinə b kimi işarələndirilir.

Fotometrləmək üçün spektr sahəsinin düzgün seçilməsi spektral analiz üsulundan istifadə edilərkən xüsusilə vacib əhəmiyyət kəsb edir. Udulma əyrisinin forması müxtəlif xarakterə malik ola bilər.

Bəzi maddələr aydın fərqlənən maksimumları və minimumları olmayan arasıkəsilməyən udulmalar verir. Bu halda udulma əmsalı dalğa uzunluğundan, demək olar ki, asılı olmur. Əksər üzvi birləşmələr aydın görünən maksimum və minimum zonalara malik seçilən udulma əks etdirir. Spektrin forması üzvi birləşmələrdəki atomlar arasında olan rabitənin xarakteri və molekulların tərkibi ilə şərtlənir: bu rabitələr sadə və mürəkkəb, ikiqat və üçqat olmaqla bir-birindən xeyli fərqlənir. Belə rabitələrin elektronları müxtəlif enerjiyə malik olur və müxtəlif dalğa uzunluqlu şüalanma ilə həyəcanlanır. Karbon-karbon tipli sadə rabitələrin (C – C) elektronlarını həyəcanlandırmaq üçün daha çox enerji tələb edilir. Buna görə də doymuş karbohidrogenlərin udulma spektri ölçmək üçün çətin olan 170 nm-dən kiçik dalğa uzunluqlu ultrabənövşəyi oblasta təsadüf edir.

2.1.1.3. Xromofor qrupların udulması

200 – 800 nm dalğa uzunluğuna malik oblastda udulan qruplar *xromofor qruplar* adlandırılır. Bu qruplar ən azı bir çoxqat rabitəyə malik olur: $C=C$, $C\equiv C$, $C=O$, $C\equiv N$, $N=O$, $N=N$, $C=S$, $S=O$, SO_2 , NO_2 və s. Çoxqat rabitəli elektronların həyəcanlanma enerjisi, sadə (birqat) rabitəli elektronların həyəcanlanma enerjisindən xeyli azdır. Udulma spektrinin xarakteri analiz olunan birləşmələrdə belə çoxqat rabitələrin mövcudluğu ilə təyin edilir.

Məlumdur ki, molekulada ikiqat rabitələrin çoxalması spektrin daha uzun dalğa istiqamətində yerdəyişməsinə səbəb olur; belə ki, hər bir ikiqat rabitə udulma spektrinin yerini böyümə istiqamətində təqribən 30 nm dəyişir. Məsələn, butadien 217 nm dalğa uzunluğunda, 11 ədəd $CH=CH$ qruplu zəncirə malik β -karotin isə 452 nm dalğa uzunluğunda maksimum udulma verir.

Görünən və ultrabənövşəyi oblastlarda analizləri yerinə yetirərkən həlledicinin xüsusiyyətlərinin nəzərə alınmaması mümkün olmayan çox durulaşdırılmış (zəif konsentrasiyalı) məhlullardan istifadə etmək lazım gəlir. Həlledicilərə qoyulan əsas tələblər aşağıdakılardır: tədqiq edilən material udulan oblastda həlledicinin xüsusi udulma zolağı olmamalıdır; birləşmələrin maksimum udulması qarışmamalıdır; iş zamanı dözümlü və təmizlənməyə asanlıqla məruz qoyula bilən olmalıdır.

200 nm-dən yüksək oblastlarda həlledici kimi doymuş karbohidrogenlər, su, spirt efirlərdən istifadə oluna bilər.

Doymuş karbohidrogenlər, onların tərkibində polyar qrupların olmaması səbəbindən həllolan maddələrlə praktiki olaraq qarşılıqlı əlaqəyə girmir və spektrə təsir göstərmir. Həlledici kimi su, spirtlər, sadə efirlər istifadə edilərkən onların həllolan maddəyə təsirini (xüsusilə də əgər maddə polyar qruplara malik olarsa) mütləq nəzərə almaq lazımdır.

Polyar həlledici analiz olunan maddənin udulma zolağını həm daha qısa dalğalar tərəfə və həm də dalğa uzunluğu böyük olan oblasta tərəf dəyişdirə bilər.

2.1.2. Qida məhsullarının analizi üçün absorbsiyalı spektroskopiyanın tətbiqi

2.1.2.1. Yağın 2-tiobarbitur turşusu (TBT) ilə oksidləşmə dərəcəsinin təyini

Bu metod yağın oksidləşməsinin ikinci məhsullarından bəziləri ilə 2-tiobarbitur turşusunun (TBT) rəngli birləşmələrinin əmələ gəlməsinə əsaslanır. Boyanma dərəcəsi yağın oksidləşmə dərinliyindən asılı olur ki, bunun da nəticəsində, əsasən molon aldehidi olmaqla aldehidlər əmələ gəlir. Rəngli birləşmələrin udulma spektrində, 450 nm və 535 nm dalğa uzunluğunda iki maksimum mövcud olur. Birinci maksimuma (450 nm) monoaldehidlərlə TBT-nun kondensləşmə reaksiyasının qırmızı rəngə boyanmış məhsulları uyğun gəlir.

Bitki və heyvani piylərin yüksək həssaslığı, yeniləşməsi və təzə piylərin orqanoleptiki (sensor) göstəricilərinin qiymətləndirilməsi ilə bu göstəricinin qarşılıqlı əlaqəsi nəticəsində, oksidləşmə dərəcəsinin dəyərləndirilməsi üçün bu reaksiya geniş şəkildə istifadə olunur.

Bu reaksiya mexanizminin gedişatının məlum olmamağı ilə əlaqədar olaraq, analiz nəticələri optik sıxlığın nisbi vahidləri ilə ifadə olunur. Müxtəlif məhsul piylərinin TBT ilə oksidləşmə dərəcəsinin analizi, optiki sıxlığı spektrofotometrə və ya fotoelektrokolorimetrdə ölçmək üçün sınaq nümunəsinin hazırlanması xüsusiyyətləri ilə fərqlənir. Bu, xüsusilə piyin çıxarılması metoduna aiddir.

2.1.2.2. Süd piyinin oksidləşmə dərəcəsinin təyini

Təyinat fosfat turşusunun iştirakı şərti daxilində südün TBT ilə, boyanmış məhsulun ekstraksiyaedici qarışıqla (2:1 nisbətində izoamil spirti – piridin) emal edilməsinə əsaslanır. İzoamil spirti süd zülalları tərəfindən absorbsiyaedilmiş (udulan), reaksiyadan alınan boyanmış məhsulları ekstraksiya edə bilmir. Piridin boyanmış birləşmələrin ekstraksiyasını asanlaşdırır.

Reaktivlər: 2-tiobarbitur turşusunun suda 0,05 M məhlulu; fosfat turşusunun 2 M məhlulu; 0,05 M məhluldan və 2 M fosfor turşusundan 1:1 həcm nisbətlərində hazırlanmış 2-TBT reaktivi; 0,33 q 2-tiobarbitur turşusunun fosfor turşusunun 1 M məhlulunda, 100 ml həcmli kolbada həll edilməsi ilə hazırlamaq mümkün olan TBT məhlulu; ekstraksiyaedici qarışıq (2:1 həcm nisbətində kimyəvi təmiz izoamil spirti və 99%-li piridin).

Təyinat metodikası. Pipet vasitəsilə 10 ml südü 40 ml-lik sınaq şüşəsinə keçirir, üzərinə 5 ml TBT əlavə edir və yaxşıca qarışdırılır. Sınaq şüşəsini 10 dəq. ərzində qaynar su hamamına yerləşdirirlər, sonra onu soyuq su ilə tez soyudur və üzərinə 15 ml ekstraksiyaedici qarışıq əlavə edirlər.

Sınaq şüşəsi 10 dəq.-dən az olmayaraq çalxalanır, 3000 dövr/dəq. çevrəvi sürətə malik sentrifuqada sentrifugalayırlar. Optiki sıxlıq $\lambda = 535 - 540$ nm (yaşıl işıq filtri) dalğa uzunluğunda ölçürlər. Kontrol məhlulu süd əvəzinə 10 ml distillə edilmiş su götürülür, işçi məhlulla eyni zamanda hazırlanır.

Quru süd və ya pendirin yağının oksidləşmə dərəcəsinə müəyyənləşdirərkən çəki nümunəsi uyğun olaraq 2 q və 6 q götürülür, üzərinə 75 ml TBT əlavə edir və qarışıq 15 dəq. müddətində qarışdırılır. Sonra kolbanı bir saat müddətində qaynar su hamamına yerləşdirir, reaksiya qarışığı 10 ml götürülür, içərisində 10 ml ekstraksiya qarışığı olan sentrifuqa sınaq şüşəsinə keçirilir. Çalxaladıqdan sonra sentrifugalayırlar, məhlu-

lun şəffaf hissəsini 1 sm-lik küvetə yerləşdirir və optik sıxlığın qiymətini ölçürlər.

2.1.2.3. Kərəyağı piyinin oksidləşmə dərəcəsinin təyini

Kərəyağının TBT ilə analizi ya süd piyinin qabaqcadan ayrılmasını, ya da oksidləşmə məhsullarının distilləsini (qovulmasını) və ya da onların ekstraksiyasını nəzərdə tutur.

Mövcud metodların müqayisəli qiymətləndirilməsi həm süd piyinin özündə və həm də yağ plazmasında olan piylərin oksidləşmə məhsullarını daha tam ayırmağa imkan verən ekstraksiyanın üstünlüyünü göstərir.

Reaktivlər: 1 N. xlorid turşusu məhlulu; petroleyn efiri; TBT reaktivi; ekstraksiya qarışığı (izoamil spirti və 99%-li piridin 1:1 həcm nisbətində).

Təyinat metodikası: 10 q ($\pm 0,01$ q) kərəyağı çəki nümunəsini cıllanmış tıxaca malik sentrifuqa sınaq şüşəsinə yerləşdirilir (istiyədavamlı şüşədən olsa daha yaxşıdır) və süd piyinin tam əriməsi üçün 3 dəq. ərzində 70-80°C suda saxlanılır.

Bundan sonra sınaq şüşəsinə 2 ml distilləolunmuş su, 1 ml 1 N. xlorid turşusu (HCl) əlavə edir, təkrarən 1 dəq. ərzində qızdırılır və 3 dəq. ərzində sentrifuqalanır (5000 dövr/dəqiqə). Süd piyi qatı damcıtokənlə (pipetka) çəkirlər.

Su fraksiyası görünən piy qalıqları tam yox olanadək bir neçə porsiya petroleyn efiri ilə yuyulur. Efir hər dəfə sorucu armudcuq vasitəsilə kənarlaşdırılır. Yuyulmanın sonunda, efirin daha tam kənarlaşması üçün içi dolu sınaq şüşələrini 2-3 dəq. ərzində sentrifuqalanır.

Qalan sulu fraksiyaya 1,5 ml TBT reaktivi əlavə edir və 15 dəqiqə su hamamında saxlayırlar. Sınaq şüşəsinə 18-20°C-dək tez soyudur, oraya 5 ml ekstraksiyaedici qarışıq tökür, yaxşıca çalxalayır və 5000 dövr/dəq. çevrəvi sürətlə 10 dəqiqə ərzində sentrifuqalanır.

Rəngli, şəffaf məhlulu pipetka vasitəsilə 1 sm-lik küvetə köçürür, $\lambda = 490$ nm, $\lambda = 535$ nm və $\lambda = 580$ nm dalğa uzunluğunda optik sıxlığı ölçülür. Analoji şərtlər daxilində, lakin piysiz (yağsız) və kərəyağının nəmliyini nəzərə alaraq 2 ml su əvəzinə 3,6 ml su götürməklə kontrol-sınağı hazırlanır.

Boyanmış (rəngli) birləşmələrin həqiqi optiki sıxlığının hesablanması aşağıdakı 12-ci bərabərliyə əsasən aparılır:

$$D = D_{535} - \frac{D_{490} + D_{580}}{2} \quad (12)$$

burada: D_{535} – boyanmış birləşmənin $\lambda = 535$ nm dalğa uzunluğunda maksimum udulması;

D_{490} və D_{580} – $\lambda = 490$ nm və $\lambda = 580$ nm dalğa uzunluğunda təyin edilən boyanmış birləşmənin spektrində minimum udulma.

Bu metod yağın saxlanması zamanı keyfiyyətini obyektiv olaraq qiymətləndirməyə imkan verir.

2.1.2.4. Floroqlisinlə piyin oksidləşmə dərəcəsinin təyini (Kreys – Luriyə görə)

Bu metod, boyanmış kompleks əmələ gətirməklə turş mühitdə floroqlisinin aldehidlərlə reaksiyasına əsaslanır.

Reaktivlər: 1,19 xüsusi çəkili qatı xlorid turşusu; floroqlisinin 1,0%-li efir məhlulu; butil spirti; kristalşəkilli natrium-sulfat.

Təyinat metodikası: 5-10 q miqdarında çəki nümunəsini kimyəvi stəkana qoyaraq texniki tərəzidə çəkir, 100 ml həcmli bölücü qıfa keçirir və çəki fərqi görə götürülmüş nümunəni müəyyən edilir. Qıfa 5 ml qatı xlorid turşusu (HCl) əlavə edilir, onu 5 dəqiqə çalxalayır, 5 ml floroqlüsünün 1%-li efir məhlulu əlavə edir və 5 dəq. sakit saxlayırlar. Sonra qıfı yaxşıca çalxalanır və iki fazanın: intensiv boyanmış turş qatın və piyli

fraksiyanın (bu fraksiya da azacıq boyanmış ola bilər) tam ayrılması üçün sakit saxlanır.

Boyanmış alt turş qatı ehtiyatla 100-150 ml-lik bölücü qıfə süzür, üzərinə 5 ml butanol əlavə edir, çəlxalanır, sonra yenə 25 ml distillə suyu əlavə edir və hamısı birlikdə yaxşıca qarışdırılır. Bu zaman təbəqələşmə baş verir: alt sulu qat, adətən ya boyanmamış və ya zəif boyanmış olur, üst butanol qatı isə həll olmuş rəngli kompleksə malik olur.

Sulu fazanı süzür, qalan butanol qatı isə hər dəfə əvvəlcədən 5 ml butanol əlavə etməklə su ilə yuyulur. Yuyulma 5-8 dəfə, hər dəfə 25 ml olmaqla su porsiyası ilə, suyun pH – metrə ölçülən aktiv turşuluğu pH 5-ə çatdırılanadək davam etdirilir. Butanol fraksiyası emulsiya şəklində az miqdarda su damcılarına malik olur. Bu suyun qurudulması üçün (şəffaf boyanmış qat alınanaqədək) 0,1-0,3 q (Na_2SO_3) natrium sulfat əlavə edilir. Sulfat məhlulunun rəngsiz qatı boşaldılır, butanol fraksiyasının qalan qatını isə ölçü silindrinə keçirir və butanol fraksiyasının həcmi ölçülür. Uduqlma spektri 1 sm-lik küvetdə, 548 nm dalğa uzunluğunda spektrofotometrə çəkilir.

Xüsusi uduqlmanı aşağıdakı formulun köməyi ilə hesablayırlar:

$$E = \frac{D \cdot V}{p \cdot 100} \quad (13)$$

burada: D – optik sıxlığın qiyməti;

V – butanol fraksiyalarının həcmi;

p – çəki nümunəsinin miqdarı.

2.1.2.5. Karbazol metodu ilə pektin maddələrinin təyini

Bu metod qatı sulfat turşusunda (H_2SO_4) uron turşuları üçün xarakterik olan karbazolla reaksiyaya əsaslanır. Qatı sulfat turşusunun pektin maddələrinə təsiri zamanı karbazolla

qarşılıqlı təsirə daxil olan və 535 nm dalğa uzunluğunda rəngli birləşmələr əmələ gətirən furfurool yaranır. Borat turşusundan istifadə rəngin tez əmələ gəlməsini şərtləndirir, onun stabilliyini qoruyur (rəng 16 saat saxlanılır), müxtəlif oksidləşdiricilərin təsirini azaldır. Pektin maddələrinin karbazolla reaksiyasından əvvəl onların natrium qələvisi ilə demetoksilləşməsini həyata keçirmək lazımdır ki, bu da nəticələrin təsəvvür edilməsini və təyinatın həssaslığını xeyli yüksəldir.

Reaktivlər. Xüsusi çəkisi 1,84 olan kimyəvi təmiz qatı sulfat turşusu (sulfat turşusunu 100 ml turşuya 0,15 q sidik cövhəri əlavə edilir və qarışıq bir saat ərzində qızdırmaqla təmizləyirlər); kimyəvi təmiz natrium tetraborat – $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ (əgər reaktiv kimyəvi təmiz deyilsə, onu yenidən kristallaşdırılır, bunun üçün 100 q borat turşusunun natrium duzu 50 – 60°C istilikli 550 ml suda həll edilir, məhlul filtrlənir, soyudulur, kristalları Byuxner qıfına toplanılır; 250 q borat turşusunun natrium 100 ml qatı sulfat turşusunda həll edilir); mütləq etanolda 0,2%-li karbazol məhlulu (məhlulu qaranlıqda 12 həftəyədək saxlamaq mümkündür); qalakturon turşusu (əgər preparat rənglidirsə, onu spirtdən, 0-1°C temperaturda yenidən kristallaşdırılır); 0,05 N. NaOH məhlulu; 0,05 N. HCl məhlulu; 0,3 N. HCl məhlulu; limon turşusunun ammonium duzunun 1,0%-li məhlulu.

Təyinat metodikası. Təzə tərəvəzlər, meyvələr, tərəvəzlər) məhsulun 10 q-lıq çəki nümunəsi çini kasada şüşə əlavə etməklə bircinsli kütlə alınanadək yaxşıca əzilir, su ilə konusşəkilli kolbaya və ya sentrifuqa şüşəsinə keçirilir, üzərinə 40°C-dək qızdırılmış 100 ml su əlavə edir və 30 dəq. müddətində su hamamında sakit saxlanılır (yaxşı olar ki, 15-20 dəq. ərzində yaxşıca çalxalayıb, sonra sentrifuqalansın), maye hissəni filtdən keçirilməklə 250 ml-lik ölçü kolbasına süzülür. Qalıqın üzərinə yenidən su əlavə edilir, filtr yuyulur və alınmış filtrat distilləedilmiş su ilə ölçü xəttinədək çatdırılır. Bu zaman suda həllolan pektin maddələrinin ekstraktı alınır.

Sentrifuqa şüşələrində olan qalığı 0,3 N. xlorid turşusu məhlulu vasitəsilə konusşəkilli kolbaya keçirilir, ağzını əks soyuducuya malik tıxacla qapayır və 10 dəq. müddətinə qaynar su hamamına yerləşdirir. Sonra bükülmüş filtr kağızdan keçirməklə 250 ml-lik ölçü kolbasına filtrlənir, filtr üzərində yığılan qalıq bir neçə porsiya su ilə yuyulur. Filtri və çöküntünü ekstraksiya kolbasına keçirir, üzərinə limon turşusunun ammonium duzunun 1,0%-li məhlulundan 50 ml əlavə edilir və 30 dəq. ərzində qaynar su hamamında saxlayırlar. Sonra hamısını su ilə yuyaraq eyni ölçü kolbasına boşaldır, filtratı soyudur və distillə su ilə ölçü xəttinədək çatdırılır. Bu zaman həllolmayan protopektindən və pektin turşusundan ibarət olan ekstrakt məhlul alınır.

Sonradan hər iki məhlul eyni cür analiz edilir. Metoksiləşdirmə üçün ekstrakt məhlulların hər birindən 10 ml götürüb, 50 ml-lik ölçü kolbasına köçürür, üzərinə 10 ml 0,05 N. Natrium hidroksid (NaOH) məhlulu əlavə edir və 30 dəq. ərzində, otaq temperaturunda saxlanılır, bundan sonra 10 ml 0,05 N. xlorid turşusu (HCl) məhlulu əlavə edilir və ölçü xəttinədək distilləedilmiş su ilə doldurulur.

Buzla dolu qaba yerləşdirilmiş hər birinin tutumu 10 ml olan üç sınaq şüşəsinin hər birinə 0,5 ml tədqiq olunan ekstrakt tökülür və ehtiyatla, damcı-damcı olmaqla 3,0 ml qatı sulfat turşusu (qarışıqın qızmasına yol vermək olmaz) əlavə edirlər. Sonra sınaq şüşələri 6 dəqiqə ərzində qaynar su hamamında qızdırır və yenidən buzla soyudulur. Sınaq şüşələrinin hər birinə 0,1 ml 2,0%-li karbazol məhlulu əlavə edilir və hər üç sınaq şüşəsi 10 dəq. müddətinə qaynar su hamamına yerləşdirir. Soyutduqdan sonra 0,5-1,0 sm-lik küvetə doldurulmuş məhlulun 535 nm dalğa uzunluğunda optiki sıxlığı ölçülür.

Müqayisə (kontrol) məqsədilə karbazol əlavə edilməyən sınaq şüşəsi xidmət göstərir.

Pektin maddələrinin miqdarını 5,0 mkq/ml-dən 50,0 mkq/ml-dək qatılıqlı qalakturon turşusuna əsasən qurulmuş kalibrəmə əyrisinə görə hesablanır.

2.1.2.6. Bitki məhsullarında fenol birləşmələrinin təyini

Fenol birləşmələrinin təyin olunmasının mövcud metodlarında analiz edilən məhsulun kimyəvi tərkib xüsusiyyətləri, eləcə də bir çox qruplara malik fenol birləşmələrinin tərkibində maddələrin olduqca böyük kimyəvi müxtəlifliyi nəzərə alınmalıdır. Fenol birləşmələrinin ümumi miqdarının təyini metodlarının xeyli çox olmasına baxmayaraq, bu metodların hamısı müəyyən çatışmazlıqlara malikdir. Buna görə də bir çox tədqiqatçılar aşı maddələrinin cəm miqdarının təyin edilməsi metodundan imtina edərək, ayrı-ayrı fenol birləşmələrinin (katexinlərin, leykoantosianların, antosianların və flavanol-ların) təyini metodlarını təklif edirlər.

Aşağıda, fenol birləşmələri ilə zəngin olan məhsullar üçün məsləhət görülən ayrı-ayrı təyinat metodları göstərilmişdir.

Polifenolların ümumi miqdarını təyin etmək üçün aşağıdakı birləşmələrlərdən reaksiyalarda istifadə edilir:

- Folin reaktivi – bu yolla hazırlanır: 100 q $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ duzuna 80 ml 85%-li H_3PO_4 (fosfat turşusu) və 750 ml su əlavə edilərək, qarışıq 3 saat ərzində əks soyuducu ilə qaynadırlar. Sonra qarışıq soyudulur və həcmi distillə suyu ilə bir litrədək çatdırılır.

- Folin – Denis reaktivi – bu yolla hazırlanır: 100 q $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ duzu, 20 q fosfornomolibden turşusu, 50 ml 85%-li H_3PO_4 və 750 ml suyu bir yerdə qarışdırır və qarışığı 2 saat ərzində əks-soyuducu ilə qaynadır və həcmi distillə suyu ilə bir litrədək çatdırılır.

• Folin – Çokalteu reaktivi – bu yolla hazırlanır: 100 q $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ duzu, 25 q Na_2MoO_4 duzunu; 700 ml suyu, 50 ml fosfat turşusunu (H_3PO_4), 100 ml qatı xlorid turşusunu bir yerdə əks soyuducu ilə 10 saat müddətində qaynadır, sonra üzərinə 150 q LiSO_4 duzu və bir neçə damcı brom və ya 30%-li hidrogen peroksid (H_2O_2) əlavə edilərək, əks-soyuducuya qoşmadan 15 dəq. ərzində qaynadılır, məhlulu soyudur və distillə suyu ilə həcmi bir litrədək çatdırılır.

Hər üç reaktiv göstərilən fosfornomolibden – volfram turşularının fenollarda W_8O_{23} və Mo_8O_{23} mavi rəngli oksidlərinədək oksidləşməsi nəticəsində mavi rəng əmələ gətirir.

2.1.2.7. Şərablarda və üzümdə fenol maddələrinin təyini

Təyinat metodikası. 1 ml şərabı 100 ml-lik ölçü kolbasına (qırmızı şərab qabaqcadan su ilə 1:5 nisbətində durulaşdırılır) keçirilir, üzərinə 1 ml Folin – Çokalteu reaktivi, 10 ml 20%-li Na_2CO_3 əlavə edilir, distillə suyu ilə ölçü xəttinədək doldurur və 30 dəq.-dən sonra fotoelektrokolorimetrdə, 1 sm-lik küvetdə 9 № li işıq filtri ilə boyanma intensivliyi ölçülür (maksimum udulma 725 nm dalğa uzunluğunda baş verir).

0,03 mq/ml qatılıqlı taninin standart məhlulu, 3 mq tanini pH 3,2 şərti daxilində 100 ml 10%-li spirtə (spirtin 10%-li su məhlulu) həll etməklə hazırlanır.

Kalibrləmə qrafikini qurmaq üçün 1, 2, 5, 10, 20 və 25 ml standart tanin məhlullarını 100 ml – lik kolbalara tökür, üzərinə 1 ml Folin – Çokalteu, 10 ml 20%-li Na_2CO_3 əlavə edir, distillə suyu ilə kolba ölçü xəttinədək doldurur və 30 dəq.-dən sonra qarışıqın boyanma intensivliyi yoxlanılır.

2.1.2.8. Meyvələrdə fenolların ümumi miqdarının təyini

Təyinat metodikası. Meyvələrin 5 q-lıq çəki nümunəsini 10 ml qaynar etalon və metanolla təsbit edir, sonra rəngsizləşənədək soyuq spirtlə ekstraksiya edir və həcmi 50 ml-dək çatdırılır. 0,5 ml məhlulu 10 millimetrlik dərəcələrə bölünmüş sınaq şüşəsinə yerləşdirir, üzərinə 7 ml-dək su əlavə edir, qatışıq qarışdırır, üzərinə 0,5 ml Folin – Denis məhlulu əlavə edir və yenidən çalxalanılır. 3 dəq.-dən sonra üzərinə 1 ml doymuş Na_2CO_3 məhlulu əlavə edir və distillə olunmuş su ilə ölçü xəttinədək doldurulur. Bir saat keçdikdən sonra 1 sm-lik küvetdə $\lambda = 725$ nm dalğa uzunluğunda optiki sıxlığı ölçülür. Əgər məhlul bulanıq olarsa, onda bu məhlulu sentrifüqalanır.

Müqayisələndirmək üçün lazım olan məhlul eyni reaktivlərlə hazırlanır. Kalibrləmə qrafiki standart tanin məhluluna əsasən qurulur.

2.1.2.9. Şərablarda vanilinin köməyi ilə fenol birləşmələrinin təyini

Bu metod, vanilinin güclü turşu mühitdə flavanların benzoil halqası ilə qarşılıqlı təsiri zamanı çəhrayı rəngin əmələ gəlməsinə əsaslanır.

Reaktivlər: 1 q vanilini 100 ml 70%-li sulfat turşusunda həll etməklə hazırlanması mümkün olan vanilin məhlulu; 3 q taninin 100 ml 10%-li spirtə pH 3,2 şərti daxilində həll edilməsi yolu ilə hazırlanması mümkün olan standart tanin məhlulu, sonra bu məhluldan 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 ml götürüb dərəcələnməmiş 10 ml-lik sınaq şüşələrinə keçirir, üzərinə 6,0 ml-dək distilləedilmiş su və 4,0 ml tanin məhlulu əlavə edilir.

Təyinat metodikası: 4 ədəd kolba götürür və onlardan ikisinə, hər birinə 4 ml qırmızı şərablar üçün 1:50 nisbətində, ağ şərablar üçün isə 1:10 nisbətində durulaşdırılmış şərab daxil

edilir. Birinci kolbaya 2 ml distillə olunmuş su, 4 ml vanilin məhlulu, ikinci kolbaya vanilin məhlulu əvəzinə 4 ml 70% sulfat turşusu əlavə edilir. Üçüncü kolbaya şərab əvəzinə aktiv turşuluğu pH 3,2 olan spirt, 2 ml vanilin məhlulu əlavə olunur. Dördüncü kolbaya 3-cü kolbaya əlavə edilənlərin hamısı, lakin vanilin əvəzinə 4 ml 70%-li sulfat turşusu daxil edilir.

Optiki sıxlığı 500 nm dalğa uzunluğunda yoxlanılır və D_1 , D_2 , D_3 , D_4 qiymətləri alınır. D_1 optiki sıxlığı vanilin taninlə birləşməsindən əmələ gələn vanilin məhlulunun optiki sıxlığına və şərabın öz rənginə uyğun gəlir. D_2 optiki sıxlığı turş məhlulda şərabın rənginə, D_3 optiki sıxlığı vanilin məhlulunun rənginə uyğun gəlir.

Dördüncü kolbadakı məhlul kontrol məhlul kimi istifadə olunur.

Tədqiq olunan məhlulun optiki sıxlığı aşağıdakı bərabərlikdən təyin olunur:

$$D = D_1 - (D_2 + D_3) \quad (14)$$

Kalibrləyici qrafikə əsasən mq/ml ölçü vahidi ilə taninin miqdarı təyin edilir, bu ədədi qiymət qırmızı şərablar üçün ($125 \cdot 10^3$) kəmiyyətinə, ağ şərablar üçün isə ($25 \cdot 10^3$) kəmiyyətinə vururlar.

Qeyd edilən bu metod meyvələri tədqiq etmək üçün də istifadə oluna bilər. Bunun üçün 5 q çəkiyə malik meyvə nümunəsi qaynar etanolla fiksasiya edilir, sonra soyuq spirtlə ekstraksiya olunur və 50 ml tutuma malik ölçü kolbasına keçirilir.

2.1.2.10. Şərablarda antosianların və leykoantosianların təyini

Bu metod, mineral turşularla qızdırılarkən antosianların rəngli birləşmələrə çevrilməsi qabiliyyətinə əsaslanır. Şərabda

əvvəlcə antosianların boyanmış (rəngli) formalarını təyin edirlər, leykoantosianların hidrolizindən sonra isə – boyanmış birləşmələrin cəm miqdarı ilə məhlulun keçirmə əmsalını. Əldə olunan fərqlə görə leykoantosianların miqdarını təyin edirlər.

Reaktivlər: Sulfat turşusu (H_2SO_4) ilə pH 1,2-dək çatdırılmış 50%-li etanol məhlulu; 30%-li xlorid turşusu (HCl) məhlulu; doymuş 2,4 – dinitrofenilhidrazin məhlulu.

Təyinat metodikası: 25 ml – lik ölçü kolbasına 0,5-1,0 ml şarab keçirir, turşu əlavə edilmiş etanol məhlulu ilə (pH 1,2) ölçü xəttinədək doldurulur və 2 sm-lik küvətdən istifadə etməklə yaşıl işıq filtri ilə fotoelektrokolorimetrdə məhlulun keçirmə əmsalı təyin edilir (cədvəl 2).

Cədvəl 2

2 sm-lik küvətdən istifadə etməklə yaşıl işıq filtri ilə fotoelektrokolorimetrdə məhlulun keçirmə əmsalı təyini

Keçirici-lik əmsalı	Antosianların konsentrisiyası, mq/10 ml	Keçirici-lik əmsalı	Antosianların konsentrisiyası, mq/10 ml	Keçirici-lik əmsalı	Antosianların konsentrisiyası, mq/10 ml
1	2	3	4	5	6
99	0,00040	81	0,01070	63	0,02580
98	0,00080	80	0,01140	62	0,02700
97	0,00120	79	0,01215	61	0,02810
96	0,00165	78	0,01290	60	0,02850
95	0,00225	77	0,01350	59	0,02900
94	0,00280	76	0,01420	58	0,02950
93	0,00340	75	0,01500	57	0,03050
92	0,00395	74	0,01570	56	0,03200
91	0,00350	73	0,01665	55	0,03400
90	0,00515	72	0,01740	54	0,03600
89	0,00580	71	0,01810	53	0,03700
88	0,00630	70	0,01940	52	0,03800
87	0,00700	69	0,02030	51	0,03900
86	0,00740	68	0,02100	50	0,04000
85	0,00810	67	0,02210	49	0,04200
84	0,00855	66	0,02320	48	0,04350
83	0,00905	65	0,02455	47	0,04500
82	0,00985	64	0,02490	46	0,04700

Antosianların miqdarını yuxarıdakı cədvəldə göstərilən eksperimental yolla alınmış ədədi qiymətlərə əsasən qurulmuş kalibrəmə qrafikinə görə təyin etmək olar.

Leykoantosianları boyanmış (rəngli) birləşmələrə çevirmək üçün, götürülmüş 5 ml şəraba 20 ml 30%-li xlorid turşusu (HCl) məhlulu və 10 ml 2,4 dinitrofenilhidrazin (antosianları parçalayan aldehidləri birləşdirmək üçün) əlavə edilir. Qarışıq 30 dəq. ərzində əks-soyuducuya malik kolbada, qaynar su hamamında saxlanılır.

Alınmış məhlul antosianların təyin edilməsinə maneçilik törədən bir sıra rəngli (boyanmış) birləşmələrə malik olur. Bu məhlulu təmizləmək üçün iplik pambıqla doldurulmuş və qabaqcadan kükürd efiri, 5%-li spirt məhlulu və su ilə yuyulmuş, uzunluğu 170 mm və eni 10 mm olan xromatoqrafiya kolonkasından istifadə edilir. Kolonka su şırnaqlı nasosa qoşulmuş Bunzen kolbasına yerləşdirilir. Məhlul kolonkadan buraxılır, 2,4 – dinitrofenilhidrazin və digər suda həllolan birləşmələrin artığını kənarlaşdırmaq üçün su ilə yuyulur.

Adsorbsiyaedilmiş aqlikonları kolonkadan 20 ml 50%-li turşudulmuş etanol məhlulu ilə yuyulub çıxarılır (elyuasiya edilir). Elyuatı (yuyulmadan sonra alınan məhlulu) 25 ml həcmə malik ölçü kolbasına keçirir və turşudulmuş etanol məhlulu ilə ölçü xəttinədək doldurulur. Antosianların miqdarını yuxarıda yazıldığı kimi fotoelektrokolorimetrdə müəyyənləşdirilir. Alınan fərqlə görə leykoantosianların miqdarı təyin edilir.

2.1.2.11. Çayda katexinlərin cəm miqdarının təyin edilməsi (təcili metod)

Bu metod çay katexinlərinin boyanmış (rəngli) birləşmələrinin vanilinli reaktivlə müəyyən optiki sıxlığına əsaslanır. Bu metod, hər birinin davamətmə müddəti 40 dəq. olan bir qrup analizlərin tez bir zamanda aparılmasına imkan verir.

Reaktivlər: 2%-li sirkə turşusu məhlulu; vanilinli reaktiv (qatı xlorid turşusunda (HCl) vanilinin 1,0%-li məhlulu); 80%-li etanol.

Təyinat metodikası: 1 q xırdalanmış quru qara və ya yaşıl çay 25 ml tutumlu kolbaya yerləşdirilir və 20 ml su ilə 20 dəq. ərzində qaynar su hamamında ekstraksiya edilir. Soyutduqdan sonra ölçü xəttinədək doldurulmuş kolbada olan ekstrakt filtrlənir. Daha sonra filtrlənmiş ekstraktdan 0,2 ml götürür və 20×180 mm ölçülü şüşə təbəqə (plastinka) üzərində nazik təbəqə ilə yayılmış sellüloza tozunun üstünə keçirirlər. Sellüloza təbəqəsinin qalınlığı 1,5-2,0 mm, uzunluğu isə 25-30 mm təşkil edir. Şüşə təbəqə 35-40⁰-li bucaq altında, içərisində 2,0%-li sirkə turşusu məhlulu olan borucuğa yerləşdirilir və otaq temperaturunda, 15-20 dəq. ərzində həlledicinin yüksəlməsi şərti daxilində xromatoqrafiya edilir. Start xəttindən yuxarıda yerləşən sellüloza tozu təbəqəsini ehtiyatla götürür və katexinlər 80%-li etanolla elyuasiya edilir (yuyulur). Elyuat filtrlənir və həcmi 15 ml-ə çatdırılır.

Katexinlərin cəm miqdarını təyin etmək üçün 0,5 ml elyuata 2,0 ml vanilinli reaktiv əlavə edir və 2 dəq.-dən sonra $\lambda = 490 - 500$ nm dalğa uzunluğunda 0,5 sm-lik küvetdə (göy-yaşıl işıq filtri) fotometrlənir.

Kalibrleyici qrafik yaşıl çay yarpağından alınan katexinlərə görə qurulur. Katexinlərin cəm miqdarını hesablamaq üçün eksperimental yolla əldə edilmiş aşağıda göstərilən məlumatlardan istifadə edilmişdir (cədvəl 3).

Katexinlərin cəm miqdarını aşağıdakı bərabərlikdən (15) təyin edilir:

$$C = 3,75 \cdot K \quad (15)$$

burada: C – çayda olan katexinlərin konsentrasiyası;
3,75 – durulaşdırılma nəzərə alınmaqla hesablanmış sabit kəmiyyət;
 K – katexin, mkq.

Katexinlərin cəm miqdarının hesablanması

Optiki sıxlıq (D)	Katexinlərin miqdarı	Optiki sıxlıq (D)	Katexinlərin miqdarı	Optiki sıxlıq (D)	Katexinlərin miqdarı
0,06	7,0	0,21	25,0	0,36	43,0
0,07	8,5	0,22	26,0	0,37	44,5
0,08	9,5	0,23	27,5	0,38	45,5
0,09	10,5	0,24	28,5	0,39	46,5
0,10	12,0	0,25	30,0	0,40	48,0
0,11	13,0	0,26	31,0	0,41	49,0
0,12	14,5	0,27	32,5	0,42	50,0
0,13	15,0	0,28	33,0	0,43	51,0
0,14	16,5	0,29	34,5	0,44	52,5
0,15	17,5	0,30	36,0	0,45	54,0
0,16	19,0	0,31	37,0	0,46	55,0
0,17	20,0	0,32	38,5	0,47	56,5
0,18	21,0	0,33	39,5	0,48	57,5
0,19	22,5	0,34	40,5	0,49	58,5
0,20	23,5	0,35	42,0	0,50	60,0

2.1.2.12. Çayda kofeinin miqdarının təyini

Bu metod, kofeinin xloroform ekstraktlarının 272 nm dalğa uzunluğunda optiki sıxlığının ölçülməsinə əsaslanır. Çay yarpağında mövcud olan taninlər xloroformla ekstraksiya olunmur. Qatranlar, xlorofil və bu qrupdan olan digər piqmentlər kofeinin təyin olunmasına mane olmur.

Reaktivlər: xloroform (a ü t); qruplaşdırılmış qrafik qurmaq üçün standart kofein məhlulu (100 mq kofeini 100 ml xloroformda həll etmək və sonradan 4 $\frac{mq}{litr}$ – dən 30 $\frac{mq}{litr}$ – dək durulaşdırmaqla hazırlanır).

Təyinat metodikası: 3 q quru çayı və ya 0,5 q həll olan çay tozunu, yaxud da 125 ml bitester dəmini kolbaya

yerləşdirir, üzərinə 60 ml xloroform əlavə edir və ekstraksiyaya məruz qoyulur. Kofeini spektrofotometrik üsulla təyin etmək üçün alınmış xloroformlu ekstrakt təmiz xloroformla 1:10 və ya 1:100 nisbətində durulaşdırılır. Optiki sıxlığın ölçülməsini SF – 46 markalı spektrofotometrə, 1,0 sm-lik küvetdə 272 nm dalğa uzunluğunda həyata keçirilir. Kofeinin miqdarı aşağıdakı bərabərlikdən (16) istifadə etməklə təyin edilir:

$$A = \frac{C \cdot P \cdot K}{1000} \quad (16)$$

burada: A – tədqiq edilən nümunədəki kofeinin miqdarı;

C – xloroformlu ekstraktın dərəcələnməmiş qrafikə görə kofeinin miqdarı;

P – xloroformlu ekstraktın təmiz xloroformla durulaşdırılma dərəcəsi;

K – çay yarpağında kofein ekstraksiya etmək üçün istifadə olunan xloroformun miqdarı.

Taninin mövcudluğu kofeinin təyin edilməsinə maneçilik törətmir. Dərəcələnməmiş qrafiki $4 \frac{mq}{litr}$ – dən $30 \frac{mq}{litr}$ – dək konsentrasiyalı kofeinin xloroformlu məhlullarının optiki sıxlıq qiymətlərinə görə qurulur.

2.1.2.13. Teobrominin və ya kofeinin təyini

Bu metod alkaloidlərin (teobrominin və ya kofeinin) qabaqcadan qurğuşun asetatla şəffaflaşdırılmış sulu ekstraktlarının ultrabənövşəyi spektr oblastında optiki sıxlığının təyininə əsaslanır.

Reaktivlər: $1,23 \frac{q}{ml}$ sıxlığa malik əsas qurğuşun asetat

(üç hissə qurğuşun asetatı bir hissə qurğuşun oksidlə qarışdırmaq, qarışığı ağ rəngli kütlə əmələ gələnədək bir hissə su ilə

su hamamında qızdırmaqla hazırlanır. Sonra 14 hissəyədək qaynar su əlavə edilir, sakit saxlanılır və filtrlənir); kasada narın xırdalanmış natrium-bikarbonat; 10%-li xlorid turşusu (HCl) məhlulu.

Təyinat metodikası: tədqiq olunan nümunəni (1,0 q kakao paxlaları, kakao tozu, qəhvə və ya şokolad) 300 ml tutumlu yastı dibli kolbaya keçirir, bir neçə tikə süngər daşı əlavə edilir və çəkisi müəyyənləşdirilir. Qarışığın üzərinə 96 ml distillə edilmiş soyuq su əlavə olunur, qaynayanadək qızdırılır və ehtiyatla, yavaş-yavaş qarışdırmaqla 5 dəq. qaynadılır. Sonra kolbanı odun üstündən götürür, 4 ml qurğuşun asetat əlavə edilir, çalxalayır, soyudur və ümumi çəkini 101 q-a çatdırdıqdan sonra çəkilir.

İçərisi dolu olan kolba qarışdırılır və bükülmüş filtdən filtrlənir. İlk 10 ml filtrat tullanır. 50 ml şəffaf və ya azacıq bulanıq olan filtrata qurğuşunu çökdürmək üçün 0,5 q natrium-hidrokarbonat (NaHCO_3) əlavə edirlər. Qatışıq qarışdırılır və ilk 10 ml filtratı tullayıb sonra filtrləyirlər.

Filtratı 1,0 sm-lik kvarts küvetə yerləşdirir, $\lambda = 272 \text{ nm}$ və $\lambda = 306 \text{ nm}$ dalğa uzunluğunda optiki sıxlıq təyin edilir. Alkoloidin miqdarı aşağıda qeyd edilən (17) bərabərliyindən istifadə etməklə təyin edilir.

$$F(\varepsilon_{272}^{\text{maks}} - \varepsilon_{306}^{\text{min}}), \quad (17)$$

burada: F – 100 ml suda 1 mq təmiz teobrominin və ya kofeinin udulma maksimumunda onun optiki sıxlığının qiymətinə olan nisbətində bərabər mütənasıblıq faktorudur.

Teobrominin (kofeinin) miqdarı aşağıdakı (18) bərabərliyinin köməyindən istifadə etməklə təyin edilir:

$$\% \text{ teobromin} = \frac{F \cdot (\varepsilon_{272}^{\text{maks}} - \varepsilon_{306}^{\text{min}})}{a \cdot V} \quad (18)$$

burada: a – çəki nümunəsinin miqdarı, q;
 V – durulaşdırmaq üçün götürülən filtratın həcmi.

2.1.2.14. Əksetmə metodu ilə ətin tərkibindəki mioqlobinin təyini

Bu metod əksolunma oblastında spektrofotometriya metodunun köməyi ilə mal əti mioqlobininin bərpaolunmuş, oksidləşmiş və hidrosilləşmiş formalarını analiz etməyə imkan verir. Piqmentlər bilavasitə qabaqcadan ekstraksiyaolunmamış ət nümunəsində təyin olunur ki, bu da piqment törəmələrinin nisbətini saxlamağa imkan verir.

Cihazın (SF – 17, SF – 26, SF – 46 markalı və ya daha müasir) göstəricisi monoxromatik işıq dəstəsinin udulması və əksolunması faizinə görə ölçülür. Bu göstəricilərə əsasən udulma (K), səpələnmə və yayılma (S) əmsalı hesablanır. Ət piqmentlərinin nisbi miqdarını uyğun dalğa uzunluğunda $\frac{K}{S}$

nisbətindən təyin etmək olar.

$\lambda = 525 \text{ nm}$ – bütün üç növ piqmentlərin hamısı üçün maksimum udulması;

$\lambda = 572 \text{ nm}$ – bərpaolunmuş oksimioqlobin üçün maksimum udulma;

$\lambda = 474 \text{ nm}$ – oksi - və metmioqlobin üçün maksimum udulma.

Metmioqlobinin nisbi miqdarı $\frac{K}{S_{572}} : \frac{K}{S_{525}}$ düsturundan,

bərpaolunmuş mioqlobini isə $\frac{K}{S_{474}} : \frac{K}{S_{525}}$ düsturundan istifadə etməklə təyin edirlər (cədvəl 4).

Cədvəl 4

Alınmış udulma qiymətlərinə və ya əksolma faizinə uyğun

gələn $\frac{K}{S}$ nisbətinin qiymətləri

Udulma əmsalı (K)	Əksolma faizi	$\frac{K}{S}$	Udulma əmsalı (K)	Əksolma faizi	$\frac{K}{S}$
0,70	20,0	1,600	1,09	8,13	5,191
0,71	19,5	1,662	1,10	7,94	5,337
0,72	19,1	1,713	1,11	7,76	5,483
0,73	18,6	1,781	1,12	7,59	5,626
0,74	18,2	1,838	1,13	7,41	5,785
0,75	17,8	1,898	1,14	7,24	5,942
0,76	17,4	1,961	1,15	7,08	6,098
0,77	17,0	2,026	1,16	6,92	6,260
0,78	16,6	2,095	1,17	6,76	6,431
0,79	16,2	2,167	1,18	6,61	6,598
0,80	15,8	2,241	1,19	6,46	6,773
0,81	15,5	2,303	1,20	6,31	6,966
0,82	15,1	2,387	1,21	6,17	7,135
0,83	14,8	2,452	1,22	6,03	7,322
0,84	14,5	2,521	1,23	5,89	7,519
0,85	14,1	2,617	1,24	5,75	7,725
0,86	13,8	2,692	1,25	5,62	7,926
0,87	13,5	2,771	1,26	5,50	8,120
0,88	13,2	2,854	1,27	5,37	8,340
0,89	12,9	2,940	1,28	5,25	8,550
0,90	12,6	3,031	1,29	5,13	8,770
0,91	12,3	3,127	1,30	5,01	9,000
0,92	12,0	3,227	1,31	4,90	9,230
0,93	11,7	3,332	1,32	4,79	9,460
0,94	11,5	3,405	1,33	4,68	9,710
0,95	11,2	3,520	1,34	4,57	9,960
0,96	11,0	3,600	1,35	4,47	10,210
0,97	10,7	3,726	1,36	4,37	10,470
0,98	10,5	3,814	1,37	4,27	10,730
0,99	10,2	3,953	1,38	4,17	11,020
1,00	10,0	4,050	1,39	4,07	11,310
1,01	9,77	4,167	1,40	3,98	11,580
1,02	9,55	4,284	1,41	3,89	11,870
1,03	9,33	4,406	1,42	3,80	12,180
1,04	9,12	4,528	1,46	3,72	12,460
1,05	8,91	4,656	1,44	3,63	12,800
1,06	8,71	4,785	1,45	3,55	13,110
1,07	8,51	4,918	1,46	3,47	13,430
1,08	8,32	5,052	1,47	3,39	13,760

Bu qiymətlər, eksperimental nəticələri kompyuter texnologiyalarına müvafiq, xüsusi elektron-hesablama maşınlarında işlədikdən sonra qazanılan məlumatlara əsasən əldə edilmişdir.

2.2. Spektral analiz xətlərinin mənbələri

Bütün ölçmələr zamanı bəzi səhvlərin, xətlərin buraxılması (kənaraçıxmaların baş verməsi) qaçılmaz haldır. X_0 həqiqi qiymətin ölçülməsinin xətası X_i ölçülmə nəticələrinin və həqiqi qiymətlərin fərqi kimi şərtlənir, yəni:

$$\delta_i = X_i - X_0 \quad (19)$$

burada: X_i – müxtəlif qiymətlərə malik ola bilər, yəni $X_1, X_2, \dots, X_n$.

Ölçülmə xətasının ölçülən kəmiyyətin həqiqi qiymətinə olan nisbəti ölçmənin *nisbi xətası* adlanır.

$$\Delta = \frac{\delta_i}{X_0} \text{ və ya } \Delta = \frac{\delta_i}{X_0} \cdot 100(\%) \quad (20)$$

İki əsas xəta qrupu biri-birindən fərqləndirilir:

1. Sistemli xətlər;
2. Təsadüfi xətlər.

Belə təsnifatlaşdırmada yanlışlıqlar və cihazla bacarıqsız və ya ehtiyatsız işləmə nəticəsində meydana çıxan kobud xətləri nəzərə almırlar.

S i s t e m l i x ə t ə l ə r, bir qayda olaraq, təkrar ölçmələr zamanı meydana çıxır. Bu xətlər ya ölçücü cihazların nasazlığı ucbatından, ya da ölçmə metodunun qeyri-dəqiqliyi səbəbindən əmələ gəlir. Belə ki, cihazın əqrəbinin ilkin vəziyyətinin sıfır nöqtəsinə nəzərən yerini dəyişməsi zamanı sistemli xəta alınır, bu xətanı yalnız uyğun düzəliş etməklə aradan

qaldırmaq mümkündür. Bunun üçün düzəldilməyən cihazın göstəricilərini düzgün işləyən cihazın göstəriciləri ilə müqayisə etmək lazımdır.

Ölçmə metodunun qeyri-dəqiqliyi səbəbindən meydana çıxan sistemli xətlər iddia olunan kəmiyyəti təyin edən metod və ya riyazi düsturun dəqiq analiz olunması nəticəsində aşkarlanır və hesablanır. Sistemli xətlərin qiyməti həmişə müəyyən işarəyə malik olur, yəni ölçmə nəticələrinə birtərəfli təsir göstərir.

T ə s a d ü f i x ə t a l a r həm subyektiv və həm də obyektiv olmaqla müxtəlif səbəblər nəticəsində əmələ gələ bilər. Şəbəkədə cərəyanın və ya ölçmə prosesində temperaturun dəyişməsi, cihazın əlverişli olmayan vəziyyətdə yerləşməsi, ölçmə şkalasının yaxşı işıqlandırılmaması, cihazla işləyən işçinin bacarıq səviyyəsi və bu kimi digər hallar təsadüfi xətlərin əmələ gəlməsi üçün zəmin yarada bilər. Məsələn, cihazı qidalandıran dəyişən cərəyanın azalıb-çoxalması elektrik ölçmələri zamanı çox vaxt cihazın "*s ı f ı r d r e y f i*" kimi adlandırılan xətlərin əmələ gəlməsinə səbəb olur.

Başvermə səbəblərinin müxtəlif xarakterli olması nəticəsində təsadüfi xətlər müxtəlif işarələrə (müsbət və ya mənfi) malik ola bilər, yəni onlar ölçülən kəmiyyətlərin əhəmiyyətini həm azalda və həm də çoxalda bilər.

Bu növ xətlər, təsadüfi hallar üçün müəyyən edilən ehtimallar nəzəriyyəsi qanunlarına tabe olur, yəni belə xətlərin izahı adı çəkilən qanunlarla şərtləndirilir. Lakin təsadüfi xətlər nəzəriyyəsinin nəticələri yalnız dəqiqliklə keçirilən çoxsaylı ölçmələr zamanı doğru olur. Baxmayaraq ki, hər bir konkret halda ölçmələrin tələb edilən sayı adı çəkilən nəzəriyyənin köməyi ilə müəyyənləşdirilə bilər, praktikada çox vaxt 5-10 ölçmə aparmaqla yekun nəticə çıxarmağa cəhd göstərilir.

Aşağıda optiki sıxlıq kəmiyyətinin spektral ölçmələrinə tətbiq olunan xətlər nəzəriyyəsinin əsas qaydalarına diqqət yetirilir.

Ölçmə metodunun xətasını tapmaq məqsədilə məlum düsturdan istifadə edərək *m ü t l ə q* və *n i s b i* xətlərin qiyməti üçün köməkçi düsturu təyin etmək vacibdir. Sonra bu sonuncu düsturda ölçülən kəmiyyətlərin ədədi qiymətlərinin yerinə onların təqribi (mütləq qiymətlərə yaxın olan) qiymətlərini yazmaq lazımdır. Ölçməni başlayanadək ölçmə metodu xətlərinin belə təyinatı tədqiqatçıya işi aparmaq məqsədilə onu qane edən dəqiqliyi təmin etmək üçün cihazları, eləcə də verilən dəqiqliyi əldə etmək üçün lazım olan ölçmə diapazonunu seçməyə kömək edir.

M i s a l. Spektrofotometrik ölçmələr aparılarkən ölçmə metodunun xətləri həm cihazın göstəricisinin, həm də kalibrləyici qrafikə əsasən ölçmə nəticələrinin xətləri səbəbindən əmələ gələ bilər. *Ber* qanununa əsasən fotometrik sistem üçün bu asılılığı aşağıdakı şəkildə ifadə etmək olar:

$$\frac{D}{l} = a \cdot c + b \quad (21)$$

burada: D – müqayisə məhlulunun optiki sıxlığı;

l – şüanın cihaz küvetindəki optiki yolunun qalınlığı;

a – kalibrləyici qrafikin meyilliliyi $\frac{D}{l} = f(C)$;

C – işığı udan maddənin məhluldakı konsentrasiyası;

b – $\frac{D}{l}$ oxunda kəsilərək ayrılan parça.

Konsentrasiyanın təyin olunmasının maksimum mümkün xətasını xarakterizə edən ifadəni almaq üçün (21) ifadəsini aşağıdakı şəkildə yazmaq:

$$C = \frac{\frac{D}{l} - b}{a} \quad (22)$$

Mütləq xətanı təyin etmək üçün düstur tapaq.
Əvvəlcə funksiyanın tam diferensialını tapılır:

$$dC = \frac{\partial C}{\partial D} dD + \frac{\partial C}{\partial l} dl + \frac{\partial C}{\partial b} db + \frac{\partial C}{\partial a} da \quad (23)$$

və (22) bərabərliyini diferensiallayaq:

$$dC = \frac{1}{al} dD - \frac{D}{al^2} dl - \frac{1}{a} db - \frac{D(l-b)}{a^2} da \quad (24)$$

dC , dD , dl , db və da kəmiyyətlərini sonuncu fərqlərlə və ya $\pm S_C$, $\pm S_D$, $\pm S_l$, $\pm S_b$, $\pm S_a$ standart kənarlaşmalarla əvəz etmək olar. Tapşırığın “maksimal xətaların tapılması” kimi qarşıya qoyulduğuna görə (24) ifadəsindəki bütün işarələr “plyus”la (+) əvəzlənir. Onda (24) ifadəsi (25) şəklində yazılır:

$$S_C = \frac{1}{al} S_D + \frac{D}{al^2} S_l + \frac{1}{a} S_b + \frac{\frac{D}{l} - b}{a^2} S_a \quad (25)$$

Nisbi xətaların qiyməti aşağıdakı düsturdan tapılır:

$$\Delta_C = \frac{S_C}{C} \cdot 100 = \left(\frac{S_D}{D-b} + \frac{S_l}{l - \frac{bl^2}{D}} + \frac{S_b \cdot l}{D-bl} + \frac{S_a}{a} \right) \cdot 100 \quad (26)$$

(26) düsturu (25) düsturunun sağ tərəfinin (22) düsturu ilə təyin edilən C kəmiyyətinə bölünməsi yolu ilə alınmışdır.

İndi də (26) düsturunda standart kənarlaşmaların və ölçülən kəmiyyətlərin hansı qiymətlərinin yazılması məsələsini həll etmək lazımdır. Analizlər göstərir ki, verilmiş metodla konsentrasiyanın təyinat dəqiqliyinə optiki sıxlıqlar şkalasına görə cihazın göstəricisi – S_D və küvetlərdə işıq şüalarının optiki udulma yolunun qalınlığının seçilməsi böyük təsir göstərir. S_D və S_l kəmiyyətlərini küvetlərin təkrar doldurulması zamanı hər hansı bir standart məhlulun keçiriciliyinin seçilmiş məhlulla müqayisə edilməsinə görə aparılan 6-10 paralel ölçmədən əldə olunan nəticəyə əsasən təyin edilir. S_a və S_b kəmiyyətləri kalibrleyici qrafiklər qurularkən ən kiçik kvadratlar metodu ilə böyük dəqiqliklə təyin oluna bilər.

Δ_C -nin təyini üçün əksolunan ifadədə toplananların müqayisəsi göstərir ki, verilən metodun xətasının əsas hissəsi D – keçiricilik kəmiyyətinin qeyri-dəqiq təyin olunması hesabına əmələ gəlir.

Bununla əlaqədar olaraq, keçiricilik kəmiyyətinin təyin olunması zamanı minimum xətanın yaranmasına səbəb olan spektrofotometrik təyinat metodları (diferensial spektrofotometri-ya) işlənib hazırlanmışdır.

Təsədüfi xətalər nəzəriyyəsi nəinki qəbul edilmiş ölçü metodunun xətasını qiymətləndirməyə imkan verir, həm də xətalərin paylanma qanunauyğunluqlarını, habelə ölçülən kəmiyyət haqqında informasiyalardan istifadə olunarkən vacib əhəmiyyət kəsb edən vəkalət müddəti və digər statistik xüsusiyyətləri müəyyən edir.

2.3. İnfraqırmızı spektroskopiya

İnfraqırmızı (İQ) spektroskopiya qida məhsullarının həm miqdarca və həm də keyfiyyətə analizinin yeni fiziki metodlarından biridir. Bu metod üzvi maddələrin quruluşu və tərkibi haqqında kifayət qədər tam informasiyanın alınmasına imkan verir. İnfraqırmızı şüalanma süd

məhsullarının yağ-turşu tərkibini tədqiq etmək üçün tətbiq edilir, müxtəlif qida məhsullarında pestisidləri təyin etmək üçün, qida boyaqlarının analizi zamanı, habelə bitki və heyvani mənşəli xammalların emalı zamanı texnoloji proseslərə nəzarət etmək üçün geniş istifadə edilir.

İnfraqırmızı spektroskopıyanın tətbiqi əlavə metod kimi qida məhsullarının mürəkkəb komponentlərinin xromatoqrafik ayrılmasından sonra təmiz maddələrin identifikasiyası yerinə yetirilərkən daha faydalı olur.

Üzvi birləşmənin infraqırmızı spektri maddənin birmənalı fiziki xassələrindən biridir. İnfraqırmızı spektr maddəni, sınıma və ya sıxlıq göstəricisi olan ərimə temperaturundan daha dəqiq xarakterizə edir. Bu zaman müəyyən edilən maddə ilə müqayisələndirmək üçün məlum birləşmə nümunəsinin olması heç də vacib sayılmır, alınan spektri, müxtəlif ədəbiyyat mənbələrində göstərilən udulma əyriləri ilə müqayisələndirmək kifayət edir. Lakin maddələri identifikasiya etmək üçün müəyyən olunan maddənin hansı üzvi birləşmələr sinfinə aid olduğunu bilmək lazımdır.

İnfraqırmızı şüalanma oblastı spektrin görünən hissəsindən sonra yerləşir və 0,8-2,5 mkm diapazonu ilə yaxın, 2,5-25 mkm diapazonu ilə orta və 25 mkm-dən böyük diapazonla uzaq spektrlərə ayrılır ki, ($1 \text{ mkm} = 10^{-6} \text{ m}$) bu da $12500 - 4000 \text{ sm}^{-1}$ dalğa ədədinə uyğun gəlir (dalğa ədədi ν 1 sm-də neçə dəfə dalğa uzunluğunun yerləşdiyini göstərir)(cədvəl 5).

Cədvəl 5

Spektrin ultrabənövşəyi, görünən və infraqırmızı oblastları üçün dalğaların uzunluq diapazonu və dalğa ədədləri

Ultrabənövşəyi oblast	Görünən oblast	İnfraqırmızı oblast		
		yaxın	orta	uzaq
0,2 – 0,4	0,8	2,5	2,5	200 (dalğa uzunluğu, mkm)
50000 – 25000	12500	4000	400	50 (dalğa ədədi, sm^{-1})

Böyük dalğa uzunluqlu işığın bütün udulma oblastları üçün böyük enerji uyğun gəlir.

İnfraqırmızı spektroskopiya da, həmçinin, şüalanmanın udulmasına əsaslanır. Udulma spektri, tətbiiq edilən maddənin quruluşu ilə sıx əlaqədardır. Maddə molekuluna, müəyyən enerji vəziyyətində olan uyğun atomlar sistemi kimi baxmaq olar. Şüalanma molekulu üzərinə düşən bütün spektrdən o, yalnız onun enerji vəziyyətini dəyişə biləcək dalğa uzunluğunu udur. Molekulun aldığı enerji, atomların elektron vəziyyətinin dəyişməsinə (bu zaman spektr ultrabənövşəyi və görünən oblastlara aid ediləcəkdir) və ya rəqsi, yaxud fırladıcı enerjilərin dəyişməsinə sərf olunur. Molekulların rəqsi enerjisi iki əsas rəqs tipi ilə təyin oluna bilər:

1. Valentli rəqslər tipi – bu zaman iki atom arasındakı məsafə artır və ya azalır, lakin atomlar valent rabitəsinin oxu üzərində qalırlar;

2. Deformasiyalı rəqslər tipi – bu zaman atomlar valent rabitəsi oxundan kənarlaşır. Deformasiyalı rəqslərin enerjisi valentli rəqslərin enerjisindən xeyli azdır, buna görə də deformasiyalı rəqslər, valentli rəqslərə nisbətən böyük uzunluqlu dalğalar zamanı müşahidə edilir.

Müəyyən edilmişdir ki, ayrı – ayrı rabitələrin möhkəmliyi valentli rəqslərin tezliyinə təsir göstərir. Üçqat rabitələr ($4,4 - 5,0$ mkm, $2300 - 2000$ sm^{-1} -də udulma) ikiqat rabitələrdən ($5,3 - 6,7$ mkm, $1900 - 1500$ sm^{-1} udulma) möhkəm olur, bunlar da, öz növbəsində, udulması $7,7 - 12,5$ mkm, $1300 - 800$ sm^{-1} – də baş tutan C – C, C – N, C – O birqat rabitələrdən möhkəmliyi ilə fərqlənir.

Molekulyar rəqslər nəzəriyyəsinə müvafiq olaraq, n sayda atomdan qurulmuş molekula, $(3 \cdot n - 6)$ sayda normal rəqsə malikdir, xətti molekullar üçün isə normal rəqslərin sayı $(3 \cdot n - 5)$ kəmiyyətinə bərabər olur. Bu zaman valentli rəqslərin miqdarı $(n - 1)$ kəmiyyətinə, deformasiyalı rəqslərin

miqdarı isə $(2n-5)$ kəmiyyətinə bərabər olur. $(2n-4)$ kəmiyyətinə bərabər rəqslər xətti molekulur üçündür.

Çoxatomlu molekularda normal (valentli və deformasiyalı) rəqslərdən başqa spektrdə kiçik intensivliyə malik əlavə izlər də müşahidə oluna bilər. Böyük asimmetrik molekulaların mümkün rəqs tiplərinin miqdarı o qədər çoxdur ki, hətta rəqs formalarının molekulyar quruluşundan asılılığının tam riyazi hesablamaları belə, molekulun quruluşu haqqında inandırıcı məlumat vermir. Buna görə də, infraqırmızı spektrlərin şifrini açmaq, yəni açıqlamasını vermək üçün, məlum quruluşlu təmiz birləşmələrin udma tezliyi və intensivliyi haqqında informasiyaya malik olmaq lazımdır.

Ayrı-ayrı funksional qrupların rəqsi, infraqırmızı spektrin dəqiq müəyyən edilən oblastlarında udulmaya səbəb olur. Müxtəlif molekulaların udulma spektrlərində bir neçə eyni zolaqlar (izlər) mövcud ola bilər ki, bunların da udulma tezliyi “xarakterik udulma tezliyi” adlandırılır. Belə xarakterik izlərin mövcudluğu, spektrə görə molekulda müxtəlif qrupların olmasını və onların quruluşunu təyin etməyə imkan verir.

Xarakterik tezliklərin aşkar edilməsi infraqırmızı spektroskopiyanın əsasını təşkil edir. Hazırkı dövrdə dalğa ədədlərinə və dalğa uzunluqlarına görə əsas zolaqların yerləşməsi ilə xarakterik tezlik və diaqramların bir çox cədvəlləri mövcuddur. Belə kimyəvi qruplara $C-H$, $C=O$, $C=C$, $O-H$ rabitələrinin valentli rəqslərini və $C-H$, $N-H$, NO_2 , CHO , $CONH_2$ rabitələrinin deformasiyalı rəqslərini misal göstərmək olar. Bu qruplar, hansı molekulda aid olmasından asılı olmayaraq, xarakterik zolaqlara malikdir.

Xarakterik tezliklərin əmələ gəlməsinin əsas şərti, qrup rəqsləri parametrlərinin molekulanın əsas skeleti rəqslərinin parametrlərindən xeyli fərqlənməsidir. Üzvi maddələrin molekul skeleti (bu skelet $C-C$ rabitələrindən təşkil olunur) üçün rəqslər $800-1200\text{ sm}^{-1}$ oblastında baş verir. Bütün növ rəqslərin tezliyi molekulun quruluşundakı dəyişkənliklərə

tamamilə həssasdır. İstənilən üzvi birləşmənin infraqırmızı spektrinin yüksək spesifikliyi bu cəhətlə şərtlənir.

Qida məhsullarının keyfiyyətə və ya miqdarca tədqiqi zamanı analitik işlər yerinə yetirilərkən maksimum udulma zolağında D – optik sıxlıq və ya T – optik keçiricilik miqdarının dəyişməsi təyin edilir. Spektrin avtomatik yazılışı üçün xüsusi spektrometrlər və spektrofotometrlərdən istifadə edilir.

2.3.1. İnfraqırmızı spektrlərin alınması və nümunələrin hazırlanması

Maddələrin infraqırmızı spektri, tədqiq olunan nümunənin fiziki vəziyyətindən, birləşmələrin konsentrasiyasından (qatılığından) əsaslı dərəcədə asılı olur. Düzgün nəticələrin alınmasına işığın səpələnməsi, molekullararası qarşılıqlı təsir, ətraf mühitin polyarlaşması və digər amillər mane olur.

Mürəkkəb üzvi maddələri təmiz mayələrin nazik qatı şəklində, əridilmiş məhsul lövhəciklər arasında soyudulduqdan sonra bərk təbəqələr şəklində, çəki nümunəsini maye ilə sürtgəcləyərkən işığın əks olmasını və səpələnməsini azaldan məcun şəklində öyrənmək olar.

Bərk materiallar əridilir, suspenziya və ya həb şəklində hazırlanır.

Adətən, məcun (pasta) hazırlamaq üçün vazelin yağı (nuyol) adlandırılan maye yüksəkmolekullu parafin karbohidrogenlərdən istifadə edilir. Nuyol, valentli rəqslər üçün ($C - H$) 3,3-3,5 mkm ($3030-2860\text{ sm}^{-1}$) dalğa uzunluğunda, deformasiyalı rəqslər üçün isə 6,85 mkm və 7,28 mkm (1460 sm^{-1} , 1374 sm^{-1}) diapazonunda udulmaya malik olur.

Nuyol əvəzinə, yağın udulma oblastlarında şəffaf olan heksaxlorbutadien istifadə etmək məsləhət görülür. Duru yağları, yağ damcısını natrium xlorid ($NaCl$) lövhəciyi üzərinə yerləşdirməklə (lövhəcik duz kristalından 25 mm diametr və 5 mm qalınlıqda kəsilir) tədqiq etmək olar ki, bu zaman yağ

damcısı yerləşdirilən lövhəcik digər eyni cür lövhəciyə kip sıxılır.

Bərk sınaq nümunələrinin hazırlanmasının geniş yayılmış metodu, onların aşqarla birgə həb şəklində preslənməsidir.

Tez-tez məhlulda mövcud olan maddənin spektrini çəkmək lazım gəlir. Həllədiçi kimi sudan, təsadüfi hallarda istifadə edilir, ona görə ki, su, bir sıra spektr oblastlarında intensiv udulma zolaqlarına malik olur. Spektral məqsədlər üçün dörd xlorlu karbon, kükürd-karbon və xloroformdan həllədiçi kimi daha geniş miqyasda istifadə olunur. CCl_4 11,9 – 14,3 mkm ($834 - 700 \text{ sm}^{-1}$), CS_2 isə 6,0 – 7,4 mkm ($1600 - 1400 \text{ sm}^{-1}$) oblastını istisna edir. Beləliklə, dörd xlorlu karbondakı maddə məhlulunun spektrini, sonra isə kükürd-karbondakı maddə məhlulunun spektrini çəkərək, məhluldakı maddənin tam spektrini almaq olar. Xloroform daha çox udma zolağına malikdir. Benzol həm yaxın infraqırmızı oblastda və həm də orta oblastda şüalanmanı daha güclü udur.

2.3.2. İnfraqırmızı spektrlərin oxunması (şifrlərin açılması)

Üzvi birləşmələrin infraqırmızı spektrləri tədqiq edilərkən, iki xarakterik oblast, yəni 1) $800 - 1400 \text{ sm}^{-1}$ oblastı və 2) $800 - 1400 \text{ sm}^{-1}$ oblastı hədudlarından kənar oblast ayrılmışdır.

$800 - 1400 \text{ sm}^{-1}$ oblastında C – C, C – N, N – O, C – O valent rabitələri və N – H, O – H, C – H deformasiyalı rabitələr meydana çıxır. Bu udulma oblastında, hətta molekulların quruluşundakı kiçik dəyişkənliklər, spektrin xeyli dəyişilməsinə səbəb olur.

$800 - 1400 \text{ sm}^{-1}$ oblastının hədudlarından kənar oblastda üzvi birləşmələrin spektrləri ayrı-ayrı rabitələrə və ya atom qruplarına uyğun, intensiv zolaqlara malik olur. Belə qrupların rəqs tezliyi, onların daxil olduğu molekulların tərkibindən, demək olar ki, asılı olmur. Məhz rəqsi spektrlərin təzahür

etdiyi bu oblast, qida məhsullarının tədqiqi zamanı daha tez-tez istifadə edilir.

Maddə spektrinin məlum maddə spektri ilə müqayisələndirmə yolu ilə identifikasiyası, onun spektri haqqında ətraflı məlumat olduğu halda mümkündür. Bununla əlaqədar olaraq, üzvi birləşmələrin əsas qrupları üçün infraqırmızı spektrin zolaq xarakteri üzərində dayanılır.

Bütün üzvi maddələr $C - C$, $C - H$ rabitələrinə malikdir. Karbohidrogenlər yalnız bu elementlərə malikdir və onların rəqsi spektrləri, əsasən $C - C$, $C - H$ valent və deformasiyalı rabitələrlə şərtlənir.

$C - H$ valentli rəqslərlə əlaqədar olan bütün udulma zolaqları, $3200 - 2750 \text{ sm}^{-1}$ ($3,1 - 3,6 \text{ mkm}$) oblastına təsadüf edir. Karbohidrogenlərin 2962 sm^{-1} tezliyi metilen qrupunun asimmetrik rəqsinə uyğun gəlir, 2853 sm^{-1} tezliyi isə metilen qrupunun simmetrik valentli rəqsinə aiddir.

$= C - H$ etilen rabitələrinə və $= C - H$ asetilen rabitələrinə uyğun gələn zolaqlar, daha yüksək tezliklərə doğru dartınmış olur (uyğun olaraq $3000 - 3100 \text{ sm}^{-1}$ və $3280 - 3340 \text{ sm}^{-1}$).

Asetilen törəmələrinin valentli rəqslər zolağı 3310 sm^{-1} – də asanlıqla aşkar olunur, bu oblastda o zolaqdan başqa yalnız NH – qruplarının udulması müşahidə edilir. Təbii asetilen birləşmələri spektrin ultrabənövşəyi oblastında dəqiqliklə tədqiq edilmişdir, lakin bu qrup birləşmələrin strukturu infraqırmızı spektroskopıyanın köməkliyi ilə müəyyənləşdirilmişdir.

Etilen sırası udulma tezliyi doymamış mərkəzin ətrafına doğru olduqca həssasdır. Ona görə də $3000 - 3100 \text{ sm}^{-1}$ oblastında epoksid və tsiklopropil birləşmələrin bir sıra udulma zolaqları mövcud olur. Metoksil və aldehid qruplarının mövcudluğu udulma zolaqlarını aşağı tezliklərə tərəf çəkir.

$C - C$ valentli rəqslərə uyğun gələn udulma zolaqları $1150 - 850 \text{ sm}^{-1}$ oblastında ($8,7 - 11,76 \text{ mkm}$) olur və az intensivdir. Bu qrupun deformasiyalı rəqsləri 500 sm^{-1} -dən kiçik

tezlik oblastında olur və infraqırmızı spektrlərdə tədqiq olunmur.

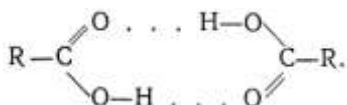
Üzvi birləşmənin (OH, C = O, C – O – C) molekuluna oksigenin daxil edilməsi, infraqırmızı spektrlərdə intensiv udulmanın yaranmasına səbəb olur. Hidroksil (OH) qrupların mövcudluğu $3630 - 3610 \text{ sm}^{-1}$ ($2,71 - 2,79 \text{ mkm}$) oblastında, digər qrup və rabitə rəqslərindən azad dar zolaqların əmələ gəlməsinə səbəb olur. Hidroksil qrupunun molekullararası və molekul daxili hidrogen rabitələrini yaratmasına meyilliliyi ilə əlaqədar olaraq, maddələr qeyri-polyar həlledicilərdə məhlulların $0,005 \text{ M}$ qatılığınadək həll olunarkən infraqırmızı spektr yaxşı alınır.

Rəqsi spektrlərdə hidrogen rabitəsi çox parlaq və özünəməxsus təzahür edir. Spirt qarışıqlarının analizi $8-13 \text{ mkm}$ oblastlarında həyata keçirilir.

Karbonil birləşmələr spektrdə C = O qruplarının valentli rəqslərinin yaratdığı daha çox intensiv udulmalardan birinə malikdir. Udulma vəziyyətinə və intensivliyinə müxtəlif amillərin təsiri kifayət qədər yaxşı öyrənilmişdir. Müxtəlif üzvi birləşmələrin karbonil udulmasının tezliyi, ətraf qrupların quruluşu ilə təyin edilir. Bütün tip karbonil birləşmələrin spektrləri $1900 - 1580 \text{ sm}^{-1}$ ($5,26 - 6,33 \text{ mkm}$) oblastında udulma ilə xarakterizə olunurlar. Bu zaman karbonil birləşmələrinin hər qrupu ensiz tezlik intervalına malik olur. Məsələn, sadə üzvi karbonil birləşməsi – qarışqa aldehidi 1745 sm^{-1} ($5,73 \text{ mkm}$) rəqs tezliyinə, yağ turşularının aldehidi isə – $1740 - 1720 \text{ sm}^{-1}$ ($5,75 - 5,84 \text{ mkm}$) rəqs tezliyinə malikdir.

Məlumdur ki, karbonil qrupuna ikiqat rabitənin daxil edilməsi bütün tip rabitələr üçün C = O valentli rəqslərin tezliyini $20 - 30 \text{ sm}^{-1}$ qədər azaldır. Karbonil qruplarında turşular üçün karboksil qruplarının mövcudluğu, aldehidlərlə müqayisədə C = O valentli rəqslərin tezliyində əsaslı dəyişkənlik yaratmır.

Karbon turşularının infraqırmızı spektri tədqiq olunarkən, onların (karbon turşularının) karbonil və hidroksil qrupları arasında möhkəm hidrogen rabitəsi ilə dimerlər əmələ gətirmək qabiliyyətinə diqqət yetirilməlidir ki, bu da udulma tezliyini əsaslı dərəcədə azaldır.



Çox güclü durulaşdırıldıqda iki udulma zolağı əmələ gəlir, onlardan biri monomerə – 1761 sm^{-1} (5,68 mkm), digəri isə dimerə – 1718 sm^{-1} (5,82 mkm) uyğun gəlir. Çox durulaşdırılmış məhlulda 3570 sm^{-1} (2,8 mkm) dalğa uzunluğunda sərbəst hidroksil qrupları üçün xarakterik olan udulma zolağı əmələ gəlir. Bu hal, eyni zamanda birləşmiş hidroksil qrupları üçün (dimerlərdə) $2700 - 2500\text{ sm}^{-1}$ (3,7 – 4,0 mkm) dalğa uzunluğunda baş verir.

Karbohidrat radikalının quruluşu eyni tipli C – O karbonil birləşmələrin valent rəqslərinin tezliyinə təsir göstərmir. Karbonil qrupun gərgin halqaya daxil olduğu hal müstəsnaqlıq təşkil edir. Belə ki, tsiklobutanlarda rəqs tezliyi 1775 sm^{-1} (5,73 mkm) qiymətinin yaxınlığında yerləşir.

Analoji hal müxtəlif efirlərin spektrində də müşahidə olunur. Doymuş turşuların efirləri üçün (doymuş alifatik efirlər) intensiv zolaq $1750 - 1735\text{ sm}^{-1}$ (5,71 – 5,76 mkm)-də, doymamış və aromatik mürəkkəb efirlər üçün isə intensiv zolaq $1730 - 1715\text{ sm}^{-1}$ (5,78 – 5,83 mkm)-də əmələ gəlir.

Bir halqada iki CO qrupu olan xiononlar $1690 - 1655\text{ sm}^{-1}$ (5,92 – 6,04 mkm) tezlikli udulma zolağına, müxtəlif halqalarda iki CO qrupu olan xiononlar isə $1655 - 1635\text{ sm}^{-1}$ (6,04 – 6,12 mkm) tezlikli udulma zolağına malikdir.

$C = O$ karbonil birləşmələrinin udulma zolağına haloid atomunun təsiri dəqiqliklə öyrənilmişdir. Haloidin α -karbon atomuna birləşməsi valent rəqslərinin tezliyini yüksəldir. Belə ki, α – haloidlə əvəz olunmuş ketonlar $1745 - 1725 \text{ sm}^{-1}$, haloidlə əvəzlənmiş karbon turşuları isə $1770 - 1745 \text{ sm}^{-1}$ dalğa uzunluğuna malik olur. Haloid atomunun karbonil qrupuna birləşdiyi molekullarda (turşuların haloidanhidridləri) daha yüksək – $1815 - 1785 \text{ sm}^{-1}$ ($5,51 - 5,60 \text{ mkm}$)-dək tezlik qiyməti müşahidə edilir.

Karbon turşuları anhidridlərin spektrlərində iki udulma zolağı mövcud olur (məsələn, sirkə anhidridi – 1832 və 1761 sm^{-1} və ya $5,46$ və $5,68 \text{ mkm}$), bunlardan böyük dalğa sayılı zolaq daha intensiv olur.

Karbon turşularında amin qruplarının təsiri dəqiqliklə öyrənilmişdir. Amin qrupu bilavasitə karbonil qrupunda olan turşu amidlərində, birinci amidlər üçün $3180 - 3540 \text{ sm}^{-1}$ ($3,15 - 2,83 \text{ mkm}$) diapazonunda, ikinci amidlər üçün isə uyğun olaraq $1570 - 1515 \text{ sm}^{-1}$ ($6,37 - 6,60 \text{ mkm}$) və $1550 - 1510 \text{ sm}^{-1}$ ($6,45 - 6,62 \text{ mkm}$) diapazonunda udulma zolağı olur.

Birinci aminlər, NH_2 qruplarının asimmetrik və simmetrik rəqsləri ilə şərtlənən $3500 - 3400 \text{ sm}^{-1}$ ($2,86 - 2,94 \text{ mkm}$) dalğa uzunluğunda iki əsas udulma zolağına malik olur. İkinci aminlər, birinci aminlər üçün olduğu eyni spektr oblastında bir udulma zolağına malik olur.

Aminturşular $1600 - 1560 \text{ sm}^{-1}$ ($6,25 - 6,41 \text{ mkm}$) diapazonunda $C = O$ valentli rəqslər üçün, $3130 - 3030 \text{ sm}^{-1}$ ($3,20 - 3,30 \text{ mkm}$) diapazonunda NH_2 qrupları üçün, aminturşuların duzları $3400 - 3200 \text{ sm}^{-1}$ ($2,94 - 3,13 \text{ mkm}$) diapazonunda NH_2 qrupları və $1600 - 1560 \text{ sm}^{-1}$ ($6,25 - 6,41 \text{ mkm}$) diapazonunda CO_2 qrupları üçün intensiv udulma zolağı verir.

Aminturşuların xlorlu hidrogen duzları $1730 - 1700 \text{ sm}^{-1}$ ($5,78 - 5,88 \text{ mkm}$) diapazonunda $C = O$ valentli rəqslərə görə intensiv udur.

C – N valentli rəqslərin tezliyi skelet qruplarının C–C valentli rəqslərinin tezliklər oblastında yerləşir və üzvi birləşmənin spektrini və onun aşkarlanmasını xeyli mürəkkəbləşdirir.

Digər üzvi birləşmələr arasında kükürd və fosfor birləşmələrinin spektrləri daha çox öyrənilmişdir. Kükürdə malik birləşmələr üçün S – H, C – S, S – S, S = O qruplarının spektr zolaqları identifikasiya edilmişdir. S – H qrup valentli rəqslər $2590 - 2550 \text{ sm}^{-1}$ (3,86 – 3,92 mkm) oblastında, C – S qrup valentli rəqslər $705 - 570 \text{ sm}^{-1}$ (14,18 – 17,54 mkm) intervalında, S – S qrup valentli rəqslər isə $550 - 450 \text{ sm}^{-1}$ diapazonunda yerləşir.

Qida məhsullarını İQ – spektroskopiya metodu ilə tədqiq edərkən funksional qrupların əsas analitik udulma xətləri göstərilməklə sorğu kitablarından istifadə olunur. İnfraqırmızı spektroskopiya metodu qida məhsullarında A, K, K₁, K₂, B₁, B₂, B₆, C vitaminlərinin, nikotin turşusunun, tokoferolların və karotinin miqdarını təyin etmək üçün istifadə olunur. Xromatoqrafiya ilə kombinəedilmiş halda infraqırmızı spektroskopiya metodunu aromatik maddələrin və bir sıra üzvi birləşmələrin tədqiq edilməsi üçün istifadə etmək olar.

2.4. Atom – absorbsiyalı spektroskopiya

2.4.1. Atom absorbsiyasının nəzəri əsasları

Mineral maddələrin fizioloji rolu haqqında məlumatların genişləndirilməsi, onların fermentativ proseslərə göstərdiyi təsir, mikroelementlər də daxil olmaqla mineral maddələrin miqdarca təyininin analitik metodlarının yaradılması və tətbiq olunmasının ən vacib tələblərini irəli sürür.

Bir çox kimyəvi analiz metodları maraq kəsb etmir, belə ki, onlar həddən böyük çəki nümunələri və xeyli uzun vaxt sərfi tələb edir. Fotokolorimetrik metodlar və kompleksmetriya

üsulu da, həmçinin analizlərin yerinə yetirilməsinin həssaslığı, dəqiqliyi və tezliyinə görə müasir tələblərə uyğun gəlmir.

Bu tələblərə spektral analiz metodları daha çox uyğun gəlir. Bitki və heyvani mənşəli qida məhsullarının tədqiqində şüalanma spektrinə əsaslanan emissiyalı spektral analiz, şüalanma spektrinə görə lüminessentli analiz və udulma spektrinə görə absorbsiyalı analiz metodları qismən inkişaf etməyə və yayılmağa başlayır. Bu üç analiz növündən son illərdə bütün dünya ölkələrində inkişafı bütün spektroskopiya tarixi ilə sıx əlaqədar olan *atom – absorbsiyalı spektroskopiya* metodu daha çox inkişaf etmiş və geniş yayılmışdır. Kvant nəzəriyyəsinin müvəffəqiyyətləri, qismən Eynşteyn şüalanmasının kvant nəzəriyyəsi atom sistemlərində baş verən şüalanma, udulma proseslərinin fiziki mənasını və əlaqəsini müəyyən etməyə imkan verdi.

Kvant nəzəriyyəsinə əsasən “i” və “k” stasionar mənbələri arasında E_i və E_k enerjiləri ilə şüalanma ($E_k > E_i$ olduqda) üç keçid növündə müşahidə edilir:

- öz-özünə əmələ gələn daha kiçik vəziyyətində həyəcanlandırılmış mənbədən şüalandırıcı keçidlər ($k \rightarrow i$);

- ν_{ki} tezlikli xarici şüalandırıcının təsiri altında məcburi əmələ gələn kiçik enerjili vəziyyətdən daha yüksək enerjili vəziyyətə uducu keçidlər ($i \rightarrow k$);

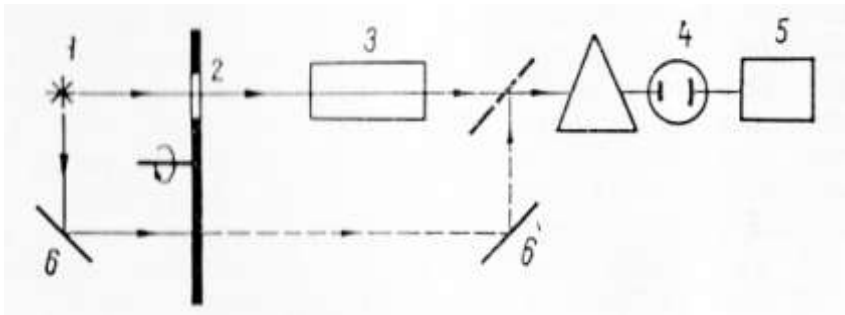
- şüaburaxma tezliyində olduğu kimi eyni şüalanma tezliyinin təsiri altında məcburi əmələ gələn şüalandırıcı keçidlər ($k \rightarrow i$).

Uzun illər ərzində analitik (atom emissiyalı spektroskopiya) kimyada yalnız öz-özünə baş verən şüalandırıcı keçidi istifadə edilmişdir.

Hazırda atom-absorbsiyalı spektroskopiya atom tərəfindən enerjinin udulması zamanı əsas mənbədə baş verən udulma prosesi tətbiq olunmağa başlamışdır.

Keçən əsrin ortalarında, hələ 1955-ci ildə Uolş atom tərəfindən absorbsiyanın qeydə alınmasının rəasional üsulunu

irəli sürmüş və analizlərin yerinə yetirilməsi üçün qurğunun sxemini təklif etmişdir. Bu, çox sadə bir sxem olmaqla yanaşı, həm də olduqca əlverişlidir (şəkil 3).



Şəkil 3. İkişüallı atom-absorbsiyalı spektrofotometrin sxemi:

- 1 – işıq mənbəyi; 2 – şüanı fasilələrlə buraxan disk;
3 – alov; 4 – fotoelektrik işıq qəbuledici;
5 – elektron qeydiyyat sxemi; 6 – güzgü.

Analiz olunan məhlul püskürdücüdən istifadə edilməklə aerosol şəklində odluğun alovuna daxil edilir. Alovlu fotometriyada olduğu kimi bu zaman elementin alovdakı şüalanmasını ölçməyib, standart işıq mənbəyindən gələn şüalanmanın atomlar tərəfindən udulması ölçülür. Bunun üçün buxarların uducu təbəqəsi tədqiq edilən elementin udulma xəttinə uyğun gələn dalğa uzunluqlu monoxromatik işıq dəstəsi ilə şüalandırılır. Nümunə alovunda atom buxarı əmələ gəlir. Təyin edilən elementin atomlarını, düşən şüalanma onun konsentrasiyasına düz mütənasib olmaq şərtilə udur.

İşıq mənbəyi kimi, təyin edilən elementin kifayət qədər nazik rezonanslı xəttini verən kiçiktəzyiqli qazboşaldıcı lampalar məsləhət görülür. Spektral hissə ölçülən element tərəfindən udulan eyni dalğa uzunluğunun öyrənilməsi üçün prizmaya və difraksiyalı qəfəsə malik olur. Işıq signalı fotohasilediciyə daxil olur, güclənir və qalvanometrə ötürülür.

Spektrofotometrlərdən çıxan signal, udulma vahidləri və ya optik sıxlıq vahidləri ilə konsentrasiyalı rəqəmsal vizual qeydə alan avtomatik şəkildə tutuşdurub yoxlayan qurğuya düşür. Bu signal, həmçinin, istənilən 10 millivoltlu özü yazan potensiometr tərəfindən də qəbul edilə bilər.

Atom-absorbsiyalı spektroskopiya metodunun əsas əhəmiyyəti qövsdə və ya emissiyalı spektroskopiya qığılcım boşalması zamanı alınan spektrlə müqayisədə, alovda təyin edilən elementin ifadə edilən rezonanslı xətti ilə daha sadə spektr alınır. Bu, müxtəlif elementlərin rezonans xətlərinin basılmasını istisna edir və tədqiq olunan məhsul komponentlərinin qarşılıqlı təsirini xeyli azaldır. Bundan başqa, absorbsiyalı analiz zamanı şəraitlərin qismən dəyişməsi, həyəcanlanmış vəziyyətdə olan atomlara əsaslı təsir göstərən alovun temperatur dəyişməsinin analizə təsiri xeyli aşağı düşür.

Mühitin temperatur dəyişməsindən olan bu qeyri-asılılıq, atom adsorbsiyasının ən vacib xüsusiyyətlərindən biridir.

Lakin atom-absorbsiyalı spektroskopiyanın tətbiq edilməsi, məsələn, rezonans xətti spektrin vakuumlu ultrabənövşəyi oblastında olan (200 nm-dən az) elementlərin düz yolla təyin olunma imkansızlığı məhdudlaşır. Hallogenlər, karbon, fosfor, kükürd belə elementlərdəndir. Bu metodun çatışmayan cəhəti işıq mənbəyinin dəyişməsi ilə əlaqədar olaraq bir çox cihazlar üçün elementlərin konsentrasiyasının ardıcıl ölçülməsidir. Bu çatışmazlığa baxmayaraq müasir dövrdə atom-absorbsiyalı spektroskopiya metodu bioloji obyektlərin (qida məhsullarının) tədqiq olunması üçün daha geniş yayılmış metoddur.

Göstərilən əsas üstün cəhətlər, habelə analizlərin sadəliyi və yerinə yetirilmə tezliyi, bu metodun geniş şəkildə təşəkkül tapmasını şərtləndirən amillərdən sayılır. İnkişaf etmiş ölkələrin böyük istehsal gücünə malik optik firmaları bu növ cihaz və aparatların istehsalını həyata keçirir.

Atom-absorbsiyalı spektrofotometrlər aşağıdakı firmalar tərəfindən istehsal edilir:

Yaponiyada – Hitachi, Shimadru;

Avstriyada – Varian Techtron;

İngiltərədə – Uniam, Precision – Hilger;

ABŞ – da – Perkin – Elmer, Bekman.

Cihazların konstruksiyası müxtəlifdir, amma istehsal edilən modellərin əksəriyyəti iki şüa ilə işləyir. İkişüalı sistem, lampa gücünün dəyişməsi təsirini, fotohasiledici detektorun həssaslığını minimum həddədək qısaldır.

Müasir zamanda “SF – 46” markalı spektrofotometrlərdən daha geniş miqyasda istifadə olunmağa başlanmışdır.

2.4.2. Analiz üçün nümunələrin hazırlanması

Nümunələrin külləşdirilməsi. Bir çox qida məhsullarını analiz etmək, onların quru və yaş üsulla qabaqcadan külləşdirilməsini (yandırılması) həyata keçirmək lazım gəlir. Hər iki külləşdirmə üsulunun bəzi üstün və çatışmayan cəhətləri mövcuddur. Yaş külləşdirmə zamanı bütün metallar itkisiz olaraq məhlula keçir, lakin çoxlu miqdarda üzvi maddələrə və az miqdarda küllük dərəcəsinə malik qida məhsulları üçün 10 – 20 q miqdarında kifayət qədər çəki nümunəsi götürmək lazım gəlir. Kömürləşdirmə (yandırma) üçün götürülən turşu sərfi, analiz olunan məhlula əlavə olaraq mineral maddələrin daxil edilməsi üçün kifayət edir, lakin bu hal miqdar nəticələrinə təsir göstərir.

Buna görə də bir çox qida məhsulları üçün ehtiyatla quru yandırma (külləşdirmə) üsulunun tətbiqi məsləhət görülür. Əvvəlcədən kömürləşdirmə üçün 250 və ya 500 Vt gücə malik infraqırmızı lampaların tətbiq olunması, nisbətən daha yaxşı nəticələr almağa imkan verir. Külləşdirməni mufel sobalarında 450 – 550°C temperatur həddində sabit çəki alınanaqədək davam etdirilir. Qalığı 1 – 2 ml xlorid turşusunda (HCl)

həll edir, üzərinə 3 – 5 ml iki dəfə distillə olunmuş su (bidistilyat) əlavə edilir və həllolma başa çatanaqəd qızdırılır. Məhlulu 50 ml həcmli kolbaya keçirir və kolbanı ölçü xəttinədək distillə su ilə doldurulur. 550°C-dən çox olmayan külləşmə temperaturunda aşağıdakı elementlər dəyişmədən saxlanılır: natrium (Na), kalium (K), kalsium (Ca), maqnezium (Mg), dəmir (Fe), sink (Zn), mis (Cu), kobalt (Co), manqan (Mn) və qalay (Sn). Qurğuşun (Pb), gümüş (Ag) və arsen (As) kimi elementlərdə az miqdarda itkilər baş verir.

Mis və dəmir tam kömürləşmədikdə karbon tərəfindən adsorbsiya olunur və tam ekstraksiya olunmur. Əgər yanmış kütlə turş reaksiyaya malikdirsə və məhsul fosfor birləşmələri ilə zəngindir, onda çöküntü xlorid turşusunda həll edilir, filtrlənir və qalıq əlavə olaraq yandırılır (kömürləşdirilir). Qələvili qalıq (kül) putanın saxsısı ilə qarşılıqlı əlaqəyə girərək həllolunmayan silisiumlu birləşmələr əmələ gətirə bilər. Buna görə də qida məhsullarını külləşdirmək üçün platin və ya kvars putalardan istifadə etmək daha məsləhətlidir. Heyvani piylərin mineral tərkibini tədqiq edərkən quru külləşdirmə misin və dəmirin xeyli miqdarda itirilməsinə gətirib çıxarır.

Yaş külləşdirmə, adətən qatı nitrat və sulfat turşularının qarışığı ilə aparılır. Məhsulun 10 q-lıq çəki nümunəsinə 30 ml nitrat turşusu əlavə edirlər, reaksiya başa çatdıqda isə 10 ml sulfat turşusu əlavə edir və kül əmələ gələnədək qızdırılır. Sonra daha 5 ml nitrat turşusu əlavə edir və tam parçalananaqəd qaynadılır. Soyudulmuş məhlulun üzərinə 10 – 20 ml su əlavə edir və azot oksidləri tam kənarlaşanaqəd qızdırırlar.

Mikroelementlərin üzvi həlledicilərlə ekstraksiyası.

Bütün bitki mənşəli və bəzi heyvani mənşəli qida məhsullarında mineral maddələri 0,1 M EDTA (etilendiamin-tetrasirkə turşusu) və ya onun iki natriumlu duzunun məhlulu ilə ekstraksiya etmək mümkündür (trilon B, kompleks Ş). Kalsium, maqnezium, kalium, manqan, mis və sink elementləri yaxşı ekstraksiya olurlar. Dəmir tam ekstraksiya olunmur. Bu

metod göstərilən elementlərin fosfat turşusu və silisiumun mövcud olduğu şəraitdə təyin olunmasına imkan verir. Bitki mənşəli məhsullarda (25 qram quru maddə və 20 ml EDTA-dan ibarət olan çəki nümunəsi) kalsium, maqnezium, kalium və sink elementlərini quru külləşdirmədə olduğu kimi eyni dəqiqliklə təyin etmək olar.

Əksər metallar (qələvi metallar çıxılmaqla) ammonium pirrolidinditiokarbonatla (PDKA) əlaqəyə girərək metilizo-butilketonla (MİBK) yaxşı ekstraksiya olunan helat birləşmələr əmələ gətirir. Alınan məhlulu bilavasitə metalların konsentrasiyasını ölçmək üçün istifadə etmək olar. Xörək duzunda və qatı duz məhlullarında metal qarışıqlarının təyinatını, qabaqcadan onların uyğun helatlarla ekstraksiyası yolu ilə həyata keçirilir. Kalsium, maqnezium, dəmir, sink, kobalt və misin ekstraksiyası üçün PDKA-dan istifadə edilir.

Məlumdur ki, üzvi həlledicilər sulu məhlullarla müqayisədə atom-absorbsiyalı metodun həssaslığını artırır. Buna görə də kalibrləyici qrafikləri qurmaq üçün etalon məhlullar istifadə edilən üzvi həlledicilərdə hazırlanmalıdır. Üzvi həlledicilər, mikroelementlərin konsentrasiyası optimal göstəricilərdən kiçik qiymətə malik olarsa, onların konsentrasiyasını yüksəltmək üçün istifadə edilə bilər.

Bitki yağlarında və heyvani mənşəli piylərdə metalların təyini üzrə kifayət qədər təcrübə mövcuddur. Bu təyinat metodu yağın metilizobutilketonda (1:5) və ya n – heksanda (1:3) durulaşdırılmasını tələb edir. Bu metod vasitəsilə analiz olunaraq balina və balıq piylərinin tərkibindəki mis, dəmir, manqan, qurğuşun, nikel, maqnezium və bu kimi digər elementlərinin miqdarı təyin edilir.

Südün tərkibindəki yağlardan metalları, qismən misi, iki-qat distillə yolu ilə bütün metalların, hətta izlərindən belə azad edilmiş qatı nitrat turşusu ilə ekstraksiya etmək məsləhət görülür. Metallar ekstraksiya edildikdən sonra piyi petroleyn

efiri ilə kənarlaşdırır. Yerdə qalan su-turşu ekstraktı atom-absorbsiyalı spektrofotometrə analiz üçün istifadə edilə bilər.

Lakin məhluldakı zülali maddələrin yüksək miqdarı su – turşu ekstraktının tozlandırılmasını çətinləşdirir və enli çata malik xüsusi odluğun istifadə olunmasını tələb edir. Bu sahədə görülən işlər ekstraksiya metodunu su-turşu ekstraktının sonradan yandırılması (külləşdirilməsi) ilə birləşdirməyin məqsəddə uyğun olduğunu sübut etdi.

Bu metodikaya görə 10 q yağ nümunəsini sürtülüb kipləşdirilmiş tıxaca malik sınaq şüşəsinə yerləşdirilir, üzərinə 1 ml bidistillə edilmiş su, 4 ml qatı nitrat turşusu əlavə edilir və 70°C 15-20 dəq. ərzində qızdırılır. Piy üç porsiya petroleyn efiri ilə kənarlaşdırılır. Ekstraktı putaya (tigelə) keçirib nəmliyi tam kənarlaşanadək buxarlandırılır və mufel sobasında 500-550°C istilikdə yandırılır. Küldə qələvi, qələvi torpaq metallarının və mis, dəmir, manqan kimi dəyişkən valentliyə malik metalların miqdarı təyin edilir.

Analizlər üçün nümunələr hazırlanarkən, hər şeydən əvvəl, təyin edilən elementlərin optimal konsentrasiyasında, asılı olan məhsulun çəki miqdarını təyin etmək vacibdir. Optimal konsentrasiyanı hesablamaq üçün p.p.m. (məhsulun həcmnin milyonda bir hissəsi) və ya mkr/ml-lə ifadə olunan hər bir elementə görə “həssaslıq” terminini istifadə edilir ki, bu da 1,0%-ə bərabər udulmanı əmələ gətirən elementin suda məhlulunun qatılığını göstərir (cədvəl 6).

Aşağıdakı cədvəldən görünür ki, qida məhsullarında daha geniş yayılmış elementlərin təyinat həssaslığı dəyişilir, bu isə analizin təyini şəraitindən asılı olur.

Digər istifadə olunan “limit və ya aşkaredilmə həddi” termini əsas xətaları 2 dəfə aşağı bilən, signal verən məlum maddənin sulu məhlulunun konsentrasiyasını göstərir. Optimal analitik hədlərdə (20–80 % absorbsiya şəraitində) tədqiq edilən maddələrin konsentrasiyasını standart metodla təyin edərkən variasiya əmsalı adətən 2 % – dən çox olmur.

Cədvəl 6

Əsas mineral elementlərin təyini zamanı həssaslıq

Elementlərin adı	Dalğa uzunluğu	Optimal işçi hədləri, mkq/ml	1% absorbsiyaya cihazın həssaslığı	Aşkar-edilmə həddi, mkq/ml
K	7665	1 – 10	0,1	0,005
Na	5890	0,3 – 3,0	0,04	0,005
Ca	4227	1,0 – 10,0	0,1	0,01
Mg	2852	0,2 – 2,0	0,01	0,003
Fe	2483	2,0 – 20,0	0,15	0,02
Cu	3247	2,0 – 20,0	0,15	0,01
Mn	2795	2,0 – 20,0	0,1	0,005
Zn	2138	0,2 – 3,0	0,04	0,005

Metalların müəyyən konsentrasiyalı standart məhlulları analiz olunan nümunə həll edilən həlledicidə hazırlanır. Konsentrasiyalar, işçi məhlulda gözlənilən konsentrasiyaya bərabərləşdirilməlidir. Əgər standart məhlulların absorpsiyası konsentrasiyadan xətti asılı olursa, onda qrafik – bu standart məhlullar üçün olan göstəricilərə görə qurulur. Əgər işçi əyri xətti xarakterə malik olmayıb, qeyri-xətti asılılığa malik olarsa, onda arzu edilən dəqiqliklə konsentrasiyaları müəyyən etmək üçün daha dəqiq standartlardan istifadə etmək lazım gəlir. Belə ki, işçi əyri eksperimentin keçirildiyi şəraitdən asılı olaraq dəyişilə bilər, buna görə də işçi ayrını hər yeni analizlər seriyasından əvvəl yoxlamaq vacibdir.

2.4.3. Alovun seçilməsi

Tədqiq edilən elementlər olan məhlul odluqdan çıxan alovla daxil edilir və bu zaman atom buxarı əmələ gəlir. Sadəliyi baxımından heç bir üsul, alovla atomlaşdırma üsulu ilə müqayisə oluna bilməz. Lakin metalı əmələ gətirən birləşmələrin dissosiasiya dərəcəsi alovun temperaturundan asılı olur. Bəzi

hallarda metalı atomlaşmış vəziyyətdən çıxaran istiyə davamlı oksidlərin əmələ gəlməsinin qarşısını almaq üçün, alovu müxtəlif bərpəedicilərlə zənginləşdirmək lazım gəlir. Yanan qaz seçilərkən, bu halı nəzərə almaq vacibdir.

Qələvi metalların analizi üçün hava ilə qarışdıqda 1925°C istilik əmələ gətirən adi məişət qazından (propan) istifadə etmək yaxşıdır. Qələvi-torpaq metalları və eləcə də bir çox digər metallar üçün daha yüksək istilik tələb edilir. Hava-asetilen qarışığının yanmasından alınan alov 2300°C malik olur. Lakin bu alovun özündə də qalay və alüminium kimi bəzi metallar oksidlərin əmələ gəlməsi ilə əlaqədar pis dissosiasiya edilir. Alüminium duzlarının 8 – oksixinolinli turş sulu məhlulları isə hava-asetilen alovunda güclü absorbsiya signalı verir. Bu, metalın oksigenlə qarşılıqlı təsirinə mane olan, yaxşı dissosiasiya edən kompleks üzvi birləşmənin əmələ gəlməsi ilə izah oluna bilər. Alüminium və qalayın adi məhlullarından onlar, azot oksidi + aseton alovunda (3000°C) təyin olunur.

Temperaturun artırılması əlavə kimyəvi maneələrin yaranmasını aradan qaldırır, bir çox elementlər üçün ionlaşmanı gücləndirir və bunun nəticəsi olaraq həssaslığı da artırır. Buna baxmayaraq, asetilenlə qarışıq şəklində azot oksidi və ya oksigenin istifadə edilməsi işdə bir sıra əlavə çətinliklər, o cümlədən partlama təhlükəsi yaradır.

2.4.4. İşıq mənbəyi

Atomlu adsorbsiyada işıq mənbəyi kimi açıq katodlu lampalar daha geniş miqyasda tətbiq olunur. Bu lampalar ensiz spektral zolaqlara malik parlaq işıq verir, onlarla işləmək və habelə bu şüaların konstruksiyası olduqca sadədir. Əksər lampaların iş müddəti 1000 saat təşkil edir. Amma açıq katodlu lampalar, onların hazırlandığı metalların təmizliyinə olan yüksək tələbatla, ölçmə həssaslığını azaldan radiasiya sahəsinin əmələ gəlməsi ilə əlaqədar olan bir sıra çatışmayan cəhətlərə

malikdir. Kiçik ərimə istiliyinə malik metallar (qalay, qurğuşun) üçün intensiv işıqlanmaya malik lampalar almaq çətindir. Açıq katodlu lampaların istismarı prosesində qaz hissəciklərinin lampa səthi tərəfindən adsorbsiyası (udulması) ilə şərtlənən lampadakı qazın təzyiqinin azalması nəticəsində işıqlanma intensivliyi azala bilər.

Müasir dövrdə bir çox firmalar və istehsal müəssisələri bu növ lampaların uzunömürlülüynü və stabilliyini yüksəltmək məqsədilə bir sıra təkmilləşdirici və səmərələşdirici təkliflər irəli sürür. İlk dəfə elektrodsuz yüksək tezlikli lampaların tədqiq edilməsi və istehsalata tətbiqi ilə əlaqədar təcrübələr Rusiya Federasiyasında həyata keçirilmişdir. Belə arasıksilməz spektrli şüalanma verən işıq mənbəyinin qeyd edilən məqsəd üçün tətbiq olunması sınaqdan çıxarılmışdır. Bu isə bir neçə elementi eyni zamanda, təyin etməyə imkan verir. Buna baxmayaraq, monoxromotorun ayırdığı xətlərin (zolaqların) eni udulma zolaqlarının enindən böyük olduğundan, analizin həssaslığı azalır.

Analizin aparılma müddətini, ixtisar edilməsinə imkan verən çoxelementli lampaların yaradılması üzrə bir çox konstruktiv fikirlər irəli sürülmüşdür. Lakin onların da həssaslığı xeyli aşağı olur və qatışıqların daha uçucu komponentlərinin spektri istifadə olunarkən, tədricən yox olur. əgər iki element monoxromotorla icazə verilməyən rezonans zolaqlara malik olarlarsa, maneələr yarana bilər. buna görə də tədqiqatçılar adi birkomponentli lampalarla işləməyə üstünlük verirlər.

2.4.5. Ayrı-ayrı elementlərin təyin olunma xüsusiyyətləri

Atom-absorbsiyası qida məhsullarının tədqiq olunan məhlulunda konsentrasiyası $1 \frac{mkq}{ml}$ həddində olan bir çox metalların analizi üçün istifadəyə yararlıdır. Belə elementlərə

3-cü cədvəldə göstərilənlərdən başqa kobalt, nikel, qurğuşun, qalay, xrom, stronsium, kadmium və b. aiddir.

Müxtəlif məhsullar üçün rezonans zolaqların seçilməsi, məhlulların odluqdan çıxan alova daxil edilməsi və cihazın göstəricilərinin qəbul edilməsi də daxil olmaqla, analiz metodikasını eynidir. Fərqli cəhət, tədqiq ediləcək sınaq nümunələrinin yalnız analiz üçün hazırlanması zamanı müşahidə edilir.

Sınaq nümunələrinin hazırlanmasının daha rəasional üsulunu seçmək üçün, ayrı-ayrı elementlərin analiz olunmasının spesifik xüsusiyyətləri aşağıda göstərilmişdir.

Kalium və natrium. Bir çox qida məhsullarının yandırılmasından alınan kül qalığında *k a l i u m* daha böyük xüsusi çəkiyə malik olur.

Bu metalı təyin edən zaman yüksək həssaslıq mikroelementlər təyin olunan analiz məhlullarının xeyli (20 – 100 dəfə) durulaşdırılmasını tələb edir. Kalium elementinin təyin olunması üçün heç bir digər element əngəl yarada bilməz.

Bu metalı təyin edən zaman yüksək həssaslıq, mikroelementlər təyin olunan analiz məhlullarının xeyli (20 – 100 dəfə) durulaşdırılmasını tələb edir. Kalium elementinin təyin olunması üçün heç bir digər element əngəl ola bilməz.

Kaliumun təyin olunma həssaslığı məhlulda onun və turşuların konsentrasiyasının artması ilə zəifləyir. Turşuların məhluldakı 1,0%-li konsentrasiyası optimal sayılır. Kalibrleyici qrafiklərin qurulması üçün standart məhlullar da, həmçinin, turşuların uyğun konsentrasiyasına malik olmalıdır. İşçi məhlulda suda həllolan üzvi birləşmələrin 1,0% qatılıq ətrafında mövcud olması, kaliumun təyin olunma nəticələrinə təsir göstərmir. Qida məhsullarının tərkibində kaliumun yüksək miqdarını nəzərə alaraq, onun şirələr, şərab, pivə, şəkər tozu (10%-li məhlul) kimi məhsullarda təyin edilməsini qabaqcadan külləşdirmə (yandırma) tətbiq etmədən həyata keçirmək olar.

Natriumun təyin olunma həssaslığı kaliumun təyin olunma həssaslığından 2,5 dəfə yüksəkdir. Natriumun digər mövcud

təyinetmə metodlarından fərqli olaraq, bu elementin atom absorbsiyası üsulunda kaliumun 10 və 100 dəfəlik yüksək miqdarı təyinetməyə mane olmur. Sınaq nümunələrinin analiz üçün hazırlanması istənilən metodlarla həyata keçirilə bilər, lakin materialın yandırılması zamanı platin və ya kvars qablardan istifadə etmək vacibdir. Yüksək miqdarda xörək düzünə malik olan qida məhsullarını xlorlu birləşmələrin təyinetmə metodları ilə analiz etmək məsləhətdir.

Kalsium və maqnezium. Atom-absorbsiyalı analizə yüksək həssaslıqla üstünlük təşkil edən elementlər arasında ilk yerlərdən birini maqnezium tutur. Onun hava-asetilen qarışığı alovunda təyin edilməsinə kalsium və kaliumun məhluldakı 100 dəfəlik, natriumun 1000 dəfəlik artıq miqdarı, sulfat və fosfat turşularının 0,1 n. məhlulları əngəl yaratmır.

Alüminiumun ekvivalent miqdarda mövcudluğu maqneziumun təyin edilməsinə mane ola bilər, ona görə də təyinat zamanı onu kənarlaşdırmaq lazımdır. Kalsiumun təyin edilməsinə fosfatlar, sulfatlar, silisium və alüminium əngəl törədir.

Analiz olunan məhlulda lantanın və ya stransiumun 1000 mkq/ml konsentrasiyada, maqneziumun isə 6000 mkq/ml konsentrasiyada əlavə edilməsi, anionların mənfi təsirinin aradan qaldırılması üçün daha effektiv üsul sayılır. Bu elementlər, eləcə də alüminiumun yaratdığı əngəlləri aradan qaldırır. Əgər analiz edilən məhlulda lantan, stransium və ya maqnezium əlavə edilirsə, onda standart məhlullara da adı çəkilən elementlərdən eyni miqdarda əlavə etmək lazımdır.

Əksər qida məhsullarının tərkibində kalsiumun miqdarı maqneziumun miqdarına nisbətən xeyli çox olur, amma kalsiumun təyin olunmasının nisbətən kiçik həssaslığını nəzərə alaraq, analiz üçün məhsulun çəki nümunəsi kalsiuma görə hesablanır.

Kalsium və maqneziumun sulu məhlullarının analizi üçün adi hava-asetilen qarışığı alovunun tətbiq olunması, demək olar ki, düzxətli dərəcələnməmiş qrafiki təmin edir. Kalsiumun

aşkarlanma həddi 0,005 mkq/ml təşkil edir. Yüksək temperaturlu alovda həssaslıq xeyli yüksəlir. Maqnezium üçün 2852 Å xətti olduqca həssasdır, maqneziumun yüksək miqdarına malik olan qida məhsullarının analizi zamanı isə kiçik həssaslığa malik 2025 Å xəttini tətbiq etmək məsləhət görülür.

D ə m i r - atom absorbsiyasına orta səviyyəli həssaslığı ilə üstünlük təşkil edən bir elementdir, buna görə də qida məhsullarının tədqiq edilməsi zamanı bu metodu ideal metod kimi qəbul etmək olmaz.

Orta səviyyəli (2 – 20 mkq/ml) həssaslıq və dəmirin qida məhsullarındakı nisbətən kiçik miqdarı, işçi məhlul almaq üçün, külləşdirmək məqsədilə böyük sınaq nümunələrindən istifadə olunmasını tələb edir. Belə ki, şəkər tozunda dəmiri təyin etmək üçün sınaq nümunəsi 20 q-dan az olmamalıdır.

Analiz üçün nümunənin hazırlanması (külləşdirmə, ekstraksiya) üsulu dəmirin təyin olunmasının dəqiqliyinə təsir göstərmir. Alkoqollu və alkoqolsuz içkilərdə dəmiri, nümunənin qabaqcadan hazırlanmasını həyata keçirmədən belə təyin etmək olar. Standart məhlul kimi 50%-li spirtdən istifadə edərək, 1,0% absorbsiyaya əsasən konsentrasiyası 1 mkq/ml miqdardan az olan dəmiri təyin etmək mümkündür. Dəmirin təyin edilməsinə üzvi həlledicilər, kalium və kalsiumun 1000 dəfə, natrium və manqanın 500 dəfə və fosforun 100 dəfə artıq miqdarı əngəl yaratmır. Dəmiri təyin etmək üçün daha həssas olan 2167 Å, 2523 Å, 3020 Å xətləri kimi bir çox analitik xətlər yararlıdır. Lakin daha tez-tez ən həssas olan 2483 Å analitik xəttindən istifadə edilməsi məsləhət görülür. Dəmirin sulu məhlullarda absorbsiyası metalın hansı formada mövcud olmasından, yəni üçvalentli və ya ikivalentli dəmir duzları şəklində, kompleks birləşmələr şəklində olmasından asılı deyil.

M i s - atom absorbsiyası metodu ilə asanlıqla təyin edilə bilən elementlərdən hesab olunur. Onun həssaslığı kənar ionların mövcudluğundan, lampanın cərəyanından asılı deyil.

Hava-asetilen alovunda misin həssaslığı 1,0% absorbsiyaya əsasən 0,1 mkq/ml miqdarından az olur. 3247 Å və 3274 Å xətləri daha həssasdır, daha yüksək konsentrasiyalarda misin konsentrasiyası 500 mkq/ml olan zaman 70% absorbsiyanı təmin edən 2492 Å xətti məsləhət görülür.

Analiz üçün sınaq nümunələrinin alınmasını istənilən üsulla həyata keçirmək olar. Bəzi qida məhsullarının nümunələrini 550°C quru halda kömürləşdirən zamanı element itkisi baş verə bilər, belə hallarda sınaq nümunələrini 450° və 550°C temperaturda külləşdirdikdən (yandırdıqdan) sonra misi analiz etməyi və alınan nəticələri müqayisələndirməyi məsləhət görülür.

Misi analiz etmək üçün piy (yağ) nümunələrinin hazırlanması yuxarıda göstərilmişdir (bax: Mikroelementlərin üzvi həlledicilərlə ekstraksiyası)

Mis həm etilendiamintetrasirkə turşusunda, həm metilzobutylketonda və həm də ammonium pirrolidinditiokarbomada pH-ın geniş diapazonunda asanlıqla ekstraksiya olunur. Ekstraksiya prosesinə 6 n. xlorid turşusu məhlulu, 9 n. sulfat turşusu məhlulu və 70%-dək xlorun mövcudluğu mane olmur. Misin təyin olunmasına analiz edilən məhlulda natriumun yüksək qatılığı (1,0%-dən çox) əngəl yarada bilər.

M a n q a n - sulu məhlullardan misin konsentrasiyasına bərabər (2,0-20,0 mkq/ml) hədlər çərçivəsində təyin edilir. 2795 Å və 2798 Å xətləri ən yaxşı rezonans xətləridir.

Hava-asetilen qarışığı alovunda manqanın təyin edilməsinə dəmirin eyni miqdarı (2,0 – 20,0 mkq/ml), kalium və natriumun 300 dəfəlik artıq miqdarı, maqneziumun 100 dəfəlik, fosforun isə 50 dəfəlik artıq miqdarı əngəl olmur. Silisiumun kifayət qədər yüksək miqdarı manqanın təyin olunma nəticələrinə xeyli təsir göstərir. Kalsium xloridin əlavə olunması (200 mkq/ml) əngəlləri (manələri) aradan qaldırmağa imkan verir, bu zaman 1000 mkq/ml miqdarında mövcud olan fosfatların, sulfatların, bikarbonatların, nitratların, silisium 2-

oksidin və bir çox metalların iştirakı şəraitində 1 mkq/ml miqdarında olan manqanı təyin etmək mümkün olur.

Əgər sınaq nümunəsi pirrolidinditiokarbonat – metilizobutylketon (PDKA – MİBK) sistemində ekstraksiya yolu hazırlanarsa, bu hal sulu məhlullarla müqayisədə manqanın təyin olunma hissiyyatının 4 – 5 dəfə artmasına səbəb olur. Pirrolidinditiokarbonat (PDKA) manqan kompleksi dayanıqsızdır və buna görə də analizi qısa bir zamanda həyata keçirmək lazımdır, pH-ı isə 2,0%-li sirkə turşusu əlavə etməklə 3 həddi çərçivəsində saxlamaq lazımdır.

S i n k - sink atom absorbsiyasına qarşı yüksək həssaslığa malik olan elementlər qrupuna aiddir. Sulu məhlullarında sink 0,2-3,0 mkq/ml qatılıq hədlərində, onun pirrolidinditiokarbonat (PDKA) ilə kompleks şəklində metilizobutylketonda (MİBK) ekstraksiya olunması hallarında isə 0,02 mkq/ml-dək təyin edilə bilər.

Hava-propan və hava-asetilen qatışıqlarının alovunda 1 mkq/ml sink elementi sulfatın, fosfatın, nitratin, silisium dioksidin, dəmirin, manqanın, kalsiumun, maqneziumun, natriumun 1000 dəfəlik artıq mövcudluğu şəraitində 2-3% xəta ilə təyin edilir.

Sink təyin edilərkən bu prosesə hallogenlər və alüminium əngəl törədə bilər. Latun odluqdan istifadə edilən zaman sinkin təyin olunmasına dalğa uzunluğuna görə ona yaxın dalğa uzunluğuna malik mis əngəl ola bilər. Buna görə də, sink elementini təyin edən zaman mis qarışığı olmayan açıq katodlu lampalardan istifadə etmək məsləhət görülür.

Sinkin məhluldakı aşağı qatılıqlarında 2138 Å rezonans xəttindən, metalın nisbətən yüksək miqdarı mövcud olduqda isə 3076 Å rezonans xəttindən istifadə edilir.

Misal: Kalsiumun bitki mənşəli qida məhsullarında və ya heyvani mənşəli məhsullarda təyin olunması misal qismində çıxış edə bilər.

Təklif edilən metodikadan istifadə edərək quru qida məhsullarının tərkibindəki 0,005%-dək kalsiumu $\pm 1,0\%$ -dək dəqiqliklə təyin etmək olar.

Quru külləşdirmə üçün çəki nümunəsini (2-4 q) yandırır (infraqırmızı şualardan istifadə etmək daha məqsədəuyğundur), platin və ya kvars putaya yerləşdirir və $500 - 550^{\circ}\text{C}$ istilikdə mufel sobasında külləşdirilir. Alınan küləyə 1 ml kimyəvi təmiz qatı xlorid turşusu, 3-4 ml iki dəfə distillə olunmuş su əlavə edir və tam həll olanadək su hamamında qızdırılır.

Əgər yaş külləşdirmə üsulu tətbiq olunursa, onda məhsulun çəki nümunəsini 500 və ya 1000 ml-lik Keldal kolbasına yerləşdirir, üzərinə xlorid və sulfat turşuları qarışığını 7 : 1,15 nisbətində qatılaşdırılmış xüsusi təmiz nitrat turşusu ilə qarışığı əlavə edilir və üzvi birləşmələr tam parçalananadək elektrik cərəyanı ilə qızdırmaqla külləşdirmə aparılır. Külləşdirmə prosesində lazım gələrsə sulfat turşusunu kənarlaşdırmaq üçün azot turşusu əlavə etmək olar.

Kolba soyudulur, 5 ml su əlavə edilir, yaxşıca qarışdırılır və kağız filtdən keçirməklə 50 ml həcmə malik ölçü kolbasına filtrlənilir.

Ölçü kolbasındakı mayenin həcmi 35 ml-ə çatdırmaq şərtilə, hər dəfə 5 ml su ilə kolbanı və filtri bir neçə dəfə yaxalanılır. Bundan sonra 10 ml lantan məhlulu əlavə edir və kolba su ilə ölçü xəttinədək doldurulur.

Lantan məhlulunu lantan oksidindən hazırlamaq daha yaxşıdır, lakin təmizlik dərəcəsi kifayət qədər olmayan lantan oksidi mövcud olduqda məhlulu lantan hidratdan, onu mufel sobasında 1,5-2,0 saat ərzində 700°C temperaturda təbləşdirməqlə hazırlanır.

Əsas lantan məhlulunu hazırlamaq üçün 58,65 q lantan oksidini (La_2O_3) çəkir (ölçür), üzərinə yavaş-yavaş 250 ml qatı xlorid turşusu əlavə edir və distillə suyu ilə həcmi 1000 ml-dək çatdırılır. Belə məhlul 5,0% lantana və 25,0% (həcmə görə) xlorid turşusuna malik olur.

Əgər kalsiumun konsentrasiyasını 1-10 mkq/ml-ə çatdırmaq üçün məhlulu durulaşdırmaq lazım gələrsə, onda 1,0%-li sulfat turşusu və 1,0%-li lantan məhlulu əlavə etmək məsləhət görülür.

Kalsium üçün kalibrleyici qrafiki 50 ml – də 0, 2, 5, 8, 10 mkq kalsiuma malik məhlula görə qurulur ki, bu məhlulda tərkibində 1,0 % lantan və (həcmə görə) 5,0 % xlorid turşusu mövcud olur.

İş şəraiti: dalğa uzunluğu 4227 Å; yarıq – 1 mm, 13 Å, alov – hava – asetilen, işıq mənbəyi – elektrodsuz və ya açıq katodlu lampası.

2.4.6. Aloysuz spektroskopiya

Analiz ediləcək elementləri atomlaşdırmaq üçün alovun istifadə olunması bərk halda olan tədqiqat obyektlərinin məhlul şəklinə keçirilməsini tələb edir. Bu hal ayrı – ayrı materialların analiz olunması zamanı olduqca böyük mürəkkəblilik yaradır və sınaq nümunələrinin hazırlanması müddətini xeyli artırır.

Uzun illərdir ki, alovun köməyi olmadan atom buxarının alınmasına təşəbbüs göstərilmişdir, lakin təklif edilən variantların hamısı alovla ionlaşdırma metodundan xeyli geri qalmışdır.

Hələ 1959-cu ildə ilk dəfə olaraq rus alimi B.V.Lvov tərəfindən birləşmələrin atom halınadək termiki parçalanması üçün qrafitdən hazırlanan küvetdən istifadə edilməsi təklif olunmuşdur. Lakin atomlaşdırmanın elektroyumşaltma üsulu, ölçmə texnikası və ölçmə metodikasını xeyli mürəkkəbləşdirir. XX əsrin ortalarında, 1967-ci ildə küvet üsulunun müəllifi ilk olaraq aloysuz atom absorbsiyalı spektroskopiya üsulunun həssaslığını xeyli miqdarda yüksəltməyə və bir çox analitik məsələləri həll etməyə imkan verən termiki parçalanmanın elektrokontakt metodunu tətbiq etmişdir.

Hazırda alov-suz analiz metodlarının tətbiqi kifayət qədər geniş miqyasda təşəkkül tapmış və xeyli inkişaf etmişdir. Bu məqsədlə yeni qurğu və aparatlar yaradılmışdır ki, onlar ilbəl yenilənir və müasirləşdirilir.

Əksər optika firmaları alov-suz analiz üçün atom absorpsiya spektrofotometrlərinə xüsusi komplekt ehtiyat hissələri istehsal etməyə başlamışdır.

Analiz aparmaq üçün müəyyən miqdar sınaq nümunəsi elektrik cərəyanı ilə qızdırılan qrafit küvetə yerləşdirilir. Temperaturun proqramlaşdırılması məhsulu qurutmağa, parçalamağa və atomlaşmanı həyata keçirməyə imkan verir. Monoxromatoqrafik işıq şüası küvetdən keçirilir və təyin edilən elementin atom udulması ölçülür.

Qrafitdən hazırlanan universal küvet bütün bioloji materiallar üçün yararlıdır. Yağlar küvetdə miqdarca itkisiz parçalanır və hər hansı bir sulu məhlul kimi analiz olunurlar. Küvetlərin kiçik ölçüləri onu qısa vaxt ərzində qızdırmağa, atomların yüksək sıxlığını almağa imkan verir ki, bu da yüksək həssaslığı və tam dəqiqliyi şərtləndirir.

Yuxarıda qeyd olunduğu kimi, müasir zamanda yeni hesab edilən bu metod bitki və heyvani mənşəli əksər qida məhsullarının mineral tərkibinin tədqiq edilməsində daha geniş miqyasda tətbiq olunmağa başlamışdır.

III BÖLMƏ

QIDA MƏHSULLARININ XROMATOQRAFİK ANALİZ ÜSULLARI

3.1. Xromatoqrafiya nəzəriyyəsinin əsasları və xromatoqrafiya növləri

3.1.1. Xromatoqrafik ayrılma prinsipi

X r o m a t o q r a f i y a – dedikdə daha effektiv və universal fiziki-kimyəvi ayrılma və maddələrin mürəkkəb qarışıqlarının analizi metodlarından biri başa düşülür. O, müxtəlif tədqiqat sahələrində istifadə edilir və son zamanlar, qida məhsullarının tərkibinin və keyfiyyətinin öyrənilməsində böyük müvəffəqiyyətlə tətbiq olunur.

Xromatoqrafik analiz metodları, çox mürəkkəb kimyəvi tərkibə malik qida məhsulları qiymətləndirilərkən əvəzedilməzdir, belə ki, çətinliklə həyata keçirilən, bir sıra hallarda isə yüksək dəqiqlik və tezlik dərəcəsi ilə ayırmanın digər laboratoriya metodları ilə mümkün olmayan analizin aparılmasına imkan verir. Məhz xromatoqrafik metodlar, qida məhsulları istehsalı texnologiyasının və əmtəəşünaslığının bütün sahələrində tədqiqatların qeyri-adi şəkildə genişləndirilməsinə imkan yaratdı: qida məhsullarının kimyəvi tərkibi öyrənilərkən, qidanın tam dəyərliliyi və saxlanılarkən dözümlülüyü haqqında proqnoz verilərkən aromata və ətrin təyini zamanı, qida məhsullarına qatılan əlavələr təyin edilərkən, qida məhsullarında zəhərli kimyəvi birləşmələrin qalıq miqdarı müəyyənləşdirilərkən, müxtəlif qablaşdırıcı materiallar tədqiq olunarkən xromatoqrafik tədqiqat üsullarından geniş miqyasda istifadə olunur.

Maddələrin mürəkkəb qarışıqlarının dinamik şəraitlərdə sorbsiya metodlarının köməyi ilə komponentlərə ayrılması

prosesi *x r o m a t o q r a f i y a* adlandırılır. Qatışıq komponentlərinin seçilmiş hər hansı bir sorbentdə müxtəlif cür sorbsiya olunma xassəsindən istifadə edilmə ideyası xromatoqrafiya metodunun əsasını təşkil edir.

Bir ayırma metodu kimi xromatoqrafiyanın kəşfi dahi rus alimi – botanik M.S.Svetə məxsusdur ki, o, 1903-cü ildə xlorofilin analizi üçün adsorbsiya prinsipini tətbiq etmişdir.

Müasir zamanda “*x r o m a t o q r a f i y a*” termini bir çox ayırma metodlarını əhatə edir. Bütün xromatoqrafiya metodları maddələrin iki qarışmayan (bir-birində həllolmayan) fazalar arasında paylanmasına əsaslanır. Bu fazalardan biri hərəkətsizdir və digər hərəkət edən faza ilə əhatə olunur. Hərəkətsiz faza rolunda bərk cisim və ya mayelər çıxış edə bilər, hərəkət edən faza kimi isə maye və ya qazdan istifadə edilir.

Beləliklə, xromatoqrafiya metodları həmişə ayrılan maddələrin qatışıqına malik olan qazşəkilli və ya maye fazanın sorbentin tərpənməz təbəqəsindən keçən hərəkəti ilə əlaqədar olur. Qatışıq komponentlərinin hərəkətsiz və hərəkətdə olan fazalar arasında müxtəlif cür paylanma xüsusiyyətlərinə əsasən onların ayrılması prosesi baş verir.

3.1.2. Xromatoqrafiyanın əsas növləri və onların təsnifatı

Xromatoqrafiya metodlarını hərəkətsiz və hərəkətdə olan fazalar tipinin seçilməsinə uyğun olaraq təsnifatlaşdırmaq qəbul olunmuşdur. *Qaz xromatoqrafiyası (QX)* – hərəkət edən fazası qazdan ibarət olan metodları, *maye xromatoqrafiyası (MX)* isə hərəkət edən faza kimi maye xidmət göstərən metodları özündə birləşdirir.

Hər iki fazanın aqreqat halından asılı olaraq, aşağıda göstərilən xromatoqrafiya növləri fərqləndirilir:

- 1) *bərk – maye xromatoqrafiyası (BMX)*,
- 2) *maye – maye xromatoqrafiyası (MMX)*,
- 3) *qaz – maye xromatoqrafiyası (QMX)*.

Xromatoqrafiya metodlarının əsasını geniş fiziki-kimyəvi proseslər, yəni paylanma, adsorbsiya, ion mübadiləsi, diffuziya, kompleks əmələgətirmə və s. təşkil edir. Ayırma mexanizmini şərtləndirən prosesin təbiətindən, yəni ayrılan qatışıqın komponentləri, hərəkətdə olan və hərəkətsiz fazalar arasında olan qarşılıqlı təsirin tipindən asılı olaraq, aşağıdakı göstərilən əsas xromatoqrafiya variantları fərqləndirilir:

1. *Paylaşdırıcı xromatoqrafiya;*
2. *Adsorbsiyalı xromatoqrafiya;*
3. *İon-mübadilə xromatoqrafiyası;*
4. *Hel-filtrləmə xromatoqrafiyası.*

Hər iki fazanın aqreqat halından asılı olaraq fərqləndirilən xromatoqrafiya növlərinin adlarındakı birinci söz hərəkətdə olan fazanın, ikinci söz isə hərəkətsiz fazanın aqreqat halını xarakterizə edir.

Təsiredici qüvvələrin xarakterinə görə xromatoqrafiyaların tiplərə bölünməsi əsaslı dərəcədə şərti xarakterə malikdir və yalnız təsir edən qüvvələrdən birinin nisbətən üstünlük təşkil etməsinə əsaslanır, belə ki, sorbsiyalı proseslərdə dinamik müvazinət müxtəlif təbiətli qüvvələrin eyni vaxtda təsiri nəticəsində əldə edilir.

Xromatoqrafik metodları da eksperimentin aparılma metodikasına görə təsnifatlaşdırmaq qəbul edilmişdir. Xromatoqramların *frontal*, *aşkarlayıcı* (elyuatlı) və *sıxışdırıcı* üsullarla alınması bir-birindən fərqləndirilir.

Hərəkətsiz faza təbəqəsinə daxil olan hərəkətli faza *elyuant*, kolonkadan çıxan və tərkibində ayrılan komponent saxlayan hərəkətli faza isə *elyuat* adlanır. Elyuatda komponentlərin miqdarı bu və ya digər üsulla təyin edilir. Kolonka boyunca ayrılan maddələrin ayrıca zolaqlar (sahə) şəklində paylanması *daxili xromatoqramdır*. Maddələrin elyuatda paylanmasının qrafiki təsviri (çox vaxt özüyazan qurğunun köməyi ilə alınır) *xarici xromatoqram* və ya sadəcə *xromatoqram* adlanır.

Xromatoqramın alınma üsuluna görə *frontal*, *sıxışdırıcı* və *aşkarlayıcı* (*elyuatlı*) xromatoqrafiyanı bir-birindən fərqləndirirlər.

Xromatoqramın alınma bəzi üsullarını qısaca olaraq nəzərdən keçirək:

Frontal üsul – tədqiq edilən məhlulun sorbentlə doldurulmuş kalonkadan filtrlənməsidir. Bunun nəticəsində kalonkada ardıcıl olaraq artan ($A < B < C$) komponent sayına malik zonalar əmələ gəlir, kalonkadan isə ən əvvəl komponentin daha az sorbsiyaedilmiş porsiyası çıxır. Bu zaman birinci komponentin yalnız bir hissəsini təmiz halda əldə etmək olar, hər bir ayrılmadan sonra sorbentin regenerasiyasına ehtiyac duyulur. Müasir zamanda bu metod, əsasən qatışıqların güclü adsorbsiyaolunan qarışıqlarının izlərindən çoxlu miqdarda qatışıqların yalnız təmizlənməsi üçün tətbiq edilir.

Sıxışdırıcı üsul – qarışıq komponentlərinin ayrılan qarışıq komponentlərindən daha güclü sorbsiya olan hər hansı bir maddə (sıxışdırıcı) məhlulu ilə sıxışdırılmasıdır.

Əvvəlcə ayrılan maddə məhlulunun kiçik miqdarı daxil edilir, sonra kalonkadan fasiləsiz olaraq istənilən ayrılan maddədən daha yaxşı sorbsiyaolunmaq qabiliyyətinə malik olan maddə məhlulu (sıxışdırıcı) keçirilir. Kolonka boyunca elyuant hərəkət edərkən C maddəsini, o isə, öz növbəsində, B maddəsini və eyni qayda ilə növbəti maddəni sıxışdırıb çıxarır. Nəticədə analiz olunan qarışıq sıxışdırıcı sərhədindən əvvəldə hərəkət edir və maddələrin hərəkət sürəti sıxışdırıcının hərəkət sürətinə bərabər olur.

Ayrılan maddələr həm kolonkada, həm də elyuatda bir – birinin ardınca paylanır. Komponentlərin hər biri təmiz halda, lakin miqdari olmayaraq ayrılır. Belə ki, komponentlər sahələri təmiz sorbent zolaqlarına ayrılır.

Aşkarlayıcı (elyuatlı) üsul – ona əsaslanır ki, maddələrin maye və ya qazşəkilli qarışığı sonradan fasiləsiz olaraq həlledici və ya qaz axını ilə yuyulan (elyurə edilən)

kalonkanın yuxarı hissəsinə köçürülür. Komponentlərin müxtəlif adsorbsiyası və ya həll olması sayəsində, onların molekullarının hərəkətsiz fazadaqalma müddəti müxtəlifdir. Ona görə də nümunənin ayrı-ayrı komponentlərinin yuyulması (elyuasiyası) müxtəlif sürətlərlə baş verir. Konsentrasiyalı paylanma daha tez-tez simmetrik və Haus funksiyası şəklində olur.

Bu üsul həm qaz xromatoqrafiyasında (QX), həm də maye xromatoqrafiyasında (MX) daha çox mükəmməlləşmişdir. Bu üsulun üstün cəhəti ondadır ki, sorbent fasiləsiz olaraq elyuentlə regenerasiya edir, uyğun şəraitlər seçilən zaman isə komponentlər tamamilə ayrıla bilir, belə ki, yuyulan (elynasiyaolunan) komponentlərdən hər birinin arasında təmiz həlledici və ya qazdaşıyıcı zonası əmələ gəlir.

Xromatoqrafiya üsullarının, onların aparılmasında istifadə olunan köməkçi materialların növlərinə görə təsnifatlaşdırılması geniş yayılmışdır. Kağız xromatoqrafiyası (KaX), kolonkalı xromatoqrafiya (KX), nazik təbəqəli xromatoqrafiya (NTX), qaz xromatoqrafiyası (QX), qaz-maye xromatoqrafiyası (QMX) kimi xromatoqrafiya növləri yuxarıda qeyd edilən göstəriciyə görə bir-birindən fərqləndirilir.

Yuxarıda sadalanan xromatoqrafiya növlərindən başqa digər analiz üsulları da mövcuddur: həllolmayan kompleks birləşmələrin əmələ gəlməsi ilə baş verən analiz üsulu; sabit elektrik sahəsi istifadə olunan elektroxromatoqrafiya üsulu; temperatur dəyişərkən adsorbsiya xüsusiyyətinin fərqlənməsinə əsaslanan termoxromatoqrafiya üsulu və s.

Xromatoqrafiya metodlarının həddən artıq müxtəlifliyi ilə əlaqədar olaraq, onların təsnifatı kifayət qədər mürəkkəbdir (cədvəl 7).

Təsnifatın müəyyən şərtiliyinə baxmayaraq, bu təsnifat ayrı-ayrı variantlar arasındakı faydalı əlaqəni müəyyən etməyə imkan verir. müasir zamanda iki istiqamətdə xromatoqrafiya metodlarının, yəni maye xromatoqrafiyası və qaz xro-

matografiyası metodlarının inkişafı haqqında danışmaq qəbul edilmişdir.

Qaz xromatografiyası daha yüksək inkişaf səviyyəsinə malikdir. Belə ki, bu səviyyə avtomatik şəkildə işləyən de-tekora malik həssas və universal qaz xromatograflarının yaradılması ilə şərtlənir. Adi variantda qaz xromatografiyası yalnız kifayət qədər uçucu və termiki cəhətdə dözümlü (dayanıqlı) olan maddələri ayırmaq və analiz etmək üçün istifadə edilə bilər.

Qaz xromatografiyasının tətbiq sahələri *pirolizli, reaksiyalı, yüksək temperaturlu və yüksək təzyiq altında baş verən* xromatografiyaların inkişaf etməsi ilə əlaqədar olaraq genişlənir.

Cədvəl 7

Müxtəlif xromatografiya növlərinin təsnifatı

Xromatografiya növü	Yerinə yetirilmə forması
Maye (hərəkət edən faza – mayedir) Bərk maye:	
Adsorbsiyalı	Kolonkalı, nazik təbəqəli
İon mübadilə	Kolonkalı, nazik təbəqəli
Hel – filtrləmə	Kolonkalı, nazik təbəqəli
Maye – maye:	
Paylaşdırıcı	Kolonkalı, nazik təbəqəli, kağız
Kompleks maddələrin əmələ gəlməsindən istifadə etməklə .	Kolonkalı, nazik təbəqəli
Qaz (hərəkət edən faza–qazdır)	
Qaz adsorbsiyalı	Kolonkalı
Qaz – maye (paylaşdırıcı) . .	Kolonkalı

Xromatograflaşdırmanın məqsədinə görə analitik xromatografiyanı (vəsfı və miqdari analiz); *preparativ* xromatografiya (maddələri təmiz halda almaq üçün, mikroqarışıqların qatılaraq ayrılması və kənarlaşdırılması); proseslərin idarə

edilməsinin avtomatlaşdırılması üçün sənaye xromatoqrafiyası (bu zaman məqsədli məhsul kolonkadan ötürücüyə keçir) fərqləndirilir. Xromatoqrafiya – məhlulların, katalitik proseslərin, kimyəvi proseslərin kinematikasının və digərlərinin tədqiqi üçün geniş istifadə olunur.

Son illər maye xromatoqrafiyası tez inkişaf etməyə başlamışdır ki, bu da kolonkanın girişində böyük təzyiqli mayələrin tətbiq edilməsinə imkan verən, mexaniki cəhətdən möhkəm olan yüksək effektiv adsorbentlərin məhlulları üçün həssas detektorların yaradılmasında qazanılan nailiyyətlər sayəsində mümkün olmuşdur. Buna görə müasir zamanda maye xromatoqrafiyası qaz xromatoqrafiyasından daha üstün qəbul edilir və yüksək dəyərləndirilir. Qeyd olunan üstünlüklərə aşağıdakılar aid edilir:

1. böyük ayrılma sürəti;

2. yüksək həssaslıq.

Bundan başqa, 300-500-dən (qaz xromatoqrafiyası üçün yuxarı hədd) bir neçə milyonadək molekul çəkisi diapazonunda maddələr qarışığının ayrılması təmin edilir. Yüksək sürətli maye xromatoqrafiyasının müasir vəziyyəti bir sıra elmi əsərlərdə, monoqrafiyalarda geniş şərh olunur.

Bu və ya digər xromatoqrafiya metodunun seçilməsi bir sıra amillərdən asılıdır. Tədqiqat işinin daha yüksək dəqiqlik və həssaslıqla, daha az əmək və zaman sərfi ilə yerinə yetirilməsi üçün tədqiqatçı öz tədqiqat işinin məqsədini, analizin tələb olunan dəqiqlik dərəcəsini aydın dərk etməli və eləcə də laboratorianın mümkün imkanlarını nəzərə almalıdır.

Hər bir xromatoqrafik analiz metodu spesifik, özünəməxsus xüsusiyyətlərə və müəyyən üstün cəhətlərə malik olur.

Qarşılıqlı olaraq bir-birini tamamlayan müxtəlif növ xromatoqrafiya metodlarından istifadə olunduqda daha tam və dəqiq nəticələr əldə etmək mümkün olur.

3.2. Qaz xromatoqrafiyası

Qaz xromatoqrafiyası – qaz və ya buxar halında tədqiq olunan qatışıqın kolonka boyunca mütəhərrik qaz fazası ilə qarışması, hərəkətsiz fazada onların adsorbsiyası və ya həll-olması nəticəsində tərkib komponentlərinə ayrılması prosesi baş verən analiz üsuludur. Hərəkətsiz fazanın aqreqat halından asılı olaraq *qaz – adsorbsiyalı* (bərk halda olan faza) xromatoqrafiyanı *qaz – maye* (maye halda olan faza) xromatoqrafiyasından fərqləndirilir.

Qida məhsullarının istehsal proseslərində və tədqiq edilməsində *qaz – xromatoqrafiyası* pestisid qalıqlarının vəsfi və miqdarı analizi üçün, texnoloji proseslərin gedişinə, mikrobiologiya sənayesində, pivə, konyak, spirt istehsallarında, şərabçılıqda yarımfabrikatların və hazır məhsulların keyfiyyətinə nəzarət etmək məqsədilə, uçucu ətirli birləşmələrin və boyaq maddələrinin tərkibini öyrənmək üçün, məhsullarının tərkibindəki ali yağ turşularının və spirtlərin, vitaminlərin, aminturşuların, üzvi qida turşularının və digər komponentlərin miqdarını təyin etmək üçün tətbiq olunur.

Avtomatik işləyən qaz xromatoqraflarının əldə olunması və onlara qulluq göstərilməsi ilə bağlı olan xeyli ilkin xərclərin mövcudluğuna baxmayaraq, onların tətbiqi nəticəsində analiz göstəricilərinin dəqiqliyinin və səmərəliliyinin yüksəlməsi hesabına kifayət qədər böyük texniki-iqtisadi effekt əldə edilir ki, bu da müasir zamanda ən vacib sayılan amillərdəndir.

3.2.1. Qaz xromatoqrafiyası metodunun əsasları və prinsipi

Ən müxtəlif oblastlarda daha effektiv və universal bir üsul kimi *qaz xromatoqrafiyası (QX)* kifayət qədər böyük əhəmiyyət kəsb edir. Qaz xromatoqrafiyası metodunu asanlıqla avtomatlaşdırmaq mümkündür ki, bu da onun digər müasir

fiziki-kimyəvi metodlarla müqayisədə mübahisəsiz üstünlüyə malik olduğunu şərtləndirir. Bu metod müxtəlif mürəkkəb üzvi və qeyri-üzvi birləşmələrin, eyni zamanda həm keyfiyyətə, həm də kəmiyyətə ən mütərəqqi analiz metodu hesab olunur. Qaz xromatoqrafiyası metodu qida məhsullarının kompleks tədqiq olunması üçün də istifadə olunmalıdır. Bu metod 400 – 500⁰C-dək temperaturda parçalanmadan qovula (distillə oluna) bilən qazların, maye və ya bərk maddələrin ayrılması üçün də tətbiq oluna bilər. Qaz xromatoqrafiyası metodunun köməyi ilə elə birləşmələr analiz edilir ki, bu birləşmələr uçucu törəmələrə çevrilə bilsin və ya onları pirolizə (yüksək temperatur hədlərində təsirə) məruz qoymaq mümkün olsun. Son zamanlar ərzində qaz xromatoqrafiyası metodunun nəzəri və praktiki cəhətdən əsaslandırılmasına həsr edilmiş bir çox elmi məqalələr, kitablar və monoqrafiyalar nəşr etdirilmişdir.

Qaz xromatoqrafiyası, hərəkət edən fazası qaz olan xromatoqrafik metodların tipik olmayan (qeyri-tipik) hadisəsidir. Beləliklə, qaz xromatoqrafiyası sorbentin səthindən hərəkət edən qaz fazasının köməyi ilə qarışığın ayrılması baş verən prosesdir. Qazdaşıyıcı kimi, adətən, kolonkanın malik olduğu istilik hədlərində hərəkətsiz fazada praktiki olaraq adsorbsiyaolunmayan (udulmayan) və həll olmayan, eləcə də qarışığın komponentləri ilə kimyəvi cəhətdən reaksiyaya girməyən qaz (azot, helium, argon və d.) seçilir.

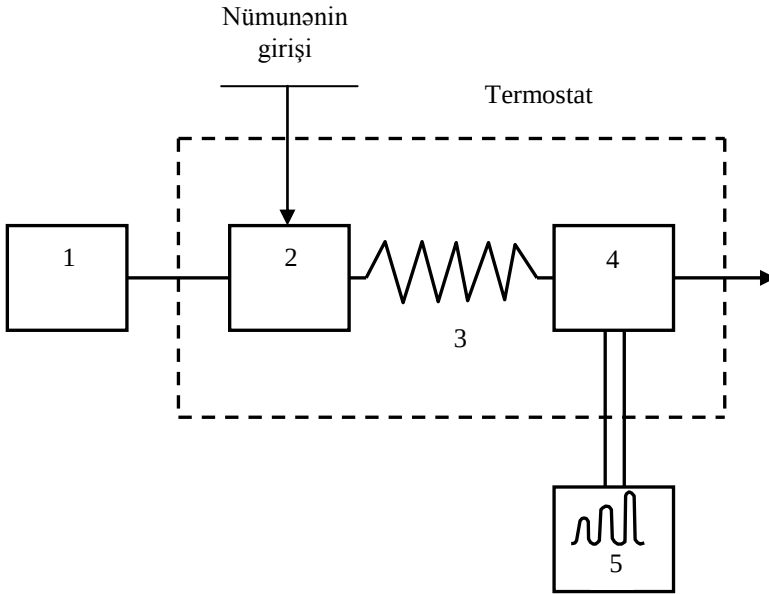
Qatışıq komponentlərinin ayrılması xromatoqrafiya kolonkasında analiz olunan komponentlərin qazşəkilli qarışığının bərk cismin və ya hərəkət etməyən mayenin səthi boyunca hərəkəti zamanı müxtəlif sorbsiyaolunma (qaz-adsorbsiya xromatoqrafiyası) və ya həllolma (qaz-maye xromatoqrafiyası) xassələrinə əsaslanır.

Qaz-adsorbsiya xromatoqrafiyası (QAX) tarixi baxımdan daha əvvəlki metod sayılır və başlıca olaraq qaz qarışıqlarının və ya yüksək uçuculuğa malik qismən qeyri-polyar maddələrin analizi hallarında tətbiq edilir. Qaz-adsorbsiya xromatoq-

rafiyası metodunun tətbiqolunma oblastı xeyli genişdir, belə ki, bu metod daha müxtəlif maddələrin analizi üçün tətbiq oluna bilər, bununla yanaşı bu metoddan istifadə olunarkən həm nasadkalı və həm də damcılı kolonkalardan faydalanmaq mümkündür.

Xromatoqrafiya üsulları arasında qaz xromatoqrafiyası daha yaxşı işlənib hazırlanmış bir analiz üsuludur. Hazırda sənayedə bir çox xromatoqraflar istehsal edilib istismar olunmaq üçün buraxılmışdır.

Müasir qaz xromatoqrafi xidmət personalından kiçik sayda bir neçə əməliyyatın yerinə yetirilməsini tələb edən avtomatik cihazdır (şəkil 4).



Şəkil 4. Qaz xromatoqrafının sxemi.

1 – qazdaşıyıcı mənbəyi; 2 – buxarlandırıcı; 3 – kolonka;
4 – detektor; 5 – özüyazan qurğu

Hazırda bütün dünya ölkələrində istifadə olunan müasir xromatoqrafların analitik imkanlarını müəyyən edən əsas xüsusiyyətləri, iş qaydaları və onların aparatlarında daha tez-tez rast gəlinən nasazlıqlar bir çox elmi hesabatlarda, məqalələrdə və kitablarda işıqlandırılmış və şərh olunmuşdur.

Qaz xromatoqrafiyasında aşkarlayıcı metoddan istifadə olunur. lazım olan sayda nümunəni xüsusi mikroşprisin köməyi ilə seçir və dozalaşdırıcı-buxarlandırıcının rezin kipləşdiricisindən qazdaşıyıcı axına daxil edilir ki, bu da maye qarışığını tez və tam buxarlanmasını təmin edir, belə ki, onun temperaturu sınaq nümunəsinin daha yüksək qaynayan komponentinin temperaturunun $50-70^{\circ}\text{C}$ çox müəyyənləşdirilir. Sınaq nümunəsinin qazdaşıyıcı axını ilə buxarlanması kolonkaya verilir və kolonka boyunca qarışır.

Kolonkanın temperaturunu, analiz edilən qatışıqın komponentləri buxarşəkilli vəziyyətdə olan temperatura uyğun olaraq müəyyənləşdirilir.

Kolonkadan keçərkən qatışıqın ayrı – ayrı komponentləri kolonkanı dolduran aktiv adsorbent tərəfindən adsorbsiya olunur ki, bu qaz – *adsorbsiya xromatoqrafiyasını* əks etdirir, və ya inert daşıyıcı (təsirsiz) səthində mövcud olan hərəkətsiz maye fazanın üz təbəqəsində həll olurlar ki, bu da qaz – *maye xromatoqrafiyasını* şərtləndirir.

Qatışıq komponentləri qeyri-bərabər adsorbsiya olunduğuna və ya maye faza ilə müxtəlif cür qarşılıqlı təsirdə olduğuna görə kolonkada müxtəlif sürətlə hərəkət edir. Daha yaxşı sorbsiya olunan (udulan) və ya maye fazada daha yüksək həll olma qabiliyyəti ilə fərqlənən komponentlərin molekulları, hərəkətlərində müəyyən qədər geri qalır. Adsorbsiya olunmayan və ya həllolmayan komponentlər kolonkadan birinci olaraq çıxırlar.

Yuyularaq kolonkadan çıxan komponentlər zamandan asılı olan siqnallar şəklində detektor vasitəsilə qeyd olunur. Bu siqnallar xromatoqrafın özü yazan qurğusunda bir qrup piklər

şəklində öz əksini tapır. Piklərin yerləşmə vəziyyəti və ya onların əmələ gəlmə sürəti analiz olunan nümunənin keyfiyyət xarakteristikasını verir, piklərin sahəsi isə faizlərlə komponent konsentrasiyasının müəyyənləşdirilməsi üçün istifadə olunur.

3.2.2. Detektorların xüsusiyyətləri

Qaz xromatoqrafiyası üzrə əksər tədqiqat işləri signalı binar sistemdə komponentin bir anlıq konsentrasiyasına uyğun olan diferensial detektorların köməyi ilə yerinə yetirilir. Detektor, kolonkaların çıxışında nəyin alınacağını aydınlaşdırmağa imkan verir, qazdaşıyıcı axınında xeyli kiçik miqdarda mövcud olan komponentləri tapır və ölçür. Buna görə də mövcud xromatoqrafın imkanları, əsasən bu xromatoqrafda istifadə olunan detektorun xüsusiyyətləri ilə şərtlənir. Müxtəlif xromatoqraflar əsasən detektorlaşma prinsipi və istifadə olunan maksimum işçi temperatur ilə fərqlənir.

Detektora irəli sürülən ümumi tələblər. Diferensial detektorlar qazdaşıyıcıda komponentin konsentrasiyası ilə əlaqədar olan bəzi xüsusiyyətləri ölçür. Elyuatda komponentlərin konsentrasiyası olduqca tez dəyişdiyindən, detektor kiçik ətalətliliyə malik olmalıdır, belə ki, verilən qarışıqın analizi prosesində detektordan qazdaşıyıcının olduqca müxtəlif quruluşlu maddələrə malik binar qatışıqları keçə bilər.

Analiz olunan komponentlərin elyuatdakı konsentrasiyası, adətən az olur (xüsusilə qatışıqlar təyin edilərkən), buna görə də detektor çox həssas olmalıdır. Belə ki, detektorun göstəriciləri miqdar hesabları üçün istifadə olunur, onun signalının təyin edilən maddə miqdarından xətti asılılığı daha arzuolunan hesab edilir. Detektor, analiz prosesində fasiləsiz olaraq göstəricilərin avtomatik qeydə alınması imkanını təmin etməlidir.

Detektorların tipləri. 30-dan çox detektorlaşdırma üsulu mövcuddur. Əsas metodlar təmiz qazdaşıyıcının hər hansı bir

xüsusiyyəti (qazdaşıyıcı qatışığının komponenti) ilə müqayisələndirilməsini şərtləndirir.

Xromatoqrafik analizdə aşağıda qeyd olunan detektor tipləri daha geniş yayılmışdır:

Katarometrlər. İstilikkeçirmənin ölçülməsi prinsipinə görə işləyən detektorlardır. Bu detektorların iş prinsipi, təmiz qazdaşıyıcı axınlarının istilikkeçirməsinin kalonkadan çıxan ayrılmış komponentlərin qarışığına malik qazdaşıyıcı ilə müqayisələndirilməsinə əsaslanır. Qatışıqın (qazdaşıyıcı + komponent) istilikkeçiriciliyi komponentin konsentrasiyasından asılı olaraq dəyişir. Potensiometrdə elektrik signalı şəklində yazılan da elə bu dəyişkənliklərdir.

Katarometrin istismarı çox asandır, o, olduqca müxtəlif birləşmələri analiz etməyə imkan verir, bu zaman detektordan keçən komponentlər dəyişmir ki, bu da onları sonradan analiz etmək üçün xüsusi tutucularda tutub saxlamağa imkan verir. Lakin bu tiptən olan bütün detektorlar qazdaşıyıcının axın sürəti rəqslərinə həssasdır, buna görə də onlara çox diqqətlə nəzarət olunmalıdır. Bundan başqa katarometrin göstəricilərinin qiyməti buxarın konsentrasiyasının dəyişməsi ilə heç də həmişə xətti olaraq dəyişmir, miqdar analizi yerinə yetirmək üçün uyğun diapazonda məlum tərkibli qarışığa görə kalibrəmə (tənzimləmə) aparmaq lazımdır.

Katarometri tədqiq olunan qatışıqda mövcud olan maddələrin çox kiçik miqdarını təyin etmək üçün, məsələn, qida məhsullarının aromasını öyrənərkən, eləcə də kiçik diametrlili kapillyar və nasadkalı kolonkalarla işləyərkən istifadə etmək olmaz ki, bu da kiçik həssaslıq və yüksək ətalətliliklə izah olunur.

Qazın ionlaşma xüsusiyyətlərinin ölçülməsi prinsipi ilə işləyən *ionlaşdırıcı detektorlar* daha müasir, daha həssas və daha perspektiv hesab olunur. Alovlu-ionlaşdırıcı detektorun (AİD) hidrogen alovunda ionlaşmaya əsaslanır və aşağıda qeyd edilən fikirlə yekunlaşır: “Kalonkadan çıxan axına sabit

(dəyişməz) hidrogen sərfi daxil edilir və qarışıq hermetik kamerada yanır”.

Təmiz hidrogen yanarkən kamerada əmələ gələn ionların miqdarı çox az olur, karbon atomlarına malik üzvi maddələrin iştirakı daxilində isə ionların miqdarı kəskin olaraq yüksəlir. Alovda əmələ gələn ionlar cərəyan yaradır, özü də bu ion cərəyanının gücü odluğa daxil olan maddələrin miqdarı ilə mütənasib olur.

İon cərəyanı potensiometr vasitəsilə gücləndirilir və avtomatik yazılaraq qeydə alınır. Potensiometrin həssaslığı, katarometrin həssaslığından yüksəkdir. Alovlu-ionlaşdırıcı detektorun köməyi ilə detektorlaşdırılan maddələrin minimum miqdarı $1 \cdot 10^{-12}$ -dən $10 \cdot 10^{-12} \frac{qram}{san}$ -dəkdir, özü də

$10^{-12} - 10^{-11}$ həddi detektorlaşdırmanın aşağı hədd qiymətlərinin normal diapazonu sayılır.

Alovlu-ionlaşdırıcı detektor (AİD) faktiki olaraq bütün üzvi birləşmələrə həssas olmaqla bərabər, sabit qazlara və suya qeyri-həssasdır.

Detektorun siqnalı geniş intervalda maddələrin konsentrasiyasına nisbətən xətti xarakterə malikdir. Pikin sahəsi maddələrin ümumi miqdarına mütənasibdir və qazdaşıyıcının sürətindən və detektorun temperaturundan asılı olmur. Yüksək həssaslığın və geniş xətti diapazonun uyğunluğu qida məhsullarının analizi üçün alovlu-ionlaşdırıcı detektorun tətbiq olunmasını şərtləndirir.

Detektorun həssaslığı, əsasən odluğa verilən hidrogenin və havanın miqdarı arasındakı nisbətlə və eləcə də elektrodlar arasındakı məsafə ilə müəyyənləşdirilir. Buna görə də, qazların sürətlərinin düzgün seçilməsinə diqqət yetirmək vacibdir. Hidrogen, qazdaşıyıcı və hava axınlarının sürətləri arasındakı nisbət 1:1:10 şərtini təmin etməlidir.

Digər tip ionlaşdırıcı detektorlar da mövcuddur ki, bunlarda da ionlar qatışığın yandırılması hesabına əmələ

gəlməyib, radioaktiv şüalanmanın və s. qatışığa göstərdiyi təsir altında əmələ gəlir.

Seçimli həssaslığa malik xüsusi konstruksiyalı detektorlar işlənilib hazırlanmışdır ki, bunlar da bir sıra birləşmələrə qarşı həssaslıq nümayiş etdirmir, digər bir sıra birləşmələrə qarşı isə yüksək həssaslıq nümayiş etdirir.

Elektrontutucu detektorlar nisbətən yeni nəsil qurğulardan sayılır. Adi detektorlardan fərqli olaraq elektrontutucu detektor ion cərəyanının yüksəlməsini ölçməyib, onun azalmasını ölçür. Detektordan azot axını keçərkən radioaktiv β – şüalandırıcının (adətən, tritium və ya plutonium – 239) təsiri altında azot molekulunun ionlaşması baş verir və yavaş hərəkət edən elektronlar əmələ gəlir. Sabit gərginliyin təsiri altında bu yavaş hərəkət edən elektronlar anoda tərəf yerlərini dəyişir ki, bunun da nəticəsində sabit cərəyan yaranır. Sınaq nümunəsinin sərbəst elektronları tutmaq qabiliyyətinə malik molekulalarını təşkil edən komponentlər elektrodlar arasındakı boşluğa düşdükdə bu cərəyanın azalması baş verir. Cərəyanın azalması verilən maddə üçün maddə miqdarının funksiyası sayılır və elektronları tutmaq qabiliyyətini şərtləndirir.

Bu tip detektor bəzi birləşmələrə görə (alkilhallogenidlər, karbonillər, nitrillər, nitratlar, metal üzvi birləşmələr və s.) həddən artıq həssasdır, karbohidratlara, spirtlərə və ketonlara görə isə faktiki olaraq həssas deyil, yalnız kiçik xətti oblasta malikdir ki, bu da onu adi miqdar analizləri üçün yararsızlaşdırır. Buna baxmayaraq, xlor və fosfor tərkibli zəhərli kimyəvi birləşmələrin analizi zamanı digər detektorlardan istifadə etmək mümkün olmadıqda, elektronların tutulmasına görə bu detektor əvəzədlənməzdir.

Xlor tərkibli zəhərli birləşmələrin minimum detektorlaşma konsentrasiyası $0,4 \cdot 10^{-9}$ -dan $9,0 \cdot 10^{-9} \frac{mq}{san}$ hədləri arasında tərəddüd edir. Son illər aparılan tədqiqat işlərində

göstərilədiyi kimi, bəzi pestisidləri hətta olduqca kiçik konsentrasiyalarda belə (10^{-13} q) təyin etmək mümkündür.

3.2.3. Xromatoqrafiya kolonkalarının xüsusiyyətləri

Xromatoqrafin ən vacib hissələrindən biri tədqiqatçının özü tərəfindən hazırlanan kolonkalar hesab edilir. Mövcud kolonkalar nasadkalı (qaz-adsorbsiyalı xromatoqrafiyada və qaz-maye xromatoqrafiyasında) və kapillyar (qaz-maye xromatoqrafiyasında) olmaqla iki qrupa ayrılır.

Nasadkalı kolonkalar daha tez-tez paslanmayan poladdan, misdən, alüminiumdan və şüşədən, 3-6 mm diametrli, 20 sm-dən 8 m-dək uzunluqda hazırlanır ki, bu da analiz edilən qatışıqın tərkibindən asılı olur. 2-3 m uzunluqlu kolonkalarda qənaətbəxş ayrılmanı əldə etmək mümkün olur. Uzunluğu daha böyük olan kolonkalar nisbətən çətinliklə ayrılan qatışıqlarla işləmək üçün istifadə edilir.

0,01 – 0,5 mm daxili diametrə malik *kapillyar kolonkalar* daha böyük uzunluğa (30 m-dən 100 m-dək) malik olurlar ki, bu kolonkalarda da çox yüksək effektivliyə və sınaq nümunəsinin tez bir zamanda ayrılmasına nail olmaq mümkündür.

Kolonkalar adətən təcrübə aparan tədqiqatçının özü tərəfindən, dəqiqliklə seçilir. Müəyyən nasadka doldurulmuş kolonkada qatışıq komponentlərinin ayrılması baş verir. Konkret ayrılma əməliyyatının müvəffəqiyyəti və ya uğursuzluğu kolonkada istifadə edilən hərəkətsiz fazanın seçilməsindən əhəmiyyətli dərəcədə asılı olur.

Hərəkətsiz faza iki növdə mövcud olur: *bərk adsorbent* və təsirsiz (inert) bərk daşıyıcının səthinə və ya kapillyar borunun daxili divarına çəkilmiş *buxarlanmayan maye*.

Qaz-adsorbsiyalı xromatoqrafiya kolonkası yalnız bərk adsorbentlə doldurulur. Bu tip adsorbent kimi aktivləşdirilmiş kömürdən, silikoheldən, alüminium oksidindən, seolitlərdən və böyük adsorbsiya qabiliyyəti ilə üstünlük təşkil edən digər

birləşmələrdən istifadə olunur ki, bunun da nəticəsində analiz edilən qatışıq komponentlərinin ayrılması təmin olunur.

Yuxarıda göstəriləndiyi kimi, qaz-adsorbsiyalı xromatoqrafiya (QAX) növü, əsasən sabit qazların və kiçik temperaturda qaynayan maddələrin analiz üsulu kimi qiymətləndirilir. Lakin son illər ərzində qaz-adsorbsiyalı xromatoqrafiya, kimyəvi və geometrik ardıcılıqla düzülmüş səthə malik, yeni növ adsorbentlərin, eləcə də hərəkətsiz maye fazalarda inert (təsirsiz) daşıyıcılar kimi də istifadə edilə bilən məsaməli polimer materiallar (stiolun, divinilbenzolun və etilvinilbenzolun sopolimerləri) kimi təsəvvür yaranan adsorbentlərin tətbiq olunması ilə əlaqədar xeyli geniş şəkildə təşəkkül tapmışdır.

Müasir zamanda yerinə yetirilən elmi-tədqiqat işlərinin daha böyük hissəsi qaz-maye xromatoqrafiyasının köməyi ilə, yəni uçuculuq qabiliyyəti olmayan (pis buxarlanan) maye ilə doydurulmuş inert toz doldurulan kolonkalarda həyata keçirilir.

Qaz-maye nasadkalı kalonkada tamamilə nazik plyonka (təbəqə) şəklində maye faza çəkilmiş böyük inert səth yaratmaq üçün bərkdaşıyıcının olması vacibdir. Daşıyıcı, analiz olunan maddələri çəkilmiş maye təbəqəsinin (plyonkasının) ortasından adsorbsiya etməlidir, yəni sorbsiya proseslərində daşıyıcı bilavasitə iştirak etmir. Onun əsas işi hərəkətsiz maye fazanı elə vəziyyətdə saxlamaqdır ki, bu fazadan qaz axını keçə bilsin.

Daşıyıcı qismində istifadə edilən maddələr kifayət qədər böyük xüsusi səthlə üstünlük təşkil etməli, kimyəvi cəhətdən təsirsiz olmalı, yəni maye faza ilə, eləcə də ayrılan qatışıqın komponentləri ilə hətta yüksək temperaturda belə reaksiyaya girməməli, termiki cəhətdən stabil, mexaniki cəhətdən möhkəm olmalı, qazdaşıyıcı axınını kifayət qədər sərbəst keçirməlidir. Bərkdaşıyıcının müəyyən ölçülü hissəcikləri dəşikli struktura malik olmalıdır, bu zaman onları bircinsliliyi əhəmiyyətli rol oynayır, eyni zamanda qazdaşıyıcının bərabər ölçülü olması bu bircinslilikdən asılıdır.

Bərkdaşıyıcılardan diatomitlər (selit-545, müxtəlif xromosorblar), şüşəli biser, keramik materiallar, dənəvərləşdirilmiş polimerlər məlumdur ki, bunların da xüsusiyyətləri müəyyən sorğu kitablarında dəqiqliklə açıqlanmışdır [126].

Kapillyar kolonkada hərəkətsiz faza borunun daxili səthinə çəkilir, yəni kapillyar borunun divarı xüsusi inert bərk maddənin əvəzinə bərkdaşıyıcı kimi çıxış edir.

Kifayət qədər seçicilik qabiliyyəti ilə üstünlük təşkil edən hərəkətsiz maye fazanın (HMF) seçimi xeyli çətindir. “Seçicilik” anlayışı həmişə konkret məfhum sayılır və maddələrin bu və ya digər qarışığına aid edilir.

Ümumi halda maye faza ayrılan komponentlər üçün yaxşı həlledici, kolonkanın işçi temperaturunda buxarlanmayan və dözümlü (möhkəm), kifayət qədər effektiv olmalıdır ki, arzuolunan ayrılmanı əldə etmək mümkün olsun. Hərəkətsiz maye fazanın təbiəti qatışıq komponentlərin ayrılma əmsalına təsir göstərən əsas amildir və bu komponentlərin kalonkadan çıxma qaydalarını şərtləndirir.

Müxtəlif tədqiqatçılar tərəfindən hərəkətsiz maye faza (HMF) qismində istifadə edilən müxtəlif üzvi maddələri üç qrupda təsnifatlaşdırmaq olar:

- *qeyri-polyar* – vakuum sürtgülləri, kimyəvi təbiətinə görə karbohidrogenlərin mürəkkəb qarışığı hesab edilən ariezonlar və skvalen, eləcə də SE-30, İXR, OV-1 tipli dimetilpolisiloksanlar və ya xassələrinə görə onlara yaxın olan maddələr (karbohidrogenləri, turşu efirlərini onların qaynama temperaturlarına müvafiq ayırmaq üçün);

- *zəif polyar* – bəzi silikon polimerləri, yüksəkmolekullu spirtlərin və ikiəsaslı turşuların efirləri: dibutilftalat, dinonilftalat, dioktilsebasinat, trikrezilfosfat (müxtəlif sinif karbohidrogenlərin homoloqlarını və izomerlərini, spirtləri, aldehidləri, efirlər, kiçikmolekullu turşuları ayırmaq üçün);

- *polyar* – poliqlikollar (polyar üzvi birləşmələrin homoloqlarını və izomerlərini: spirtləri, aldehidləri, diketonları,

ketoturşuları ayırmaq üçün), polietilenqlikolsuksinat (PEQS), polietilenqlikoladipinat (PEQA) kimi ikiatomlu və ikiəsaslı turşuların poliefirləri və s. (yağ turşusu efirlərini, aminturşuların törəmələrini, terpenləri ayırmaq üçün), sianetilləşdirilmiş spirtlər (qlikolları, çoxatomlu spirtləri, fenolları, terpenləri ayırmaq üçün).

Polyar hərəkətsiz maye fazalara nisbətən adi qeyri-polyar fazalar termiki cəhətdən daha az dayanıqlı və daha uçucudurlar, nəinki istifadə. Praktiki işlər yerinə yetirilərkən maye fazanın polyarlığını və onun istifadə edilməsinin temperatur sərhədlərini bilmək olduqca əhəmiyyətlidir.

Göründüyü kimi, maye faza olduqca müxtəlif təbiətə malikdir ki, bu da qaz xromatoqrafiyasının (QX) universallığını və inkişafını şərtləndirir. Prinsip etibarilə, qatışıqın ayrılması üzrə istənilən hər hansı bir məqsəd üçün daha yüksək nəticə əldə etməyə imkan verən bir və ya bir neçə faza tapmağa ümid etmək olar.

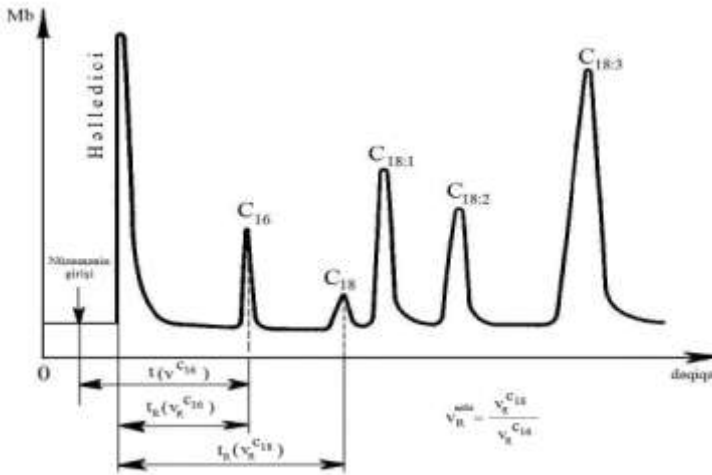
Kolonkanın temperaturu, ondakı maddələrin paylanma əmsalına çox güclü təsir göstərir. Əksər hallarda kolonkanın temperaturunun yüksəlməsi tutub saxlama müddətini azaldır, lakin bu, ayrılmanın pisləşməsinə gətirib çıxarır. Belə ziddiyyət, ayrılma və analiz müddəti əmsallarının qiymətləri münasib kompromis əldə olunan optimal temperaturu seçmək məcburiyyətini şərtləndirir. Kolonkadakı temperatur, təqribən qatışıqın orta qaynama temperaturuna bərabər qəbul edilir.

Uçuculuq qabiliyyətinə görə kəskin fərqlənən komponentlərə malik maddələr qatışıqını analiz edən zaman, xromatoqrafiyanı temperaturu avtomatik olaraq tənzimlənən şəraitlərdə həyata keçirmək məsləhət görülür. Belə şəraitlərdə nəinki komponentlərin çıxım müddəti azalır, eləcə də piklərin forması yaxşılaşır, həmçinin, digər analiz metodları zamanı formalarının pozulması ucbatından qeyd edilməsi mümkün olmayan pikləri də müşahidə etmək olur.

3.2.4. Vəsfi analiz

Xromatoqramda ayrı-ayrı piklərə uyğun gələn qatışıq komponentlərini vəsfi (miqdarca) aşkar (identifikasiya) etməyə imkan verən müxtəlif analiz üsulları mövcuddur.

Tutub saxlama həcminə görə identifikasiya (aşkarlama). Qaz xromatoqrafiyasının başlıca xüsusiyyətlərindən biri verilən komponentin tutulub saxlanma müddətidir (t), yəni sınaq nümunəsinin giriş, yəni daxilədmə momentindən uyğun pikin maksimumunun əmələ gəlməsinədək olan müddətdir (şəkil 5).



Şəkil 5. Kətan yağının yağ turşuları, metil efirlərinin xromatoqrafiyası

C_{16} – palmitin; C_{18} – stearat; $C_{18:1}$ – oleat;
 $C_{18:2}$ – linoleat; $C_{18:3}$ – linolenat; $t(V)$ – tutulma müddəti;
 $t_R(V_R)$ – düzəldilmiş tutulma müddəti

Bundan başqa, hava pikinin əmələgəlmə momentindən (və ya ionlaşdırıcı detektor üçün həlledici pikinin ön sərhəddindən) pikin maksimumunun çıxışnadək ölçülən (t_R) gətirilmiş (düzəldilmiş) tutub saxlama müddətini bilmək vacibdir. Tutub saxlama müddəti, tutub saxlama həcminə (V_R), yəni sınaq nümunəsinin daxiləldilmə momentindən xromatoqramda pikin maksimumunun əmələgəlmə momentinədək kolonkadan keçən qazın həcminə uyğun gəlir. Gətirilmiş tutub saxlama müddəti və ya tutulub saxlanılan həcm, verilən analiz rejimində maddənin xassələridir.

Verilən komponentin tutulma müddətinin (və ya həcmnin) standart kimi qəbul edilən məlum maddənin uyğun göstəricilərinə olan nisbəti şəklində təsvir edilən tutulma müddətinin və ya həcmnin (V_R^{nisbi}) nisbi qiymətləri daha vacib göstəricilər hesab edilir. Nisbi tutub saxlama kolonkanın uzunluğundan, axının sürətindən və hərəkətsiz fazanın miqdarından asılı deyil, lakin kolonkanın temperaturundan və maye fazanın təbiətindən asılıdır. Təyinetmənin sadəliyi və bu qiymətlərin kifayət qədər yüksək etibarlılığı ilə əlaqədar piklərin identifikasiyası, nisbi tutulmaya görə həyata keçirilir.

Eksperiment yolu ilə alınan tutulma müddətini (və ya həcmi) müxtəlif sorğu kitablarında dərc olunan məlumatlarla müqayisələndirərək, məlum olmayan maddələr qatışığının identifikasiyasını həyata keçirmək olar. Buna baxmayaraq, bu identifikasiya (aşkarlanma) üsulu tədqiq olunan qatışığın kimyəvi təbiəti haqqında əsaslandırılan fərziyyələr tələb edir.

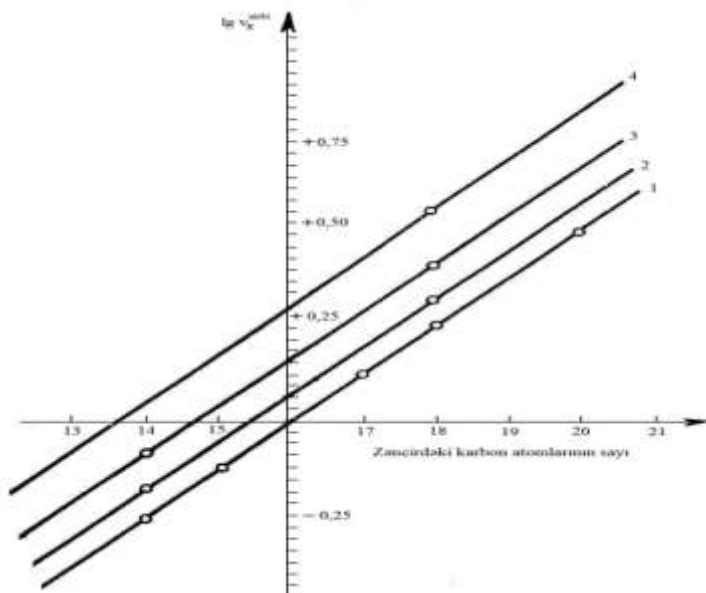
Yalnız tutulub saxlanma qiymətlərindən istifadə etməklə müfəssəl vəsfi analizin yerinə yetirilmə mümkünsüzlüyü əsasən onunla əlaqələndirilir ki, qaz xromatoqrafiyası üzvi funksional qrupları təyin etməyə və ya fərqləndirməyə imkan vermir. Müxtəlif homoloji sıraların üzvləri olan bəzi birləşmələr eyni tutulma müddətinə malik ola bilərlər ki, bu da belə birləşmə qatışıqlarının qaz xromatoqrafiyası ilə analiz olunmasını çətinləşdirir. Əgər tədqiq olunan birləşmənin

funksional qrupu məlum deyilsə, onda tutulub saxlanma qiymətinə görə yalnız bu birləşmənin identifikasiya variantlarından bəzilərini göstərmək mümkündür.

Maddələrin standart qatışıqlarının köməyi ilə identifikasiya. Piklərin identifikasiyasının ən sadə üsullarından biri tədqiq olunan qatışıq komponentlərinin tutulma qiymətlərinin, şübhəsiz, məlum maddələrin xromatoqrafiyası zamanı alınmış uyğun qiymətlərlə müqayisələndirməkdir. Bu üsul, tədqiq edilən qatışığın yalnız bütün ehtimal olunan komponentlərinin təmiz halda mövcudluğu şərti daxilində tətbiq edilə bilər, identifikasiya isə yalnız bir neçə hərəkətsiz maye fazada (HMF) tutulma qiymətləri üst – üstə düşdükdə etibarlı sayılır.

Homoloji sıralar üçün mövcud loqarifmik asılılıqlara görə identifikasiya. Yuxarıda qeyd olunan üsullardan başqa digər identifikasiya üsulları da işlənib hazırlanmışdır. Bu üsullar, nisbi tutulma həcmi loqarifminin və müəyyən temperaturda bir homoloji sıra hədlərində zəncirdəki karbon atomlarının sayı arasındakı mövcud xətti asılılığa əsaslanır (şəkil 6).

Daha dəqiq identifikasiya (aşkarlama) əldə etmək üçün eyni qatışığı müxtəlif polyarlığa malik (məsələn, epiezonlu və polietilenqlikolsuksinatlı) kolonkalarda analiz etmək tövsiyə olunur. İki müxtəlif hərəkətsiz maye fazada (HMF) tutulan həcmələr arasındakı asılılıq qrafiki qurulan zaman hər bir homoloji sıra üçün düz xətt alınır, həm də əyilmə bucağı verilən funksional qruplar üçün birbaşa xarakterikdir.



Şəkil 6. Yağ turşularının metil efirlərinin homoloji sıraları üçün nisbi tutulma həcmnin ($\lg V_R^{\text{nisbi}}$) loqarifminin (metilpalmitata görə) zəncirdəki karbon atomlarının sayından asılılığı.

1 – doymuş; 2 – mono; 3 – di; 4 – trietilenli

Fiziki-kimyəvi metodlarla birlikdə identifikasiya. Göstərilən metodlarla yanaşı digər identifikasiya metodlarından da istifadə edirlər. Doldurulmuş (nasadkalı) kolonkalı və katarometrlı qaz xromatoqrafından çıxan birləşmələri identifikasiya etmək üçün keyfiyyət reaksiyalarının istifadəsinin sadə üsulu məlumdur. Keyfiyyət haqqında məlumat almaq üçün tez-tez maddələrin soyudulmuş xüsusi tutucularda tutulma üsulu tətbiq edilir ki, sonradan onların identifikasiyasını kütlə-spek-

trometrlərində, ultrabənövşəyi, infraqırmızı oblastlarda adi spektrometriya metodları ilə yerinə yetirilir.

3.2.5. Miqdari analiz

Miqdari analiz üsulları ilə bağlı daha vacib problemlər və rast gəlinən xətlərin əsas mənbələri bir sıra elmi işlərdə dəqiqliklə araşdırılmışdır.

Əksər xromatoqramların diferensial detektorun köməyi ilə miqdar ölçmələri, pikin sahəsi komponentin konsentrasiyasına proporsional olan registrasiya edilmiş (qeydə alınmış) pikin sahəsinin müəyyənlişməsinə əsaslanır. Ayrı-ayrı hallarda hesablar zamanı, xüsusən qismən ayrılmış və ya qonşu piklərin *“quyruğunda”* çıxan piklərin hesablanması zamanı piklərin hündürlüyündən istifadə edirlər.

Məlum olduğu kimi, diferensial detektorun signalı analiz edilən birləşmələrin təbiətindən asılıdır. Buna görə də miqdari analiz zamanı dəqiq nəticələr almaq üçün detektorun təyin edilən maddələrə xas olan fərdi həssaslığını bilmək vacibdir. Bunun üçün detektorun məlum tərkibli qatışığa görə kalibrlişməsinə həyata keçirmək və sonra isə hesablanma zamanı düzəliş əmsalını daxil etmək lazımdır ki, konsentrasiya ilə pikin sahəsi arasındakı həqiqi proporsionallıq bərpa olunsun. Beləliklə, kalibrlişmənin əsas məqsədi, detektorun signalı ilə komponentin mütləq (həqiqi) miqdarı arasındakı miqdar əlaqəsinin təyin olunmasıdır.

Kalibrlişmə üsulundan asılı olaraq düzəliş əmsalları komponentlərin kütlə, həcm və molyar faizləri ilə miqdarını hesablamaq üçün istifadə oluna bilər. Dərəcəlanmış ədəbiyyatlarda alovlu-ionlaşdırıcı detektor və katarometr üçün düzəliş əmsallarının hesablanma metodikası və kalibrlişmə üçün standart qatışıqların hazırlanma metodikası, eləcə də müxtəlif detektorlar üçün düzəliş əmsalları haqqında yekun məlumatlar ətraflı açıqlanmışdır.

Xromatoqramdakı uyğun pikin nisbi sahəsi ayrılan maddənin miqdar həddi kimi xidmət göstərir.

3.2.6. Xromatoqrafik piklərin sahələrinin hesablanması

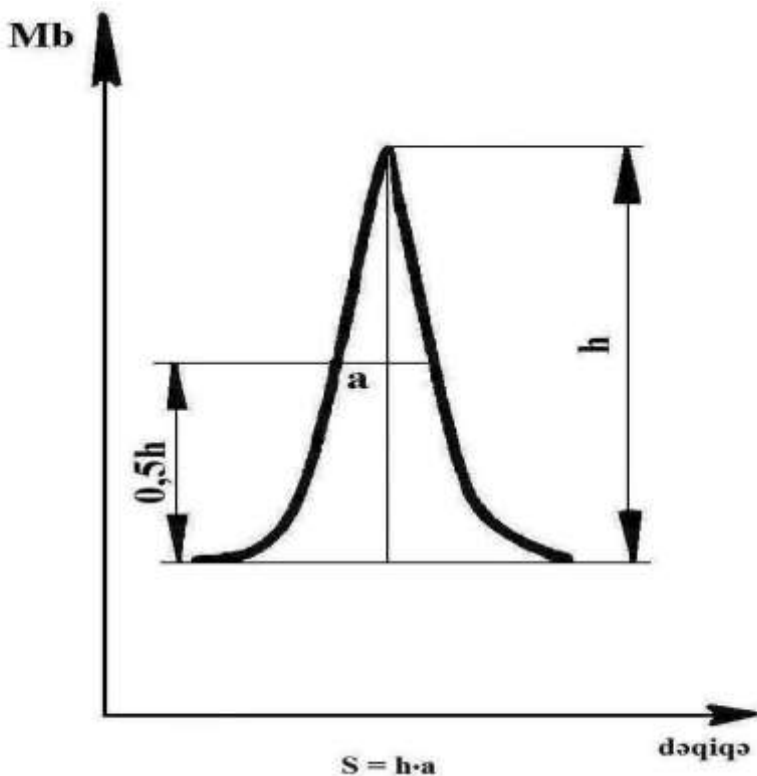
Xromatoqrafiya piklərinin sahəsinin hesablanmasının müxtəlif üsulları mövcuddur:

- planimetrik (pikin forması rol oynamır);
- pikin hündürlüyünün onun orta hündürlüyünə görə ölçülmüş enliyinə hasili yolu ilə (şəkil 7); bu metod tezliyi və kifayət qədər dəqiqliyi ilə fərqlənir (əgər piklər simmetrik və ya, demək olar ki, simmetrikdirsə);

- kağızdan kəsilmiş piklərin ölçülməsi yolu ilə; pikin forması əhəmiyyət kəsb etmir, lakin kağızın qeyri – bircins olması, ölçülmə səhvləri, qeyri – dəqiq kəsilməsi ilə şərtlənən xətlər əmələ gələ bilər;

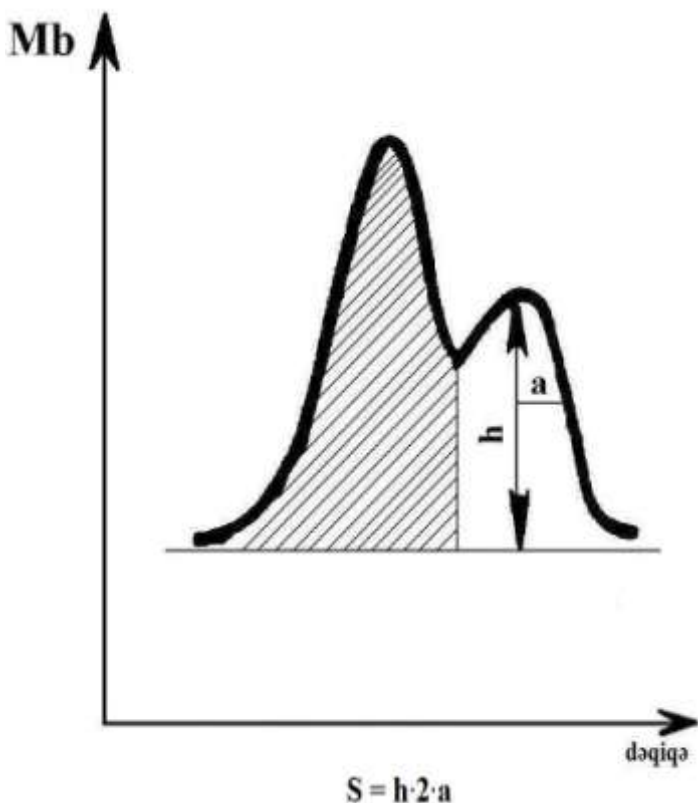
- özü yazan qurğulara, sahənin ölçülməsi xromatoqramın yazılması ilə eyni zamanda baş verməklə bilavasitə birləşdirilən integratorların köməyi ilə; elektron integratorlar daha nöqsansız hesab edilir (şəkil 7).

Hündürlüyünün, bu hündürlüyün tən yarısındakı enliyinə olan nisbəti 3-dən 5-dək hədlərdə olan piklərin sahəsi daha kiçik xətlərlə ölçülə bilər. $25\text{-}30\text{ mm}^2$ sahələrlə təyinetmə xətası 15-30 nisbi %, 100 mm^2 sahəyə malik piklərdə isə, xəta təqribən 10 nisbi % təşkil edir və bir metodu digəri ilə əvəz etdikdə bu göstərici az dəyişir. Yalnız $100\text{-}200\text{ mm}^2$ -dən böyük sahəli piklər üçün sahəni 1-3 nisbi % dəqiqliyi ilə təyin etmək mümkün olur.



Şəkil 7. Simmetrik xromatoqram pikinin sahəsinin hesablanması

Buna görə də xromatoqrafik analizin dəqiqliyini yüksəltmək üçün xromatoqrammaların yazılma sürəti elə seçilməlidir ki, piklərin sahəsi yuxarıda göstərilən kəmiyyətlərdən az olmasın. Adətən, xromatoqram yazılma sürəti $300 - 600 \frac{mm}{saat}$ olur, lakin dəqiq miqdar analizlərində bu sürəti $1500 - 5000 \frac{mm}{saat}$ adək yüksəltmək vacibliyi meydana çıxır.

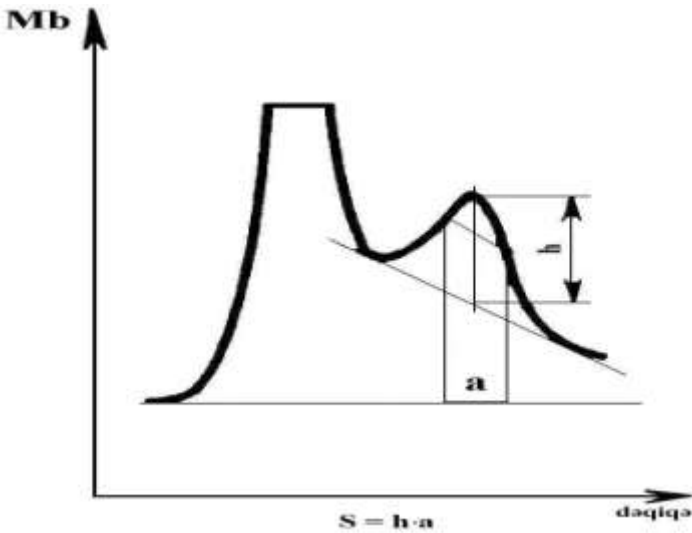


Şəkil 8. Qismən örtülmüş xromatoqram pikinin sahəsinin hesablanması

Qeyri-tam ayrılmada piklərin sahəsini minimum nöqtəsindən sıfır xəttinə perpendikulyar endirildikdə alınan (şəkil 8, bu fiqurlardan biri ştrixlənmişdir) fiqurların sahələrinə bərabər hesab etmək və onların sahəsini planimetrin və ya millimetr ölçülü kağızın köməyi ilə ölçmək (hesablamaq) olar. Belə hesablama metodunun nəticələri qarışıqın çəki tərkibinə daha dəqiq uyğun gəlir.

Örtülən piklərin hesablanması zamanı da həmçinin onların maksimumlarından perpendikulyarlar buraxmaq və elə hesab etmək olar ki, hər bir pikin sahəsi onun örtülən hissəsinə toxunmayan xarici sahəsinin iki mislinə bərabərdir (şəkil 8).

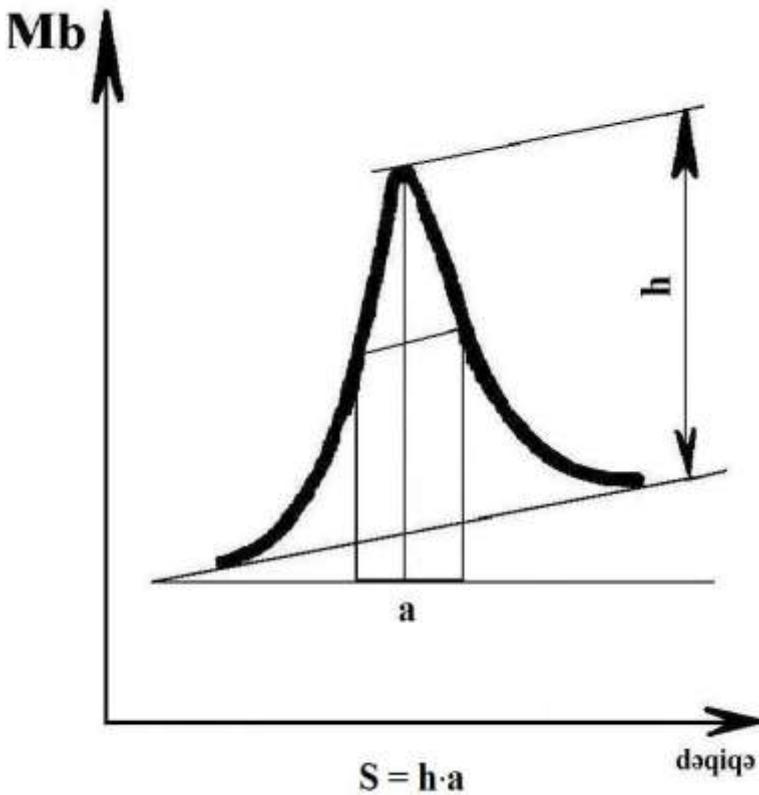
Göstərilən hesablama üsulları simmetrik xromatoqrafiya piklərinə aid edilir. Örtülən qeyri-simmetrik piklər göstərilən üsullarla yalnız “quyruqlar” olmadıqda və çox cüzi asimmetriya şəraiti zamanı hesablanı bilər.



Şəkil 9. Qarışıqın kiçik pikinin sahəsinin hesablanması

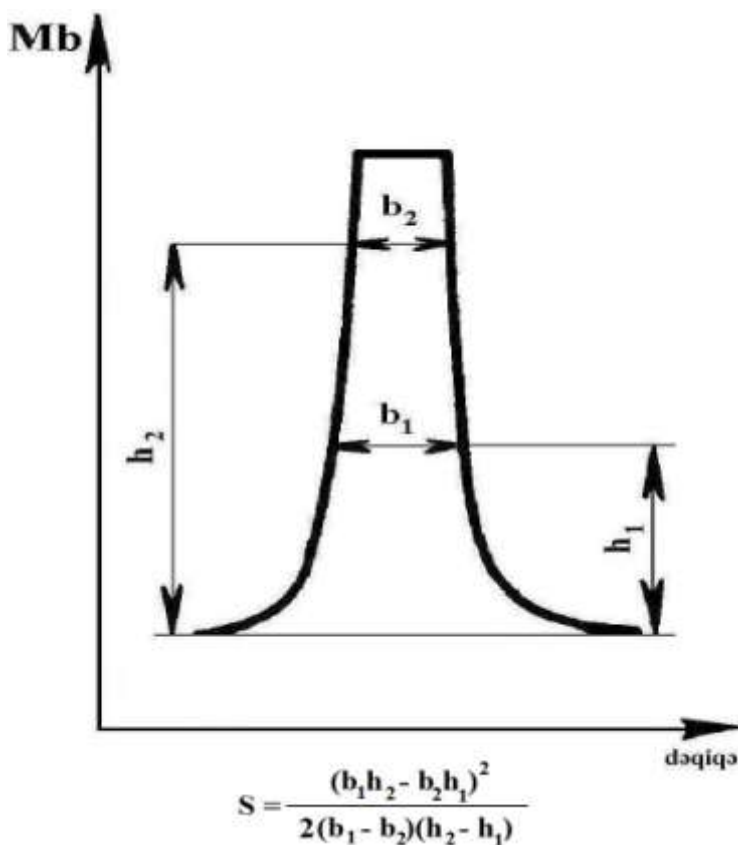
Qarışıqın kiçik piki sahəsini hesablayarkən (bu pik, əsas komponentin böyük pikinin arxa tərəfinə meyilli vəziyyətdə, yəni onun “quyruğunda” yerləşir) (şəkil 9), daha dəqiq nəticələr, əsas pikin konturunun davamını onun üçün sıfır xətti hesab edərək kiçik pikin sahəsini bilavasitə ölçdükdə alınır.

Bu hal, sıfır xəttinin əyilməsi zamanı yazılan pik sahəsinin təyini problemi ilə sıx əlaqədardır (şəkil 10).



Şəkil 10. Sıfır xəttinin əyilməsi zamanı pikin sahəsinin hesablanması

Hər iki halda piklərin sahəsini, pikin hündürlüyünün 9-cu və 10-cu şəkillərdə göstərdiyi kimi, hündürlüyə perpendikulyar istiqamətdə onun orta xəttinin proyeksiyasına vurma hasilinə bərabər qəbul edilir.



Şəkil 11. Şkaladan çıxmış pikin sahəsinin hesablanması

Xromatoqramla görə qatışıq tərkibinin hesablanması. Xromatoqramların hesablanmasının və miqdarca nəticələrin alınmasının əsas metodları daxili standart, daxili normallaşdırma və mütləq kalibrəlmə metodlarıdır.

Daxili normallaşdırma metodu qatışıq komponentlərinin konsentrasiyaları arasındakı nisbətin təyininə əsaslanır.

Buna görə də, qatışıqdakı hər hansı bir maddə miqdarının təyininin vacib şərti, sınaq nümunəsinin bütün komponentlərinin elyurə olunması və onlardan hər birinə detektorun həssaslığının eyni dərəcədə olmasıdır.

Xromatoqramın bütün piklərinin cəm sahəsi 100% qəbul edilir, hər bir pik üçün sahəni isə, ümumi sahənin faizi kimi hesablanır. Hesablama aşağıdakı bərabərliyə əsasən yerinə yetirirlər:

$$X_i = \frac{S_i}{\sum_{i=1}^n S_i} \cdot 100\% \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (27)$$

burada: X_i – i – komponentinin faiz miqdarı;

S_i – i – komponenti pikinin sahəsi;

$\sum_{i=1}^n S_i$ – bütün piklərin sahələrinin cəmi.

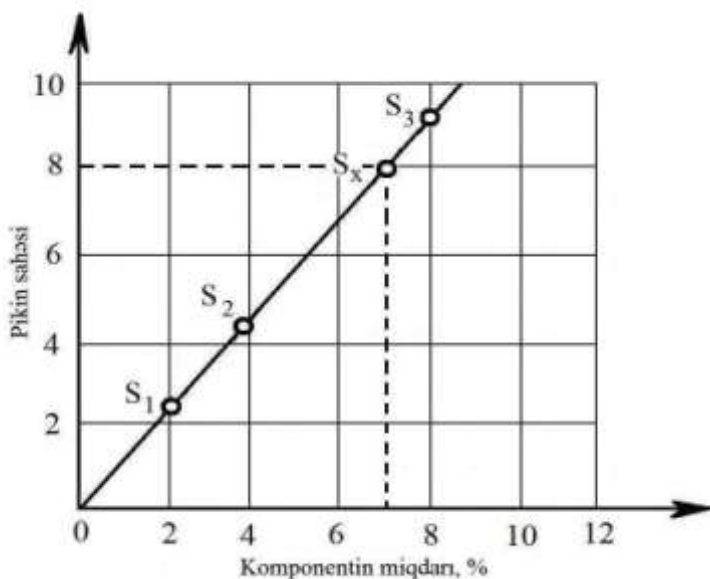
Daxili normallaşdırma metodu o üstünlüyə malikdir ki, daxil edilən nümunənin miqdarının bilinməsi vacib deyildir, lakin bu, heç də həmişə dəqiq və obyektiv nəticələr vermir.

Ayrılmış komponentlərə uyğun gələn piklərin sahələrinin doğru nəticələrini almaq üçün detektorun həssaslığı ilə təyin edilən kalibrəmə əmsallarını, bu sahələrin ədədi qiymətlərinə vurmaq lazımdır.

Piklərin sahələrinin kalibrəmə əmsallarına vurma hasiləri, daxili normallaşdırmanı hesablamaq üçün istifadə edilən gətirilmiş sahələrin ədədi qiymətlərini verir.

$$X_i = \frac{K_i S_i}{\sum_{i=1}^n K_i S_i} \cdot 100\% \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (28)$$

burada: K_i – detektorun həssaslığının verilən komponentə olan həssaslığı ilə təyin edilən əmsal.



Şəkil 12. Mütləq kalibrləmə qrafiki

Mütləq kalibrləmə metodu pikin hündürlüyünün və ya sahəsinin qarışıqdakı uyğun maddənin miqdarından asılılığının istifadəsinə əsaslanır. Bu asılılığı xromatoqrafa tədqiq edilən komponentin dəqiq ölçülmüş müxtəlif miqdarlarını ardıcıl daxil edərək eksperiment yolu ilə müəyyən edir, onların S_1 , S_2 , S_3 sahələrini ölçür (şəkil 12) və pikin sahəsi – maddənin kolonkaya daxil edilmiş miqdarı koordinatlarında qrafik qurulur. Sonra məchul tərkibli qatışığın dəqiq miqdarı ayrılır və maraq doğuran komponentin pikinin sahəsinə görə (S_x) qrafikdən onun qatışığıdakı konsentrasiyası təyin edilir.

Çox yüksək zəhmət tələb etməsinə baxmayaraq (ciddi təyin olunmuş miqdarların dozalaşdırılması müəyyən çətinliklər yaradır) bu metod həqiqi, beləliklə də daha obyektiv

informasiya almağa imkan verir. Bu səbəbdən mütləq kalibrləmə metodu, xromatoqramların miqdarca işlənməsinin digər üsullarının yoxlanılması üçün istifadə olunur. Mikroqatışıqların analizi zamanı, habelə bir və ya bir neçə komponentin təyin edilməsində bu metod əsas hesab edilir.

Praktiki məsələlər həll edilərkən mütləq kalibrləmə metodunun verdiyi məlumatların bir çoxunu, daha az zəhmət tələb edən daxili standart metodunun köməyi ilə əldə etmək olar.

Daxili standart metodu analiz edilən qarışıq nümunəsinə “*daxili standart*” adlandırılan maddənin dəqiq məlum olan miqdarının əlavə edilməsinə əsaslanır. Bu metod, həmçinin, “*nisbi kalibrləmə*” adı ilə də tanınır. Daxili standart kimi istifadə olunan maddə elə seçilir ki, onun (seçilən maddənin) piki tədqiq edilən qarışığın komponentlərinin piklərindən tamamilə ayrılısın, sahəsi digər piklərin sahəsi ilə müqayisə edilə bilən olsun və həm də analiz edilən qarışıqda həll olsun.

İş aşağıdakı kimi yerinə yetirilir:

Tədqiq edilən sınaq nümunəsinin və daxili standartın ayrı-ayrı komponentlərinin dəqiq məlum olan miqdarına malik süni qarışıqlar hazırlayır və onlar xromatoqrafiya edilir. Qatışıqın verilən komponentlərinə uyğun gələn piklərin sahələri ölçülür və verilən maddə üçün düzəliş əmsalı aşağıdakı tənliyə görə hesablanır:

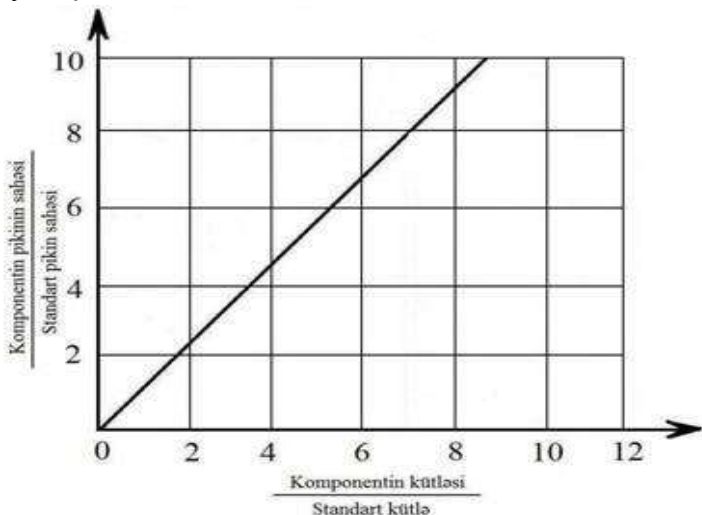
$$K = \frac{S_{st.} \cdot q_t}{S_t \cdot q_{st.}} \dots\dots\dots (29)$$

burada: K – verilən maddənin düzəliş əmsalı;

$S_{st.}$ və S_t – uyğun olaraq standart maddənin və tədqiq olunan maddənin piklərinin sahəsi;

$q_{st.}$ və q_t – süni qarışıqdakı standart maddənin və tədqiq olunan maddənin kütlələri.

Alınan nəticələri aşağıdakı qrafik formada ifadə etmək olar (şəkil 13). Sonra analiz olunan qarışığa standart-maddənin dəqiq ölçülmüş miqdarı daxil edilir və bu qatışıqın xromatoqrafiyası çəkilir.



Şəkil 13. Nisbi kalibrləmə qrafiki (daxili standart)

Xromatoqramda standart – maddənin ($S_{st.}$) piki sahəsini və tədqiq olunan maddələrdən birinin (S_t) piki sahəsi ölçülür və kalibrləmə qrafikinə əsasən tədqiq edilən maddə kütləsinin standart maddə kütləsinə olan nisbəti təyin edilir. Standart maddə miqdarını bilərək, təyin edilən komponentin konsentrasiyasını asanlıqla hesablamaq olar.

Analiz edilən qatışıqdakı bu və ya digər komponentin miqdarını aşağıdakı tənliyə əsasən hesablamaq mümkündür:

$$X_t = \frac{K_t \cdot S_t}{K_{st} \cdot S_{st}} \cdot R \cdot 100\% \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (30)$$

burada: K_t və K_{st} – təyin olunan komponentin və standartın, detektorun təbiətindən və maddənin xüsusiyyətlərindən asılı olan düzəliş əmsalları;

S_t və S_{st} – uyğun piklərin sahəsi;

R – daxili standart kütləsinin analiz edilən nümunəsinin kütləsinə olan nisbət.

Göstərilən metod, hətta xromatoqramda, analiz olunan qarışıqın bəzi komponentlərinin pikləri olmadığı hallarda belə, hesablamalar aparmağa imkan verir. Daxili standartın sınaq nümunəsi xromatoqrafa daxil edilməzdən əvvəl əlavə edilməsi, sınaq nümunəsinin analiz üçün hazırlanması ilə əlaqədar olan səhvləri kompensasiya etməyə imkan verir.

Sahələrin nisbəti qiymətinə həssaslığın dəyişməsi təsir göstərmir, buna görə də sınaq nümunəsinin dəqiq miqdarının daxil edilməsi və detektorun həssaslıq əmsalının bilinməsi vacib deyil. Sınaq nümunəsini qeyri-dəqiq dozalaşdırmaq olar, bu halda ayrı-ayrı komponentlərin miqdarı (mq-la) aşağıdakı kimi hesablanır:

$$X_t = \frac{S_t}{S_{st}} \cdot q_{st} \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot \quad (31)$$

burada: q_{st} –daxil edilən standart nümunənin miqdarıdır, mq-la.

Daxili standart metodu qaz xromatoqrafiyası (QX) təcrübəsində, miqdarca məlumat alınmasının daha əlverişli üsullarından biri kimi geniş təşəkkül tapmışdır.

Xromatoqrafiya metodikalarının dəqiqliyinə qiymət vermək üçün *riyazi statistika* metodlarının istifadə edilməsi vacib sayılır. Miqdarca qaz xromatoqrafiyası analizində riyazi statistika metodlarının istifadə edilməsi, bəzi elmi-tədqiqat işlərində araşdırılmış və müsbət nəticələr əldə edilmişdir.

3.2.7. Eksperimentin aparılma metodikası

Maddələr qatışıqının ayrılması üzrə istənilən hər hansı bir məsələnin həlli üçün, hər şeydən əvvəl, kolonkanı düzgün hazırlamaq lazımdır, belə ki, qatışıq komponentlərinin həqiqi ayrılması məhz kolonkada baş verir. Bərk daşıyıcı, maye fazanın tipi və miqdarı, doldurulma üsulu, kolonkanın uzunluğu və temperaturu tələb edilən mümkün ayrılma effekti asılı olan vacib amillərdən hesab edilir.

Kolonkanın ölçüləri, ayrılma effektivliyinə təsir göstərərək onun daxilində olacaq qaz və mayenin ümumi miqdarına görə müəyyən edilir. Buna görə də hər hansı bir konkret məsələni həll etmək üçün optimal ölçülü kolonka əldə etmək lazımdır.

Qeyd edildiyi kimi, doldurulmuş kolonkaların uzunluğu bir neçə on santimetrdən on altı metrədək ola bilər. Kolonkanın uzunluğu böyük olduqca, ayrılma keyfiyyəti daha yaxşı olur. Amma qazdaşıyıcı kolonkadan keçən zaman onun sürəti dəyişir, buna görə də, kolonkanın yalnız kiçik bir hissəsi qazdaşıyıcının optimal sürətində işləyir.

Bununla əlaqədar olaraq, həddən artıq uzunluğa malik kolonkalarda qatışıqın ayrılması pisləşə bilər. Bunun üçün də uzun kolonkalarla işləyərkən kolonkanın girişində yüksək təzyiq yaratmaq lazımdır, bu isə sınaq nümunəsinin daxil edilməsini və hermetikliyin təmin edilməsini çətinləşdirə bilər. Kolonkanın diametri nə qədər kiçik olarsa, ayrılma effekti, bir o qədər yüksək olar. Lakin kolonkanın diametrinin böyüməsi ilə ona daxil etmək mümkün olan sınaq nümunəsinin buraxıla bilən miqdarı artır. Təəssüf ki, kolonkanın diametrinin böyüməsi ilə onun effektivliyi azalır.

Doldurmamışdan qabaq kolonkanı əvvəlcə 1:10 nisbətində durulaşdırılmış xlorid turşusu ilə, sonra su ilə, asetonla, efirlə yuyur və bundan sonra su şırnaqlı nasosun köməyi ilə qurudulur.

Alınmış maye faza məhlulunu çini kasada olan bərk daşıyıcının üzərinə tökülür. Qatışıq olan çini kasa sorucu şkaf altında eyni bir yerdə tutub saxlanılır, digər əllə isə qatışıq qaşıqla bərkdaşıyıcı hissəcikləri zədələnməsin deyər, ehtiyatla qarışdırılır. Maye fazanın bərk faza üzərinə bərabər paylanmasını təmin etmək vacibdir. Qatışıq, onun tam quruması halınadək ehtiyatla qarışdırılır.

Həllədiyi iyi gəlməyən asanlıqla dənəvərləşən kütlə alındıqda, faza hazır olmuş hesab edilir.

Kolonka, bəzən ona yüngülcə elastiki zərbə ilə təsir göstərərək, kiçik porsiyalarla doldurulur. Tam doldurulduqdan sonra kolonkanın sonluqlarını 8-12 mm dərinlikdə, şüşə pambıqla kip bağlanır ki, kolonkadan bərk hissəciklərin kommunikasiyalara (qovşaqlara və detektora) düşməsinə yol verilməsin. Sonra kolonkanı spiral şəklində elə dolayırlar ki, o, onun quraşdırıldığı xromatoqrafın termostatına uyğun gəlsin.

Hazırlanmış kolonkanı analizlərdən əvvəl, ondan uçucu maddələrin yox edilməsi və tərpənməz fazanın stabilləşdirilməsi məqsədilə qazdaşıyıcı axını ilə termiki cəhətdən işləmək, yəni qızdırmaq lazımdır. Qızdırılma temperaturu adətən kolonkanın işləyəcəyi temperaturdan 10-20⁰C çox müəyyənləşdirilir, lakin bu hədd verilən maye faza üçün ən yüksək temperatur həddindən kiçik olmalıdır. Yadda saxlamaq lazımdır ki, kolonka üfürərkən mütləq detektor ayrılmalıdır. Bu, detektorun çirklənməsinin qarşısını almaq məqsədilə həyata keçirilir.

Xromatoqrafik analizin aparılmasının vacib momentlərindən biri də kolonkanın temperaturunun düzgün seçilməsidir. Həddən artıq kiçik temperaturda, kolonkada uzun müddət qalmaları nəticəsində qazdaşıyıcıda uzunluğu boyunca diffuziyanın baş verməsi səbəbindən maddələr elyurə olunmayacaq və olduqca geniş piklər verəcəkdir.

Həddən artıq yüksək temperaturda maddələr (aşağı temperaturda qaynayanlar) ayrılmadan kolonkadan çıxacaq.

Ona görə də, daha yaxşı ayrılmanı əldə etmək və onun bütün təcrübə ərzində nizamlanmasına nail olmaq məqsədilə bəzi aralıq temperaturu seçmək lazımdır.

Çoxlu miqdarda maye fazadan və yüksək tutub saxlamaq qabiliyyətli fazadan istifadə etdikdə daha yüksək temperatur tətbiq edilir. Kolonkanın temperaturunu seçərkən istifadə olunan maye fazanın maksimal və minimal işçi temperaturuna da diqqət yetirmək lazımdır. Buraxıla bilən maksimal temperatur həddindən aşdığı halda kolonka korlanaraq sıradan çıxır.

Kolonkanın effektivliyi, köpüklü ölçücünün və saniyə-ölçənin köməyi ilə daha asan şəkildə ölçülməsi mümkün olan qazdaşıyıcının xətti sürətinin seçilməsindən də asılıdır. 3 m uzunluğa və 3 mm daxili diametrə malik kolonkada qazdaşıyıcının optimal sürəti, adətən 30 – 50 ml/dəq olur.

Sınaq nümunəsinin kolonkaya daxil edilmə üsulu olduqca vacibdir, belə ki, o, xromatoqrafik piklərin formasına təsir göstərir. Kiçikhəcmli və yüksək konsentrasiyalı sınaq nümunəsi daxil edildikdə daha ensiz və simmetrik piklər alınır. Mayeşəkilli sınaq nümunələrini daxil etmək üçün 1 mkl-dək həcmə malik xüsusi mikroşprislərdən, ya da adi tibbi şprislərdən istifadə edilir.

Mayeşəkilli sınaq nümunəsinin daxil edilmə metodikası özü kipləşən rezin kipləşdiricinin (xromatoqraf buxarlandırıcısının girişində) şpris iynəsi ilə dəşilməsindən və müəyyən miqdar sınaq nümunəsinin daxil olunmasından ibarətdir. Sınaq nümunəsi kolonkaya tez daxil edilməlidir.

Bu zaman şpris iki barmaqla tutulur. Bir əllə (adətən, sol əllə) iynəni rezin kipləşdiriciyə keçirir, digər əllə (sağ əlin baş barmağı ilə) isə güc verilir ki, iynə kipləşdiricini deşsin, eləcə də porşenin şprisdən çıxmasının qarşısı alınsın. Bu da xromatoqrafdakı artıq təzyiqin təsirindən baş verə bilər. İynə rezin kipləşdiricidən keçirib, buxarlandırıcıya mümkün olduqca daha dərin yeridirilir, porşen sıxılır, 1-2 san-dən sonra iynə (porşeni barmaqla tutaraq) mümkün qədər tez çıxarılır.

Sınaq nümunəsinin yüksək buxarlanma sürətini təmin etmək üçün buxarlanma temperaturunun kifayət qədər yüksək olmasına çalışmaq lazımdır. Digər tərəfdən buxarlanma temperaturu kifayət qədər aşağı olmalıdır ki, tədqiq olunan maddənin termiki struktur dəyişkənliyi və ya digər bir dəyişkənlik baş verməsin. Buxarlandırıcının temperaturunun düzgün seçilməsini yoxlamaq üçün onu artırmaq lazımdır.

Bu zaman kolonkanın effektivliyi yüksəlsə və ya pik daha simmetrik olarsa, bu, o deməkdir ki, buxarlandırıcının temperaturu kiçik seçilmişdir. Əgər tutub saxlama müddəti, pikin sahəsi və forması kəskin dəyişərsə, onda buxarlandırıcının temperaturu olduqca yüksəkdir və termiki struktur dəyişilməsi baş vermişdir.

3.2.8. Ali yağ turşularının təyini

Qaz-maye xromatoqrafiyası (QMX) təbii yağların və piylərin, habelə müxtəlif qida məhsullarından çıxarılan lipidlərin tərkibinin öyrənilməsi üçün daha vacib metodlardan biridir. Qaz-maye xromatoqrafiyası C_1 -dən C_{30} -dək və daha yüksək doymuş, şaxələnmiş, doymamış ən müxtəlif yağ turşularının, trans-izomerlərin, oksid – və epoksiturşuların standart tədqiqat metodu kimi tanınmışdır. Belə ki, lipidlər nisbətən yüksək qaynama temperaturu, yüksəkmolekullu birləşmələrdir, ona görə də xromatoqrafik ayırmaq üçün, adətən onlar metil efirlərinə keçirilir.

Mürəkkəb efirlər uyğun turşulardan daha kiçik qaynama temperaturu və polyarlığa malikdir ki, bu da bir sıra üstünlüklər deməkdir. Belə ki, kiçik temperatur və analiz müddəti zamanı daha yüksək ayırma effektivliyi, indentifikasiya və miqdarca təyinat zamanı isə daha dəqiq məlumatlar əldə edilir.

Yağ turşularının mürəkkəb metil efirləri qliseridlərin, fosfolipidlərin, sterinlərin mürəkkəb efirlərinin pereeterləşməsi

zamanı, sərbəst yağ turşularının, habelə turşu duzlarının bilavasitə metilləşdirilməsi zamanı əmələ gəlir.

3.2.8.1. Lipidlərin ayrılması

Sokslet aparatında piyin ekstraksiya ilə ayrılması metodları və müfəssəl ekstraksiya metodları sonradan yağ-turşu tərkibinin müəyyənləşdirilməsi üçün analizə məruz qoyulması riskli olan emal edilməmiş piyin keyfiyyətinin dəyişilməzliyinə zəmanət verə bilmir.

Lipidlərin xloroformla, dördxlorlu karbonla, petroleyn efiri ilə və digər qeyri-polyar həlledicilərlə saxlanılmaqla (susuz natrium sulfatın iştirakı ilə) ekstraksiya zamanı, əsasən triqliseridlər kənarlaşır.

Lipidləri tədqiq edərkən binar həlledicilərdən istifadə etməklə ekstraksiya metodlarına (Folç, habelə Blaya və Dayyer metodlarına görə), məsələn, heyvani və bitki mənşəli məhsullardan ümumi lipidlərin 99%-dən çoxunu çıxarmağa imkan verən xloroform və metanol qarışıqlarına üstünlük vermək lazımdır. Polyar həlledicinin qeyri-polyar həllediciyə uyğun tətbiqi lipoprotein komplekslərini parçalamağa imkan verir. Lipidlərin daha tam ekstraksiyası məhsulu xloroform-metanol qarışığı ilə homogenləşdirən zaman əldə edilir. Homogenləşdirilən maddəyə xloroform və su artığı əlavə edərək, asanlıqla ayrıla bilən ikifazlı sistem alınır. Xloroform təbəqəsi onda həll olmuş lipidlərə malik olur, qeyri-lipid qatışıqlar praktiki olaraq xloroform təbəqəsində olmur.

Rusiya Federasiyası Tibb Elmləri Akademiyası Qidalanma İnstitutunun əməkdaşları tərəfindən “bərək cəsim-maye” tipli istənilən ekstraksiya üçün istifadə oluna bilən **filtrləyici-ayırıcı qfın** (FAQ) tətbiqi ilə işlənmiş ekstraksiya metodu diqqəti cəlb edir, belə ki, bu, ekstraktın bərək fazadan tez ayrılmasını təmin edir. Bu ekstraksiya metodunun icrası çox sadədir, uzun müddət davam etmir, yanğına qarşı təhlükəsizdir,

“**yumşaq**” şəraitlərdə ekstraksiyanın tam həyata keçməsinə təmin edir ki, bu da ayrılmış piyin, eyni zamanda həm miqdarının və həm də keyfiyyət tərkibinin qiymətləndirilməsi üçün istifadə olunmasına imkan verir.

Piyin filtrləyici-ayırıcı qıfda (FAQ) ayrılma metodikası aşağıdakılardan ibarətdir: 1-2 q çəkili məhsulu 2 və ya 3 №-li lehirlənmiş şüşə filtrlə filtrləyici – ayırıcı qıfda yerləşdirilir, oraya 20 ml 2:1 nisbətində götürülmüş ekstraksiyada xloroform və etanol qarışığı tökülür, cilalanmış tıxacla örtülən qıf bir dəqiqə ərzində möhkəm çalxalayır.

Sonra su şırnağı nasosunun köməyi ilə ekstraktı qəbul ediciyə keçirilib analoji üsulla ekstraksiya 3 dəfə təkrar edilir. Ekstraksiya qurtardıqdan sonra ayırıcı qıfı və qəbuledicini 10 ml həlledici ilə yaxalayır. Alınmış ekstrakt piyin miqdar xarakteristikası üçün olduğu kimi, həm də keyfiyyət xarakteristikası üçün istifadə oluna bilər. Ekstraktı qovucu kolbaya keçirir və rotorlu buxarlandırıcıda həlledicini kənarlaşdırırlar. Alınmış piydən qaz xromatoqrafiyası (QX) analizi üçün istifadə edilir.

3.2.8.2. Metilləşdirmə metodları

Ədəbiyyat mənbələrində təsvir edilən turşuların metil efirlərinin alınma metodlarını aşağıdakı qruplara bölmək olar:

- 1) *qliseridlərin birmərhələli pereeterləşdirilməsi;*
- 2) *piylərdə və yaşlardan sərbəst yağ turşularını çıxarmaqla və sonradan onları eterləşdirməklə ikimərhələli metod;*
- 3) *eterləşdirmənin digər metodları.*

Qliseridlərin metanolla pereeterləşdirilməsi (alkoqoliz) natrium, kalium alkoqolyatları və ya kalium hidroksid kimi qələvi katalizatorların iştirakı ilə aparılır. Alınmış metil efirlərini, adətən ayırmır, onların məhlulları qaz xromatoqrafiyası analizi üçün bilavasitə istifadə edilir.

Metil efirlərinin ikimərhələli alınması zamanı piyləri və yağı qabaqcadan spirtli qələvi ilə sabunlaşdırılır, sərbəst yağ turşularını ayırır və sonra onlar eterləşdirilir. Lakin sabunlaşma zamanı polidoymamış yağ turşuları izomerləşə bilirlər. Buna görə də reaksiya temperaturuna və reaksiya davamiyyətinə xüsusi əhəmiyyət verilir.

Sərbəst yağ turşularını metilləşdirmək üçün pereeterləşdirmənin bütün şərtləri yararlıdır, bundan başqa, diazometan da geniş istifadə olunur. Yağ turşularının ion mübadiləsi qatranında eterləşdirilməsi metodu təklif olunur.

Metil efirlərinin alınmasının digər metodları arasında onların yodlu metillə emal edilən yağ turşularının həllolmayan gümüş duzlarından sintezini qeyd etmək olar. Bu metoddan, adətən dikarbon turşularının analizi üçün istifadə edilir.

Beləliklə, turşuların metil efirləri mütləq metanolun köməyi ilə alınır. Metil spirtinin təmizlənməsini (mütləqləşdirmə) aşağıdakı şəkildə həyata keçirilir: 200 q metallik yod 30 ml metanolda həll edilir, 2,5 q maqnezium yonqarı əlavə edir və əks soyuducusu olan 1 l həcmli kolbada tam həll olunadək qızdırılır. Sonra 500 ml metanol əlavə edir, 30 dəqiqə qızdırır və küknar defleqmatöründən istifadə etməklə “*q o v u r l a r*”, bu zaman ilk 25 ml dietilyatı tullayır, 64 – 65⁰C qaynama temperaturu fraksiyanı toplayır.

Aşağıda yağ turşularının metil efirlərinin bəzi hazırlanma metodları təsvir edilir, bu metodlar az vaxt tələb edir və piylərin həm makro- və həm də mikro miqdarı ilə işləməyə imkan verir.

5,0% hidrogen xloridə malik metanolla pereeterləşdirmə. 200 mq lipidləri xlorkalsiumlu borucuğa malik əks-soyuducu ilə təchiz edilmiş 100 ml həcmli yumrudibli kolbaya yerləşdirilir, 40 ml-ə qədər, çəkiyə görə 5% xlorlu hidrogenə malik mütləq metanol və 10 ml-ə qədər qovulmuş benzol əlavə edilir.

Qarışıq 2 saat ərzində su hamamında qaynadır, ikiqat miqdarda su əlavə edir, ayırıcı qıfda benzol qatını ayırır, o bərk natrium bikarbonatla neytrallaşdırılır, yuyulur və kağız filtdən filtrlənir.

Sulfat turşusu iştirakı ilə soyuqda metanolla pereeterləşdirmə. 100 mq miqdarında lipidləri 10 ml etil efirində həll edilir. Maqnitli qarışdırıcıda qarışdırarkən 1 ml qatı sulfat turşusu damcı-damcı əlavə edilir. 20 dəq.-dən sonra 12 ml mütləq metanol əlavə edir və 20 dəq. sakit saxlanılır. Turşunu neytrallaşdırmaq üçün 7 ml, kalium qələvisinin 35%-li metanol məhlulunu əlavə edir və 15-20 dəq. sakit saxlayırlar.

Yağ turşularının metil efirləri heksanla ekstraksiya edilir, bunun üçün qarışığı 40 ml heksanla ayırıcı qıfda keçirirlər, 80 ml su əlavə edilir və bir dəq. ərzində intensiv çalxalanır. Aşağıdakı sulu fazanı kənarlaşdırırlar və beləcə üç dəfə təkrar edilir. Birləşdirilən heksan ekstraktları təbdləşdirilmiş natrium-sulfat üzərində qurudulur, filtrləyir və həlledici vakuumda rotorlu buxarlandırıcıda kənarlaşdırılır.

Alınmış metil efirləri nazik təbəqəli xromatoqrafiya (NTX) istifadə olunmaqla təmizləmək mümkündür. Möhkəmləndirilmiş silikohel təbəqəli 18x24 sm ölçülü plastinka üzərinə petroleyn efirində həlledilmiş 100 mq-dək metil efirlərini sürtür və 19:1 nisbətli petroleyn efiri – etil efiri sistemində aydınlaşdırılır. Sonra plastinkanı qurudur və onun kənarları (plastinkanın əsas hissəsi şüşə ilə örtülür) fosfor-molibden turşusunun 20%-li spirt məhlulu ilə çilənilir. Metil efirləri fraksiyasını plastinka üzərindən təmizləyir və petroleyn efiri – etil efiri qarışığı ilə bir neçə dəfə elyurə edilir (yuyulur).

Asetil xloridin mövcudluğu şəraitində metanolla pereeterləşdirmə. 20-25 mq (bir damcı) yağı əks-soyuducu ilə təchiz olunmuş (bu kalsium xloridli borucuqdan hazırlanır) yumrudibli kolbaya yerləşdirilir, oraya 0,2 ml mütləq metanol əlavə edirlər, 3-4 damcı susuz asetil xlorid damızdırır, bir saat ərzində su hamamında qaynayır, soyudur və 20-30 dəq.

ərzində, otaq temperaturunda rotorlu buxarlandırıcıda hidrogen xlorid kənarlaşanadək buxarlandırırlar.

Yağ turşularının metil efirlərinin əmələ gələn qarışığını benzolla durulaşdırır və nümunəni xromatoqrafa daxil edirlər.

3.2.8.3. Qeyri-polyar fazalarda xromatoqrafik ayrılma

Silisiyum tərkibli üzvi və ya parafin təbiətli vakuum sürtgü yağları – silikon-SE-30, apiezon-L, apiezon-M, polibuten. yağ turşuları metil efirlərinin analizində istifadə olunan daha geniş yayılmış qeyri-polyar fazalardır. Bu fazalarda qatışıqların ayrılmasını təyin edən əsas faktor, komponentlərin molekul çəkisidir. Bu fazalar bir karbon atomu zəncirinin C_1 -dən C_{34} -dək hədlərdə uzunluğuna görə fərqlənən efirlərin və doymuş turşuların tam ayrılmasını təmin edir.

Şaxələnməmiş zəncirə malik turşu efirləri kolonkada, eyni sayda karbon atomlu şaxələnməmiş zəncirə malik turşu efirləri ilə müqayisədə daha tez hərəkət edir.

Doymamış turşular bu fazalarda kolonkalardan uyğun doymuş turşulara nəzərən əvvəl elyurə olunur (yuyulurlar), lakin onları, ikiqat rabitələrin sayına uyğun qeyri-polyar fazalarda tam ayırmaq mümkün olmur.

Apiezon-L, karbon atomlarının sayına görə mürəkkəb efirlərin ayrılmasını təmin edir, bu zaman doymuş və mono-doymamış turşular tamamilə ayrılır, di- və tridoymamış turşular xromatoqramlarda qarışıq piklər əmələ gətirir.

Silikon-SE-30 yüksək temperaturlarda daha dayanıqlıdır, lakin onun selektivliyi aşağıdır: yalnız doymamış turşular ayrılır, eyni sayda karbon atomları bir pik verirlər. Bu fakt, doymuş turşuların doymamış komponentlərdən ayrılmasında üstünlüyə malik ola bilər.

Qeyri-polyar maye fazalar piyi hidrogenləşdirərkən əmələ gələn turşuların geometrik izomerlərini ayırmaq üçün müvəffəqiyyətlə istifadə olunur.

3.2.8.4. Polyar fazalarda xromatoqrafik ayrılma

Turşuları, onlardakı ikiqat rabitələrin sayına görə ayırmaq üçün hərəkətsiz faza kimi polyar mayedən istifadə edir. Belə faza kimi müxtəlif poliefirlər tətbiq oluna bilər. Bu fazalarda birqat, ikiqat və üçqat doymamış efirlər kalonkadan eyni sayda karbon atomlarına malik doymuş efirlərdən dərhal sonra çıxırlar. Buna görə də, polyar poliefir kolonkalarda diyen, triyen, heksayen, pentayen və s. turşuları ayırmaq mümkündür.

Şaxələnmiş yağ turşularının doymuş efirləri, düz zəncirli uyğun doymuş efirlərdən qabaqda yerləşir ki, bu da qeyri-polyar fazalarda olduğu kimidir.

Zəncirində ikiqat rabitələrin yerləşməsinə görə fərqlənən turşuların efirləri, habelə sis- və trans – izomerlər, sorbentlə doldurulmuş kolonkalarda pis ayrılırlar, amma kapilyar kolonkalardan istifadə edərkən ayrılma bilər.

C₁-dən C₃₀-dək zəncirin uzunluğuna və 1-dən 6-dək ikiqat rabitələrin sayına görə fərqlənən bitki və heyvan mənşəli yağ turşularının metil efirlərinin analizi zamanı aşağıdakı poliefir fazaların tətbiqi daha yaxşı nəticələr verir: *polietilenqlikoladipinat* – PEQA (linoleat, linolenat və oleatları yaxşı ayırır), *polietilenqlikolsuksinat* – PEQS (həmçinin, ikiqat rabitəli turşular da daxil olmaqla, bütün turşuları ayırır), xüsusiyyətlərinə görə adipin və kəhrəba turşuları efirlərinin analoqu olan, lakin stearin və olein turşuları efirlərinin daha dəqiq ayrılmasını təmin edən *butandiolsuksinat*.

Yağ turşularını analiz edərkən kolonkalar apiezonlar və poliefirlərlə doldurulur, bir-biri ilə əvəzlənmir. Apiezonlar və digər qeyri-polyar fazalar qaynama temperaturuna görə ayrılmanı təmin edir, bundan əlavə sis- və transkonfigurasiyaları

fərqləndirməyə və karbon zəncirində ikiqat rabitələrin vəziyyətini müəyyənləşdirməyə imkan verir. Poliefirlər karbon atomunun sayına görə ayrılmanı təmin edir, lakin onların əsas vəzifəsi doymamış efirlərin, monoyenlərin, triyenlərin və s. ayrılmasını şərtləndirmələridir.

Yağ turşularının effektiv ayrılması və miqdarca təyinatının dəqiqliyi üçün işçi temperaturun düzgün seçilməsi və onun bütün təcrübə ərəfəsində tənzimlənməsi vacibdir. Temperatur rejimi nümunənin metil efirlərinin tərkibindən və maye fazanın kimyəvi təbiətindən asılıdır.

Qeyri-polyar fazalarda turşu efirlərini ayıran zaman $250 - 350^{\circ}\text{C}$ temperaturda daha yaxşı nəticələr qazanılır, polyar fazalarda isə belə nəticələr $200 - 210^{\circ}\text{C}$ -dək temperaturda əldə edilir, belə ki, əksər poliefirlər uçucu birləşmələrə malikdir və 250°C -dən yüksək istiliklərdə termiki cəhətdən dayanaqsızdır.

3.2.8.5. Yağ turşularının vəsfi və miqdarı analizi

Yağ turşularının məlum olmayan qarışıqlarının keyfiyyətə identifikasiyasının (aşkarlanmasının) daha sadə metodu – tutulma müddətinin nisbi böyüklüyünə görədir.

Müxtəlif temperatur zamanı fazalarda yağ turşuları metil efirlərinin tutulmasının nisbi böyüklüyü mənalarda çoxlu sayda dərc edilmiş cədvəldə vardır.

Praktikada, adətən, aşağıdakı kimi hərəkət edir. Qaz xromatoqrafiyası ayrılmasına məlum yağ turşusu efirlərini məruz qoyur və nisbi tutulma müddəti loqarifmi ($\lg V_R^{nisbi}$) – zəncirdəki karbon atomlarının sayı koordinatlarında qrafik qurur. Sonra analiz olunan qatışığın ($\lg' V_R^{nisbi}$) turşularını, standart qarışıqlar üçün qurulmuş qrafiklə müqayisələndirərək, tədqiq olunan nümunənin tərkibini identifikasiya edir. Standart qarışıq kimi, məlum yağ turşusu tərkibli yağdan, məsələn, pambıq və ya kətan yağından istifadə edilir.

Stearin və olein turşularının metil efirlərinin poliefir fazada ayrılma dəqiqliyinə görə kolonkaların hazırlanma effektivliyi haqqında mülahizə yürütmək olar.

Yağ turşularının quruluşunu təyin etmək üçün ozonoliz, oksidləşdirici parçalanma, infraqırmızı, ultrabənövşəyi oblastlarda spektroskopiya, kütlə spektroskopiyası, nazik təbəqəli, sütunlu və digər xromatoqrafiya növləri kimi üsullardan istifadə edilir. Belə ki, tədqiq olunan nümunədə doymamış turşuları təyin etmək üçün, onu tez-tez hidrogenləşməyə məruz qoyur, bu zaman doymamış birləşmələri doymuş vəziyyətə gətirir, nəticədə onların tutulma müddəti dəyişir.

Qatışıqları hidrogenləşdirdikdən sonra və əvvəl ayıraraq, doymamış turşuları identifikasiya etmək və miqdarca müəyyənləşdirmək mümkündür.

Qaz xromatoqrafiyası, istənilən hər hansı digər kimyəvi metodla müqayisədə, doymuş və doymamış turşuların miqdarca təyinatını böyük dəqiqliklə və tez bir zamanda aparmağa imkan verir. Yağ turşularının miqdar həddi kimi həmçinin, xromatoqramdakı uyğun pikin nisbi sahəsi xidmət göstərir. Bu sahəni hesablamaq üçün daha tez-tez daxili standart və daxili normallaşdırma metodundan istifadə edilir. Xromatoqramların miqdarca interpretasiyası zamanı detektirləşdirmə sistemini nəzərə almaq vacibdir.

3.2.8.6. Qida məhsullarının yağ-turşu tərkibinin analizi

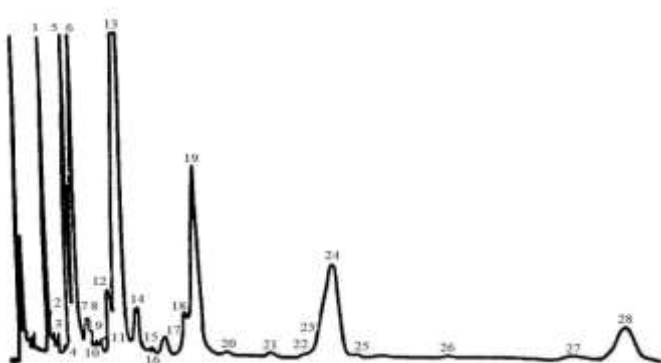
Heyvani və bitki mənşəli qida məhsullarında yağ turşularının qaz xromatoqrafiyası metodu ilə tədqiqinə görə xeyli miqdarda faktiki məlumatlar mövcuddur.

5-ci şəkildə alovlu – ionlaşdırıcı detektora (AİD) malik JIXM – 8M markalı cihazda alınmış kətan yağının yağ turşularının metil efirlərinin xromatoqramı göstərilmişdir. Bu xromatoqram aşağıdakı ayırma şəraitlərində alınmışdır: 2,5 m

uzunluqlu və 3,0 mm daxili diametrli kolonka 20 % polietilenqliksukinatla (PEQS), 60-80 *meş* dənəcikli W xromosorbdə doldurulmuşdur, qazdaşıyıcısının (azot) sürəti 40 ml/dəq; kolonkanın temperaturu 185⁰C, buxarlandırıcı kameranın temperaturu isə - 250⁰C.

Balıq yağının yağ turşularının analizi bitki yağlarının yağ turşularının analizi ilə müqayisədə müəyyən çətinliklərə malikdir. Belə ki, bitki yağlarında yüksəkmolekullu yağ turşuları mövcuddur və onlar 24-dən 26-dək karbon atomları zəncirinə malikdir. Bu zəncirlərdə 6 ikiqat rabitə, habelə izoturşular vardır.

Treska balığının qaraciyərinin piyinin tərkibində mövcud olan yağ turşularının metil efirlərinin xromatoqramı aşağıdakı şəkildə göstərilmişdir (şəkil 14).



Şəkil 14. Treska balığının qaraciyərinin piyinin tərkibində mövcud olan yağ turşularının metil efirlərinin xromatoqramı

*Piklər: 1 – C₁₄; 2 – C_{14:1}; 3 – C₁₅; 4 – C_{15:1}; 5 – C₁₆; 6 – C_{16:1ω9};
7 – C_{16:2ω7}; 8 – C₁₇; 9 – C_{16:2ω4}; 10 – C_{17:1}; 11 – C_{16:3ω4}; 12 – C₁₈;
13 – C_{18:1ω9}; 14 – C_{18:2ω6}; 15 – identifikasiya olunmamışdır
(ω indeksi sonuncu karbon zəncirini ifadə edir); 16 – C_{18:3ω6};
17 – C_{18:3ω3}; 18 – C_{18:4ω3}; 19 – C_{20:1ω9}; 20 – C_{20:2ω6}; 21 – C_{20:4ω6};
22 – C_{20:4ω3}; 23 – C_{22:1ω11}; 24 – C_{20:5ω3}; 25 – C_{22:2ω9}; 26 – C_{22:3ω6};
27 – C_{22:5ω3}; 28 – C_{22:6ω3};*

İkialovlu AİD detektoru quraşdırılan “Şimadzu” markalı bu növ xromatoqrafda xromatoqramın alınma şəraiti aşağıda göstərilən kimi olmuşdur: uzunluğu 4,5 m, daxili diametri 3,0 mm olan, paslanmayan poladdan hazırlanmış kolonka (iki kolonkalı sistem) W xromosorbunda (60-80 meş) 1,4 – butan-diolsuksinatla 8,0% doldurulmuşdur; kolonkanın temperaturu 195^0 S; qazdaşıyıcının (azot) sürəti 52 ml/dəqiqə; girişdəki təzyiq 1, 95 kqsm²; analizin davametmə müddəti 45 dəq.

Vəsfı aşkarlama zamanı tərkibi indiyədək hərtərəfli öyrənilmiş (çoxqat doymamış turşuların təmiz preparatlarını əldə etmək xeyli çətinidir) treska balığının qaraciyərinin piyində mövcud olan yağ turşularının metil efirlərinin qatışığını tətbiq etmək, tutulma müddəti loqarifminin turşu zəncirindəki karbon atomlarının sayından qrafiki asılılığından istifadə etmək, eləcə də qatışığı gümüşlə işlənmiş nazik silikahel təbəqəsində doymamazlıq dərəcəsinə görə qabaqcadan fraksiyalara ayırmaq lazımdır.

Kiçikmolekullu uçucu turşuların miqdarına görə fərqlənən *süd yağının* analizi zamanı metilləşdirməni *diazometanın* köməyi ilə həyata keçirmək, yaxud turşuların daha az uçucu etil və ya butil efirlərini hazırlamaq məsləhət görülür.

Süd yağının yağ turşuları qarışığı böyük qaynama temperaturu diapazonuna malik olduğundan, onların ayrılmasını temperaturun avtomatik proqramlaşdırılması şəraitlərində və ya kapillyar kolonkalarda həyata keçirmək lazımdır. Xüsusi avadanlıqlar olmadıqda, kolonkaların işini müxtəlif temperaturda istifadə etmək olar. Belə ki, kərə yağının yağ turşularının metil efirlərinin kafi dərəcədə ayrılmasını 2 rejimdə “Svet – 3 – 66” xromatoqrafında əldə etmək olar. Rejimlərdən biri 50^0 C və qazdaşıyıcının (azot) 60 ml/dəq sürətində (C₄-C₈ turşularının ayrılması üçün) olmaqla, ikincisi isə 200^0 C və azotun 120 ml/dəq. sürətində (C₈ – C₁₈ turşularını ayırmaq üçün) olmaqla, uzunluğu 1 m və daxili diametri 4 mm-ə bərabər kolonkada polyar və qeyri-polyar hərəkətsiz maye fazalarda (W xromosorbunda

60-80 meş dənəciklərlə 20% apiezon-L və W xromosorbunda 10% 1,4 – butandiolsuksinat) ayırma prosesini həyata keçirir.

Yağ turşularının metil efirlərinin fraksiyalarda (məsələn, nazik təbəqəli xromatoqrafiya vakuum distilyasiya metodları), hər fraksiyanı onun üçün optimal olan temperaturda, sonradan analizi ilə qabaqcadan qovulması zamanı aparılan analizin nəticələri yaxşılaşır.

3.2.9. Uçucu yağ turşularının təyini

Uçucu yağ turşuları qida məhsullarının dad keyfiyyətinə təsir göstərir. Bu birləşmələr bitki və heyvani mənşəli əksər qida məhsullarının tərkibində ya sərbəst halda, yaxud da efir şəklində mövcud olur. Uçucu yağ turşuları doymuş və doymamış, düz və şaxələnmiş zəncirə, karbon atomlarının cüt və tək sayına malik ola bilər.

Uçucu turşuları ayırmaq və onları keyfiyyətə (vəsfə) analiz etmək üçün qaz-maye xromatoqrafiyası daha məqsəddə uyğun üsul hesab olunur. Bu üsul, hətta pikləri bir-birini hiss olunacaq dərəcədə örtməyən kapron və izokapron turşuları kimi yaxın izomerləri belə analiz etməyə imkan verir. Uçucu turşuların *Xarper* tərəfindən təklif olunan və uzun müddət müvəffəqiyyətlə istifadə edilən kolonkalı paylaşıldırıcı xromatoqrafiya ilə silikoheldə, ayrılması metodu kolonkanın xeyli vaxt ərzində və diqqətlə hazırlanmasını nəzərdə tutur. Bu metodla qarışqa turşusunu aşkar etmək mümkün olmur. Uçucu yağ turşularının daha yaxşı ayrılması qaz xromatoqrafiyasında kolonkanın temperaturunun proqramlaşdırılmış yüksəldilməsi zamanı əldə olunur.

Kiçikmolekullu turşuları həm onların efirləri və həm də sərbəst turşular şəklində xromatoqrafiya etmək olar.

Molekulların daşıyıcı tərəfindən adsorbsiyası ilə əlaqədar olaraq çıxan piklərin asimmetrik alınmasından qaçmaq üçün daşıyıcı turşu ilə işlənir. Eterləşməmiş turşuların bölünməsi

xromatoqramda qarışqa turşusunun pikini almağa imkan vermir, belə ki, alovlu-ionlaşdırıcı detektorun bu turşuya qarşı həssaslığı olmur.

Sınaq nümunəsinin bilavasitə xromatoqrafa giriş yerində alınan etil efirləri şəklində reaksiya variantında qaz xromatoqrafiyası ilə ayrılması üsulu kifayət qədər böyük maraq doğurur. Bu üsul o üstünlüyə malikdir ki, uçucu turşuların duzları və etilensulfatkalium arasında baş verən ani reaksiya nəticəsində əmələ gələn etil efirləri, kolonkaya hər hansı bir itki baş vermədən daxil olur.

3.2.9.1. Pendirdə və kərə yağında uçucu yağ turşularının təyini

Bu üsul məhsuldan uçucu yağ turşularının distillə yolu ilə ayrılmasına, onların konsentrasiyasına, metil efirlərinə keçirilməsinə (eterləşdirməni oleumun iştirakı ilə 2 saat ərzində termostatda 38-40⁰C-də aparılır) və qaz xromatoqrafiyası ilə ayrılmasına əsaslanır.

Ayrılma şəraiti aşağıdakı kimidir: paslanmayan poladdan hazırlanmış 1,2 m uzunluğa və 6,0 mm diametrə malik kolonka 0,20 – 0,315 mm ölçülü Risorb BLK daşıyıcısında 10% polietilenqlikoladipinatla (PEQA) doldurulur, kolonkanın temperaturu 110⁰C, buxarlandırıcının temperaturu isə 130⁰C təşkil edir, detektorun markası AİD, qazdaşıyıcının (azot) sürəti 20 ml/dəq., özüyazan qurğunun lentinin hərəkət sürəti 5 mm /dəq. təşkil edir.

Yağ turşularının metil efirlərini ayırmaq üçün tibbi şpris vasitəsilə 0,8 – 1,0 ml miqdarında qaz fazası götürülür, lazımi həcm dəqiq müəyyənləşdirir və şprisin iynəsindən kolonkaya daxil edilir.

Yağ turşularının metil efirlərinin pikləri aşağıdakı ardıcılıqla düzülür: qarışqa turşusu, sirkə turşusu, propion turşusu, yağ turşusu, izovalerian turşusu, kapron turşusu. Uçucu yağ

turşularının miqdarı turşuların standart məhlullarının piklərinin və tədqiq olunan məhsulun turşuları piklərinə olan nisbətinə görə hesablanır.

3.2.9.2. Ətin uçucu yağ turşularının təyini

Bu metod uçucu turşuların ətin tərkibindən etanol və ya aseton kimi üzvi həlledicilərlə ekstraksiyasına və sonradan İRA – 400 markalı ion-mübadilə qatranında (amberlit) hidroksil (OH) formada kənarlaşdırılmasına, eləcə də sərbəst halda qaz xromatoqrafiyası yolu ilə ayrılmasına əsaslanır.

Turşuların kənarlaşdırılması. Tədqiq olunan ət partiyasının müəyyən miqdarda çəki nümunəsini ətçəkən maşında iki dəfə xırdalayır, 1:2 nisbətində götürülmüş 70%-li etil spirti ilə bir saat ərzində, sonra isə 1:1 nisbətində götürülmüş asetonla 30 dəq. ərzində çalxalayıcı maşında ekstraksiya edilir. Hər iki ekstrakt adi filtrdən süzülür və OH formada İRA – 400 markalı ion-mübadilə qatranı ilə doldurulmuş kolonkadan (islədilmiş hər 100 qr nəm anionitə 500 ml ekstrakt hesabı ilə) buraxılır. Turşuların anionitdən yuyulması (elyure olunması) 10%-li qələvi məhlulu ilə həyata keçirilir. Alınan elyuatı 10 ml həcmədək qatılaşdırılır, qatı xlorid turşusu ilə pH 2 həddinədək neytrallaşdırır və turşuları xlorlu etilə və benzolla çıxarılır. Xlorlu etili 20°C istilikdə kənarlaşdırıldıqdan sonra sınaq nümunəsi qaz xromatoqrafiyası üçün istifadə edilir.

Xromatoqrafiyalama. Sərbəst şəkildə çıxarılmış yağ turşuları modifikasiyaedilmiş daşıyıcıya malik kolonkada qaz xromatoqrafiyası yolu ilə ayırmaya məruz qoyulur. Analiz şəraiti aşağıdakı kimi olur: sulfat turşusu ilə işlənmiş selit – 545-də (60 – 80 meş) 15 %etilen – qlikoluzoftalatla doldurulan diametri 3 mm və uzunluğu 1,3 m olan kolonka; qazdaşıyıcının (hidrogen) sürəti 2 litr/saat, kolonkanın temperaturu 135°C, buxarlandırıcı kameranın temperaturu isə 250°C.

Uçucu yağ turşuları, turşuların standart qatışıqlarının köməyi ilə tutulma müddətinə və piklərin basılmasına (sıxılmasına) görə identifikasiya edilir (aşkarlanılır). Turşuları miqdarca təyin etmək üçün izovalerian turşusundan standart kimi istifadə olunur. Donuz ətinin əzələ toxumasında sirkə, propion, yağ, valerian, izokapron, kapron və heptan turşuları aşkar olunmuş və miqdarca təyin edilmişdir.

3.2.9.3. Reaksiyalı xromatoqrafiya üsulu ilə kolbasa məmulatlarında uçucu yağ turşularının təyini

Bu təyinat üsulu uçucu yağ turşularının məhsuldan çıxarılmasına və etil efirləri şəklində reaksiyalı variantda qaz xromatoqrafiyası yolu ilə ayrılmasına əsaslanır.

Kolbasa məmulatlarından uçucu yağ turşuları 0,1 N. Kalium hidroksid (KOH) məhlulu ilə xüsusi tutucularda tutulmaqla vakuum aparatlarda çıxarılır. Turşuların alınan kalium duzları eksikatora, fosfor 5 – oksid üzərində qurudulur və sonra bərabər miqdarda kalium etilensulfatla ovxalayaraq qarışdırılır. Alınan duzlar qatışığını bir sonluğu lehimlənmiş (molibdenli şüşədən hazırlanmış, daxili diametri 1,5 mm, uzunluğu 100 mm, divarının qalınlığı 0,25 mm) şüşə kapillyarın daxilinə yerləşdirilir ki, sonra da bunu rezin nippelin köməyi ilə iynəyə birləşdirib və xromatoqrafa daxil edilir (yeridirilir). Kapillyar 10 dəq. ərzində spirt lampasının alovunda qızdırılır. Bu zaman ani olaraq eterləşmə reaksiyası baş verir və əmələ gələn etil efirləri itkisiz olaraq kolonkaya daxil olur. Onların ayrılması üçün selit C – 22-də (80 – 100 meş) ftal turşusunun dinonil efiri (18%) və selit 545-də polietilenqlikolsuksinat (PEQS, 80-100 meş), eləcə də selit 545-də 25% etilenqlikoladipat, 2,0 % fosfat turşusu və 3,0 % bor turşusu daha uyğun gələn maye fazadır.

3.2.10. Pestisidlərin təyini

Zəhərli kimyəvi birləşmələrin analiz edilməsində qaz-maye xromatoqrafiyası (QMX) geniş yer tutmuşdur. Bu metodla, demək olar ki, bütün pestisidləri ayırmaq mümkündür, yüksək həssaslığa və seçiciliyə malik detektorların tətbiq edilməsi isə preparatın, hətta milyonda bir hissəsini təyin etməyə imkan verir.

Zəhərli kimyəvi birləşmələr sınaq nümunəsindən üzvi həlledicilərlə (benzol, heksan, xloroform, efirlər və s.) və ya onların qarışıqları ilə, təsadüfi hallarda su ilə çıxarılır, belə ki, pestisidlərin əksəriyyəti suda pis həll olur. Ekstraksiya zamanı, demək olar ki, həmişə pestisidlərlə yanaşı təyinat dəqiqliyinə əngəl olan pıqmentlər, yağlar və digər maddələr də ekstraksiya olunur, buna görə də, ekstraktı kolonkalı və nazik təbəqəli xromatoqrafiya metodları ilə, digər həlledicidə paylaşdırmaqla, susuzlaşdırılmış sulfat turşusu ilə qarışdırmaqla və digər üsullarla bu maddələrdən təmizləyirlər.

Təmizlənmiş ekstrakt qaz xromatoqrafiyası üsulu ilə ayrılmağa məruz qoyulur. Qida məhsullarından pestisidlərin ayrılması zamanı əmək sərfini minimuma endirmək məqsədilə, yeni selektiv detektorların yaradılması üzrə bir çox elmi-tədqiqat işləri aparılır.

Zəhərli kimyəvi birləşmə qalıqlarının analizi zamanı 10^{-6} - 10^{-9} q həssaslıqla üstünlük təşkil edən ionlaşdırıcı detektorlar, eləcə də elektronları tutan detektorlar istifadə edilir. Hərəkətsiz maye faza (HMF) qismində silikon yağlara, apiezon sürtgü yağları, silikon, modifikasiya edilmiş fluor tərkibli və nitril qruplarına malik silikon polimerlər çıxış edir.

Daha etibarlı aşkarlanma üçün müxtəlif polyarlığa malik fazalarda yenidən ayırma aparmaq, müxtəlif detektirləşdirmə üsullarını tətbiq etmək lazımdır. Bu zaman nəzərə almaq lazımdır ki, elektronları tutan detektor halloidlərə malik birləşmələrə reaksiya verir və fosfora malik birləşmələrə həssasdır.

Kolonkadan çıxan komponentləri lüminessensiya metodu ilə təyin etmək olar. Xlorlu üzvi birləşmələrdən olan pestisidlər üçün müqayisələndirici qismində aldrinin və ya heksanxlorun γ -izomerinin tutulma müddətini, kükürdə malik birləşmələr üçün – sulfonun, fosforlu üzvi birləşmələrdən olan pestisidlər üçün isə – parationun tutulma müddəti istifadə edilir.

Pestisidləri miqdarca təyin edən zaman daha tez-tez mütləq kalibrləmə metodunu və ya daxili standart metodunu tətbiq edilir.

3.2.10.1. Tərəvəzlərdə, meyvələrdə, süddə və onun emal məhsullarında xlorlu zəhərli üzvi kimyəvi birləşmələrin təyini

Bu üsul preparatların (aldrin, heksaxlor, heptaxlor, DDT, DDD, DDE və d.) üzvi həlledicilərlə ekstraksiya yolu ilə çıxarılmasına, sonradan alüminium oksidli kolonkada təmizlənməklə iki qarışmayan maye arasında paylanmaq yolu ilə ekstraktların təmizlənməsinə və elektronları tutan detektorla xromatografda ayrılmasına əsaslanır.

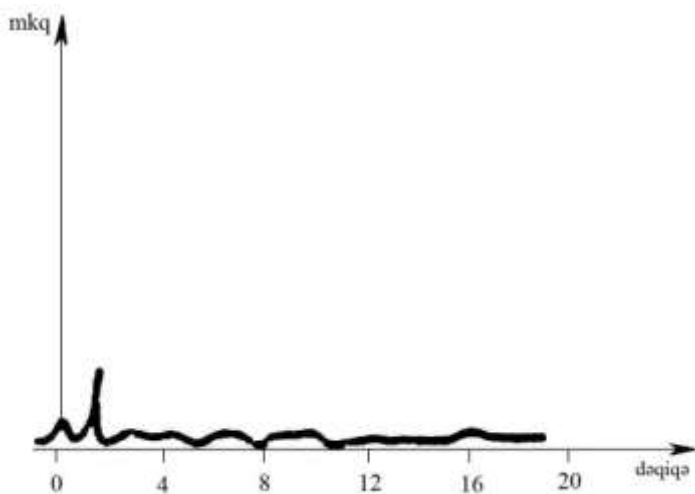
Preparatların ekstraksiyası və ekstraktların təmizlənməsi. 25 q miqdarında xırdalanmış almanı 100-150 ml kükürd efirində 15 dəq. ərzində çalxalamaqla ekstraksiya edilir. Ekstrakt quruyanaqədək buxarlanılır, üzərinə 5^0-10^0C temperaturda soyudulmuş 4:1 nisbətində aseton su qarışığı əlavə edir və məhlul tez filtrlənir. Filtrata 24 ml heksan əlavə edilir, su təbəqəsi kənarlaşdırılır, heksanlı təbəqə isə susuz natrium sulfat üzərində qurudulur, buxarlandırmanı 1-2 ml həcmədək davam etdirir və susuz alüminium oksidli və ya II aktivlik dərəcəsinə malik kolonkaya (sorbent qatının hündürlüyü 7-8 sm, üzərinə isə 3-4 sm qalınlıqda susuz natrium sulfat tökülür). Zəhərli kimyəvi birləşmələri kolonkadan, 10 ml efir və 90 ml n – heksandan ibarət olan, qarışıqla, elyurə edir (yuyur) saniyədə 3-4 damcı sürətli qarışıqla elyurə edirlər. Elyuat kiçik

həcmədək buxarlandırır və tam olaraq ölçülü sınaq şüşəsinə keçirilir. Qaz xromatoqrafiya analizi üçün bu məhlulun 2 – 4 mkl-dən istifadə edilir.

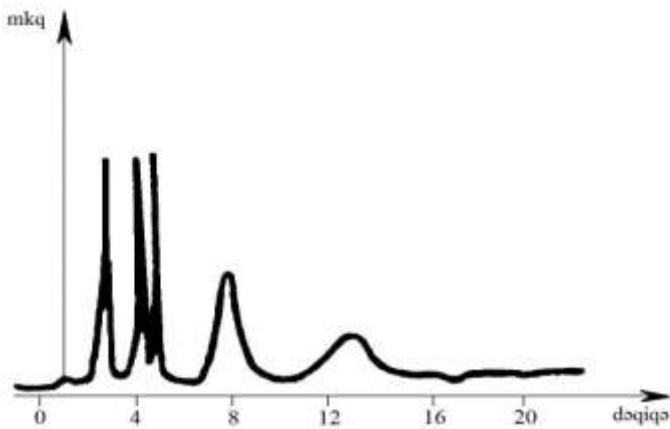
40 ml südə 80 ml aseton, 80 ml n – heksan əlavə edilir və konusvari kolbada 3 dəq. ərzində çalxalayır. Qarışığı sentrifuqa stəkanına köçürülür, kolbanı 10 ml heksan və 5 ml su qarışığı ilə yaxalayır və 2500 dövr/dəq. çevrəvi sürətlə 3 dəq. ərzində sentrifüqalanır. Heksan qatını ayırır, 8 – 10 q susuz natrium sulfatla qurudulur, başqa kolbaya köçürür və 5 – 10 ml həcmədək buxarlandırılır. Bu məhlul olduğu kimi bölücü kolbaya köçürülür, 15–30 ml heksanla doydurulmuş (1:2 nisbətində) dimetilformamid və ya asetonitril əlavə edir, bir dəqiqə ərzində çalxalanılır. Bundan sonra qarışmayan fazalar ayırmaq üçün sakit saxlanır, dimetilformamidli və asetonitrilli təbəqə digər bölücü kolbaya keçirilir ki, bu kolbada da dimetilformamiddə məhlul üçün 350 – 400 ml natrium sulfat məhlulu və 50 ml heksan və ya asetonitrildə məhlul üçün 350-400 ml doymuş natrium xlorid məhlulu və 50 ml heksan mövcud olur. Qıfı 3 – 4 dəfə o baş – bu başa çevrilir və təbəqələr ayrıldıqdan sonra heksana malik qat kənarlaşdırılır, suya malik qatı isə yenə də 50 ml heksanla ekstraksiya edilir. Heksana malik fraksiyalar birləşdirilir, 100 ml distillə olunmuş su ilə yuyulur, 2 – 3 ml həcmədək buxarlandırılır. Bu məhlul alüminium oksidli kolonkada təmizlənməyə məruz qoyur və sonra isə yuxarıda almadan alınan sınaq nümunəsi üçün yazıldığı kimi hərəkət edilir.

Xromatoqraflaşdırma. Ayırma şəraiti aşağıdakı kimi olmalıdır: 1,5 m-dən 2 metrədək uzunluğa və 3 mm-dən 6,0 mm-dək diametrə malik polad və ya şüşədən hazırlanmış kolonka W xromosorbunda 60-80 meş ölçülü (xlorid turşusu ilə işlənmiş) 10% SE – 301-lə (və ya SE – 30 və ya DC – 200 və ya DC – 11) doldurulmuşdur; kolonkanın temperaturu 220⁰C; qazdaşıyıcının (azot) sürəti 120 ml/dəq; gərginlik və həssaslığı

elə müəyyənləşdirilir ki, detektorun daxilində cərəyanın gücü $1,6 \cdot 10^{-10}$ A olsun.



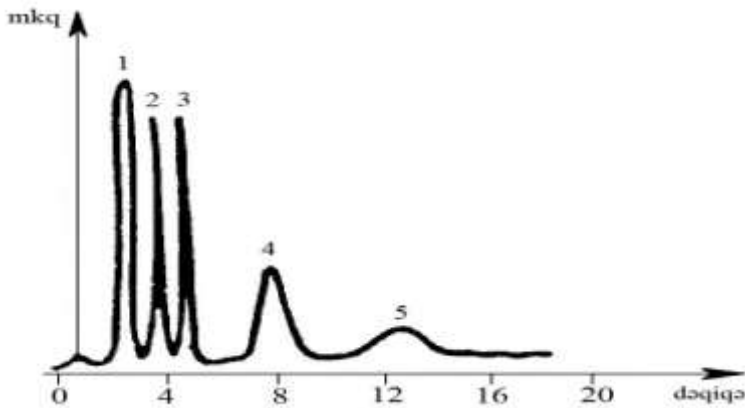
Şəkil 15. Kontrol süd nümunəsinin xromatoqramı



Şəkil 16. Verilən müəyyən miqdarda zəhərli kimyəvi birləşmələrə malik süd nümunəsinin xromatoqramı

15-ci şəkildə kontrol süd nümunəsinin xromatoqramı, 16-cı şəkildə müəyyən miqdarda zəhərli kimyəvi birləşmələrə malik süd nümunəsinin xromatoqramı, 17-ci şəkildə isə məlum miqdarda zəhərli kimyəvi birləşmələrə malik standart məhlulun xromatoqramı əks olunmuşdur.

Miqdari analiz üçün (2 – 5 mkl) 0,01 – 0,025 mkq zəhərli kimyəvi birləşməyə malik olan müəyyən miqdarda (2-5 mkl) standart məhlulu, sınaq nümunəsinin ayrıldığı şəraitdə ayırırlar.



Şəkil 17. 0, 01 mkq lindan (1), 0,01 mkq heptaxlor, 0,1 mkq aldrin (3), 0,01 mkq 4,4 – DDE (4) və 0,01 mkq 4,4' DDT (5) kimi zəhərli kimyəvi birləşmələrə malik standart məhlulun xromatoqramı

Zəhərli kimyəvi birləşmənin məhsuldakı miqdarı (mq/l və ya mq/kq ölçü vahidi ilə) aşağıdakı bərabərliyə əsasən hesablayılır:

$$X = \frac{A \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot V_3} \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot \quad (33)$$

burada: A – standart məhluldakı zəhərli kimyəvi birləşmənin miqdarı, mq;
 S_1 – zəhərli kimyəvi birləşmənin standart məhlulunun pikinin sahəsi, mm^2 ;
 S_2 – sınaq nümunəsi pikinin sahəsi, mm^2 ;
 V_1 – xromatoqrama daxil edilmiş sınaq nümunəsi ekstraktının həcmi, ml;
 V_2 – buxarlandırıldıqdan sonra ekstraktın ümumi həcmi, ml;
 V_3 – analiz olunan sınaq nümunəsinin çəki miqdarı, l və ya kq.

3.2.11. Vitaminlərin təyin edilməsi

Qaz-maye xromatoqrafiyası yağda həllolan vitaminlərin təyin edilməsi üçün qəbul ediləndir. Bəzi ədəbiyyat mənbələrində vitaminlərin trimetilsilil törəmələrinin müvəffəqiyyətlə ayrılması haqqında, eləcə də suda həllolan vitaminlərin aşkar edilmə mümkünlüyü haqqında məlumatlar verilmişdir. Qaz-maye xromatoqrafiyası metodu tokoferolların izomer formalarının (α , β , γ) vəsfi və miqdar tərkibinin təyin edilməsi üçün daha geniş miqyasda istifadə olunur.

3.2.11.1. Bitki yağlarında tokoferolun izomer formalarının təyini

Bu üsul yağın sabunlaşmasına, tokoferolların sabunlaşmayan maddələrdən çıxarılmasına və onların qaz-maye xromatoqrafiyası metodu ilə ayrılmasına əsaslanır.

5 q yağı piroqallolun iştirakı ilə (KOH) kalium qələvisinin 50 ml 10%-li spirt məhlulu ilə 85°C istilikdə 1 saat ərzində sabunlaşdırılır. Sabunlaşmayan fraksiyanı 3 dəfə 45 ml etil efiri ilə ekstraksiya edilir.

Ekstraktı qələvidən su ilə fenolftaleinin iştirakı şəraitində rəngsiz su alınadək yuyulur və susuz natrium sulfat (Na_2SO_4) üzərində qurudulur. Filtrlədikdən sonra həlledici distillə edirlər.

Karotinoidlərdən azad etmək üçün quru qalığı 10 ml benzolda həll edilir, diatomitlə doldurulmuş adsorbsiya kolonkasından keçirilir (diatomitin hündürlüyü 30 sm olmalıdır) və kolonka 15 – 20 ml benzolla yuyulur.

Tokoferolların tamamilə yuyulmasına, filtrat damcısının ortofenantrolin və dəmir xlorid məhlulu ilə boyanmasına görə nəzarət edirlər. Benzolu rotorlu buxarlandırıcıda qovur, qalığı qaynar metanolda həll edir və 24 saat ərzində soyuducuda, mənfi 10^0C temperaturda sterolların donması üçün saxlanılır. Sterolları soyuqda filtrləməklə ayırır, filtratı rotorlu buxarlandırıcıda qatılaşıdırılır.

Tokoferolların tamamilə yuyulmasına, filtrat damcısının ortofenantrolin və dəmir xlorid məhlulu ilə boyanmasına görə nəzarət edilir. Benzol rotorlu buxarlandırıcıda qovur, qalığı qaynar metanolda həll edir və 24 saat ərzində soyuducuda, mənfi 10^0C temperaturda sterolların donması üçün saxlanılır. Sterolları soyuqda filtrləməklə ayrılır, filtratı rotorlu buxarlandırıcıda qatılaşıdırılır.

Tokoferollar ionlaşdırıcı detektora stronsium – 90 malik arqonlu xromatoqrafda, 1,2 m uzunluğa, 10% 120 meş dənə-cikli selit – 545-də SE – 30 (və ya QF – 1) silikonlu elastto-merli hərəkətsiz fazaya malik kolonkada ayrılır.

Kolonkanın temperaturu 240^0C , qaz sərfi isə 60 ml/dəq. təşkil edir. İdentifikasiya (aşkarlama) sınaq nümunəsi piklərinin tutulma müddətlərini “şahid” piklərinin tutulma müddətləri ilə müqayisələndirmək yolu ilə həyata keçirilir ki, adətən “ş a h i d” qismində də sintetik α - tokoferoldan və məlum olduğu kimi yalnız α -, β - və γ - tokoferollara malik coya yağından istifadə edilir. Analizin davamətmə müddəti 20 dəq. təşkil edir.

3.2.12. Triqliseridlərin, aminturşuların və karbohidratların təyini

Uçucu olmayan maddələr üçün normal şəraitlərdə xüsusi törəmələrin əmələ gəlməsi, onları qaz-maye xromatoqrafiyası (QMX) üsulu ilə analiz etməyə imkan verir ki, bu imkan hesabına da adı çəkilən üsulun tətbiq oblastı xeyli genişlənir. Qaz-maye xromatoqrafiyası üsulu ilə analiz olunan maddələr çevrəsinə vitaminlər, triqliseridlər, Krebs turşuları, aminturşular, karbohidratlar və bir sıra digər birləşmələr də daxildir. Bu qədər müxtəlif maddələr üçün tələb olunan törəmələrin alınmasındakı nailiyyətlər, XX əsrin 60-cı illərinin sonlarında imidazolun trimetilsilil (TMS) törəmələri, bis-trimetilsililasetamid (BSA), bis-trimetilsililtriflorasetamid (BSTFA) kimi reagentlərin və xromatoqrafik ayrılma şəraitlərində buxarın kifayət qədər böyük təzyiqinə malik birləşmələrin qeyri-polyar törəmələrini almağa imkan verən digərlərinin meydana çıxması ilə əlaqədardır.

Törəmələrdən istifadə etmədən kiçik uçuculuğa malik maddələri ayırmaq üçün, hərəkət edən fazası kritik temperatur və kritik təzyiqdən yüksək temperatur və təzyiqə malik qaz olan metod daha perspektivli hesab olunur. Bir qayda olaraq, 2000 atm təzyiqdə olan əksər qazlar mayeni xatırladır və mayenin xassələrinə, analoji xassələrə malik olur, buna görə də onlardan həlledici kimi istifadə etmək olur.

3.2.12.1. Triqliseridlərin təyini

Qaz-maye xromatoqrafiyası (QMX) qliseridləri asan buxarlanan törəmələrə, məsələn, trimetilsilil (onların pridində eterləşməsi nəticəsində alınan) və ya asetatlara çevirdikdən sonra analiz etməyə imkan verir.

Hərəkətsiz maye faza (HMF) qismində qliseridləri yalnız karbon atomlarının sayına görə ayıran SE – 30 və ya IXR tipli

istiliyə davamlı mayelərdən istifadə edilir. Doymuş yağ turşularının qliseridlərini doymamış yağ turşularının qliseridlərindən ayırmaq üçün gümüş nitratla işlənmiş silikaheldə nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu tətbiq edilir. Qaz-maye xromatoqrafiyası (QMX) nazik təbəqəli xromatoqrafiya (NTX) üsulu ilə birgə tətbiqi daha dəqiq məlumatlar əldə etməyə imkan verir.

3.2.12.2. Aminturşuların təyini

Qaz xromatoqrafiyası üsulunun üstün cəhətləri aminturşuların analizi üçün bu üsulun tətbiq edilməsini şərtləndirir. Aminturşu tərkibini təyin etmək üçün zülalın hidrolizi və aminturşuların uçucu birləşmələrə çevrilməsi vacibdir. Qaz-maye xromatoqrafiyası üsulu ilə onları analiz etmək məqsədilə uçuculuğu artırmaq və kolonkada dönməz adsorbsiyanın qarşısını almaq üçün funksional qrupları kənarlaşdırmaqla və ya müdafiə etməklə, polyarlığı azaltmaq lazımdır. Bundan ötrü kimyəvi üsulların köməyi ilə birləşmələrin törəmələrinin əmələ gəlməsinə çalışmaq lazımdır.

Aminturşular ilə işləyərkən trimetilsililli (NO – TMS – törəmələr), feniltioqidantoinli (FTQ), N-asetilli, n-alkil – N-triflorasetilli efirlər kimi törəmələrdən istifadə edilir.

Daha geniş miqyasda istifadə edilən qida məhsullarının proteinlərində (zülallarında) n-butil – N – triflorasetilli törəmələr şəklində olan 19 adda aminturşusu ayrılmışdır.

Bunun üçün aminturşularını n-butanolla eterləşdirilir. Onların n-butanolda pis həllolması səbəbindən, əvvəlcə mütləq metanolda həll edilir və sonra quru hidrogen xloridin iştirakı ilə eterləşmə həyata keçirilir. Sonra hidrogen xloridli metanolu distillə (qovma) yolu ilə kənarlaşdırılır, aminturşuların metil efirləri isə n – butanolda həll edilir və quru hidrogen xloridin iştirakı ilə pereeterləşmə həyata keçirilir.

Aminturşuların alınan butil efirləri metilen xloridin iştirakı ilə üç xlorlu sirkə turşusu vasitəsilə asetilləşməyə məruz

qoyulur. Bu reaksiya hermetik qapalı borucuqda 150°C 5 dəq. ərzində həyata keçirilir. Belə şəraitlərdə bütün aminturşuları və hətta onların üçüncü funksional qrupları da asetilləşdirilir.

Ayrılan aminturşuların molekulyar çəkirlərinin daipazonu böyük olduğundan, kolonkanın proqramlaşdırılmış qızdırılmasını tətbiq etmək məsləhət görülür. Poliefir fazaların istifadə olunması argininin, histidin, sistinin miqdarca təyin edilməsinə imkan vermir. Aminturşuları təyin etmək üçün iki kolonka tətbiq edilir, onlardan birinin poliefir fazalı (polietilenqlikoladipinat – PEQA), digərinin isə silikonlu (OV – 1, OV – 17) olması məqsədəuyğundur.

3.2.12.3. Karbohidratların təyini

Karbohidratların törəmələrinin qaz xromatoqrafiyası üsulu ilə ayrılması sahəsində aparılan elmi-tədqiqat işlərinin sayı, müqayisə olunacaq dərəcədə azlıq təşkil edir. Lakin bu sahə bir çox tədqiqatçıların fikrincə, izomerlərin sayının çox olması səbəbindən, eləcə də adı çəkilən üsulun yüksək ayrıcılıq qabiliyyətinə malik olması ucbatından son dərəcə cəlbədidir. Qaz-maye xromatoqrafiyası üsulu ilə karbohidratları, adətən yüksək uçuculuğu ilə fərqlənən trimetilsililli (TMS) törəmələr şəklində analiz edilir.

Lakin sililləşdirmə prosesində hər bir karbohidrat üçün bir neçə izomer yarana bilər ki, bu da xromatoqramların miqdarca qiymətləndirilməsini çətinləşdirir. Karbohidratların (şəkərlərin) borhidridlə reduksiya olunması yolu ilə poliollara çevrilməsi imkanları müəyyənəşdirilmişdir. Lakin şəkərlərin borhidridlə reduksiya olunması qeyri-stereospesifikdir, buna görə, xromatoqramların oxunmasını çətinləşdirən məhsulların əmələ gəlməsi mümkündür.

Bəzi ədəbiyyat mənbələrində göstərilir ki, asetatların aldonitrilləri şəklində şəkərlərin qaz-maye xromatoqrafiyasına məruz qoyulması daha dəqiq təyinat üsulu hesab edilir. Hər bir

şəkər növü üçün monosaxaridlər qarışığının analizi zamanı bir pik şəklində görüntü aşkar edilir.

Bu üsuldən istifadə etməklə üzüm horrasında və şərabdə L-arabinoza, D-qalaktoza, D-mannoza, D-qlükoza, D-ksiloza, D-ramnoza “Xrom – 4” markalı xromatoqrafda ayrılma şəraiti aşağıdakı kimidir: 2 m uzunluğa və 3,5 mm diametrə malik kolonka 5% silikonlu N-AW-HMPS xromatonu ilə doldurulmuşdur; detektor AİD; kolonkanın 180⁰C-dən 225⁰C-dək proqramlaşdırılmış qızdırılması; qazdaşıyıcının (helium) sürəti 50 ml/dəq.

3.2.13. Qida məhsullarının aromatının (ətrinin) analizi

Aromatik maddələr kimi tanınan üzvi birləşmələrin çoxkomponentli qatışıqlarının tədqiqi mürəkkəb və kompleksli bir məsələdir.

Müasir dövrdə, vahid “ətir” nəzəriyyəsi praktiki olaraq mövcud deyil. Bu tapşırıqın çətinliyi, natural məhsulların spesifik ətirli üstünlük təşkil edən əksər maddələrinin həddən kiçik konsentrasiyalarda mövcudluğu nəzərə alınsa, daha çox aydın olar (belə ki, bu maddələr 0,01% - 0,0001% civarında mövcud olur).

Qida məhsullarının aromasını qaz xromatoqrafiya metodu ilə öyrənərkən, tədqiqatçı qarşısında aşağıdakı tapşırıqlar durur:

1. Aromatik kompleksdə maddələrin böyük miqdarı üzvi birləşmələrin ən müxtəlif siniflərinə, məsələn, turşulara, spirtlərə, mürəkkəb efirlərə, kükürdə malik birləşmələr (aminlərə), aldehidlərə, ketonlara, epoksidlərə, fenollara, karbohidratlara və d.-nə aid edilir.

Onlardan bəziləri bioloji proseslərin təbii məhsullarıdır, digərləri isə məhsulun texnoloji emalı zamanı əmələ gəlir. Bu

zaman, ətrin formalaşmasında heç də bütün komponentlər əsaslı rol oynamır.

2. Eyni sinifdən olan birləşmələrin daxilindəki maddələr böyük müxtəlifliyi (10^{-6} q) həddə konsistensiyalarında mövcud olur.

3. Aromatik kompleks maddələrinin geniş qaynama temperaturu diapazonu qazlardan başlayır və $280 - 300^{\circ}\text{C}$ qaynama temperaturu birləşmələrdə qurtarır.

4. Mövcud analiz metodu zamanı ətir komponentlərinin miqdar tərkibi haqqında yekun məlumatların alınması qeyri-mümkün olur.

Ətrin təbiətinin tədqiq olunmasının təbii başlanğıcı, təbii maddələrin uçucu komponentlərinin identifikasiyası hesab olunur. Ətir komponentlərini identifikasiya etmək üçün kütlə spektroskopiyası, infraqırmızı spektroskopiya kimi müxtəlif xromatoqrafiya növləri tətbiq edilir.

Qaz-mayə xromatoqrafiyası müxtəlif mürəkkəb qarışıqları sadə birləşmələrə ayırmağa və eyni zamanda, onların identifikasiyası üçün məlumatlar almağa imkan verir. 0,01 Y alovlu-ionlaşdırıcı detektorlu qazoxromatoqrafik metodun həssaslığı və bu zaman dəqiq spektrin alınması üçün, infraqırmızı (İQ) spektroskopiyada 1 mq-dan çox maddə, digər spektroskopiya üsullarında isə (məsələn, YMR – spektroskopiyada) 10 mq-dan çox maddə tələb olunur. Xüsusi toplayıcının tətbiqi, tədqiq edilən komponentin çəki miqdarını 1 mq-dək azaltmağa imkan verir, lakin hətta belə miqdarda fərdi maddənin alınması, xeyli çətinlik törədir.

Qazoxromatoqrafik metod həssaslığının insanın iybilmə orqanının (burun) imkanları ilə müqayisəsi göstərir ki, bəzi birləşmələr, məsələn, merkaptanlar üçün süni detektor müqayisəyə dözmür (cədvəl 8).

Cədvəldən göründüyü kimi, insan burnunun həssaslığı ilə xromatoqraf detektorunun həssaslığı arasında müəyyən əlaqə mövcud deyildir. Bəzi hallarda burun daha həssas olur (mer-

kaptan, vanilin), digərlərində isə - xromatoqraf detektoru. Bu, qida məhsulları aromatinin analizi zamanı miqdarca məlumatların alınmasını çətinləşdirən səbəblərdən biridir.

Qaz xromatoqrafiyası metodunun ətirin kimyasında daha geniş miqyasda istifadə edildiyini nəzərə alaraq, onun tətbiq xüsusiyyətlərinə diqqət yetirək.

Cədvəl 8

Alovlu – ionlaşdırıcı detektorla xromatoqrafın və insan burnunun həssaslıq hədləri

Sulu məhlulda maddələr	Qaynama temperaturu, °C	Detektorlaşdırma həddi, p.p.m	
		AİD	burun
n – propanal . .	61	0,0025	0,17
n – butanal . . .	75,7	0,12	0,07
n – heksanal . .	131,0	0,3	0,03
Aseton	56,0	0,3	500,0
Metilmerkaptan .	7,6	0,013	0,002
Metilsalisilat . .	222,0	–	0,1
Vanilin	285,0	–	0,1·10 ⁻⁹

Müasir zamanda, məhsulun ətrinin öyrənilməsi məqsədilə iki əsas istiqamət müəyyənləşdirilmişdir:

- məhsulun keyfiyyətinin dequstasiya qiymətləndirilməsi məqsədilə aromatoqramların alınması;

- aromatin analizi və detektorlanan komponentlərin dəqiq identifikasiyasının keçirilməsi.

Qida məhsullarının aromatinin tədqiqi üçün qapalı boruda yerləşən, xırdalanmış məhsul üzərindəki doymuş buxarın analizi öz əksini tapmışdır. Bu metodun vacib üstünlüyü, sınaq nümunələrinin hazırlanmasının sadəliyi və emalının “yumşaq” şərtləridir, qeyd edək ki, bu şərtlər ətir komponentləri nisbətində hər hansı bir dəyişkənliyi istisna edir.

Metodun mahiyyəti ondadır ki, ya məhsulu qapalı boruda, 25-30⁰C istilikdə 2-3 saat saxlayır, ya da dequstatorların çay məhsulu üçün etdikləri kimi, 90-95⁰C temperaturda “dəmləmə”

prosesini modelləşdirirlər. sonra şprislə 5-10 ml buxar fazasından götürür və xromatoqrafiya edirlər. Aromatoqramlar, hətta hərtərəfli deşifrə olunmadan, tədqiq edilən məhsulların keyfiyyət xarakteristikası üçün tətbiq oluna bilər.

Bu metodun, aromatik kompleksin aşağı temperaturda qaynayan komponentlərinin analizi üçün istifadəsi effektivdir. Belə metod qızardılmış cücələrin saxlanması zamanı oksidləşdirici proseslərin və n-heksanalın çoxalması ilə əlaqədar olan kənar dadın əmələ gəlməsinin öyrənilməsi üçün, həmçinin, qəhvə, kakao, tərəvəzlər və meyvələr, ət konservlərinin saxlanma müddətlərini müəyyənləşdirmək və keyfiyyətini qiymətləndirmək üçün tətbiq edilir.

Yüksək temperaturda qaynayan komponentlərin analizi zamanı, onların ayrılmasının və qatılaşdırılmasının xüsusi metodları vacib əhəmiyyət kəsb edir.

Müasir zamanda qida məhsullarından aromatik komponentlərin çıxarılmasının əsasən üç üsulu sınaqdan çıxarılır.

- xırdalanmış məhsulun sınaq nümunəsinin təsirsiz qazlarla üfürülməsi (qaz ekstraksiyası);
- asanlıqla uçan üzvi həlledicilərlə ekstraksiya;
- eyni zamanda soyudulan tutucu sistemdə komponentlərin tutulması ilə uçucu maddələrin vakuum distilyasiyası.

3.2.13.1. Qaz ekstraksiyası

Bu metod daha tez-tez hava ilə qurudulmuş məhsullardan uçucu maddələri çıxararkən tətbiq olunur. Bunun üçün müxtəlif cihazlar və analiz sxemlərindən istifadə edilir.

Çörək tədqiq edilərkən, 500 q çörək məmulatı xırdalanır və 5000 ml-lik kolbada 60°C-dək qızdırılır. Bir saat keçdikdən sonra 4 saat ərzində 3 l/s sürətlə azot üfürürlər. Qazla tutulan uçucu birləşmələr şaquli soyuducudan (su buxarlarının kondensləşməsi üçün) və kalsium xlorlu borucuqdan, maye

oksigenlə soyudulan, 6 mm daxili diametrli şüşə boru – tutuculara keçilir. Bu aparatda kalsium xlor üzərində adsorbsiya hesabına uçucu maddələrin itkisi baş verə bilər, habelə 100°C-dən yüksək qaynama temperaturu komponentlər praktiki olaraq analizdən çıxarılır, belə ki, onlar şaquli soyuducuda su buxarları ilə birlikdə kondensləşəcəkdir.

Qovurulmuş qəhvənin uçucu komponentlərini quru və ya nəm təsirsiz qaz axınında ayrılır. Bunun üçün 50 q qəhvə tozunu şüşə borucuğa yerləşdirilir, su hamamında 95°C-dək qızdırılır və 2,5 saat ərzində buradan (borucuqdan) 90 ml/dəq sürətlə quru və ya nəm azot qazı buraxılır. Aromatik maddələrlə birlikdə olan qaz axını əvvəlcə buzlu su ilə, sonra isə spirt və quru buz qarışığına salınmış tutucularda soyudulur. Nəmlənmiş qazın tətbiq edilməsi uçucu maddələr çıxımını xeyli artırır. Ayrılmış aromatik maddələr konsentratı yenidən qovurulmuş qəhvənin kəskin ətri ilə üstünlük təşkil edir, otaq temperaturunda bir neçə saat ərzində bu ətir dəyişir, azot mühitində 20°C temperaturda bu ətirli birləşmələr bir həftə ərzində dəyişilməz qalır.

Müəyyən edilmişdir ki, təsirsiz qaz axınında uçucu maddələri qovarkən, maye azotla və ya hava ilə soyudulan U – şəkilli tutucular, maddələrin tam konsentrasiyasını təmir etmir, belə ki, onların bir hissəsi duman şəklində itir. Bununla əlaqədar olaraq, dumanı elektrik sahəsinin təsiri ilə parçalayan və ya uçucu maddələrin toplanması xromatoqrafik tıxacla doldurulmuş və xromatoqrafın analitik kalonkasının bir hissəsi olan qısa kalonkada aparılır. Belə kalonkaların istifadə edilməsi detektə olunan komponentlərin sayını artırmaqla, həm də nümunədə onların konsentrasiyasını yüksəldir.

Aromat komponentlərinin ayrılmasının bu metodu müxtəlif xromatoqraflara artırmalar (əlavə qoşulmalar) hazırlayarkən tətbiq olunmağa daha məqsəduyğundur. Bu metod, əsasən “Svet – 3” xromatoqrafına “qida ətrirlərinin analizi” (QƏA) üsulu ilə işləyərkən tətbiq edilir. Aromatik maddələr

qovularkən nümunənin seçim temperaturu adətən $37^0 - 75^0\text{C}$ civarında, helium axınının sürəti 10 ml/dəq, aromat kompleksi komponentlərinin ayrılması 50 m uzunluqlu kapillyar kalonkalarda aparılır. Bu metodun əsas çatışmazlıqlarından biri uçucu maddələrin ayrılmasının uzun müddət ərzində davam etməsi, aşağı temperaturda qaynayan birləşmələrin aşağı temperaturlu tutucularda duman şəklində mümkün itkiləridir.

3.2.13.2. Üzvi həlledicilərlə ekstraksiya

Xüsusi “**yumşaq**” şəraitlərdə aromatik komponentləri ayırmaq üçün daha tez-tez üzvi həlledicilərdən istifadə edilir. Ekstraksiya üçün tətbiq edilən həllediciyə aşağıdakı vacib tələblər irəli sürülür: kiçik qaynama temperaturu; yüksək təmizlik ehtimalı; həlledicinin ekstraksiya olunan maddələrlə qarşılıqlı kimyəvi təsirinin olmaması.

İndiki dövrdə pentan (qaynama temperaturu – $36,3^0\text{C}$), kükürd efiri (qaynama temperaturu – 34^0C) və xlorlu etil (qaynama temperaturu – 12^0C) daha geniş şəkildə tətbiq edilir. Ekstraktant qismində maye qazdan (CO_2) istifadə etməklə bu üsulun modifikasiyası yüksək təzyiq altında daha uçucu birləşmələrin itkisindən qaçmağa imkan verir. Lakin, ekstraksiya metodunun ümumi çatışmazlıqları ilə yanaşı, bu metod üçün texniki icranın mürəkkəbliyi xarakterikdir.

Ekstraksiya metodunu, daha tez-tez mayeşəkilli qida məhsullarının ətirli birləşmələrinin analizi zamanı tətbiq edirlər. Müxtəlif ətirli birləşmələri bərabər dərəcədə həll edib çıxara bilən universal həlledici olmadığından, öz polyarlıqlarına görə fərqlənən həlledicilər yığımından istifadə edilir. Belə ki, şərabların ətirli maddələrini kükürd efiri, pentan, xlorlu etil, metilenxlorid və sıxılmış karbon turşusu və propan qarışığı ilə həll edib çıxarılır.

Pentanın spirti və suyu çıxartmamaq qabiliyyəti, konyak spirtinin siviş yağlarının ekstraksiya zamanı istifadə

olunmuşdur. Aromat komponentlərini maksimum çıxartmaq üçün 2:1 və ya 1:1 nisbətində kükürd efiri və pentan qarışığından istifadə edilmişdir. Bəzi tədqiqatçılar belə hesab edirlər ki, otaq temperaturunda ekstraksiyanın təsirsiz qaz mühitində keçirilməsi praktiki olaraq efir yağlarının oksidləşməsini tamamilə istisna edir.

Maddələri sulu məhlullarından ekstraksiya edərkən, sudan yüngül olan həlledicilərlə iş üçün xüsusi aparatlardan istifadə olunması məsləhət görülür.

Ekstraksiya metodlarını şərabların, şirələrin və cövhərlərin, ətin, südün, şokoladın aromatik komponentlərini ayırmaq üçün geniş miqyasda istifadə edirlər.

Ekstraksiya metodunun əsas çatışmazlığı, aromatik maddələrlə birlikdə müxtəlif uçucu olmayan komponentlərin (qatranlar, mumlar, pigmentlər, lipidlər və s.) ayrılmasıdır. Bundan başqa, ekstraksiya zamanı bütün qrup komponentləri (xüsusilə sulu məhlullarla işləyərkən) tam ayırmaq olmur. Müəyyən edilmişdir ki, spirtlərin sulu məhlullarının ekstraksiyası zamanı spirtin su və efir arasında paylanma əmsalı aşağıdakı qiymətlərə malik olur: metanol-0,14, etanol-0,26; n-propanol-1,80; n-butanol-7,70; izoamil spirti-19,00. Həllədicilərin belə buxarında metanolun və etanolun miqdarca ekstraksiyası praktiki olaraq mümkün deyil.

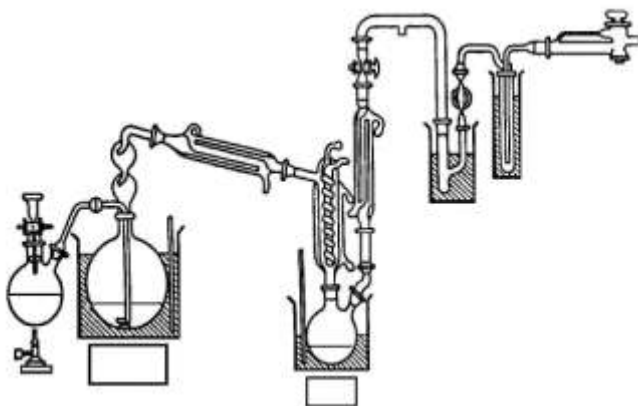
3.2.13.3. Distillə metodu

Aromat komponentlərinin çıxarılmasının distillə metodları iki qrupa ayrılır:

- adi atmosfer təzyiqində və ya təsirsiz qaz atmosferində su buxarları ilə uçucu birləşmələrin distilləsi (qovulması);
- vakuumlu distillə (havasız şəraitdə qovma).

S u b x a r ı i l ə d i s t i l l ə – uçucu maddələrin çıxarılması üsullarından daha sadəsidir. Bu üsulla 300⁰C-dək

qaynama temperaturuna malik komponentləri çıxartmaq (ayırmaq) mümkün olur (şəkil 18).



Şəkil 18. Kiçik təzyiq altında su buxarları ilə distillə etmək (qovma) və eyni zamanda distilyatı qatılaşıdırmaq üçün istifadə edilən aparat

Amma, distilyatın alınma sadəliyi, bu metodun dəyərinin xeyli dərəcədə aşağı salan bir sıra amillərlə çətinləşərək, daha da mürəkkəbləşir. Yüksək temperaturun uzunmüddətli təsiri zamanı xeyli miqdarda uçucu komponentlərin uçucu olmayan əcdadlarından ikinci dəfə yaranması mümkündür. Bu hal balın, çayın və digər bəzi qida məhsullarının tədqiqi zamanı təsdiqlənir. Çörəyin uçucu maddələrini buxarla distillə edərkən xoşagəlməz iylə üstünlük təşkil edən *i n d o l* maddəsi əmələ gəlir.

Yüksək temperaturun və oksidləşdirici proseslərin aromatik kompleks komponentlərinə mənfi təsirini, qızdırıcı buxarı məhsul qatından püskürtməklə, habelə buxarla distilləni təsirsiz qaz axınında tətbiq edərək xeyli azaltmaq mümkün olur.

Aromatik maddələri analiz edərkən onların analiz olunan məhsuldan tərkibcə dəyişilmədən çıxarılması olduqca vacibdir.

Otaq temperaturunda 10^{-3} mm c/süt. təzyiqində distillə olunan birləşmələr aromatik maddələrə aid olduğundan, qida məhsullarının aromatik maddələrin analizi sahəsində işləyən tədqiqatçılar üçün v a k u u m l u d i s t i l l ə metodu çox böyük diqqət çəkir.

Məhsulun “y u m ş a q” şəraitdə emalı, reagentlərin olmaması və nisbətən sürətli analiz bu metodun üstün cəhəti sayılır. Kiçik temperaturlu tutucular sisteminin və xüsusi tutucuların tətbiq edilməsi, aromatik maddələri praktiki olaraq tamamilə tutmağa imkan verir.

Vakuumlu distillə üsulundan əvvəl məhsul homogenləşdirməyə məruz qalır ki, bu da aromatik maddələrin tam çıxarılmasını artırır. Lakin distillə zamanı uçucu birləşmələrin çoxlu miqdarda su ilə xeyli durulaşdırılması baş verir, bu da onların çıxarılmasını və qatılaşdırılmasını çətinləşdirir. Buna görə də bəzi hallarda hava ilə qurudulmuş və ya təbii məhsulun vakuumlu distilləsi tətbiq edilir.

Bu baxımdan, bananların ətrinin tədqiqi üzrə yerinə yetirilən elmi-tədqiqat işləri xeyli maraq doğurur. Qabığından təmizlənmiş 150 qram banan xammalı, hüceyrələrin mümkün qədər daha çox parçalanması məqsədilə qum əlavə edilərək əzilir. Əzilərək xırdalanmış nümunə bir litr həcmə malik yumrudibli kolbaya yerləşdirir, kolbanı isə tam donanadək quru buzla və etanolla dolu hamamın içərisinə qoyulur. Kolbanın daxilindəki hava azotla çıxarılır, kolbanı kip qapanır və nümunənin temperaturu otaq temperaturunadək yüksəldirlər. Bundan sonra, hüceyrələrin tamamilə parçalanması üçün təkrar dondurma tətbiq edilir. Distillə prosesini 1 mm c/süt-u təzyiqində yerinə yetirilir, uçucu birləşmələri xüsusi tutucularda, soyudulmuş quru buz və spirt (-78°C) qarışığı ilə kondensləşdirilir.

Vakuumlu distillə (qovma) zamanı $20 - 30^{\circ}\text{C}$ temperatur və 4 mm c/süt-u təzyiqində bitki mənşəli məhsullardan çıxarılan aromatik maddələri tamamilə saxlamaq mümkün olur.

Hazırda çoxlu miqdarda soyudulan müxtəlif tutucular, məsələn, -18°C temperaturda duz məhlulu ilə soyudulan tutucular təklif edilir.

Ətirli maddələrin vakuumlu qovma prosesinin müvəffəqiyyətlə aparılma şərti, istifadə edilən aparatda məsələn, karbonil birləşmələri kimi maddələrin parçalanmasına gətirib çıxara bilən metal hissələrin olmamasıdır. Xüsusi olaraq aparılan təcrübələrin birində, soyuducunun çıxış hissəsində müxtəlif materiallardan hazırlanmış 150 sm^2 sahəyə malik metal tor yerləşdirmişdir. Bu zaman müşahidə olunmuşdur ki, karbonil birləşmələrini paslanmayan polad 0-25%, alüminium-3-34%, mis – 9-20%, qalay – 14-34%, dəmir 18-45% parçalayaraq məhv edir.

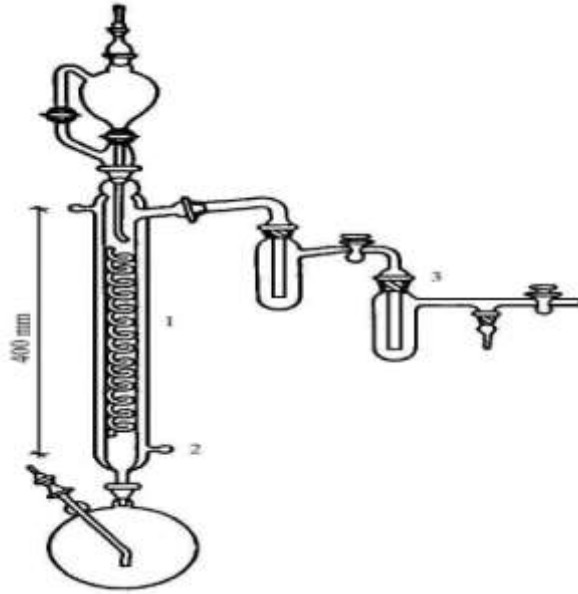
Mənfi 60°C -dək soyudulmuş kiçik temperaturlu tutucuların tətbiq edilməsi, aşağı temperaturda qaynayan komponentlərin itirilməsinin xeyli dərəcədə qarşısını alır. Eyni zamanda -196°C -dək soyudulmuş tutucuların tətbiq edilməsi kiçik temperaturda qaynayan komponentlər dumanının əmələ gəlməsinə gətirib çıxarır. Bu dumanı dağıtmaq üçün ya tutucunun doldurucusu qismində selitdən istifadə edir, ya da temperatur qradiyentli tutucuları tətbiq edilir.

Ağac kömüründə adsorbsiyaetmə metodları istifadə olunarkən maddələr itkisi azalır, lakin bu zaman qatışıqlara malik olmayan adsorbent almaq çox çətin olur. Bu maddələrin buxar fazasında istilik desorbsiyası yolu ilə ayrılmasını miqdarca həyata keçirmək mümkün olmur, üzvi həlledicilərin istifadə olunması isə, tədqiqata məruz qoyulan nümunənin çirklənməsinə gətirib çıxarır.

Uçucu maddələrin çıxarılmasının müxtəlif metodlarının müqayisəli qiymətləndirilməsi göstərdi ki, xromatoqramdakı piklərin maksimum sayı, buxarla distilləetmə və üzvi həlledicilərlə birbaşa ekstraksiya metodları ilə müqayisədə, aktivləşdirilmiş kömürdə adsorbsiya ilə alınmış nümunə üçün xarakterikdir. Lakin adsorbsiya metodunu “yaxşı” hesab etmək

olmaz, çünki bir çox maddələrin əmələ gəlməsi əlavə reaksiyalar nəticəsində baş verə bilər.

Məhsulun ətrini və dadını şərtləndirən aromatik maddələrin praktiki olaraq bütün çıxarılma metodlarının yekun mərhələsi, bu və ya digər üsulla alınan ekstraktın qatılaşdırılmasıdır. Qatılaşdırmanı daha tez-tez distillənin, dondurma və ya adsorbsiyanın köməklili ilə aparılır. Həllədicinin və ya durulaşdırıcının kənarlaşdırılması elə yerinə yetirilir ki, qatılaşdırılmaya məruz qoyulan maddənin həddən artıq qızması baş verməsin (şəkil 19).



Şəkil 19. Yüksək qaynayan həllədicilərin, piylərin və yağların tərkibindən uçucu maddələri çıxarmada istifadə edilən aparat

1 – divara kip dayanmış şüşə spiral; 2 – istilənmiş maye üçün giriş, 3 – havasız şəraitdə distillə seksiyası

Yeni dondurma və zonalı ərimə metodları işlənib hazırlanır ki, bunlar da qatılaşdırmanın daha effektiv üsulları sayılır, belə ki, bu üsulların tətbiqi hesabına itkilərdən, çirklənmələrdən və əlavə reaksiyalar hesabına ikinci məhsulların əmələ gəlməsindən qaçmaq mümkün olur. Buna baxmayaraq, bu növ üsulların istifadə olunması, uyğun qurğuların realizə edilməsi zamanı əmələ gələn texniki çətinliklərlə mürəkkəbləşir.

Distillə metodları kimi təsnifatlaşdırmağı mümkün olmayan qida məhsullarının ətrinin analizi üsullarına, kifayət qədər geniş miqyasda məlum olan qida məhsulunun nümunəsi üzərində buxarın birbaşa analizi üsulları aid edilir. Uçucu komponentlərin tam analizi üsulu ilə müqayisədə bu analiz üsulunun çatışmazlıqları və üstün cəhətləri aşağıda göstərilir.

Məhsullardakı zülalların, yağların və karbohidratların nisbi miqdarı, eləcə də onların nəmliyi və fiziki vəziyyəti, komponentlərin təbiətinə və son identifikasiyaolunan maddələrin miqdarına təsir göstərir.

Mürəkkəb kimyəvi tərkibə malik olan qida məhsulunun ətrinin, uçucu komponentlərin tam analizi üsulu ilə tədqiqi və analizin müəyyən mərhələlərində müxtəlif distillə və ekstraksiya metodlarının tətbiqi zamanı, praktiki olaraq qabaqcadan duyulması, yaxud istisna edilməsi mümkün olmayan ətirli maddələrin tərkibində dəyişkənlik baş verə bilər. Ətirli maddələrin konsentratları çıxarılarkən atərlərin əmələ gəlməsini orqanoleptiki olaraq müəyyənləşdirmək mümkündür. Lakin belə metodun etibarlılığı olduqca kiçikdir.

Bu çətinliklərin dəf edilməsi üsullarından biri, bu və ya digər məhsulun spesifik ətrini təyin edən uçucu komponentlərin təbii nisbət dəyişkənliyini və nümunənin parçalanmasını istisna edən, nümunənin işlənməsinin “yumşaq” şərtlərinin istifadə olunmasıdır. Bununla yanaşı, məhsulun kimyəvi tərkibinin və fiziki vəziyyətinin təsirini yalnız, məhsulun səthi üzərində buxarşəkilli halda mövcud olan uçucu birləşmələrin

birbaşa analizini nəzərdə tutan “ head space” üsulunu istifadə etməklə nəzərə almaq mümkün olur.

Bir sıra qida məhsullarının tədqiq olunması misalında müəyyənləşdirilmişdir ki, buxarın tərkibi məhsulun uçucu maddələrinin tərkibi ilə şərtlənir. Yüksək selektivliyə malik detektordan istifadə olunduqda və xromatoqrafik analizin aparılması üçün yaxşı şəraitlər yaradıldıqda, məhsulda milyonda bir hissədən az konsentrasiyada olan maddələr üçün daha dəqiq nəticələr almaq mümkündür.

Sulu məhsullar üzərində maddə buxarları piklərinin hündürlüyünün, onların məhlullarındakı konsentrasiyasından xətti asılılığının mövcudluğu spirtlər, aldehidlər, ketonlar, efirlər və disulfidlər üçün müəyyənləşdirilmişdir. Çayın asanlıqla uçan komponentləri üçün analoji asılılıq müəyyən edilmişdir ki, bunun da nəticəsində 100 q quru çayın ayrı-ayrı komponentlərinin milligramlarla miqdarını hesablamaq mümkün olmuşdur.

100⁰C-dən kiçik temperaturda kifayət qədər kiçik parsial təzyiqə malik olan, yüksək temperaturda qaynayan komponentlərin analizinin çətinləşməsi bu üsulun çatışmazlıqlarından biri hesab edilir. Eyni zamanda, sınaq nümunəsinin seçilməsi prosesinin və xromatoqraflaşdırılmasının avtomatlaşdırılma mümkünlüyü, yüksək təsəvvür edilmək qabiliyyəti və qida məhsullarının keyfiyyət qiymətləndirilməsi üçün xüsusilə vacib olan, xromatoqrafik analiz nəticələrinin məhsulun dad və aromat keyfiyyətinin dequstasiya qiymətləndirilməsi haqqındakı məlumatlarla uyğun olması, şübhəsiz ki, bu üsulun üstün cəhətlərindən sayılır. Bu halı müasir dövrdə, qida məhsullarının ətrinin əksər digər analiz metodları haqqında söyləmək olmaz.

3.2.13.4. Xromatoqrafik ayrılma

Qida məhsullarının ətrini şərtləndirən daha vacib və daha məsuliyyətli analiz mərhələsi, onların xromatoqrafik ayrılmasıdır. Aromatik kompleksin ayrı-ayrı komponentlərinin iden-

tifikasiyası məsələlərini həll edərkən və ya da ətirin ayrı-ayrı komponentlərinin miqdarca dəyişkənlikləri öyrənilərkən, xromatoqrafik kolonka tipinin və ayrılma prosesi parametrlərinin düzgün seçilməsi məhsul saxlanılıqda əsas şərt hesab edilir. Qarışıqdakı komponentlərin konsentrasiyası bir-birindən 1000 dəfədən də çox fərqlənə bildiyindən, geniş xətti diapazona (10^6) malik detektorlardan istifadə etmək məqsədəuyğundur. Belə detektorlar maddələri izləri miqdarında olduqda belə hiss etməli, kolonkalar isə bu zaman böyük həcmli nümunələri ayırmaq qabiliyyəti ilə üstünlük təşkil etməlidir (praktikada daha tez-tez rast gəlinən mikroqatışıqların və uçucu birləşmələrin izlərinin xromatoqrafiyası).

Qarışıq komponentləri müxtəlif funksional qruplara malik ən müxtəlif polyar birləşmələr şəklində mövcud ola bilər, buna görə də bir kolonkadan istifadə etməklə kifayət qədər ayrılmaya nail olmaq mümkün deyil. Piklərin yayılmasından qaçmaq məqsədilə daha tez-tez müxtəlif polyarlığa malik maye fazalı iki-üç kolonkada analiz aparmaq lazım gəlir.

Belə ki, maye fazanın selektivliyini və onun ayırıcılıq qabiliyyətini əlaqələndirmək cəhdi, əksər hallarda uyğunsuzluqla nəticələnir, tədqiqatçılar optimal ayrılma nəticələrinə şəxsi təcrübələri əsasında kolonkaların seçilməsi ilə nail olurlar.

Kolonka tipini seçərək yadda saxlamaq lazımdır ki, kapillyar kolonkalar maksimum ayırma effektivliyinə malikdirlər.

Yüksək ayırma effektivliyinə malik olmaqla kiçik diametrlili (0,2 mm) kapillyar kolonkalar, yalnız kiçikhəcmli nümunələri (0,005 mq) ayırmağa qabildir. Ayırma prosesi, adətən, kifayət qədər fərdi komponent tələb edən komponentlərin identifikasiyası prosesini qabaqladığından, kolonkanın yüksək ayırma effektivliyini saxlamaqla onun həcmi böyütmək üçün böyük diametrə (0,7 – 1,0 mm) və böyük uzunluğa (bir neçə yüz metrədək) malik kapilyar kolonkalardan istifadə edilir. Bu

hal xromatoqrafa daxil edilən sınaq nümunəsinin miqdarını 1 mq-dək artırmağa imkan verir.

Diametri artırılmış kapilyar kolonkaların çatışmayan cəhəti, ayrılmış maddələrin onlardan çox böyük vaxt ərzində çıxmasıdır. Məsələn, 350 m uzunluqlu kolonkadan sorbsiya olunmayan qazın elyurə olunması üçün, qazdaşıyıcının sürətindən asılı olaraq 30 – 45 dəqiqə tələb olunur. Buna görə də xromatoqramın tam qeyd olunması üçün bir neçə saat zaman tələb olunur.

Daşıyıcı üzərindəki maye fazalı kapilyar kolonkalar, mikronasadkalı kolonkalar və çoxkanallı kapilyar kolonkalar yüksək selektivliyi və kifayət qədər böyük həcmi ilə üstünlük təşkil edir.

Birinci tip kolonkalar xüsusilə effektivdir, belə ki, onlar 0,5 mm diametrlə və 16,5 m uzunluqla fərqlənir, bu növ kolonkalar olduqca kompakt olur ki, bu da temperaturun və qaz daşıyıcının sürətinin tənzimlənməsini asanlaşdırır.

Az miqdarda maye fazaya malik bircins daşıyıcı ilə doldurulmuş 2,5 mm diametrli və 20 m-dək uzunluğa malik borular şəklində təsəvvür yaradan nasadkalı kolonkalar da analogi effektivliyə malikdir.

Nasadkalı kolonkalardan istifadə etməklə yerinə yetirilən analiz prosesi nisbətən kiçik zaman tələb edir, lakin bunun üçün girişdə çox böyük təzyiqin (14 atm-dək) olması lazımdır ki, bu da öz növbəsində nümunənin kolonkaya daxil edilməsi prosesini çətinləşdirir. Onlardakı yüksək sürət bu kolonkaları xromatoqraf – spektrometr sistemlərində istifadə etməyə imkan vermir. Xromatoqrafiya zamanı yüksək effektiv nasadkalı kolonkaların köməyi ilə dəqiq piklər alınır, izi olan qarışıqlara uyğun gələn kiçik piklər asanlıqla detektə olunur və komponentlər, onların sonradan aşkarlanması üçün asanlıqla tutulur.

Yüksək ayırma effektivliyinə malik xromatoqrafiya kolonkasını əldə etməklə əmin olmaq lazımdır ki, əksər qida məhsullarının aromata kompleksini əmələ gətirən üzvi birləş-

mələrin mürəkkəb qarışıqlarını tamamilə ayırmaq mümkündür. Bu məsələni həll edərək, daha tez-tez ya yüksək diametrli nasadkalı kolonkalarda xromatoqrafiyalamanın köməyi ilə fraksiyalarda qabaqcadan ayrılmanı (preparativ variant), ya da kimyəvi fraksiyalandırma metodlarını istifadə edilir (şəkil 20).

Qida məhsullarının ətirli maddələrini analiz edərkən sınaq nümunəsinin real miqdarından çıxış edərək, qabaqcadan ayrılma üçün, adətən 3,5 mm diametrə malik kolonkalardan istifadə edilir. Bu kolonkaları hazırlamaq çox sadədir, uyğun uzunluqda yüksək ayrılma effektivliyini təmin edir və başlıcası –1 mq sınaq nümunəsini ayırmaq üçün kifayət qədər böyük həcmə üstünlük təşkil edir.

Belə ki, kolonkanın ayırıcılıq qabiliyyəti, əsasən hərəkətsiz maye fazanın təbiətindən asılı olur, uyğun gələn maye fazanın düzgün seçilməsi isə vacib moment sayılır.

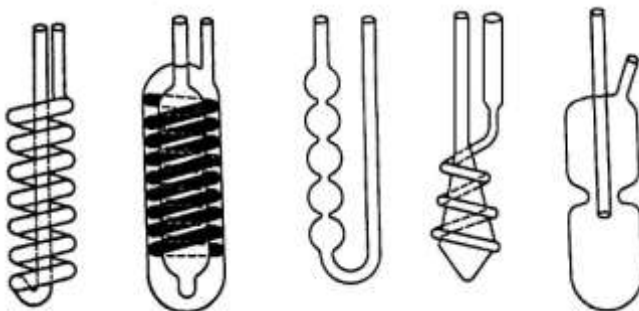
Bəzi qida məhsullarının ətirli maddələrinin tədqiqi nəticələri göstərir ki, oksidipropionitril tipli polyar maye fazalar və müxtəlif karbovaksilər qeyri-polyar apyezona və silikon yağları ilə müqayisədə daha effektiv olurlar. Lakin həmişə mümkün maksimal ayrılma üçün müxtəlif polyarlıqlı fazalara malik kolonkalardan istifadə edilir.

Aromatik maddələrin analizi zamanı kolonkaların temperaturunun proqramlaşdırılmasının tətbiqi bütün temperatur intervalında maye fazanın özlülüynə diqqət yetirmək vacibliyini şərtləndirir. Maye fazada diffuziya əmsalı onun özlülüyündən asılıdır ki, bu da, öz növbəsində, kolonkanın effektivliyini müəyyənləşdirir, buna görə də, daha yaxşı ayrılmanı əldə etmək üçün kiçik özlülüyə malik maye fazalardan istifadə edilməsi məsləhət görülür.

Hərəkətsiz maye fazanın qaynama temperaturu və termiki sabilliyi də xeyli vacib xüsusiyyətlərdən hesab edilir. Bu faza sınaq temperaturunda buxarların minimum təzyiqinə və analiz temperaturundan çox yüksək termiki destruksiya temperaturuna malik olmalıdır; əks halda sonradan onların ayrı-ayrı

fraksiyalarını identifikasiya etmək məqsədilə ayrılmış maddələri toplayan zaman faza buxarları və ya onun destruksiya məhsulları ilə çirkələnəcəkdir.

Yuxarıda qeyd edildiyi kimi, məhsulların aromatinin uçucu komponentlərinin qaynama temperaturunun geniş intervalı, analizin proqramlaşdırılmış temperaturda aparılması vacibliyini doğurur. Temperaturun proqramlaşdırılması ilə həyata keçirilən qaz xromatoqrafiyası nəzəriyyəsi və praktikasına məsələlərindən bəhs edən başa çatdırılmış bir çox elmi tədqiqat işləri mövcuddur, buna görə də xatırlatmaq lazımdır ki, temperaturun 1 – 3 dərəcə/dəq. sürəti ilə proqramlaşdırılması (5 dərəcə/dəq. sürətindən çox olmamaqla) daha yaxşı nəticələr verir.



Şəkil 20. Ayrılmış komponentləri tutub toplamaq üçün qablar

Kifayət qədər geniş intervalda kolonkanın temperaturunu dəyişməklə sınaq nümunəsi komponentlərinin (xüsusilə məhsul üzərindəki buxarları analiz edərkən) qatılaşdırılmasını buxar nümunəsini təkrarən daxil etmək və qatışıqı durulaşdıran havanın kolonkadan çıxmasını gözləməklə aparmaq olar.

Bundan sonra başlanğıcda olduğu kimi kolonkaya kifayət miqdarda maddələr dolur, temperaturun proqramlaşdırılmasına başlanılır, bu zaman komponentlər qarışığı yaxşı ayrılır.

Bəzi növləri 14-cü şəkildə təsvir edilən nasadkalı kolonkaların soyudulan tutucularında ilkin xromatoqrafiyalaşdırmadan sonra ayrı-ayrı fraksiyalarını toplayaraq, daha sonra hər bir ayrı fraksiyanı daha effektiv kolonkalarda təkrar xromatoqrafiyalaşdır-maya məruz qoyulur. Buna oxşar analiz sxemi yaşıl çay yarpaqlarındakı efir yağlarının analizi zamanı tətbiq edilmişdir. Maraqlıdır ki, preparativ ayrılma W (60 – 80 meş) şimaliddə 23,0% Karbovaks – 6000 ilə doldurulmuş 3,0 mm daxili diametrə və 3,0 m uzunluğa malik nasadkalı kolonkada aparılmışdır. Kolonkanın temperaturu 1 dərəcə/dəq. sürəti ilə 70⁰-190⁰C civarında proqramlaşdırılmışdır. Detektor qismində katarometr xidmət göstərir.

Ayrılan fraksiyaların təkrar xromatoqraflaşdırılmasını apararkən divarları SF – 96 markalı silikon yağı ilə örtülən 150 m uzunluq və 0,03 mm daxili diametrə malik kapillyar kolonkalardan istifadə olunmuşdur. Kolonkanın temperaturu preparativ fraksiyalandırmaya analoji rejimdə proqramlaşdırılmışdır. Detektor qismində mass – spektrometrdən istifadə olunur. Komponentlərin aşkarlanması xromatoqramların parametrlərindən, xromatoqrafik təmiz komponentlərin spektrlərindən istifadə olunmaqla həyata keçirilir. Aromatik maddələrin mürəkkəb qarışıqlarının əksər tədqiqat işləri üçün olduğu kimi, yuxarıda şərh edilən analiz üçün də əsasi, turş və neytral fraksiya komponentlərinin kimyəvi fraksiyalandırılmasını aparmaq xarakterikdir ki, nəticədə bu komponentlərin qaz-xromatoqrafiya ayrılması xeyli asanlaşır.

Kifayət qədər müvəffəqiyyətlə istifadə olunan, kombinə edilmiş xromatoqraf – mass spektrometr sisteminin yuxarıda nəzərdən keçirilən misalı belə sistemin qida məhsulları aromatinin analizi zamanı tətbiq olunması imkanlarını müdafiə edir. Verilən halda ilk dəfə olaraq 12 komponenti aşkar etmək və yaşıl çay yarpağının aromasında əvvəllər identifikasiya edilmiş 72 maddənin mövcudluğu haqqında fikir söyləmək imkanı əldə olunur.

Qida məhsullarının uçucu maddələrinin tədqiqi məsələlərinin həllinə, buna bənzər yanaşmanın universallığına baxmayaraq, heç də həmişə belə nəticələr əldə etmək mümkün olmur. Bu, hər şeydən əvvəl, kapillyar xromatoqrafın mass – spektrometrlə kombinə olunmasının müəyyən çatışmazlıqları ilə əlaqədardır.

Bu halda baş verən əsas çatışmazlıqlar aşağıdakılardır:

- kapillyar kolonkanın hazırlanma çətinliyi, hansı ki, sonradan qazoxromatoqrafik parametrlərin qeyri-stabilliyinin yaranmasına səbəb olur;
- durulaşdırılma səbəbindən sınaq nümunəsi maddələrinin mütləq konsentrasiyasının azalması; bu zaman qeyri-müəyyən miqdarda mövcud olan komponentlər analizə məruz qalmır;
- kolonkanın ayırıcılıq qabiliyyətinə olduqca yüksək tələblərin irəli sürülməsi.

Buna baxmayaraq, müasir dövrdə elə bir universal maye faza mövcud deyildir ki, o, praktiki olaraq üzvi maddələrin istənilən qarışığını tam ayırmaq qabiliyyətinə malik olsun. Bu hal, baxmayaraq ki, o, maddələrin quruluşu haqqında yalnız komponentlər tam ayrıldıqda və standart komponentlərin massspektrinə identik olduqda dəqiq informasiya verir.

Bununla əlaqədar olaraq Rusiya Federasiyası Elmlər Akademiyasının Elmi-Tədqiqat Üzvi Birləşmələr İnstitutunda kimyəvi fraksiyalandırma metodları ilə qabaqcadan ayrılmış müxtəlif siniflərə aid edilən üzvi birləşmələr üçün müvəffəqiyyətlə qeyri-standart identifikasiya metodlarının işlənilməsi üzrə bir sıra işlər həyata keçirilmişdir.

Üzvi birləşmələrin ayrı-ayrı siniflərinin, onların dayanıqlı (düzümlü) kimyəvi törəmələrinin köməyi ilə çıxarılması müəyyən üstünlüklərə malikdir: sınaq nümunəsində komponentlərin nisbi konsentrasiyası yüksəlir; xromatoqramda piklərin biri digərini basması imkanı azalır, belə ki, identik funksional qruplara malik birləşmələr analizə məruz qoyulur; digər reaksiya qabiliyyətli birləşmələrlə qarşılıqlı təsir yox edilir.

3.2.13.5. Qoxuların kimyəvi fraksiyalandırılması

Qoxu konsentratını turşularla işləyərkən üzvi əsaslar ayrılır, natrium – karbonat (Na_2CO_3) məhlulu ilə yuyularkən üzvi turşular kənarlaşır, zəif qələvi məhlulu ilə fenollar həll edilərək çıxarılır. Asanlıqla buxarlanan kükürlü birləşmələri müxtəlif uducularla doldurulmuş tutucular sistemindən keçirilməklə ayrılır. Hidrogen sulfidi qurğuşun-asetat məhlulu ilə çıxarılır, merkaptanlar cıvə-sianid məhlulu ilə udulur, mono – və disulfidlər xüsusi (süleymani, zəhər) məhlul vasitəsilə çökdürülür. Karbonil birləşmələri hidrazonlar şəklində Jirar T reaktivi (trimetilasethidrozidammoniumxlorid) və ya 2,4 – dinitrofenilhidrazinixlorid məhlulu ilə ayrılırlar.

Neytral fraksiya spirtlərə və mürəkkəb efirlərə malik olur. Əvvəlcə onun qazoxromatoqrafik analizini həyata keçirir, sonra efirləri hidroliz edilir və ya LiAlH_4 -ün təsiri ilə parçalanır.

Turşuları ayırır, metil efirlərinə çevirir və xromatoqrafiya edilir. Turşuları ayırdıqdan sonra qalmış spirtlər xromatoqrafiya edilir.

Mürəkkəb efirlərin parçalanmasından əvvəl və sonrakı xromatoqramların müqayisəsi, efirlərin tərkibində mövcud olmuş spirtləri aşkar etməyə imkan verir. Onların törəmələrindən uçucu birləşmələrin miqdarı analizini apararkən müəyyən çətinliklər yaranır, lakin uyğun şəraiti seçərək, praktiki olaraq tam regenerasiyanı əldə etmək olar. Aromat komponentlərinin aşkarlanmasını yerinə yetirərkən, hər şeydən əvvəl, yaxşı mənimlənilən qazoxromatoqrafik parametrlərlə işləmək vacibdir.

Xromatoqrafiya zamanı maddənin rəftarını qiymətləndirmək üçün tez-tez nisbi tutulma müddətindən istifadə edilir, bu halda tədqiq olunan maddənin rəftarı analoji şəraitlərdə standart maddənin rəftarı ilə müqayisələndirilir.

Aromatik maddələr – çox geniş temperatur intervalında buxarlanan (qaynayan) komponentlər qarışığı olduğundan

çoxlu miqdarda standartlardan istifadə etmək lazım gəlir ki, bu da adı çəkilən komponentlərin aşkar edilməsi məsələsini olduqca çətinləşdirir.

Bu məqsədlər üçün yaxşı mənimsənilməyə qabiliyyəti olan Kovaç tutulma indekslərinin tətbiqi daha əlverişli olmuşdur. Tutulma indeksləri maddələrin normal karbohidrogenlərin homoloji sırası kimi qəbul edilən vahid şkalada rəftarı ifadə olunur.

Tutulma indeksləri qiymətlərinin tədqiq edilən birləşmələrin strukturundan: məsələn, karbon atomlarının sayı, funksional qrupların miqdarı, qaynama temperaturu aşkar edilən asılılığı standart olmayan aşkarlama (identifikasiya) metodunun əsasını təşkil edir. Belə bir qanunauyğunluğun mövcud olması onların qazoxromatoqrafik parametrlərini proqnozlaşdırmağa və son nəticədə, standart olmadıqda identifikasiya (aşkar) etməyə imkan verir.

Analizin aparılma sxemi aşağıda göstərildiyi kimidir: məhsulun uçucu maddələrinin konsentratı alındıqdan sonra müəyyən sinif birləşmələrin ayrılmasını həyata keçirir. Bu sinif birləşmələrin qazoxromatoqrafik analizi üçün xromatoqramda piklərin üst-üstə düşməsi səbəbindən meydana çıxan xətlərin olmaması məqsədilə müxtəlif polyarlığa malik üç-dörd kalonkadan ibarət olan sistem seçilir. Son aşkarlama (identifikasiya) indekslərin qiyməti və onların karbon atomlarının sayından və qaynama temperaturundan asılılığı hesablandıqdan sonra aparılır.

Son zamanlaradək bərkdaşıyıcılar səthində sorbsiya olunmaq qabiliyyəti səbəbindən aminlərin öyrənilməsi xeyli çətinliklə xarakterizə olunurdu. Buna görə də, belə halların aradan qaldırılması üçün daşıyıcıyı birinci və ikinci aminlər hidrogen rabitəsi əmələ gətirdiyi qələvi ilə işlənir. Görünür ki, tristearinlə, 2,0% KOH-li vazelin yağı ilə tvın-80 və PEQ – 1000-lə dolun dörd kolonka sistemini tətbiq edərkən müxtəlif

aminlər üçün indeks qiymətlərinin karbon atomlarının sayından asılılığını tapmaq olar (cədvəl 9).

n-aldehidlər, metilketonlar və α -doymamış aldehidlərin qarışığı üçün də analoji bərabərliklər tapılmışdır. Bu sinif karbonil birləşmələrin qatışıqlarını identifikasiya etmək (aşkarlamaq) üçün analizi apyezon – M, polietilen qlikoladinat doldurulmuş kolonkalarda 125⁰C-də və β , β' -oksidipropion-nitril doldurulmuş kolonkalarda 50⁰C-də aparmaq lazımdır. Aşkarlama, 9-cu cədvəldə verilən məlumatlardan istifadə olunmaqla həyata keçirilir.

Cədvəl 9

Tutulma indeksi qiymətinin analiz olunan maddənin strukturundan asılılığı

İndeksin n-dən asılılıq bərabərliyi və funksional qrupların təbiəti	Funksional qruplar	δI	İndeksin n-dən asılılıq bərabərliyi və funksional qrupların təbiəti	Funksional qruplar	δI
İlkin aminlər üçün $I_{100}^{PEQ} = 100_n + 586$. .	$-\text{NH}_2$	586	ω – alkenallar üçün $I_{125}^{A_nM} = 100_n - 17 + 188$	$\text{H}_2\text{C}=\text{C}<$ $-\text{C}\begin{smallmatrix} \nearrow \text{O} \\ \searrow \text{H} \end{smallmatrix}$	171
Diaminlər üçün $I_{100}^{PEQ} = 100_n + 2 + 586$			α – alkenallar üçün $I_{125}^{A_nM} = 100_n + 251$	$>\text{C}=\text{C}-\text{C}\begin{smallmatrix} \nearrow \text{O} \\ \searrow \text{H} \end{smallmatrix}$	251
İkinci aminlər üçün $I_{100}^{PEQ} = 100_n + 330$	$>\text{NH}$	330	Metlketon üçün $I_{125}^{A_nM} = 100_n + 171$	$>\text{C}=\text{O}$	171
Qçüncü aminlər üçün $I_{100}^{PEQ} = 85_n + 200$	$>\text{N}-$	200	Merkaptanlar üçün $I_{SO}^{SE} = 103_n + 291$	$-\text{SH}$	291
I alkenlər üçün $I_{125}^{A_nM} = 100_n - 17$	$>\text{C}=\text{C}<$	- 17	Sulfidlər üçün $I_{SO}^{SE} = 97_n + 297$	$-\text{S}-$	297
n – alkenallar üçün $I_{125}^{A_nM} = 100_n - 188$	$-\text{C}\begin{smallmatrix} \nearrow \text{O} \\ \searrow \text{H} \end{smallmatrix}$	188			

Komponentlərin strukturu ilə tutulma indeksləri arasındakı əlaqələr öyrənilərkən, müxtəlif funksional qrupların əlavələrinin additivliyi aşkar edilmişdir. 9-cu cədvəldə əlavələrin qiymətlərinin PEQ – 1000, apyezon – M və SE – 50-də müxtəlif funksional qrup maddələrinin tutulma indekslərinin qiymətlərinə təsiri göstərilir.

Yuxarıda şərh edilən identifikasiya metodları analizin izotermik şəraitlərinə aid edilir, lakin izotermik məlumatların proqramlaşdırılmış temperatur şəraitlərində aşağıdakı formulu istifadə edərək komponentlərin aşkar edilməsi üçün istifadə olunması da mümkündür:

$$I^{\frac{T_0}{\beta}} = I^{T_0} + \frac{\beta \cdot \tau_x}{2} + \frac{\delta I}{\delta T}, \quad \quad (34)$$

burada: $I^{T_0\beta}$ – kolonkanın ilkin T_0 temperaturundan β (dərəcə/dəqiqə) sürəti ilə temperaturun xətti proqramlaşdırılması zamanı tədqiq edilən maddənin indeksi;

I^T – T_0 temperaturunda izotermik indeks;

τ_x – xətti proqramlaşdırma rejimində maddənin çıxma müddəti;

$\frac{\delta I}{\delta T}$ – indeksin 1°C -yə temperatur inkrementi.

İşlənib hazırlanmış identifikasiya üsullarının tətbiqi pendirin uçucu komponentlərinin tərkibində 29 monokarbonil birləşməni aşkar etməyə imkan verir.

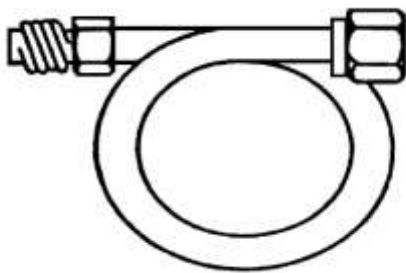
Aromat komponentlərinin baxılan identifikasiya üsulları ilə yanaşı, müasir dövrdə bu komponentlərin aşkarlanması prosesinin aparılmasını xeyli dərəcədə sadələşdirən, kolonkayadək olan çoxsaylı xüsusi reaksiyalar mövcuddur. Qarışan qazdaşıyıcının fasiləsiz axınında sınaq nümunəsi komponentlərini

işləyərkən istifadə edilən qaz xromatoqrafiya üsulları, reaksiyalı qaz xromatoqrafiya sahəsinə aiddir.

Kolonkayadək olan reaksiyaları həm istifadəsi geniş sayda birləşmələr üçün mümkün ola bilən ümumi reaksiyalar kimi və həm də, yalnız bir funksional qrupu təyin etməyə imkan verən spesifik reaksiyalar kimi təsnifatlaşdırmaq olar.

Müasir dövrdə qida məhsullarının aromatik maddələrinin analizi zamanı reaksiyalı xromatoqrafiya üsulları heç de kifayət qədər geniş yayılmamışdır. Lakin bəzi hallarda (məhsul üzərindəki buxarın birbaşa analizi) digər aşkarlama üsulları praktiki olaraq yararsız olur və bu da reaksiyalı qaz xromatoqrafiyası üsullarının istifadə edilməsi vacibliyinə zəmin yaradır.

Artıq işlənmiş kolonkayadək olan reaksiyalardan hidrogenləşdirmə və hidrogensizləşdirmə reaksiyaları kifayət qədər özünə yer almışdır. Bununla yanaşı karbohidrogenli maddənin quruluşunu aydınlaşdırmaq və ozonoliz üsulu ilə ikiqat rəbitələrin yerləşmə yerlərini aşkar etmək üçün müvəffəqiyyətlə tətbiq edilən reaksiyalar, eləcə də müəyyən funksional qruplara malik bir və ya bir neçə komponentin selektiv tutulub saxlanılmasını həyata keçirməyə imkan verən çıxılma metodları haqqında geniş məlumatlar mövcuddur. Çıxılma xromatoqramında bəzi piklərin tam və ya qismən yox olması təzahür olunur (şəkil 21).



Şəkil 21. Çıxılma üsulu üçün dövrəşəkilli reaktor

Çıxılma metodunun praktiki olaraq reallaşdırılması qaz xromatoqrafi sisteminə sorbentli reaktorun daxil edilməsi ilə həyata keçirilir. Reaktorun səthinə müəyyən sinif üzvi birləşmələrə selektiv reaksiya əks etdirən maddə çəkilir. Adətən bu, 15 sm uzunluq və 6 mm daxili diametrə malik paslanmayan poladdan hazırlanmış borucuq şəklində təsəvvür edilir. Komponentlərin çıxılmasını, paralel qoşulmuş iki kolonkadan istifadə edən zaman həyata keçirmək daha əlverişli olur, belə ki, bu kolonkalardan birinin sonluğunda reaktor yerləşdirilir (şəkil 21).

Çıxılma reaktorlarının geniş tətbiq edilməsinə maneə olan əsas səbəblərdən biri belə reaktorların bu reaktorla çıxmayan komponentlərə təsirinin, eləcə də molekulda digər qonşu funksional qrupların rolunu kifayət edəcək səviyyədə öyrənilməməsidir.

Qida məhsullarının aromatinin tərkibində normal karbohidrogenlərə olduqca təsadüfən rast gəlinir, buna görə də bu kitabda adı çəkilən sinif komponentlərin çıxılma metodları kifayət qədər geniş şəkildə şərh edilmir. Lakin, qeyd etmək lazımdır ki, bu birləşmələr və olefinlər mürəkkəb qatışıqlardan 5 A molekulyar ələyi vasitəsilə yaxşı kənarlaşdırılır.

Birinci və ikinci spirtlər bərkdaşıyıcı səthinə çəkilmiş bor turşusu ilə selektiv olaraq tutulub saxlanılır. Bir çəki hissə bor turşusu və iyirmi çəki hissə ABZ – anakormunda və ya da digər oxşar daşıyıcıda iyirmi hissə 5%-li karbovaks – 20 M qarışığı digərlərindən daha tez-tez istifadə olunur. Müəyyən olunmuşdur ki, çıxılma dərəcəsi 75-200⁰C diapazonda temperaturdan və sınaq nümunəsinin 0,6 – 300·10⁻⁶ q hədlərində ölçüsündən asılı olmur.

Şaxələnməmiş karbon turşularını bir çəki hissə sink oksid tozu və on çəki hissə fosfor turşusu qarışığından hazırlanan doldurucuya malik mikroreaktorda tutub saxlamaq məsləhət görülür. Bu reaktorda α-vəziyyətlərində əvəzedicilərə malik turşulardan başqa yerdə qalan bütün karbon turşuları tamamilə çıxarılır. Bu reaktor eləcə də 50% spirtləri və 20% fenolları

çıxarmağa qadirdir. Bu metod qatılaşdırılmış süd ekstraktlarından yağ turşularını ayırarkən tətbiq edilmişdir.

Bir çox qida məhsullarının ətrinin formalaşmasında əhəmiyyətli rol oynayan aldehidlər, ketonlar və epoksidləri miqdarca müxtəlif reaktorlardan istifadə edilməklə çıxarmaq olar. Spirtlər və epoksidlərin qarışığından aldehidləri və ketonları çıxarmaq üçün 6,0%-li karbovaks – 1000 və diatomit kərpicdən ibarət hərəkətsiz fazadan istifadə olunur ki, bu fazaya da qabaqcadan hidroksilamin-xlorid və 6,0%-li natriumhidroksid (NaOH) məhlulu hopdurulur. Aldehidlər və ketonlar oksimlərə çevrilərək, hərəkətsiz faza tərəfindən tutulur, bu zaman spirtlər və epoksidlər kimi hərəkətsiz faza ilə qarşılıqlı əlaqəyə girmir.

Aldehidlərə və ketonlara qarşı selektiv reagent kimi o – dianizidin və benzydindən istifadə olunmuşdur. Həm də, daşıyıcı səthinə çəkilməmiş o-dianizidin çoxlu sayda olduqca müxtəlif aldehidlər qarışığından miqdarca tutub saxlamağa imkan vermişdir. O-dianizidin buxarlarının ayrılmasının vaxtında qarşısını almaq üçün 1,3 sm uzunluqlu kolonkanın sonluğu aminsiz daşıyıcı ilə doldurulmuşdur. Bu reaktor tsikloheksanondan başqa heç bir ketonu çıxarmamışdır.

100-175⁰C temperaturda P-xromosorbunda 20% benzydindən ibarət olan doldurucuya malik 15 sm diametrli dövrəşəkilli reaktor aldehidləri, əksər ketonları və epoksidləri effektiv tutub saxlayır. Epoksidlər xromosorbda 5,0%-li fosfat turşusu ilə də çıxarıla bilər, lakin bu reagentin istifadəsi benzil efirlərinin və bəzi aldehidlərinin çıxarılma mümkünlüyünü də istisna etmir.

Qaz-maye xromatoqrafiya (QMX) üsulu qida məhsullarının tədqiq edilməsində olduqca geniş yayılmışdır. Bu üsulun digər fiziki-kimyəvi analiz üsulları ilə birlikdə tətbiq edilməsi, daha effektiv və daha dəqiq nəticələrin əldə olunmasını şərtləndirir. Belə ki, qaynama temperaturunun geniş diapazonunda mürəkkəb təbii birləşmələr kompleksinin ayrılmasında

nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə qaz-maye xromatoqrafiyası üsulunun kombinasiyaedilmiş şəkildə tətbiq olunması yaxşı nəticələrin əldə edilməsinə səbəb olmuşdur.

3.3. Qaz-maye xromatoqrafiyası

Analitik praktikada ən çox qaz-maye xromatoqrafiya (QMX) metodu istifadə olunur. Bu hərəkətsiz maye fazaların son dərəcə müxtəlifliyi ilə əlaqədardır. Bu da, öz növbəsində, verilən analiz üçün selektiv fazanın seçilməsini asanlaşdırır. Qatılığın daha geniş intervalında paylanma izotermələrinin xəttliliyi böyük nümunələrlə işləməyə imkan verir.

Komponentlərin daşıyıcı və hərəkətsiz maye faza arasında paylanma mexanizmi onların maye fazada həll olmasına əsaslanır. Selektivlik iki amildən asılıdır:

- 1) təyin edilən maddənin buxar elastikliyindən;
- 2) təyin edilən maddənin maye fazadakı aktivlik əmsalından.

Raul qanununa görə: *həllolma zamanı məhlul üzərində maddənin buxar elastikliyi (P_i) verilən temperaturda onun aktivlik əmsalı (γ), məhluldakı molyar hissə (N_i) və təmiz maddənin buxar təzyiqi (P_i^0) ilə düz mütənasibdir:*

$$P_i = \gamma \cdot N_i \cdot P_i^0 \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (35)$$

Belə ki, tarazlıqlı buxar fazada i – sayılı komponentin qatılığı onun parsial təzyiqi ilə müəyyən olunur, qəbul etmək olar ki, $P_i \sim C_m$, $N_i \sim C_s$. Onda belə yazmaq olar:

$$D = \frac{C_s}{C_m} = \frac{N_i}{P_i} = \frac{1}{\gamma \cdot P_i^0} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (36)$$

selektivlik əmsalı isə

$$\alpha = \frac{D_1}{D_2} = \frac{\gamma \cdot P_1^0}{\gamma \cdot P_2^0} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (37)$$

Beləliklə, maddənin qaynama temperaturu nə qədər aşağı olarsa (P_i^0 böyük olduqca), o xromatoqrafik kolonkada bir o qədər zəif tutulur. Əgər maddələrin qaynama temperaturu eynidirsə, onda onların hərəkətsiz maye faza ilə qarışıqlı təsirinin müxtəlifliyindən istifadə etməklə ayırır, yəni qarşılıqlı təsir nə qədər güclüdirsə, aktivlik əmsalı da bir o qədər kiçik, tutulma isə böyük olur.

Hərəkətsiz maye fazalar. Kolonkanın selektivliyini təmin etmək üçün, hərəkətsiz maye fazanı düzgün seçmək lazımdır. Bu faza qarışığın komponentləri üçün yaxşı həlledici olmalı (əgər həllolma azdırsa, komponentlər kolonkadan çox tez çıxır), uçucu olmamalıdır (kolonkanın işçi temperaturunda buxarlanmamalıdır), kimyəvi cəhətdən inert, yəni təsirsiz, özlülüyə malik olmalıdır (əks halda diffuziya prosesi zəif sürətlə gedir), daşıyıcı ilə sıx birləşmiş bərabər ölçülü plyonka əmələ gətirməlidir. Verilən nümunənin komponentləri üçün hərəkətsiz fazanın ayırma qabiliyyəti maksimum olmalıdır.

Maye fazaların üç tipi bir-birindən fərqləndirilir:

- a) qeyri-*polyar* (*doymuş karbohidrogenlər və s.*);
- b) *az – polyar* (*mürəkkəb efirlər, nitrillər və s.*);
- c) *polyar* (*poliqlikollar, hidroksilaminlər və s.*).

Hərəkətsiz maye fazanın xassələrini və ayrılan maddələrin təbiətini bilməklə (məsələn sinfi, quruluşu), verilən qarışığın ayrılması üçün daha münasib selektiv maye faza seçmək olar. Bu zaman nəzərə almaq lazımdır ki, əgər stasionar fazanın polyarlığı ilə analiz olunan maddə nümunəsinin polyarlığı yaxındırsa, onda komponentlərin tutulma müddəti analiz üçün münasib olacaq. Yaxın polyarlığa malik həllolan maddələr üçün elyurəolunma sırası, adətən, qaynama temperaturu ilə əlaqəlidir. Əgər temperaturlar fərqi kifayət qədər yüksəkdirsə, tam ayrılma mümkündür. Yaxın qaynamaya malik

müxtəlif polyarlıqlı maddələrin ayrılması üçün stasionar fazadan istifadə olunur. Bu faza dipol-dipol qarşılıqlı təsir nəticəsində bir və ya bir neçə komponenti selektiv tutub saxlayır. Maye fazanın polyarlığının artması ilə polyar birləşmələrin tutulma müddəti artır.

Maye fazanı bərkdaşıyıcıya bərabər daxil etmək üçün tezuçucu həlledici ilə, məsələn, efirlə qarışdırılır. Bu məhlula bərkdaşıyıcı əlavə edilir. Qarışıq qızdırılır, həlledici buxarlanır, maye faza isə daşıyıcıda qalır. Bu yolla hərəkətsiz maye fazanın daxil edildiyi quru daşıyıcı ilə kolonka doldurulur, boşluqların əmələ gəlməsinin qarşısı alınır. Bərabər qablaşdırma üçün kolonkadan qaz axını buraxılır və eyni vaxtda kolonkanı yaxşı dolmaq üçün döyəcəyləirlər. Sonra isə detektora birləşdirilənə qədər o, istifadə ediləcəyi nəzərdə tutulan temperaturdan 50°C yüksək temperatura qədər qızdırılır. Bu halda maye fazada itki ola bilər, lakin bu zaman kolonka stabil iş rejiminə keçir.

Hərəkətsiz maye fazaların daşıyıcıları. Hərəkətsiz maye fazanı bircins, nazik plyonka şəklində dispersiya etmək üçün bərkdaşıyıcılar mexaniki möhkəm, ən az xüsusi səthə malik olmalı (m^2/q), hissəciklərin ölçüsü eyni və kiçik, həmçinin, bərk və qaz fazaların ayrıcı səthində adsorbsiyanın minimum olması üçün kifayət qədər inert olmalıdır. Ən az adsorbsiya silanizəedilmiş xromosorbdan, şüşə dənəciklərindən və flüoropakdan olan daşıyıcılarda müşahidə edilir. Bundan əlavə, bərkdaşıyıcılar temperaturun artmasına reaksiya verməməlidirlər və maye faza ilə asanlıqla islanmalıdır. Qaz xromatoqrafiyasında bərkdaşıyıcı xelatları kimi ən çox silanizə olunmuş ağ diatomit daşıyıcılar-diatomit mineralı və ya kizelqur istifadə olunur. Diatomit tərkibində su, silisiumdioksid olan mikroamorfudur. Belə daşıyıcılara xromosorb W, qazoxrom Q, xromaton N və s. aid edilir. Bunlardan başqa şüşə kürəciklər və teflondan da istifadə edilir.

Kimyəvi əlaqələnmiş fazalar. Çox vaxt “maye faza” ilə kovalent rabitəli, modifikasiya olunmuş daşıyıcılardan istifadə edilir. Bu zaman stasionar maye faza, hətta kolonkanın yüksək temperaturunda belə səthdə möhkəm saxlanılır. Məsələn, diatomit daşıyıcısı müəyyən polyarlığa malik uzun zəncirli əvəz-edicisi olan xlorasilanla emal edilir. Kimyəvi əlaqəli hərəkətsiz maye faza daha effektivdir.

3.4. Qaz-bərk xromatoqrafiya

Qaz-bərk (qaz-adsorbsiya) xromatoqrafiya (QAX) metodunun üstünlüyü ondan ibarətdir ki, burada hərəkətsiz faza rolunu yüksək xüsusi səthə malik ($10 - 1000 \text{ m}^2 \cdot \text{q}^{-1}$) adsorbent oynayır, maddənin hərəkətli və hərəkətsiz fazalar arasında paylanması adsorbsiya prosesi ilə əlaqədardır.

Qaz fazadan molekulların adsorbsiyası, yəni onların bərk və qazabənzər fazaların ayrılma sərhəddində qatılaşdırılması elektrostatik təbiətə malik olan molekullararası qarşılıqlı təsir nəticəsində (dispersion, oriyentasiyon, induksion) baş verir. Hidrogen rabitəsinin əmələ gəlmə ehtimalı da var. Bu tip qarşılıqlı təsir nəticəsində temperaturun artması ilə tutulma həcmi kifayət qədər azalır. Qaz-bərk xromatoqrafiyada maddələrin selektiv ayrılması kompleks əmələgəlmədən çox az hallarda istifadə edilir.

Analitik praktika üçün səthdə adsorbsiya olunan maddə miqdarının (C_s) bu maddənin qaz fazasındakı qatılığı (C_m) ilə mütənasib olması vacibdir:

$$C_s = KC_m \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (38)$$

yəni, paylanma adsorbsiyanın xətti izoterminə uyğun olaraq baş versin (K – sabit kəmiyyətdir). Bu halda hər bir komponent onun qatılığından asılı olmayaraq, kolonka boyu sabit sürətlə qarışacaq. Maddələrin ayrılması onların müxtəlif sürətlə

qarışması ilə sürətlənir. Buna görə də, QAX-da adsorbentin seçilməsi verilən temperaturda selektivliyi təmin edən səthin sahəsi və təbiəti vacib hesab edilir.

Temperaturun artması ilə tutulmanın asılı olduğu adsorbsiya istiliyi ($\Delta H/T$) və uyğun olaraq (t_R) azalır. Analiz praktikasında bundan istifadə olunur. Əgər sabit temperaturda uçuculuğu bir-birindən kəskin fərqlənən birləşmələr ayrılırsa, onda aşağı temperaturda qaynayan maddələr tez elyurə olunur, tez qaynayan maddələr böyük tutulma müddətinə malikdir, onların xromatoqramdakı pikləri daha alçaq və eyni olacaqdır, belə halda da analiz çox vaxt aparır. Əgər xromatoqraflaşma prosesində kolonkanın temperaturunu sabit sürətlə artırısaq (proqramlaşdırılmış temperatur), onda eni bir-birinə yaxın olan piklər xromatoqramda bərabər yerləşəcəkdir.

QAX-sı üçün adsorbent kimi əsasən aktiv kömür, silikagellər, alüminium oksid və məsaməli şüşədən istifadə olunur. QAX-ın əsas çatışmazlığı aktiv adsorbentlərin səthinin qeyri-bircinsliliyi və güclü adsorbsiyaolunan polyar molekulların təyininin qeyri-mümkünlüyü ilə əlaqədardır.

Lakin həndəsi və kimyəvi cəhətdən eynicinsli, mikroməsaməli adsorbentlərdə güclü polyar maddələr qarışığının analizini aparmaq olar. Son illər səthi bu və ya digər dərəcədə eynicinsli olan adsorbentlər, məsələn, məsaməli polimerlər, makroməsaməli silikagellər (siloxrom, porasil, sferosil), məsaməli şüşələr, seolitlər istehsal olunur.

QAX metodundan daha çox tərkibində aktiv funksional qruplar saxlamayan qaz qarışıqlarının və aşağı temperaturda qaynayan karbohidrogenlərin analizində istifadə olunur. Belə molekulların adsorbsiya izotermələri daha yaxın və xəttidir. Məsələn, O_2 , N_2 , CO , CH_4 , CO_2 -ni ayırmaq üçün gilli materiallardan uğurla istifadə olunur.

Analiz müddətini azaltmaq üçün tez qaynayan qazlar t_R -ni azaldaraq, kolonkanın temperaturu proqramlaşdırılır. Molekulyar ələklərdən bütün məsamələri təqribən eyni ölçüyə

malik olan (0,4 – 1,5 nm) yüksəkməsaməli təbii və sintetik kristallik materiallarda hidrogenin izotoplarını ayırmaq olar. Porapak adlanan sorbentlərdən metalların hidridlərini (Ge, As, Sn, Sb) ayırmaq üçün istifadə edilir. QAX metodu məsaməli polimer sorbent və ya karbonlu molekulyar ələklərin köməyi ilə suyun üzvi və ya qeyri – üzvi materiallarda, məsələn, həlledicilərdə ən tez və əlverişli təyini üsuludur.

3.5. Kağız üzərində paylaşıldırıcı xromatoqrafiya

Metodun əsasları. Kağız xromatoqrafiya “maye - maye” xromatoqrafiyası növlərindən biridir. Qarışıqın tərkibinə daxil olan maddələrin paylanması iki maye faza – hərəkət edən və hərəkətsiz fazalar arasında baş verir. Hərəkət edən faza kimi adətən üzvi həlledicilər xidmət göstərilir. Hərəkətsiz faza, xromatoqrafiya edilən maddələr üçün yaxşı diferensial həlledici olmalı, hərəkətdə olan fazada qismən və ya tamamilə həll olmamalıdır. Bir qayda olaraq, kağız xromatoqrafiyasında hərəkətsiz faza kimi, xromatoqrafiya üçün nəzərdə tutulan xüsusi filtrləyici kağızın lifləri tərəfindən tutulan su istifadə edilir.

Əksər maddə qarışıqları (karbohidratlar, aminturşular, fenollar və s.) ayrılmasını polyar hərəkətsiz fazalar və qeyri-polyar hərəkət edən fazalardan ibarət olan həlledicilər sistemində yerinə yetirilir. Suda həllolmayan maddələrin (lipoidlər, yağ turşuları, yağda həll olan vitaminlər və s.) analizində hərəkət edən fazası polyar maye, hərəkətsiz fazası isə qeyri-polyar maye olan “*ç e v r i l m i ş f a z a l a r*” metodunu istifadə edirlər. Bu halda kağızı hidrofob maddələrlə, məsələn, parafin və ya bitki yağları məhlulları ilə “*d o y d u r u r l a r*”. Doydurulmuş kağız lipofil fazalar daşıyıcısı kimi xidmət göstərir.

Xromatoqrafik tədqiqat yerinə yetirilərkən, analiz olunan maddələr qarışığını və ya onların “törəmələrini” kalibrəyici mikropipetkanın köməyi ilə dəqiq dozalaşdırılmış miqdarda,

xromatoqrafiya kağızının start xəttinə, imkan çərçivəsində minimal sahə əhatə etməklə “*l ə k ə*” və ya “*z o l a q*” şəklində köçürülür. Yan istiqamətlərdə (böyür tərəfdən) diffuziyanın mövcud təsirini yox etmək üçün, köçürülən ləkənin yaxınlığına konsentrasiyasına görə kəskin fərqlənən maddələri köçürmək məsləhət görülmür. Qarışıqın həllolan maddələrinin bir hissəsinin kağız tərəfindən dönməz sorbsiya olunmasının (udulmasının) baş verməməsi məqsədilə, ilk köçürülən “*l ə k ə l ə r i*” yalnız soyuq hava axınında qurutmaq olar.

Xromatoqrafiya kağızı kimyəvi cəhətdən təmiz olmalıdır. Bu məqsədlə kağızı, onun qeyri-üzvi qarışıqları ilə kompleks birləşmələr əmələ gətirən müxtəlif reagentlərlə əlavə olaraq emal etmək lazım gəlir (bundan sonra da təmiz su ilə yaxşı-yaxşı yuyulur).

Sənayedə, həlledicinin kağız üzərindəki hərəkət sürətinə görə fərqlənən müxtəlif sıxlıqlı xromatoqrafiya kağızları buraxılır. Daşıyıcı kimi istifadə edilən kağız, xromatoqrafiya ediləcək “boksun” atmosferinə uyğun vəziyyətə gətirilməlidir. Bunun üçün həlledicilər sistemi buraxılmazdan əvvəl, analiz olunan maddələrin qarışıqları köçürülmüş nöqtə-ləkələrə malik kağızı, 10 – 14 saat ərzində, həlledicinin buxarları ilə doydurulmuş kamerada saxlanılır. Yaxşı nəticələrin alınması üçün, xromatoqrafiya prosesində temperaturun sabit saxlanması və kameranın hermetikliyinin etibarlı olması da vacib şərtlərdən hesab olunur.

Kağız xromatoqrafiyası metodu, qarışıq komponentlərinin daşıyıcı (sellüloza) üzərində olan hərəkətsiz və hərəkət edən fazalar arasında paylanmasına əsaslanır. Maddələr qarışığı köçürülən kağız zolağının kənarının doymasının sonunda, hərəkətsiz faza ilə doydurulmuş hərəkət edən həlledici içərisinə yerləşdirilir. Hərəkətdə olan həlledici, kağız üzərində kapillyar qüvvələrin (yüksələn və radial xromatoqrafiya) və ya qravitasiya qüvvələrinin (alçalan xromatoqrafiya) təsiri altında hərəkət edir.

Qarışıqın komponentlərinin ayrılması, tarazlıq hərəkətsiz fazada həll olmuş maddənin konsentrasiyasının hərəkət edən fazadakı konsentrasiyasına olan nisbəti ilə müəyyənləşdirilən müxtəlif paylanma əmsalları nəticəsində baş verir. Analiz olunan maddələrin qarışığı, xromatoqrafiya nəticəsində kağız üzərində ayrı-ayrı ləkələr və ya zolaqlar şəklində ayrılır. Kağızı qurutduqdan sonra maddələrin yaxşı ayrılması üçün xromatoqrafiya prosesini eyni üsulla bir və ya bir neçə dəfə təkrar etmək olar.

Maddələrin ikinci dəfə ayrılması başqa istiqamətdə və adətən, digər hərəkət edən həlledicinin köməyi ilə aparılan iki-ölçülü xromatoqrafiya metodu, kifayət qədər qəribəliyi ilə diqqəti cəlb edir. Əgər xromatoqram, boyanmamış ləkəyə malik olursa, onda hər hansı bir reaktivlə aşkarlanır.

Xromatoqramlar oxunarkən, təcrübəli xromatoqramı eyni şəraitlərdə alınmış “*ş a h i d*” xromatoqramla (kimyəvi cəhətdən təmiz maddələrin xromatoqramları) müqayisələndirərək, onların optik xüsusiyyətləri və ləkələrin vəziyyəti nəzərə alınır.

Hər bir ləkənin vəziyyəti R_f və ya R'_f mütəhərriklik əmsalı ilə xarakterizə edilir. R_f əmsalı, verilən maddənin irəliləmə zonası məsafənin həlledicinin irəliləmə zonası məsafəsinə olan nisbəti ilə təyin edilən R'_f kəmiyyəti daha stabildir.

Xromatoqram zonalarında maddələrin miqdarca təyini aşağıdakı üç üsuldən biri ilə yerinə yetirirlər:

1. *Elyuatların optik sıxlığının fotometrik təyini;*
2. *Ləkələrin sahələrinin ölçülməsi;*
3. *Maddələrin xromatoqramda birbaşa densitometrik təyini.*

Yarımmiqdarca qiymətləndirmə zamanı təcrübə və standart xromatoqramlarda maddə ləkələrinin intensivliyinə görə vizual olaraq, yəni baxmaqla müqayisələndirirlər. Bu metodun dəqiqliyi 15-50% civarında dəyişir.

Ləkə sahəsinin ölçülməsi metodu ona əsaslanır ki, müəyyən şəraitlərdə, qismən eyni həcmli maddə

məhlullarının kiçik “*l ə k ə c i k l ə r*” şəklində start xəttinə köçürülməsi zamanı xromatoqramda alınan ləkələrin sahəsi, hər ləkədəki maddələrin konsentrasiyası loqarifmlərinə proporsionaldır. Metodun dəqiqliyi, ləkələr dəqiq əhatə olunduqda $\pm 5 \div \pm 10\%$ civarında olur. Əgər ləkə qarmaqarışq alınrsa, onda digər kontrast (ziddiyyətli) kağızda onun fotoəksi alınır.

Xromatoqramı monoxromatik işıq şüası ilə edən (sürətini çəkən) və qayıdan, yaxud ləkədən keçən şüa enerjisini fotometriya metodu ilə təyin edən *densitometriya* metodu daha dəqiqdir. Ləkənin maksimal optik sıxlığı, zonadakı maddə konsentrasiyasının loqarifminə proporsionaldır (mütənasibdir). Əgər ləkələr örtülmürsə və çevrəni, yaxud ellepsvarı formaya malikdirsə, onda ləkələrin boyanma intensivliyinin ölçülməsi metodu ilə, maddələrin (qatılığını) konsentrasiyasını $\pm 1 \div \pm 2\%$ dəqiqliklə təyin etmək olar.

Miqdarca xromatoqrafiyada dəqiqliyi $\pm 1,0\%$ təşkil edən *elyurəetmə* (yuma) metodu daha geniş tətbiq edilir. Bu metodda ləkəni kəsir, maddəni elyurə edir və məhlulların, fotoelektroklorimetrlin köməyi ilə ölçülən optik sıxlığına görə daha tez-tez konsentrasiyası təyin edilir. Kontrol məhlul kimi təmiz həlledicidən yox, kağızın tədqiq olunan zonasına yaxın sərbəst sahəsindən elyurədilmiş (yuyulmuş) məhluldan istifadə edilir. Belə ki, bir çox maddələrin boyanmış törəmələri, adətən davamsız olur, ona görə də fotometrləməni tez (qısa zamanda) yerinə yetirmək lazım gəlir. Kağız liflərin elyuta düşməsinə yol vermək olmaz. Məhlulların optik sıxlığına görə kalibrlemə qrafiklərinin köməyi ilə elyurə məhlullarında tədqiq olunan maddələrin konsentrasiyası təyin edilir, sonra isə işin gedişində bütün durulaşdırılmalar nəzərə alınaraq, məhsulda maddələrin miqdarı hesablanır.

Kağız üzərində paylaşdırıcı xromatoqrafiya metodu qida məhsulları fenollarının, aminturşuların, karbohidratların tədqiqində geniş tətbiq edilir, karbohidratların biokimyəvi çevrilməsi zamanı əmələ gələn üzvi turşuların ayrılması üçün,

bitki mənşəli piqmentlərin, ali spirtlərin, aldehidlərin, mürəkkəb efirlərin tədqiqi üçün, bitki və heyvani mənşəli məhsullarda xlorlu üzvi qalıqların (DDT və s.) təyini üçün istifadə olunur.

3.5.1. Hisə verilmiş məhsulların fenol tərkibinin təyini

Hisə verilmiş məhsulların dad və aromatik xassələrinin əmələ gəlməsində *fenol birləşmələri* həlledici rol oynayır. Hisə verilərkən balığın və ya ətin toxumaları tərəfindən fenolların *xemosorbsiyası* baş verir, üstünün və ya hisləyici mayenin fenol komponentləri qida məhsulunun tərkibinə daxil olan maddələrlə zəif və ya möhkəm birləşmiş vəziyyətə keçir. Möhkəm birləşmiş fenol komponentlərinin təyini daha uzun müddət tələb edən çətin prosesdir. Xromatoqrammalarda yalnız dörd-beş fenol təbiətli maddə aşkarlana bilər.

Hislənmiş qida məhsullarının fenol tərkibinin təyini zamanı, tədqiqata məruz qoyulan çəki nümunəsindən fenollar buxarla distillə edilir (qovur), sonra turşu və neytral xarakterli qatışıqlardan təmizlənir. Bu zaman fenolların etil efirində yaxşı həll olmasına və onların qələvilərlə qarşılıqlı təsirdə fenolyatlar əmələ gətirmək qabiliyyətinə istinad edilir. Ayrılan fenollar diazotlaşdırılan sulfanil turşusu (DST) ilə birləşir və diazotörəmələr şəklində kağız xromatoqrafiyası metodu ilə ayrılmaya məruz qoyulur. Diazosulfofenollar rənginə, yəni boyanmalarına və R_f kəmiyyətlərinə görə fərqləndirilir, bu isə maddələrin identifikasiyasını asanlaşdırır. Fenolları miqdarca təyin etmək üçün onların törəmələrinin boyanmış ləkələri kəsilir, suda elyuatların optik sıxlığı ölçülür və hər bir fenol üçün ayrıca qurulmuş kalibrleyici qrafiklərə fenolların elyuatdakı konsentrasiyası tapılır, hesablama formullarına əsasən isə məhsulda olan hər bir fenolun miqdarı hesablanır.

Təyin etmə metodikası. 2-5 mq fenollara malik xırdalanmış məhsulun 100-200 q miqdarında çəki nümunəsinə 10 ml 10%-li sulfat turşusu (H_2SO_4), 100 ml distillə olunmuş su əlavə edilir və fenollar qaynayaraq doymuş duz hamamında buxarla distillə edilir (qovulur). 400 ml distillə olunmuş fenol qarışıqlı maye toplanır, oraya 20 q xörək duzu ($NaCl$), 50 ml 10%-li xlorid turşusu məhlulu əlavə edilir, qarışdırılır və üç-dörd dəfəyə fenollar ayırıcı qıfda, 75 ml efir əlavə edilərək, ayırıcı qıf 50-60 dəfə yaxşıca çalxalayıb etil efiri ilə ekstraksiya edilir.

Üçüncü dəfə ekstraksiyadan sonra qalıqda fenol birləşmələri olmamalıdır, çıxarılmanın tamlığı Gibbs reaktivi ilə aparılan reaksiyaya əsasən müəyyən edilir. Qalıq məhluldan 1 ml götürülür, oraya aktiv turşuluğu pH 9,2 olan 0,5 ml fosfat bufer məhlulu və bir neçə damcı 2,6 – dixlorxinonxlorimidin spirtdə 1,0% məhlulunu və ya 2,6 – dibromxinonxlorimidin spirtdə 1,0-li məhlulu əlavə edilir. Fenolların iştirakı şəraitində göy rəngə boyanma müşahidə olunur. Fenolların tamamilə ayrılmasını 4 aminoantipirinlə reaksiyaya görə də yoxlamaq olar. Bu məqsədlə qalıq məhluldan 1 ml götürür, üzərinə aktiv turşuluğu pH 10,5 olan (NH_4Cl – ammonium xloridin 5%-li məhlulu) 1,0 ml bufer məhlulu, $K_3Fe(CN_6)$ – nın 8,0%-li məhlulundan 1 ml və 4 – aminoantipirinin suda 2,0%-li məhlulundan bir neçə damcı əlavə edilir. Fenolların mövcud olduğu şəraitdə qırmızı rəng alınır.

Efir cövhərinə 25 ml 10 % - li xlorid turşusu (HCl) məhlulu əlavə edilir və ayırıcı qıfda qətiyyətlə çalxalamaqla yuyulur. Sonra Sokslet aparatında 50 ml həcmədək qatılaşdırılır və ayırıcı qıfda, hər dəfə 30 ml qələvi məhlulu tökməklə üç-dörd dəfəyə 5,0%-li natrium-hidroksid ($NaOH$) məhlulu ilə işlənilir. Fenolyatların qələvi məhlullarının ilk porsiyaları boyanmış olur, sonuncu porsiya isə rəngsiz olmalıdır. Natriumun fenolyat məhlullarını bir yerə toplayır və damcı-damcı qatı xlorid turşusu (HCl) əlavə etməklə, lakmus kağızına görə turş

reaksiyayadək neytrallaşdırılır. Bu zaman natrium fenolyatlar parçalanır.

İsinmiş məhsullar ortaq temperaturadək soyudurlar. Fenollar, tam ayrılmasını yuxarıda göstərilən üsullarla yoxlayaraq, etil spirti ilə ekstraksiya edilir. Efir cövhərlərini bir yerə toplayır və hər 100 ml cövhərə 5 q olmaqla susuz natrium-sulfat (Na_2SO_4) əlavə edirlər, susuzlaşması üçün 6 – 8 saat ərzində sakit saxlanılır, filtri efirlə yumaq sərtilə kağız filtdən filtrlənir.

Fenolları efirdə məhlulunu 2 – 3 ml-dək qatılaşdırılır və bilavasitə xromatoqrafiyadan əvvəl DST (diazotlaşdırılmış sulfanil turşusu) ilə birləşdirilir (dəqiq 0,25 və ya 0,5 ml 5,0%-li NaOH məhlulunda hazırlanmış 2,0%-li DST məhlulu əlavə edilməklə). Diazosulfofenolların qarışığı kalibrləşdirilmiş mikropipetlər vasitəsilə qələvi məhlulu şəklində xromatoqrafiya kağızına köçürürlər. Bir dəfə ilə kağıza köçürülmüş qarışıqdakı fenolların ümumi miqdarı 0,4 – 0,6 mq, ayrı-ayrı fenolların miqdarı isə - 5 – 50 mkq civarında olmalıdır.

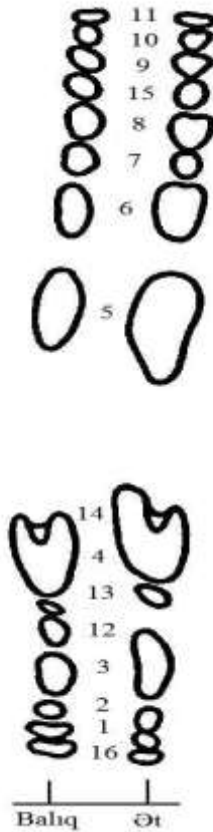
Diazotlaşdırma üçün 2 q kimyəvi təmiz sulfanil turşusunu 30 ml suda həll edir və qarışdırmaqla turşu tam həll olanadək bir neçə damcı 10%-li natrium-karbonat (Na_2CO_3) məhlulu əlavə edilir. Reaktivli qab buz içərisində yerləşdirir, onun içərisinə 1 q natrium-nitrat (NaNO_2) əlavə edilir və qarışığı metilranja görə turş reaksiya alınanadək qatı xlorid turşusu (HCl) ilə neytrallaşdırılır. Çökən ağ rəngli DST çöküntüsünü Byuxner qıfında ayırır və tez bir zamanda az miqdarda buzlu distillə su ilə yuyulur. Çöküntü iki filtr kağızı arasında sıxılır, havada qurudulur və qaranlıq yerdə saxlanılır. DST partlayışa təhlükəli olan birləşmədir.

Sankt-Peterburq kağız fabrikində istehsal edilən və xromatoqrafiya üçün istifadə olunan “B” markalı kağız qabaqcadan Na_2CO_3 -la doydurulur, bunun üçün kağızı bir neçə saniyə ərzində 4,0%-li Na_2CO_3 məhluluna yerləşdirilir və sonra isə qurudulur.

Fenolların boyanmış törəmələrinin xromatoqrafik ayrılması hərəkət edən həlledicinin alçalan hərəkəti ilə aparılır ki, belə həlledici kimi su ilə doydurulmuş metiletilketon istifadə olunur. Metiletilketonu 1:1 nisbətində su ilə qarışdırılır və bir neçə dəqiqə güclü çalxalanılır. Mayələrin təbəqələşməsindən sonra sulu faza xromatoboksun doydurulması üçün istifadə edilir. Məhsuldan ayrılmış fenolların ləkəciklər şəklində azotörəmələr və kimyəvi cəhətdən təmiz “sahid” fenollar köçürülmüş kağız zolağı 10-14 saat müddətinə xromatoboksa yerləşdirilir. Hərəkətdə olan həlledicinin üçqat buraxılması zamanı və 45-50 sm uzunluqlu kağız zolağından istifadə edərkən yaxşı nəticələr alınır.

Fenolları “şahidlərlə” müqayisə etməklə diazosulfofenolla-rın ləkələrinin xromatoqramlarda boyanmasına, elyuatların optiki xüsusiyyətlərinə və qvayakola nisbətən R_f yerdəyişmə əmsallarına görə identifikasiya edilir.

Fenolların konsentrasiyası, onların diazotörəmələrinin sulu elyuatlarının optik sıxlığına görə hesablanır.



Şəkil 22. Balığın və “Yağda şprot” konservləri şirəsinin fenol tərkibinin (uçucu maddələr fraksiyasının) xromatoqramı

1 – pirokatexin və onun törəmələri; 2 – piroqallolun və onun homologlarının metil efirləri; 3 – qvayakol; 4 – karbol turşusu;
 5 – m- və o- krezollar; 6 – metilqvayakol; 7 – p- ksilenol;
 8 – m- ksilenol; 9 – β - naftol; 10 – n- krezol; 11 – o- ksilenol;
 12 – 16 – identifikasiya olunmamış fenollar.

Karbol turşularının, qvayakolun, m– və o– krezolların, m– və n-ksilenolların azotörəmələrinin, pirokatexinin və onun törəmələrinin məhlullarının optik sıxlığını təyin etmək üçün 434 nm dalğa uzunluğunda maksimum keçiriciliklə foto-elektroklori-metrin (FEK) mavi-yaşıl işıq filtrindən istifadə etmək lazımdır.

Metilqvayakolun, n – krezolun, o – ksilenolun, β - naf-tolun, piroqallolun metil efirlərinin və onun homoloqlarının törəmələrinin elyuatları 490 nm dalğa uzunluğunda yaşıl işıq filtrində tədqiq edilir. Elyuatlarda fenolların konsentrasiyasını, kimyəvi cəhətdən təmiz olan fenolların azotörəmələrinin elyuatlarına görə hər bir “*s a h i d – f e n o l*” üçün ayrıca qurulmuş kalibrəmə qrafiklərinə əsasən təyin edilir.

Qida məhsullarında fenolların miqdarını təcrübənin standart şəraitləri üçün elyuatların optik sıxlıq vahidləri ilə və identifikasiya olunmuş fenollar üçün mkq % vahidi ilə hesablanılır. Məsələn, məhsulun çəki nümunəsi 100 q çəki nümunəsindən diazotörəmə şəklində ayrılmış bütün fenolun miqdarı 100 ml elyuatda həll edilir; elyuatın optik sıxlığı işıq vəziyyətlər arasında 10 mm məsafəyə malik küvetlərdən istifadə edilməklə təyin olunur.

Elyuatların optik sıxlığı vahidlərində fenolların miqdarı aşağıdakı bərabərliyə əsasən hesablanır:

$$C = \frac{c \cdot B \cdot 100}{p \cdot b} \quad \quad (39)$$

burada: c – elyuatın optik sıxlığı;

B – diazosulfafenolların qələvi məhlulunun ümumi miqdarı, ml;

b – ayırmaq məqsədilə xromatoqrafiya kağızına köçürülmüş diazosulfafenolların məhlulunun miqdarı, ml;

P – məhsulun çəki nümunəsi, q.

Fenollar diazosulfotörəmələrinin xassələri.

Fenollar	Qvayakola görə $R_f - i$	Diazosulfofenolların ləkələrinin rəngi
Pirokatexin və onun törəmələri	0,2 – 0,4	Qırmızımtıl – qəhvəyi
Piroqallol və onun homoloqlarının metil efirləri	0,4 – 0,6	Moruğu
Qvayakol (pirokatexinin metil efiri) . . .	1,0	Narıncı – çəhrayı
Fenol (karbol turşusu, oksibenzol)	2,0 – 2,5	Limonu – sarı
m–krezol və o–krezol (oksitoluol)	3,0 – 6,6	Sarımtıl – qırmızı
Metilqvayakol (kreozol)	4,0 – 4,4	Şərabı – qırmızı
n–ksilenol (2,5 dimetil, 1 oksibenzol) . .	4,6 – 4,9	Sarımtıl – qırmızımtıl – çəhrayı
m–ksilenol (3,4 dimetil, 1 oksibenzol) . .	5,0 – 5,2	Sarı
β–naftol	5,6 – 5,8	Kərpici – qırmızı
n–krezol (oksitoluol)	5,8 – 6,0	Çəhrayımtıl – sarı
o–oksiksilenol (3,4 dimetil, 1 oksibenzol) .	6,0 – 6,2	Kərpici – qırmızı

Fenolların mkq % vahidi ilə miqdarını isə aşağıdakı bərabərlikdən istifadə edilərək hesablanır:

$$A = \frac{a \cdot V \cdot B \cdot 100}{p \cdot b} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (40)$$

burada: a – kalibrəmə qrafikinə əsasən elyuatda təyin edilmiş fenolların konsentrasiyası, mkq/ml;
 V – elyuatın həcmi, ml;
 B, b və p – 39-cu bərabərlikdə göstərilən məlumatlardır.

3.5.2. Kağız üzərində paylaşıldırıcı xromatoqrafiya üsulu ilə şəkərlərin təyin edilməsi

Şəkərləri məhsuldan su və ya etil spirti ilə ekstraksiya edir, qarışıqları diqqətlə ayrılır. Ekstraktları təmizləmək üçün safedeksdən istifadə edilir.

Şəkərlərin kağız üzərində xromatoqrafik ayrılması, istənilən hər hansı bir məlum üsulla yerinə yetirilir. Monosaxaridlərin və oliqasaxaridlərin birölçülü alçalın xromatoqrafiyası zamanı 4:1:5 nisbətində n - butanol - sirkə turşusu - su həlledicilər sistemindən, yüksələn xromatoqrafiya zamanı isə 40:11:19 nisbətində n -butanol - etanol - su qarışığından istifadə olunması məsləhət görülür. 9:2:2 nisbətində etilasetat-sirkə turşusu-su sistemindən istifadə etməklə şəkərlərin ayrılmasında yaxşı nəticələr əldə olunur.

Şəkərlərin daha dəqiq ayırmaq üçün, bir istiqamətdə 3:2:1,5 nisbətində n -butanol - piridin - su həlledicilər sistemi, digər istiqamətdə isə su ilə doydurulmuş fenol buraxılan iki ölçülü xromatoqrafiya yerinə yetirilir. Qlükoza, fruktoza və saxarozanın ayrılması, həlledicilərin iki, yəni 1:5:3:3 nisbətində benzol - n - butanol - piridin - su və 1:1:2 nisbətində amil spirti

- piridin - su sistemlərindən istifadə edildikdə yaxşı nəticə alınır.

Şəkərləri vəsfi və miqdarı təyin etmək üçün qurudulmuş xromatoqramlar aşkarlayıcı məhlul ilə işlənir. Aldozlar anilinfталatlı və ya anilindifenilaminofosfatlı reaktivlə, ketozlar sidik çövhəri məhlulu ilə aşkarlanır. Şəkərlərin miqdarı, adətən elyuatların optik sıxlığına görə, hər bir şəkər növü üçün ayrıca qurulmuş kalibrəmə qrafiklərindən istifadə edərək hesablanır. Habelə densitometrik metoddan da istifadə edilir. Qida məhsullarındakı şəkərlərin kağız xromatoqrafiyası üsulu ilə təyinat metodları müxtəlif ədəbiyyat mənbələrində hərtərəfli ifadə edilmişdir.

3.5.3. Kağız üzərində paylaşdırıcı xromatoqrafiya üsulu ilə aminturşuların təyin edilməsi

Kağız üzərində aminturşuların xromatoqrafiyası XX əsrin 90-cı illərində olduqca geniş yer almışdı. Hazırda bu üstünlüyün, daha rahat və daha az zəhmət tələb edən avtomatik aminoanalizatorların istifadəsi ilə ion mübadiləsi xromatoqrafiyasının üzərinə düşməsinə baxmayaraq, kağız xromatoqrafiyasından indi də kifayət qədər geniş miqyasda analizlərin aparılması üçün istifadə edilir. Məhz kağız üzərində paylaşdırıcı xromatoqrafiya üsulunun əlverişliliyi, laboratoriya analiz praktikasında əhəmiyyətini itirməmişdir.

Sərbəst aminturşuların çıxarılması və qida məhsullarının zülali hidrolizatlarının alınması “İon mübadilə xromatoqrafiyası” bölməsinin “Aminturşuların təyini” başlığında şərh olunur.

Aminturşuları ayırmaq üçün adətən “M” markalı ənənəvi xromatoqrafiya kağızı və ya 1, 2, 3, 3 MM markalı xarici vatman kağızı istifadə edilir. Belə ki, kağızlar qarışıqlara malik ola bilərlər ki, bu qarışıqlara da qismən ağır metalların ionlarını (onlar aminturşuları ilə duzlar əmələ gətirir) aid etmək olar.

İstifadədən əvvəl xromatoqrafiya kağızına sirkə turşusu ilə oksidləşdirilən 0,02%-li 8 - oksixinolin məhlulunu hopdurmaq məsləhət görülür. Qurudulmuş kağızı 8 - oksixinolinin metal-larla əmələ gətirdiyi tünd rəngli komplekslər tam yox olanadək alçalan üsulla hərəkət edən həlledici ilə yuyulur.

Hər bir aminturşudan bir neçə mkq miqdarına malik tədqiq olunan məhlulu kağız üzərinə ləkəcik və ya 2,0 – 2,5 sm uzunluqla ştrixlər şəklində köçürülür. Kağızın elə bu vərə-qində köçürülən məhlullarla yanaşı standart aminturşuların 0,05 M məhlulları da köçürülür. Sistin və sistein aminturşuları təyin etmək üçün, habelə aşkarlayıcı kimi izatindən istifadə edərək, kağız üzərinə köçürülən aminturşuların qarışıqdakı miqdarı 2 – 3 dəfə yüksək olmalıdır. Standart aminturşuları kağız üzərinə, hər birində 5 – 7 maddə olmaqla qarışıq şəklində köçürülür. Məsələn, leysin + tirozin + treonin + asparagin turşusu + lizin + sistein; triptofan + prolin + alanin + qlisin + argi-nin + ornitin; fenilalanin + metionin + qlütamin turşusu + serin + histidin + sistin. Standart aminturşular qarışığını tərtib edər-kən, hər bir aminturşunun qarışıqdakı konsentrasiyasını (qatı-lığını) hesablamaq üçün məhlulun durulaşma dərəcəsi nəzərə alınır.

Aminturşuların daha tez və dəqiq identifikasiya edilməsi məqsədilə, eyni zamanda tədqiq edilən aminturşu qarışığının müxtəlif miqdarı ilə bir neçə təkrar (dubl) xromatoqramın ha-zırlanması məqsədəuyğundur. Bununla yanaşı, müxtəlif aş-karlayıcıların, yəni ningidrin və izatinin istifadəsi də yuxarıda göstərilən məqsədə xidmət edir. Ninhidrin (triketoqid-rindeqidrat) yüksək həssaslığı sayəsində, tədqiq olunan ob-yektlərdə aminturşuların kiçik miqdarını açmağa imkan verir. İzatin və aminturşuların reaksiya məhsulları müxtəlif rənglərə malik olur ki, bu da aminturşuları dəqiqliklə təyin etməyə imkan verir.

Aminturşuların ayrılması yüksələn və ya alçalan üsulla, birölcülü xromatoqrafiya ilə həyata keçirilir, lakin alçalan

xromatoqrafiyada həmişə kifayət qədər dəqiq ləkələr əmələ gəlmir. Birölçülü xromatoqrafiyada hərəkət edən həlledici kimi (4:1:5) nisbətində qarışdırılan n - butanol - buzlu sirkə turşusu - su qarışığının üst qatı xidmət göstərir. Tez hərəkət edən aminturşuları (leysini, fenilalanini, triptofanı, metionini, valini, tirozini) ayırmaq üçün həlledicinin 2 – 3 dəfə qalxması kifayət edir. Orta və kiçik hərəkət sürətinə malik aminturşuları yaxşı ayırmaq üçün həlledici 6 – 7 dəfə buraxılmalıdır.

İkiölçülü xromatoqrafiya zamanı iki həlledici sistemdən istifadə edilir. Məsələn bir istiqamətdə su ilə doydurulmuş fenol, digər istiqamətdə isə n - butanol - sirkə turşusu - su (4:1:5) həlledici sistemlərindən istifadəsi məqsədəuyğundur. Bufer məhlulu ilə işlənmiş (emal edilmiş, hopdurulmuş) kağızlardan istifadə etdikdə, aminturşuların daha dəqiq ayrılmasına nail olmaq mümkündür.

Qurudulmuş xromatoqramlar asetonda 0,2%-li ninhidrin məhlulu və asetonda izatinin 1,0%-li məhlulu ilə, hər 100 ml məhlula 4 ml sirkə turşusu əlavə etdikdən sonra emal edilir.

Ninhidrinlər emal edərkən xromatoqram üzərində *diketohidrin*diledindiketohidrin*daminin* yasəmən rəngli ləkələr əmələ gəlir. Prolin sarı rəngə boyanır. Ləkələrin rəngi tədricən intensivləşir və 10 – 16 saatdan sonra otaq temperaturunda maksimum intensivliyə malik olur. 100°C-də rəng daha tez nəzərə çarpır, ləkələr diffuz qalır, fon isə çəhrayıya boyanır. Aminturşular identifikasiya edildikdən (aşkarlandıqdan) sonra xromatoqramı mis-nitrat duzu məhlulunda (azotnokisloy medi) islatmaqla (bu məhlul reaktivin doymuş sulu məhlulunu 100 ml asetona qarışdırmaqla hazırlanır) möhkəmlədirilir. Bu zaman ləkələr, *diketohidrin*diledindiketohidrin*daminin* mis törəmələrinin əmələ gəlməsi sənayesində narıncı-qırmızı rəng əldə edilir.

İzotinlər işləyərkən xromatoqram üzərində tez bir zamanda prolinin parlaq-göy ləkəsi əmələ gəlir. Digər aminturşular aşkar etmək üçün xromatoqramı 90 – 100°C istilikdə 10 – 20

dəq. qızdırılır. Narıncı fonda fərqli boyanmış ləkə əmələ gəlir. Bu zaman triptofan aşkarlanmır. Aminturşuların aşkarlanmasının düzgünlüyünü yoxlamaq üçün, xromatoqrama (3:1) nisbətində silikat yapışqanı ilə 20%-li natrium – karbonat (Na_2CO_3) qarışığı sürərək 50°C istilikdə qurutmaqla ağartmaq mümkündür.

Fon solğun-limon rəngi alır və bir çox ləkələr rəngini dəyişir. Triptofan, parlaq-qırmızı rəngli ləkə şəklində aşkarlanır.

Tədqiq edilən obyektlərdə aminturşuların miqdarı onları ninhidrinlə və ya diketohidrindiledindiketohidrindaminin (DİDA) mis, kadmium, civə ionları ilə reaksiya məhsullarının rəng intensivliyinə görə təyin edilir. DİDA-nın mis törəmələrinin ləkələrini qaranlıq yerdə 1,5 – 2,0 saat ərzində 75,0%-li etil spirti ilə elyuasiya edir (yuyur) və 490 nm dalğa uzunluğunda onun optik sıxlığı ölçülür. Kontrol məhlul kimi elə bu xromatoqramın təmiz sahələrində kəsilmiş kağızın elyuasiyasından alınan məhluldan istifadə edilir. Hər bir aminturşunun mq %-lə miqdarını aşağıdakı bərabərlikdən hesablanır:

$$X = \frac{E_{sina} \cdot C_{ST} \cdot A \cdot 100}{E_{ST} \cdot a \cdot p} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (41)$$

burada: E_{sinaq} – tədqiq edilən aminturşu elyuatının optik sıxlığı;

C_{ST} – ləkədəki standart aminturşunun miqdarı, mq;

A – məhsuldan çıxarılan aminturşuları qarışığı məhlulunun ümumi həcmi; ml;

E_{ST} – standart aminturşu elyuatının optik sıxlığı;

a – tədqiq edilən aminturşular qarışığı məhlulunun xromatoqram üzərinə köçürülən həcmi, ml;

p - tədqiq olunan məhsulun çəki nümunəsi, q.

3.6. Nazik təbəqəli xromatoqrafiya (NTX) üsulu

3.6.1. Nazik təbəqəli xromatoqrafiya metodunun əsasları

NTX üsulunun prinsipi. Eksperimentin metodik xüsusiyyətləri baxımından nazik təbəqəli xromatoqrafiya universallığı, yüksək həssaslığı, sürətliliyi və analizin yerinə yetirilmə sadəliyi kimi keyfiyyət göstəricilərini birləşdirən daha sadə bir xromatoqrafiya metodudur. Bu müsbət keyfiyyətlər və eləcə də avadanlıqların mürəkkəb olmaması, maddələrin analizi prosesinin görünən olması, onların dəqiq ayrılması və identifikasiya (aşkarlama) etibarlılığı, sənayedə nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulunun qida məhsullarının analizi məqsədilə istifadə olunmasına geniş imkanlar açır.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya metodunun başlanğıcı kimi keçmiş SSRİ tədqiqatçıları N. A. İzmaylovanın və M. S. Şrayberin işləri qəbul olunur. Belə ki, hələ 1938-ci ildə onlar, nazik alüminium qatı ilə (ilk dəfə dərman bitkilərinin alkaloidlərini ayırmışlar) örtülmüş şüşə plastinkalarda (vərəqlərdə, lövhəciklərdə, səthlərdə) NTX prinsiplərini təsvir etmələrinə baxmayaraq alman alimi E.Ştalya tərəfindən həyata keçirilmişdir. Belə ki, o, müasir NTX metodunun əsasını qoymuş və onun riyazi cəhətdən əsaslandırırmışdır.

1958-ci ildən başlayaraq NTX metodu sürətlə inkişaf etməyə başlamışdır. Qısa müddət ərzində NTX müasir analitik laboratoriya praktikasına daxil olmuşdur. Bu metodla lipidləri, qlüsidlər, aminturşular, nukleotidlər, şəkərlər, fenollar, hormonlar, vitaminlər, alkaloidlər və digər birləşmələr tədqiq edilir.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya nəzəriyyəsinin sualları və iş texnikası bir sıra monoqrafiya və tədqiqat işlərində təsvir edilmişdir.

NTX üsuluna kağız xromatoqrafiyası üsulunun bir növ müxtəlifliyi kimi baxmaq olar. Sərbəst asılmış kağız zolaqları əvəzinə, üzərinə nazik təbəqəli uyğun sorbent çəkilmiş şüşə lövhələrdən istifadə edilir.

Kağız xromatoqrafiyasında kağız üzərində köçürüldüyü kimi, şüşə plastinka üzərinə çəkilmiş nazik təbəqənin start xəttinə analiz edilən maddələr qarışığı köçürülür, start xəttindən aşağı səviyyədən olmaqla plastinkanın oturacağı həlledicilər sistemi içərisinə yerləşdirilir. Həlledicinin plastinka üzərinə yerdəyişmə məsafəsinə görə adsorbsiya qüvvələrinin, paylanmanın, ion mübadiləsinin təsiri və ya sadalanan faktorların cəm təsiri sayəsində maddələr qarışığının ayrılması baş verir.

3.6.1.1. Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üçün sorbentlər

Müasir dövrdə NT xromatoqrafiyada əsas etibarilə aşağıdakı sorbentlərdən istifadə edilir:

Lipofil maddələri ayırmaq üçün – silikahel, alüminium oksid, asetilləşdirilmiş sellüloza, poliamidlər;

Hidrofil maddələri ayırmaq üçün sellüloza, sellülozalı iondəyişdiricilər, kizelqur, poliamidlər və s.

Silikahel – yüksək tutuma malik olması və yaxşı ayırma qabiliyyəti ilə üstünlük təşkil edən, praktiki olaraq bütün birləşmə qruplarını ayıra bilən geniş tətbiq diapazonuna malik sorbent kimi NTX-da daha tez-tez istifadə olunur. Bununla yanaşı silikahel, daha dayanıqsız və tez parçalanan maddələrə qarşı təsirsizdir ki, bu da onun müxtəlif preparatlarda stabilliyini təmin edir, onun şüşə səthində yaxşı adheziya olunması nazik, bərabər səviyyədə yayılmış və mexaniki cəhətdən möhkəm təbəqənin alınmasına imkan verir.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üçün istifadə edilən silikahellərin əksəriyyəti iridənəli kimi təsnifatlaşdırılır.

Silikahel hidrogen rabitələrinin yaranması sayəsində doymamış, aromatik və ya polyar molekulları adsorbsiya edir.

Karbon-karbon (C – C) ikiqat rabitəli digər polyar adsorbentlərlə müqayisədə, silikaheldə zəif adsorbsiya olunur. Buna görə də yalnız nisbi doymamazlıq dərəcəsinə görə fərqlənən birləşmələr və aromatik karbohidrogenlər digər polyar adsorbentlərdə, məsələn, alüminium oksiddə yaxşı ayrılır.

Üyüdülmüş və 150 – 120 meş. (ələk toru dəşiklərinin ölçüsü 0,10 və ya 0,07 mm-ə uyğun olan) ölçülü ələkdən keçirilən, vacib olan halda yuyularaq dəmir qarışıqlarından təmizlənən KSK markalı silikaheldən istifadə olunduqda yaxşı nəticələr alınır.

KSK markalı silikahelin NTX-da adsorbent kimi hazırlanması aşağıdakılardan ibarətdir. KSK markalı silikahel diyircəkli dəyirməndə 6 saat ərzində üyüdülmür. Bunun üçün 250 çini diyircəyə malik barabana (silindrşəkilli hissəyə) 400 q dənəvərləşdirilmiş silikahel tökür və tozlanmanın azaldılması məqsədilə oraya 200 ml distilləolunmuş su əlavə edirlər. Xırdalanma başa çatdıqdan sonra barabandakı kütləni 10 № - li alüminium tor üzərinə keçirir və əllə silkələməklə çini diyircəkləri ayırırlar. Üyüdülmüş silikaheli 11№-li kapron tor üzərinə yerləşdirir, alt tərəfdən ona 43№-li kapron tor birləşdirilir. Yığılmış torlar dəstini altlığı və qapağı ilə birlikdə, bütöv və xırdalanmış silikahelləri bir-birindən ayırmaq üçün, 30 dəqiqə ərzində yelləmək üzərinə yerləşdirilir. Altlığı yığılmış silikaheli 73№-li kapron tor üzərinə keçirir, alt tərəfdən 76№-li kapron tor birləşdirir, altlığı örtür və ələnməsi üçün titrəyicinin dayaqları üzərinə yerləşdirərək 75 dəq. saxlayırlar ki, 183 – 195 meş. Fraksiyasının maksimum çıxımına imkan yaransın.

73 və 76 №-li torlar arasında qalan sorbenti (183 – 195 meş.) yığılır və cilalanmış tıxacı olan şüşə qabda saxlanılır.

NTX üçün ağır metalların və üzvi maddələrin qatışıqlarına malik olmayan sorbent daha vacibdir. Belə ki, dəmir qatışıqları silikaheldə yağ turşularının oksidləşməsini katalizləşdirib və bəzi üzvi birləşmələrin izomerləşməsini əmələ gətirmək olur. Dəmir qatışıqları, xlorid turşusu ilə əks soyuduculu

kolbada və ya Sokslet aparatında silikaheli qaynatmaqla kənarlaşdırılır. Daha tez-tez hər yarım saatdan bir turşusunu dəyişməklə silikahel 2 saat ərzində əks-soyuduculu kolbada qatı xlorid turşusu ilə qaynadılır. Turşunu ayırır, silikaheli 2№-li şüşəli filtr üzərində xlor ionlarından 3,5 l distillə olunmuş su ilə yuyub, 600 ml metanol və 600 ml kükürd efiri ilə yaxalanılır. Silikaheldən həlledici buxarları sorucu şkafta altında kənarlaşdırılır. Sonra silikaheli şüşə üzərinə 1 sm qalınlığında sərir və tərkisi suyun miqdarını standartda uyğun halda saxlamaq üçün 2 saat ərzində, termostatda 110⁰ C istilik həddində qurudulur. Təmiz silikaheli cilalanmış qapağı olan şüşə qabda istifadə olunanadək saxlanılır.

Tədqiqat işlərini, nazik təbəqəli xromatoqrafiya üçün xüsusi olaraq hazırlanmış digər markalı silikahellərlə də həyata keçirmək olar. Aşağıda göstərilən silikahel markaları geniş miqyasda tətbiq olunur: ~ 13% gips əlavə edilən G (Almaniya), H (Almaniya), LS 5/40 (Çexiya), lüminessent indikatorlu – LL₂₅₄ 5/40 (Çexiya), GF₂₅₄, Woelm (Almaniya).

Silikagelin xromatoqrafik xassələri onun alınma (istehsal) metodundan və sonrakı termiki emalından asılı olaraq geniş hədlərdə dəyişir.

Alüminium oksid – silikageldən sonra geniş yayılmış adsorbentdir. Silikagel kimi bu da polyar adsorbentdir və bu iki adsorbentdə ayrılmış maddələrin elyuasiya qaydaları eynidir. Bu sorbentin xüsusiyyətlərini uyğun həlledicilərin seçilməsi və müəyyən maddələrin əlavə edilməsi ilə dəyişmək olar ki, bu da ondan müxtəlif birləşmələrin ayrılması üçün istifadə etməyə imkan verir.

Alüminium oksid həm adsorbent və həm də ion mübadiləsi rolunu oynaya bilər (alüminiumun qələvi oksidi kation mübadilə edən, turşu ilə emal edilmiş alüminium oksidi isə – anion mübadilə edən maddə kimi istifadə olunur).

Alüminium oksidin aktivliyi ondakı suyun miqdarından asılıdır, bu da xromatoqrafiya üçün praktiki əhəmiyyət kəsb

edir, belə ki, daha aktiv formalı alüminium oksidini müxtəlif miqdarda su ilə nəmləndirərək, müxtəlif tutulma adsorbentlər yığımı əldə etmək olar.

Hidratlaşdırılmış (su əlavə edilmiş) alüminium oksidi 300 – 400⁰C-dək qızdırarkən, adsorbsiyaolunan suyun çox hissəsi kənarlaşır. Belə alüminium oksid daha yüksək adsorbsiya aktivliyi ilə üstünlük təşkil edir və Brokmana görə “I alüminium oksid” kimi işarələndirilir. Lazımı (II, III, IV, V) aktivliyə malik sorbent almaq üçün I alüminium oksidinə (susuzlaşdırılmış sorbent) uyğun miqdarda (3, 6, 10 və 15%) su əlavə edir, qarışığı yaxşı cıllanmış tıxaca malik şüşə bankada 5 – 10 dəq. ərzində çalxalayır və 6 – 8 saat sakit saxlayırlar.

Maqnezium oksid – çoxnüvəli aromatik maddələrin yalnız doymazlıq dərəcəsinə görə fərqlənən maddələrin ayrılması üçün daha geniş tətbiq edilən əsas xarakterli polyar adsorbentdir.

Kizelqur – polyar maddələrin alınması üçün məsləhət görülür. O, paylaşdırma metodu ilə iş zamanı etibarilə daşıyıcı rolunu yerinə yetirir.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulunda (N T X) *m o d i f i k a s i y a e d i l m i ş s o r b e n t l ə r d ə n* də istifadə edilir. Bu növ sorbentləri, adsorbentə spesifik üzvi funksional qruplarla komplekslər əmələ gətirən material hopdurmaq yolu ilə əldə edirlər.

Gümüş nitrat hopdurulmuş silikagel doymamış elə birləşmələrin ayrılması üçün tətbiq edilir ki, onlar gümüş ionları ilə π - kompleksləri yaratmağa qabildir, eyni sinifdə olan doymuş birləşmələrə nisbətən az hərəkət edir.

Müxtəlif *s e l l ü l o z a l a r* geniş miqyasda tətbiq olunurlar. Tozşəkilli sellülozanı laboratoriya şəraitində xromatoqrafiya kağızından almaq olar. Bunun üçün kağızı 5 – 8 mm ölçülərdə xırdalanır, 60 – 70⁰C istilikdə 18 – 20 saat ərzində qurudulur və 1 l həcmli kolbaya yerləşdirilir, oraya 500 ml

96%-li etil spirti və 120 ml qatı xlorid turşusu (HCl) əlavə edilir.

Qarışıq əks-soyuducu ilə 1,5 – 2,0 saat ərzində qaynadılır və qaynar halda Byüxner qığında filtrlənir. Filtir üzərindəki qalıq bir neçə dəfə distilləedilmiş su ilə yuyulur, ikilitrlik həcmi (tutumu) olan stəkana köçürülür və bir neçə dəfə neytral və xlor ionlarına qarşı mənfi reaksiyadək yuyulur. Mükəmməl yuyulmuş qalığı 700 ml 90 – 92%-li spirt ilə qarışdırılır, bütün kütləni Byüxner qıfına köçürür, spirti sorub çıxarır, qalıq isə termostatda 60 – 70⁰C istilikdə qurudulur.

Qurudulmuş kütləni “**Piruet**” markalı dəyirməndə xırdalayır və 130 – 200 mkm dəlikli ələkdən keçirilir. Bu zaman 80 q xromatoqrafiya kağızından 50 – 70 q ətrafında NTX üçün tozşəkilli sellüloza alınır.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiyada habelə *poliamid tozlar*, *ion mübadiləsi qatranlar*, *sefadekslər* və s.-də tətbiq oluna bilər.

3.6.1.2. Hərəkət edən maye fazanın və ayrılma şərtlərinin seçilməsi

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə maddələrin müvəffəqiyyətlə ayrılması üçün sorbentin və bu sorbentə uyğun həlledicinin düzgün seçilməsi vacib əhəmiyyət kəsb edir. Düzgün seçilmiş həlledici sorbentin ayırıcılıq qabiliyyətini gücləndirir. Adətən, nazik təbəqəli xromatoqrafiyada iki, üç və daha çox komponentdən ibarət olan həlledicilər sistemindən istifadə edilir. Lakin çoxkomponentli sistemlərin istifadə edilməsi bir sıra arzu edilməz halların, məsələn, “*kənar effekt*” kimi adlandırılan bir neçə istiqamətin əmələ gəlməsini şərtləndirə bilər.

Bir neçə istiqamətin əmələ gəlməsi, polyarlıqlarına görə bir – birindən kəskin fərqlənən həlledicilərdən ibarət olan

qarışıq olduğu hallarda xromatoqrafiya zamanı həlledicilər sisteminin ayrılması ilə şərtlənir.

“K ə n a r e f f e k t” anlayışı həlledicilərin istiqamətinin əyilməsi (dəyişməsi) ilə ifadə olunur. “*H ə l l e d i c i n i n i s t i q a m ə t i*” dedikdə, onun hansı komponenti həll edə bilməsi qabiliyyəti başa düşülür. “K ə n a r e f f e k t” lövhənin mərkəzindən və onun kənarlarından həlledicinin qeyri-bərabər buxarlanması nəticəsi kimi başa düşülür. Buna görə də, lövhənin mərkəzindən kənarlarına getdikcə birləşmələrin R_f göstəricisinin qiyməti azalır.

Həlledicinin seçilməsi, bir qayda olaraq, ayrılacaq komponentlərin və həlledicilərin polyarlığı nəzərə alınmaqla empirik olaraq həyata keçirilir. Həlledicilərin polyarlığını qiymətləndirmək üçün əsas nöqtə kimi həlledicinin elyurə (həll edib çıxarmaq) etmək qabiliyyəti əsasında tərtib olunmuş Ştalın elyuotrop sırası xidmət göstərə bilər, belə ki, adsorbsion nazik təbəqəli xromatoqrafiyada, məsələn, elyurətmə gücünün artması ilə düzülən aşağıdakı həlledicilər sırasından istifadə etmək olar: *heksan, heptan, xloroform, efir, etilasetat, piridin, aseton, etanol, metanol, su*.

Lipofil xassəli maddələr polyar adsorbentdə petroleyn efiri, benzin, benzol kimi kiçik polyarlığa malik həlledicilərlə ayrılır. Hərəkət edən zəruri fazanı seçmək üçün, adətən, əsas həlledici kimi qeyri-polyar həlledici götürülür və onun üzərinə az miqdarda polyar həlledici əlavə edilir.

Həlledici sorbentdən üzvi birləşmələri maddənin quruluşundan, eləcə də bu maddədəki funksional qrupların tipi və sayından asılı olaraq elyurə edir (həll edib çıxarır). Adsorbsiyalı nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə ayrılma, Brokman tərəfindən formaləşdirilmiş qaydalara müvafiq olaraq baş verir. Karbohidrogenlər zəif adsorbsiyaolunan və ya tamamilən adsorbsiyaolunmayan maddələrdir və buna görə də onlar həlledici axını ilə hərəkət etdirilir. Tərkibində bir və ya bir neçə, xüsusilə də bir-biri ilə əlaqəli ikiqat rabitələrin

mövcudluğu, birləşmələrin adsorbsiya olunmaq qabiliyyətini artırır. Efirlər zəif adsorbsiya olunur. Aldehidlər, spirtlər və turşulardan daha yaxşı adsorbsiya olunur.

Doymamış birləşmələr doymuş birləşmələrdən, qısazəncirli birləşmələr isə uzunzəncirli birləşmələrdən daha güclü adsorbsiya olunur. Funksional qrupların daxil olması birləşmənin adsorbentlə oxşarlığını artırır.

Funksional qrupların adsorbsiya olunmaq qabiliyyəti aşağıda əks olunan qaydada yüksəlir:
 $\text{CH}=\text{CH} < \text{OCH}_3 < \text{COOR} < \text{C}=\text{O} < \text{CHO} < \text{SH} < \text{NH}_2 < \text{OH} < \text{COOH}.$

Lipofil maddələr üçün xüsusi olaraq silikaheldə hazırlanmış nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu hidrophil birləşmələr üçün çox da yararlı deyildir. Lakin sellüloza kimi silikahel də, qurutma üsulundan asılı olaraq qabarma suyuna və solvat suyuna malik olur, buna görə o da, hətta kəskin ifadə olunan hidrophil xassələrə malik və üzvi həlledicilərdə az miqdarda həllolan maddələrin ayrılması üçün paylaşıdırıcı nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulunda istifadə oluna bilər. Beləliklə, paylaşıdırıcı nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə ayırma zamanı, adətən su, hərəkətsiz faza kimi xidmət göstərir. Hərəkət edən faza kimi isə – su ilə qarışmayan, su əlavə edilən və ya su ilə doydurulan daha kiçik polyarlığa malik üzvi həlledicidən istifadə olunur. Paylaşıdırıcı xromatoqrafiya üçün həllediciləri seçərkən hər iki maye fazanı diqqət mərkəzində saxlamaq lazımdır.

Paylaşıdırıcı nazik təbəqəli xromatoqrafiyada həlledicini seçərkən, hidrogen rabitələrini əmələ gətirməyə meyillilik xassələrinə görə yerləşən həlledicilər olan hər hansı məlum sıraların birindən istifadə etmək olar. Belə sıranın əvvəlində hidrogen rabitəsi əmələ gətirmək qabiliyyəti daha kəskin şəkildə ifadə olunan *hidrophil* (polyar) birləşmələr, sonunda isə – *hidrofob* (lipofil və ya qeyri-polyar) birləşmələr dururlar. Belə ki, sərbəst aminturşuların paylaşıdırıcı nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə analizi üçün suya malik

olan həlledicilərdən istifadə edir və bu zaman, məsələn, metanol, etanol, aseton kimi güclü polyar mayelər tətbiq edilir.

Hidrofob maddələri ayırmaq üçün “y ö n ə l d i l m i ş” fazalı nazik təbəqəli paylaşıdırıcı xromatoqrafiya üsulunu tətbiq etmək olar. Bu halda daşıyıcı fazaya undekan, parafin yağı, müxtəlif özlülüyə malik silikon yağı və s. kimi lipofil maddələr hopdurulur. Hərəkət edən faza kimi, adətən hərəkətsiz faza ilə doydurulan qeyri-polyar üzvi həlledicilərdən istifadə edilir.

Praktikada tələb olunan həlledicini seçmək məqsədilə mikroskopda baxmaq üçün olan əşya şüşəsi üzərində nazik təbəqədə analiz edilən nümunəni sınaq xromatoqrafiyasına məruz qoymaq məsləhət görülür. Bunun üçün səthləri ilə birləşdirilən iki əşya şüşəsi, məsələn, 2:1 nisbətində metanollu 100 ml xloroform məhlulunda 35 q silikaheldən ibarət olan və cilalanmış tıxaclı hündür şüşə bankada saxlanılan adsorbent suspenziyasına salınır. Şüşələri bankadan çıxarılır, bir-birindən ayrılır və qurumağa qoyulur. Sonra onların üzərinə 2 mkl 1,0%-li nümunə məhlulu keçirib və kiçik elyurə gücünə malik həlledici ilə ayırır ki, bu da, adətən 2-3 dəq. davam edir. Bundan sonra plastinkaları qurudulur, xromatoqramları isə, məsələn, yod buxarları olan kameraya yerləşdirməklə aşkarlanır. Tədricən artan elyurətmə gücünə malik həlledicilərdən istifadə edərək, lazım gələrsə maraq kəsb edən komponentlər üçün R_f – in qiyməti $0,3 \div 0,8$ hədlərində olanadək binar qarışıqlar tətbiq edilərək eksperiment təkrarlanır.

3.6.1.3. NTX üçün lövhəciklərin hazırlanması

Nazik təbəqəli xromatoqrafiyanın praktiki olaraq həyata keçirilməsi lövhəciklərin hazırlanmasından başlayır.

Altılıqların seçilməsi. Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üçün tətbiq edilən lövhəciklər şüşədən, aliminium folqadan və ya plastik materialdan (plastmasdan) hazırlanmış ola bilər.

İstənilən şüşədən (emulsiya ilə yuyulmuş fotolent, güzgü şüşəsi, adi pəncərə şüşəsi və s.) və müxtəlif ölçülərdə hazırlanmış lövhəciklərdən, istifadə etmək mümkündür. 13x18 sm ölçülü fotolentdən hazırlanan fotolentlər daha tez-tez tətbiq edilir. Preparativ ayrılmanı həyata keçirmək üçün uzunluğu 40 – 50 sm, eni 30 – 40 sm olan şüşədən istifadə edilir. “Mikro-lövhəciklərdə” xromatoqrafiya etmək üçün əşya şüşəsi (2,5x7,6 sm) xidmət göstərir. E. Ştal sınaqların aparılma şəraitlərini standartlaşdırmaq, yəni eyniləşdirmək üçün 20x20 və 20x10 sm ölçülü lövhəciklərdən istifadə etmək məsləhət görülür.

Sorbent çəkilməmişdən əvvəl lövhəciklərin səthi mükəmməl yuyulmuş, yağsızlaşdırılmış və qurudulmalıdır.

Sorbsiyaedici kütlənin hazırlanması 1. Lövhəciyin səthindəki sorbentin nazik qatı möhkəmləndirilməmiş, sərbəst səpilmiş şəkildə ola bildiyi kimi, həm də hər hansı bir yapışdırıcı vasitənin (adətən, bu məqsədlə gibs və ya nişastadan istifadə edilir) köməyi ilə möhkəm yapışdırıla bilər.

Möhkəm yapışdırılmış adsorbent qatına malik lövhəciklərdən analitik məqsədlər üçün daha tez-tez istifadə edirlər, belə ki, onlar istifadə zamanı daha əlverişlidir, paylaşdırıcı sorbentin eyni bərabərlikdə olması ilə fərqlənir.

Sorbent lövhəciyin səthinə sulu suspenziya şəklində çəkilir. Praktikada sorbsiyaedici kütlənin hazırlanmasının daha tez-tez tətbiq edilən üsulu aşağıda şərh edilən kimidir:

KSK markalı gibsli silikahel (20x20 sm ölçülü beş ədəd lövhəcik üçün). 25 q təmizlənmiş silikaheli və 2 q gipsi şüşə çubuqla 250 ml-lik stəkanda 1 dəq. ərzində qarışdırır, oraya 65 ml distilləolunmuş su əlavə edilir. Stəkanın içərisinə elektromikserdən dəyirmi nasadka yerləşdirilir və kütlə bərabər ölçülü suspenziya alınanadək 90 saniyə ərzində qarışdırılır. Elektromikser olmadığı halda, suda silikahel suspenziyası qabaqcadan kimyəvi stəkanda şüşə çubuqla 15

dəq. ərzində gıbslə əsaslı dərəcədə qarışdırılır, böyük çini kasada hazırlanır.

K S K markalı gıbslı silikahel (çəkilməş qatın təqribən 300 mkm qalınlığı olan 11x17,5 sm ölçülü bir ədəd lövhəcik üçün). 6,9 q silikaheli, 0,35 q tibbi gıbsi və 18 ml suyu cilalanmış tıxaca malik 100-150 ml tutumlu konik dibli kolbada 1 – 2 dəq. ərzində çalxalanır. Alınan suspenziyanı lövhəciyin üzərinə yaxırlar.

G silikaheli, G alüminium oksidi və “Merk” firmasının (5 % gıbslı) G kizelquru (çəkilməş qatın qalınlığı 250 mkm olan 20x20 sm ölçülü beş ədəd lövhəcik üçün). 25 q sorbenti təqribən 10 sm diametrli quru çini kasaya tökülür. Yavaş-yavaş qarışdırmaqla əvvəlcə 35 ml distillə suyu əlavə edir və hava qabarcıqları, püsrük olmayan bircinsli kütlə alınanadək sürtülür, sonra qarışdırmanı davam etdirmək şərtilə 15 ml distillə suyu əlavə edilir. Hər iki qarışdırmanın cəm miqdarı 1,5 – 2,0 dəq.-ni aşmamalıdır. Sonra tez bir zamanda təbəqə lövhəcik üzərinə yaxılır.

Sellüloza tozları (20x20 sm ölçülü beş ədəd lövhəcik üçün). Yaxşı, bərabər yayılmış təbəqə (qat) almaq üçün, lövhəcik üzərinə yaxılmamışdan əvvəl suspenziyalar gıbsə malik olan və olmayan sellülozadan hazırlanan suspenziyaları elektrik qarışdırıcısı ilə təqribən bir dəqiqə ərzində yaxşıca qarışdırmaq lazımdır: MN-300 G tipli-15 q sellüloza tozu və 90 ml distillə olunmuş su; MN – 300 G/A_c 10 q sellüloza tozu və 50 ml metanol və 5 ml distillə olunmuş su qarışığı. Adsorbent yaxılmış lövhəcikləri 60⁰C istilikdə 10 dəq. ərzində qurudulur.

Xromatoqrafik kağızdan hazırlanmış tozşəkilli sellüloza (13·18 sm ölçülü dörd ədəd lövhəcik üçün). 5 q sellüloza 30 ml su ilə hüceyrə mikroxırdalayıcısında 5-8 dəq. ərzində qarışdırılır. Qurutmaq üçün lövhəciklər havada 6-8 saat saxlanılır.

Yüksəkkeyfiyyətli lövhəciklər almaq üçün tamam suspenziyalaşmış məhlul götürülməlidir. Əgər suspenziyada çö-

küntü əmələ gələrsə, bu ona gətirib çıxarır ki, quruduqdan sonra lövhəcikdə adsorbent qatı müxtəlif qalınlıqda olur.

Sorbent qatı, həlledicinin hərəkəti üçün əlverişli olan kapillyar strukturla üstünlük təşkil etməli, hamar və 250 mkm civarında qalınlığa malik olmalı, eyni zamanda xromatoq-rafiyalama prosesində onun geri qalması üçün kifayət qədər mexaniki möhkəmliliklə üstünlük təşkil etməlidir.

Sorbent qatının lövhəcik üzərinə yaxılması. Lövhəciklər üzərinə bərkiməmiş nazik sorbent təbəqəsi yaxmaq üçün bərk maddələrin tozunu şüşə üzərinə (adətən, donuq, tutqun şüşədən istifadə olunur) tökür və paslanmayan poladdan hazırlanan diyircək və ya şüşə borucuqdan kauçuk çubuqların başına keçirilmiş şüşə borucuqlarla hamarlamılır. Bu zaman əmələ gələn təbəqənin qalınlığı alınan sorbent qatının qalınlığına (adətən, bu qalınlıq 1 mm olur) uyğun gəlməlidir.

Sorbsiyaedici kütlədən qabaqcadan hazırlanmış, möhkəmlənmiş sorbent qatının yaxılmasının aşağıdakı üsulları məlumdur: suspenziyanın lövhəcik üzərinə yaxılması; lövhəciyin suspenziyanın içərisinə salınması; tozlandırıcıların köməyi ilə püskürdülmə.

Lövhəciklərin əl ilə və yaxud xüsusi cihazların köməyindən istifadə etməklə sorbent qatı ilə yaxılması üsulu daha geniş tərbiq edilir. Lazım olan miqdarda suspenziyanı lövhəcik üzərinə tökür və lövhəciyi əldə saxlamaqla müxtəlif tərəflərə əyərək şpatel və ya şüşə çubuqla paylayaraq bərabər qalınlıqda hamarlanır.

Bununla yanaşı lövhəciyin kənarlarına qabaqcadan şüşə çubuq vasitəsilə dar zolaq şəklində sorbsiyaedici kütlə çəkməklə, sonradan onu suspenziyanın içərisinə salıb-çıxarmaq və daha sonra təbəqəni hamarlamaqla sorbentin lövhəcik üzərinə çəkilməsi üsulu da məsləhət görülür.

Lövhəciklərin səthinə nazik təbəqənin yaxılması üçün istifadə edilən cihazlardan Ştal applikatoru daha geniş yayılmışdır. Bu cihaz “Dezaqa” şirkəti tərəfindən istehsal edilir.

Möhkəmlənmiş təbəqənin alınması zamanı digər cihazlardan da, məsələn, Şandon cihazından da istifadə etmək olar (bu cihaz müxtəlif şirkətlər tərəfindən istehsal edilən nazik təbəqəli xromatoqrafiya üçün aparatlar komplektinə daxil olur).

Lövhəciklərin qurudulması və saxlanması. Sorbent təbəqəsi yaxıldıqdan sonra lövhəciklər, adətən üfüqi səthdə 3 – 24 saat saxlamaqla qurudulur. Bəzi hallarda alüminium oksidi və ya maqnezium oksidindən istifadə edərkən lövhəciklər qurudulmurla belə buna görə də sorbentin yaxılması bilavasitə xromatoqrafiyadan əvvəl həyata keçirilir. Silikahelə malik lövhəcikləri, silikahelin tərkibində mövcud olan suyu stabilləşdirmək üçün 110⁰C qızdırmaqla aktivləşdirilir.

İstifadə olunmaq üçün hazır vəziyyətə salınmış lövhəciklər kip bağlanan qapılara malik üzvi şüşədən hazırlanan xüsusi şkafda (və ya eksikatora) kalsium xlorid və ya silikahel üzərində (suyu kənarlaşdırmaq üçün) saxlanılır.

Üzərinə təbəqə çəkilmiş hazır lövhəciklər. Bəzi firmalar müasir zamanda müxtəlif sorbent təbəqəsinə malik standart xromatoqrafiya lövhəcikləri hazırlanır, lakin bu təbəqələrin qalınlığına kəskin diqqət yetirilir və o dəyişməz olaraq saxlanılır. Belə təbəqə kimi, adətən silikahel, sellüloza, ion mübadilə qatranı və bu kimi digər maddələrdən istifadə olunur ki, bunlar da çox vaxt şüşə və ya digər altlıqların (bu altlıqlar isə alüminium folqadan, şüşə liflərlə hopdurulmuş materialdan, plastik kütlədən və s. hazırlanır) səthinə çəkilir.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üçün iş zamanı silikahel çəkilmiş lövhəciklər daha əlverişli və asan olur: alüminium folqada hazırlanmış silufol (“Serva” – Almaniya və “Kav” – Çexiya firmalarında hazırlanmış) lövhəciklərin hazırlanmasında birləşdirici kimi möhkəmləndirilmiş nişastalı kartondan istifadə edilir. Bu zaman bəzən fluoressentli indikatorlardan istifadə olunur, bəzən isə istifadə edilmir; polivinil spirtli polietilenftalatdan hazırlanan təbəqədə (0,17 mm) düzəldilmiş

lövəciklər (“DPL” – ABŞ və “Kodak” – Fransa firmalarında hazırlanmış).

Hazır lövhəciklərin bir çox üstün cəhətlərinə baxmayaraq, onların bəziləri ilə işləyərkən bütün aşkarlayıcı reaktivlərin tətbiq edilməsi mümkün olmur, belə ki, onlar altlıqlar və ya birləşdirici maddələrlə reaksiyaya girə bilmir. Plastik kütlədən hazırlanmış lövhəcikləri, məsələn, 130°C -dən yüksək istiliyə-dək qızdırmaq olmaz və beləliklə də, xromatoqramların kömür-ləşmə üsulu ilə aşkarlamaq mümkün olmur. Altlıqlar kimi, silufol lövhəciklər üçün karton və ya folqa xidmət göstərir. Bu da suya malik olan həlledicilərin istifadə olunma imkanlarını sıfıra endirir, onların tərkibindəki birləşdirici maddə kimi nişastanın mövcudluğu isə identifikasiya prosesini yod buxarları ilə həyata keçirməyə imkan vermir.

3.6.1.4. Nümunənin lövhəcik üzərinə keçirilməsi

Analiz edilən maddələrin sınaq nümunəsi lövhəcik üzərinə qeyri-polyar uçucu həlledicidə 0,1 – 10,0%-li məhlullar şəklində həyata keçirilir.

Həlledici ona görə qeyri-polyar olmalıdır ki, nümunə köçürülən nöqtədə ləkənin yuyulması azalsın və ona görə uçucu (120°C -dən kiçik qaynama temperaturu) olmalıdır ki, aşkarlanma başlananadək o, tez buxarlana bilsin. Sınaq nümunəsini xüsusi kalibrlanmış kapillyarlar və ya mikropipet vasitəsilə, bərabər intervallarla ləkələr seriyası şəklində və ya da lövhəciyin aşağı qurtaracağından 1,5 sm hündürlükdə yerləşən kəsilməz xətt şəklində keçirilir.

Sınaq nümunəsi məhlulunu lövhəcik üzərinə keçirərkən sorbentin səthinin qopmasına (hamarlığın pozulmasına) yol vermək olmaz. Köçürülərkən yaranan ləkələrin diametri 2,0 mm – dən 4,0 mm-dək, ləkələrin mərkəzləri arasındakı məsafə isə 10 – 15 mm olmalıdır.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya aparılan zamanı miqdarı analizdə sorbent təbəqəsinə sabit həcmdə məhlulun köçürülmə mümkünsüzlüyü, əsas xəta mənbəyi kimi çıxış edir, buna görə də start nöqtəsində ləkələrin sahəsi eyni bərabərlikdə olmalıdır. Məhlulu damcılarla köçürmək lazımdır. Həlledicini kənarlaşdırmaq üçün isti hava üfürücüsü (fen) istifadə etmək daha əlverişli sayılır.

Miqdarı analiz zamanı tədqiqata məruz qoyulan nümunə və “*şahid*” məhlulları eyni bir lövhəcik üzərinə köçürülür. Bu zaman çalışmaq lazımdır ki, eyni həlledicidə və eyni həcmdə, analiz olunan maddə məhlullarının və “*şahid*” məhlulların konsentrasiyası təqribən eyni olsun.

3.6.1.5. Lövhəcik üzərində maddənin xromatoqrafiyalandırılması

Maddələrin ayrılmasını hermetik qapalı kamera daxilində həyata keçirilir. Daha tez-tez xromatoqrafiyalandırma yüksələn üsulla yerinə yetirilir ki, bu zaman da hərəkət edən faza kapillyar qüvvələrin köməyi ilə adsorbsiya təbəqəsindən keçərək yuxarı qalxır.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiyada tətbiq edilən kameralar, konstruksiyalarına görə kağız üzərində xromatoqrafiya üsulu zamanı tətbiq edilən kameralara yaxındır və onlardan, əsasən ölçülərinə görə fərqlənir. Adətən sonluqları qalınlaşdırılmış və kip cilalanmış şüşə qapağa malik düzbucaqlı kameralardan istifadə edilir. Şüşədən hazırlanmış batareya stəkanlarından, bankalardan və ya üfüqi dibliyə və cilalanmış qapağa malik olan silindrlərdən də istifadə etmək mümkündür.

Qeyd olunanlarla yanaşı, xüsusi konstruksiyaya malik, məsələn, Sendviç – kamera (və ya S-kamera) kimi adlandırılan kameralar da mövcuddur ki, bunlarda örtücü lövhə, üzərinə sorbent təbəqəsi çəkilmiş lövhəciklə birləşdirilmiş olur və düzbucaqlı çənə oxşayır.

Kameranın həlledici buxarları ilə doydurulmuş olmasına diqqət yetirmək lazımdır. Buna aşağıdakı şəkildə nail olmaq mümkündür. Müəyyən hissə filtr kağızı kameraya elə vəziyyətdə yerləşdirir ki, o, kameranın divarlarının və döşəməsinin böyük bir hissəsinə dirənərək dayansın. Kameranı çalxalamaqla kağızı həlledici ilə isladır və 30 dəq. sakit saxlanılır.

Möhkəmləndirilməmiş sorbent təbəqəsində yüksələn xromatoqrafiya üsulu zamanı xromatoqrafiya cilalanmış şüşə qapaqla bağlanmış uyğun ölçülü kristallaşdırıcıda həyata keçirirlər.

Lövhəciyin oturacağı start xəttindən aşağıda olmaq şərtilə (start xətti dedikdə, tədqiq olunan maddə məhlulları köçürülən nöqtələr başa düşülməlidir) kameraya tökülmüş, hərəkət edən həlledici (və ya həlledicilər) qarışığının içərisinə yerləşdirilir. Kameradakı həlledicinin təbəqəsinin hündürlüyü 0,5 sm ətrafında, lövhəciyin məhlulda yerləşmə dərinliyi 5 – 8 mm olmalıdır.

Hərəkət edən fazanın sorbent təbəqəsindəki yüksəliş 10 – 11 sm-dən çox olmamalıdır, belə ki, daha böyük yüksəlmədə mayenin hərəkəti və ləkələrin diffuziyasında böyük ləngimə, bunun nəticəsində isə R_f kəmiyyətinin qiymətində böyük dəyişkənlik müşahidə olunur.

Həlledici müəyyən edilmiş səviyyəyədək yüksəldikdən sonra lövhəciyi həlledicidən çıxarır, həlledicinin yüksəlmə hündürlüyü qeyd edilir, sorucu şkafta altında qurudularaq həlledici, yəni hərəkət edən faza kənarlaşdırılır.

R_f kəmiyyətinin qiymətləri bir-birinə çox yaxın olan maddələrin ayrılması halında eyni həlledicidə olmaq şərtilə çox dəfəli xromatoqrafiyalama tətbiq edilir.

Əgər bir həlledici sistemində qarışığın bütün maddələri ayrılırsa, onda müxtəlif həlledicilər sistemində pilləli xromatoqrafiyalama üsulundan istifadə edirlər.

İstənilən variantda həlledici, stasionar fazaya görə hərəkət edir, axının hərəkəti istiqamətində məhlulun müxtəlif sürətli

maddələri və ya molekullarını aparır ki, bunun hesabına da qarışığın ayrılması baş verir.

Maddələrin ayrılmış vəziyyətini, əgər onlar rənglənməmişsə adətən xromatoqrama ultrabənövşəyi işıqda baxmaqla və ya onun üzərinə boyayıcı reaktivlər çilədikdən sonra təyin edilir.

3.6.1.6. İdentifikasiya üsulları

Xromatoqramda ayrılmış rəngsiz maddələrin yerləşməsinin sadə təyinetmə üsulu lövhəciklərin, ayrılan maddələrlə kimyəvi qarşılıqlı əlaqəyə girə biləcək reaktiv məhlulları ilə çilənməsindən ibarətdir.

Xromatoqramlar sorucu şkafda müxtəlif konstruksiyalı pulverizatorlardan (mayeni toz şəklində fışqırmaq üçün işlədilən cihaz) istifadə etməklə çilənir. Lövhəciyin üst qatına olduqca kiçik damcılardək dispersiyaedilmiş, minimum miqdarda aşkarlayıcı reaktivlə bərabər halda məhlul çiləmək lazımdır. Üzərinə aşkarlayıcı məhlul çilədikdən sonra lövhəciklərdəki ləkələri müəyyən etmək üçün bəzən onlar quruducu şkafda 100-150⁰C-dək istiliyədək qızdırır və ya xüsusi kameralarda ammoniyak buxarında, yaxud da infraqırmızı lampanın şüaları altında saxlanır.

Kağız üzərində xromatoqrafiya üsulunda istifadə edilən aşkarlayıcı məhlulların əksəriyyəti, nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu zamanı da yararlı sayılır. İki tip aşkarlayıcını bir-birindən ayırmaq mümkündür: bir sıra müxtəlif tip birləşmələrlə qarşılıqlı təsirdə olan *ü m u m i t ə y i n a t l l ı* və verilən birləşmə və ya verilən funksional qrupların mövcudluğu şəraitində təsir göstərən *x ü s u s i t ə y i n a t l l ı* aşkarlayıcılar.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə analiz zamanı istifadə olunan universal aşkarlayıcılardan biri yod buxarlarıdır. Lövhəcik, içərisində bir neçə yod kristalı olan bankaya

yerləşdirilir. Yod buxarları əksər üzvi birləşmələrdə həll olur və solğun-sarı fonda qəhvəyi ləkələr şəklində hiss olunan ləkələr əmələ gətirir. Bir çox hallarda ləkələri aşkar etdikdən sonra yodu buxarlandırmaqla kənarlaşdırmaq və lövhəciyi digər reaktivlə bir daha çiləmək mümkün olur.

Xromatoqramların sonradan 110⁰C-dək qısa müddət ərzində qızdırılmaqla spirtə fosfor-molibden turşusunun 5,0%-li məhlulu ilə sarı fonda tünd-göy ləkələr verir. Reaktiv çoxlu sayda üzvi birləşmələrlə reaksiyaya daxil olur, boyanma olduqca stabil qalır. Bu reaktivlə aşkarlanan yaxşı ayrılmış ləkələr miqdarı analiz üçün tam yararlı hesab olunur.

Xüsusi təyinatlı aşkarlayıcılardan aldehidləri aşkar etmək məqsədilə o - dianizidin və ya 2,4 - dinitrofenilhidrozindən, turşuları aşkar etmək məqsədilə bromkrezol göyündən və s. istifadə edilir. Nazik təbəqəli xromatoqrafiya ilə analiz aparılarkən maddələri aşkar etmək üçün istifadə edilən reaktivlərin siyahısı müxtəlif ədəbiyyat mənbələrində əks etdirilmişdir.

Müxtəlif indikatorlarla çilənərək aşkaretmə üsulu ilə yanaşı, sorbentin spesifikasiyası digər əlavə aşkarlama cəhdlərinin, məsələn, kağız üzərində xromatoqrafiya üsulu zamanı tətbiq edilməsi çətinlik törədən intensiv qızdırılma, sulfat, fosfat və digər turşular kimi qatı turşuların təsirinə və bu kimi başqa cəhdlərin tətbiq edilməsinə imkan verir.

Spektrin ultrabənövşəyi oblastında udulan maddələri aşkar etmək üçün işıq şüalarının təsiri altında işıqlana bilən maddələrə malik sorbent duzlarının tətbiq olunması və ya xromatoqramı qarışıq ayrıldıqdan sonra işıq şüalarının təsiri altında işıqlana bilən (bu fluoressensiya hadisəsi adlanır) maddə məhlulu ilə çiləmək lazımdır.

Lövhəciyi – spektrin bu oblastında udulan, maddənin ultrabənövşəyi işığı ilə şüalandırarkən rənglərin tünd ləkələr şəklində müxtəlif çalarları aşkar edilir. Belə aşkarlama üsulu maddələrin parçalanması ilə nəticələnmir, buna görə də

miqdarı təyinatlar və maddələrin lövhəcikdən ekstraksiyası zamanı preparativ xromatoqrafiya üçün xüsusilə effektiv sayılır.

Ayrılmış maddə ləkəsinin mövqeyi R_f kəmiyyətinin qiymətinin ölçülməsi vasitəsilə şərh olunur. R_f kəmiyyətinin qiyməti maddənin getdiyi məsafənin start nöqtəsindən başlayaraq həlledicinin (hərəkət edən fazanın) getdiyi məsafəyə olan nisbəti kimi təyin edilir.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiyada R_f kəmiyyətinin qiymətləri sınağın aparılma şəraitlərindəki dəyişmələrdən əsaslı dərəcədə asılı olur. Buna görə də nazik təbəqədə xromatoqrafik ayrılmalarda zamanı etalon maddələrdən (“şahidlər”) istifadə etmək məsləhət görülür ki, bunlar da analiz olunan sınaq nümunələri ilə eyni lövhəcik üzərində və eyni sıraya köçürülür.

3.6.1.7. Nazik təbəqəli xromatoqrafiyada miqdarı analiz

Nazik təbəqəli xromatoqramların miqdarca qiymətləndirilməsi üsulları müxtəlif ədəbiyyat mənbələrində hərtərəfli əks etdirilmişdir.

Lövhəciklərdə ayrılmış maddələrin miqdarının təyini ləkələrin sahəsinin ölçülməsi və ya onların fotodensitometriyası ilə aparılır. Bundan başqa, nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu sorbent qatının ləkə mövcud olan müəyyən sahəsindən, sadəcə desorbsiya maddələrinin identifikasiyasını həyata keçirməyə imkan verir, bu maddələr sonradan istənilən kimyəvi və ya fiziki – kimyəvi üsulla analiz edilməlidir ki, bu da kağız üzərində xromatoqrafiya üsulu ilə müqayisədə böyük üstünlüyə malikdir. Bu üsulun istifadəsi zamanı maddə adsorbsiya olmuş sahənin sorbent təbəqəsini lövhəcikdən ayırır.

Adətən, aşkarlanmış ləkənin kənarlarına görə sorbenti lövhəciyin səthindən bıçaq vasitəsilə və ya “vakuum təmizləyici” (aspirator) və xromatoqram sahələrindən maddələri elyura

etmək üçün digər xüsusi qurğulardan istifadə edərək təmizlənir və miqdarca, ekstraksiya aparılacaq qaba keçirilir.

Ekstraksiya qurtardıqdan sonra sorbent filtrləmə və ya sentrifugalama yolu ilə məhluldan kənarlaşdırılır. Alınan elyuatın analizi kütlə təyinatı, spektrofotometriya, kolorimetriya, fluoressensiya, polyaroqrafiya, radiometriya və digər metodlarla yerinə yetirilir.

Çəki üsulu ilə təyinat zamanı elyurə edən həlledici buxarlandırıldıqdan sonra qalan çöküntü bilavasitə elektron tərəzidə çəkilir. Çəki üsulu tez başa gələn və əlverişli bir üsuldur, eləcə də müxtəlif qida məhsullarının lipid fraksiyalarının miqdarca təyini üçün daha geniş yayılmışdır.

Spektrofotometrik üsullardan istifadə edən zaman maddə 5 – 10 ml həcmli yumrudibli şüşə kolbada təmiz uçucu həlledici ilə yuyulur, bu kolbadan həlledici rotorlu buxarlandırıcıda və ya azot axını ilə su hamamında ehtiyatla buxarlandırmaqla kənarlaşdırılır.

Maddə yenidən elə həlledicidə həll edilir ki, bu həlledici sonrakı spektrofotometrik təyinata əngəl törətməsin. Məhlulu buxarlandıraraq müəyyən həcmədək çatdırılır və uyğun spektrofotometr və ya kolorimetrdə tədqiq edilir. Analiz olunan sınaq nümunəsində ayrılan maddənin konsentrasiyası udulma əmsalına və ya standart (şahid) maddələrlə əvvəlcədən qurulmuş kalibrəlmə əyrisinə görə təyin edilir.

Spektrofotometrik analiz üsulları müəyyən üstünlüklərə malikdir. Bu da ondan ibarətdir ki, ayrılmış maddənin aşkar edilməsi (identifikasiyası) onun öz udulma piki vasitəsilə təsdiq oluna bilər.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu qarışıqın nəinki miqdar tərkibini təyin edilir, həm də individual (fərdi) maddələri preparativ ayırmağa imkan verir ki, bu da böyük əhəmiyyət kəsb edir və bu üsulun digər üsullarla birlikdə istifadə olunmasına zəmin yaradır.

Nazik təbəqədə ayrılma nəticəsində alınan fraksiyaları digər xromatoqrafiya metodları ilə sonrakı tədqiqatlara da məruz qoymaq olar. Belə ki, lipid fraksiyalarının nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə ayrılmış yağ turşuları tərkibinin təyin edilməsi üçün qaz-maye xromatoqrafiyası üsulu tətbiq olunur.

Bu məqsədlə sınaq nümunəsinin analiz üçün götürülmüş həcmi artırıla bilər. Sınaq nümunəsini daha qalın təbəqəli adsorbent çəkilmiş lövhəcikdən istifadə etməklə, ensiz zolaq şəklində köçürmək lazımdır. Bu məqsədlə 20 x 20 sm ölçülü, 750 mkm təbəqə ilə örtülmüş lövhəciklərdən istifadə edilməsi məqsədəuyğun sayılır.

3.6.1.8. Xromatoqramların sənədləşdirilməsi

Xromatoqramların sənədləşdirilməsinin daha geniş yayılmış üsulları, onların kalka kağızı üzərində surətinin çıxarılması və foto şəklinin (ağ – qara və rəngli) çəkilməsidir.

Xromatoqramların sənədləşdirilməsi üçün fotoqrafiya kağızına, boyanmış lövhəciklərdən toxunmaqla çap etmək məqsədilə Rusiya Federasiyası Elmlər Akademiyasının bitki fiziologiyası İnstitutunun əməkdaşları tərəfindən hazırlanmış aparatdan istifadə olunması təklif edilir.

Təklif edilən bu üsul vizual olaraq fərqləndirilməsi mümkün olan bütün ləkələrin görüntüsünün alınmasını təmin edir, eləcə də nazik təbəqəli lövhəciyin ilkin görünüşünü və sonrakı işlər üçün onun yararlığının qorunub saxlanılmasına imkan verir.

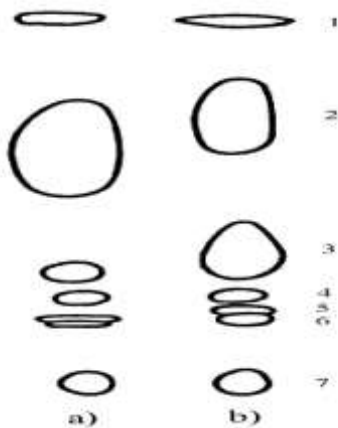
Hazır təbəqəli xromatoqramların saxlanması məqsədəuyğun sayılmır, lakin vacib olan hallarda xromatoqramın orijinal surətini, sorbent təbəqəsini lövhəciyin səthindən nazik pərdə şəklində qoparıb çıxarmaqla saxlayırlar ki, bunu da lövhəciyin üzərinə 4,0%-li kollodiya (bunun da üzərinə 7,5%-li qliserin əlavə edirlər) məhlulu tökməklə almaq mümkündür.

Bu nazik pərdəni saxlamaq üçün onu şəffaf plastik lentin köməyi ilə kağız vərəqin üzərinə yapışdırırlar.

3.6.2. Lipidlərin fraksiya tərkibinin təyini

Nazik təbəqələrdə adsorbsiyalı xromatoqrafiya üsulunun köməyi ilə bütün növ qida məhsullarının tədqiq edilən lipid qarışığının tərkibi haqqında ümumi məlumat almaq olar.

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə məhsuldan ekstraksiya edilmiş lipidlər qarışığını tez bir zamanda əsas qrup birləşmələrə: fosfotidlərə, mono - və diqliseridlərə, sterinlərə, sərbəst yağ turşularına, triqliseridlərə, karbohidratlara və digər bəzilərinə ayırmaq mümkündür.



Şəkil 23. Mənfi 15°C -də dondurulmuş durna
balığı lipidlərinin xromatoqramı

- a - saxlanması; b - 3 ay saxlandıqdan sonra;*
1 - karbohidratlar; 2 - triqliseridlər; 3 - sərbəst yağ turşuları;
4 – diqliseridlər; 5 - xolesterin; 6 - monoqliseridlər;
7 - polyar lipidlər (fosfolipidlər).

Filtrləyici bölücü qıfda Folç üsuluna əsasən ekstraksiya yolu ilə məhsuldan çıxarılan lipidləri daha tez-tez müxtəlif markalardan olan bərkidilmiş silikahel təbəqəsinə malik lövhədə ayrılmağa məruz qoyulur. Lipidlər mövcud olan sınaq nümunələrini vəsfi analiz üçün 13x18 sm ölçülü lövhəciklərə 1-5 mq olmaqla, miqdarı analiz üçün isə 18x24 sm ölçülü lövhəciklərə 100-200 mq olmaqla, adətən mikropipet vasitəsilə oturacaqdan 2,0 sm hündürlükdə və ləkələr arasındakı məsafə 2,0 sm-dən az olmamaqla zolaq şəklində köçürülür. Ayrılmanı 11-ci cədvəldə göstərilən uyğun həlledicilərlə doydurulmuş kamerada, yüksələn xromatoqrafiya üsulu ilə aparılır.

Lipidləri keyfiyyətcə (vəsf) təyin edərkən həlledicinin lövhəcik üzərindəki yuxarı həddədək yüksəlməsindən sonra, onu kameradan çıxarılır və həlledicinin iyi tam yox olanadək sorucu şkaft altında saxlanılır. Sonra lövhəcik fosformolibden turşusunun 10%-li spirt məhlulu ilə, sonradan 110⁰C-dək qızdırmaqla aşkarlanır, nəticədə ayrılmış lipidlərin sarı fonda göy rəngli ləkələri əmələ gəlir.

Lipidlər miqdarca tədqiq edilərkən lövhəciklər yod buxarları ilə doydurulmuş kameraya yerləşdirilir. lipidlərin aşkar edilmiş zolaq (hər birini ayrıca) sonradan 4:1 həcm nisbətində xloroform və metanol qarışığı ilə elyurə etmək şərti ilə qaşıyıb götürülür.

Həlledici rotorlu buxarlandırıcıda distillə edilir (qovularaq kənarlaşdırılır). Ayrılmış lipid siniflərinin miqdarı çəki üsulu ilə tapılır. Maddələrin ayrı-ayrılıqda mövcud olan miqdarlarını həm də densitometrlərin köməyindən istifadə etməklə təyin etmək mümkündür.

Bir halda ki, lipid siniflərinin ayrılmasını müxtəlif həlledicilər sistemlərindən istifadə etməklə müxtəlif markalı nazik silikahel təbəqəsində həyata keçirilir, onda alınan xromatoqramlar bir-birindən xeyli fərqlənə bilər. Buna görə də hər bir fərdi halda qida məhsulları lipidlərinin identifikasiyasına (aşkar edilməsinə) individual yanaşmaq lazımdır.

Cədvəl 11

Bərkidilmiş silikahel təbəqəsində lipidlərin fraksiyalandırılması

Məhsulun adı	Silikahelin markası	Həlledicilər sistemi	Həcm nisbətləri
Kərəyağı	KSK	Heksan – etil efiri – sirkə turşusu	80:20:1
Günəbaxan yağı	KSK	Petroleyn efiri – etil efiri – sirkə turşusu	85:15:1
Frityur (ərinmiş) yağı	KSK	Benzol – petroleyn efiri – etil efiri	80:80:5
Ət	KSK	Petroleyn efiri – etil efiri Petroleyn efiri – etil efiri – sirkə turşusu	80:20 80:20:1
Balıq	Woelm, Merck	Petroleyn efiri – etil efiri – sirkə turşusu	80:20:1
Nərə balığının kürüsü	KSK	Petroleyn efiri – etil efiri – sirkə turşusu	90:10:1
Süd	Silufol lövhələr, Merck, LS 5/40	Petroleyn efiri – etil efiri – sirkə turşusu	80:20:1
Taxıl və onun emal məhsulları	Merck, Woelm	Petroleyn efiri – etil efiri – sirkə turşusu Petroleyn efiri – etil efiri – sirkə turşusu	80:20:1 80:20:20

Müxtəlif sinif lipid birləşmələri “şahid”lərin köməyi ilə, R_f kəmiyyətinin məlum qiymətlərinə görə, xromatoqramların ayrı-ayrı ləkələrindən çıxarılan birləşmələrin infraqırmızı spektrlərinə görə identifikasiya edilir.

Nazik sorbent təbəqəsində yüksək ayrılma dəqiqliyi digər üsullarla aşkar oluna bilməyən bir çox maddələr qrupunu təyin etməyə imkan verir. Bu zaman birləşmə qruplarından hər biri nəinki miqdarca təyin oluna bilər, həm də preparativ olaraq çıxarıla və sonradan aparılacaq tədqiqatlara məruz qala bilər.

3.6.3. Fosfolipidlərin fraksiyalara ayrılması

Fosfolipidlərin ayrılması və miqdarca təyin edilməsi üçün nazik silikahel təbəqəsində xromatoqrafiya üsulu da daha sadə, tez başa çatan və həssas metodlardan biri sayılır.

Fosfolipidlərin ayrılması müxtəlif markalardan olan sili-kaheldə müxtəlif həlledicilər sistemindən istifadə etməklə həm birhədli və həm də ikihədli xromatoqrafiya üsulu ilə həyata keçirilir. Bitki və heyvani mənşəli məhsul fosfolipidlərinin birhədli xromatoqrafiyası üçün aşağıdakı həlledici sistemləri təklif olunur: xloroform - metanol - su uyğun olaraq 65:25:4 və ya 45:25:4 nisbətlərində, və ya da 3:1:02 nisbətində, eləcə də xloroform - metanol - ammonyak uyğun olaraq 65:25:5 nisbətində.

Heyvan hüceyrələri fosfolipidlərinin ayrılması üzrə ən yaxşı nəticələr aşağıda göstərilən həlledici sistemlərində ikihədli xromatoqrafiya zamanı əldə olunur: xloroform - metanol - su 65:25:4 nisbətində (1-ci istiqamət) və xloroform - metanol - 25%-li ammonyak 14:6:1 nisbətində (2-ci istiqamət) və ya xloroform-metanol - sirkə turşusu - su 45:30:6:3 nisbətində (1-ci istiqamət) və xloroform - metanol - su 65:24:4 nisbətində (2-ci istiqamət).

Bəzi ədəbiyyat mənbələrində fosfolipidlərin bərkidilmiş silikahelə ayrılması üçün həlledicilər sisteminin və onların

identifikasiya edilməsi üçün reaktivlərin daha dəqiq siyahısı təqdim olunur.

Müəyyən fosfolipidlər üçün xarakterik olan fosfolipid fraksiyalarının funksional qruplarının identifikasiyası rəngli reaktivlərin köməyi ilə aparılır.

Fosfolipidlərin universal aşkarlayıcı agentı kimi xlorid və xlor turşuları qarışığında ammonium molibdat məhlulundan istifadə olunur – 3 q $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, 25 ml su, 30 ml 1 n. HCl və 15 ml 60%-li HClO_4 . Lövhəciklər çiləndikdən və 20 dəqiqə ərzində 105°C istilikdə saxlandıqdan sonra zəif boz fonda tünd göy ləkə əmələ gəlir. Yod buxarları doymamış fosfolipidləri ağ fonda qəhvəyi rəngə boyayır.

Sərbəst aminqruplara malik olan fosfolipidləri (fosfotidiletanolamin və fosfotidilserin) 5 ml 10%-li sirkə turşusuna malik n – butanolda 2,0%-li ninhidrin məhlulu ilə aşkarlayır və 30 dəq. ərzində 110°C istilikdə qızdırırlar (ağ fonda qırmızı-bənövşəyi və ya çəhrayı ləkələr müşahidə edirlər). Xolinə malik fosfolipidlər (lesitin, lizolesitin, sfinqomielin) Dragen-dorf reaktivinin köməyi ilə müəyyən edilir. Bu reaktiv iki yeni hazırlanmış məhlulun qarışığıdır: 1) əsas bismut nitrat (20%-li sirkə turşusu məhlulunda 1,7%-li məhlul); 2) suda 40%-li KJ. Xromatoqrama çiləmək üçün 1-ci məhluldan 20 ml götürüb 5 ml 2-ci məhlulla qarışdırır və sonra 70 ml su əlavə edirlər. Xromatoqram çiləndikdən dərhal sonra çəhrayı və ya qırmızımtıl -çəhrayı ləkələri müşahidə edilir.

Bütün bu reaksiyaları eyni xromatoqramda ardıcıl olaraq aparmaq olar, lakin bir reaktivin digəri üzərinə əlavə edilməsi qarışıq və çirkin fon yaradır. Buna görə də xromatoqramın boyayıcı reaktivlərlə ardıcıl işlənməsini aşkarlanmamış zolaqları şüşə örtüklə qapamaqla həyata keçirmək daha yaxşı nəticələr verir.

Elə boyayıcılar mövcuddur ki, onlar fosfolipidləri ultra-bənövşəyi işıq şüaları altında aydınlaşdırmağa imkan verir. Onlara rodamin – B və 6G, 1,7 - dixlorfluoressein və morin aid

edilir. Xromatoqramları 0,05%-li rodamin - B məhlulu ilə işləyərkən lövhəcik bərabər şəkildə çəhrayı rəngə boyanır, ultraxemiskop altında isə fosfolipidlərin çəhrayı fonda ləkələri əmələ gəlir ki, bunlar da xüsusi iynələrlə haşiyələndirilir. Xromatoqramları 96%-li etil spirtində 0,2%-li 2,7 – dixlorfluoresseinin məhlulu ilə çilədikdən sonra ultrabənövşəyi lampanın işığı altında yaşılmıtlı fonda bənövşəyi rəngli fluoressiyalanmış ləkələr əmələ gəlir. Ləkələri, çiləmədən dərhal sonra qeyd etmək lazımdır ki, spirt buxarlandıqda fluoressiya yox olur, amma yenidən 2,7 - dixlorfluoresseinlə çilədikdən sonra bir daha təkrarən yaranır. 2,7 - dixlorfluoresseinin əvəzinə 3,6 - dixlorfluoresseindən də istifadə etmək mümkündür. Fosfolipid ləkələrinin daha zəif işıqlanması fluoresseinin və rodamin - 6G ilə işləndikdə baş verir.

Fosfolipidlərə rəng reaksiyaları heç də kəskin olaraq spesifik hesab edilmir, buna görə də, daha dəqiq identifikasiya əldə etmək üçün lövhəciyin kənarlarında yerləşən iki nöqtəyə köçürülməsi məsləhət görülən “şahidlər”dən istifadə olunması vacib sayılır, tədqiq edilən fosfolipidlər məhlulu isə – onların ortasında yerləşən nöqtəyə köçürülməlidir.

Dayanıqsızlı səbəbindən ayrı-ayrı fosfolipidlərin təmiz halda alınmasının çətin olduğunu nəzərə alaraq, “şahidlər” qismində yumurta sarısının lesitinini və ya məlum fosfolipid tərkibinə malik lipid ekstraktını, məsələn, siçovulların qaraciyəri lipidləri istifadə edilir. Ayrı-ayrı fosfolipidləri identifikasiya etmək üçün infraqırmızı spektrofotometriya üsulu tətbiq edilir.

Fosfolipid fraksiyalarının miqdar tərkibi densitometrin köməyi ilə ölçüldüyü kimi, tərkiblərindəki fosforun miqdarını təyin etmək üçün, həm də ləkələrin elyurə olunması yolu ilə ölçülür ki, bu sonuncular da sonradan fosfolipidlərə hesablanır.

Ləkələrin densitometriyası üçün vacib olan dayanıqlı qara rəngin alınması məqsədilə xromatoqramlar 80%-li sulfat turşusunda doymuş kalium xromat məhlulu ($K_2Cr_2O_7$) ilə çiləyir və quruducu şkafda $180^{\circ}C$ istilikdə 25 dəq. saxlanılır.

Fosfolipidlər kömürləşdirilərkən lövhəciklər digər reaktivlərlə qabaqcadan emal edilmədən xrom qatışıqı ilə çiləndikdə yaxşı ağ fon alınır.

Kolorimetrik üsulla fosforun miqdarına görə fosfolipidlərin miqdarını təyin etmək üçün ləkənin metanolda 1 n. HCl məhlulu ilə elyurə olunması həyata keçirilir. Fosfolipidin tam elyurə olunması, elyuatın mikrolövhəcik üzərinə köçürülməsi və fosfolipidlərin universal boyayıcı ilə (rodamin - B, xromlu qarışıq) ikinci dəfə aşkarlanması yolu ilə yoxlanılır. Fosfolipidlər aşkar olunduqda, ləkəli silikahel tam elyurə olunanadək metanolda 1 n. HCl məhlulu ilə yenidən ekstraksiyaya məruz qoyulur.

Fosforun təyini üsulunun mahiyyəti katalizatorların mövcudluğu şəraitində alınan lipid ekstraktının qatı sulfat turşusunda (H_2SO_4) minerallaşması və qeyri-üzvi fosforun, fosfor-molibden kompleksi ilə reduksiya olunması yolu ilə tapılması ilə yekunlaşır ki, bunun da nəticəsində göy rəng əmələ gəlir. Kolorimetrik üsulla müəyyənləşdirilən boyanma dərəcəsinə görə fosforun miqdarını hesablanır. Fosfolipid fraksiyalarının miqdarca təyin olunması üçün müxtəlif modifikasiyalarda kolorimetrik təyinat üsullarından istifadə etmək məsləhət görülür.

3.6.4. Vitaminlərin təyin olunması

Vitaminlərin, xüsusilə də yağda həllolan vitamin qruplarının tədqiq olunmasında nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu, son zamanlar geniş tətbiq olunur.

3.6.4.1. Karotinoidlərin ayrılması və aşkar edilməsi

Karotinoidlərin ayrılması üçün ikinci aktivlik dərəcəsinə malik (II dərəcəli) 1 mm qalınlıqlı maqnezium oksidi və ya alüminium oksidində nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu

müvəffəqiyyətlə tətbiq edilir. II dərəcəli aktivliyə malik alüminium oksidi almaq üçün susuzlaşdırılmış sorbentə 3,0% su əlavə edilir, kip örtülə bilən qapağa malik bankada qarışıq 5-10 dəq. və 6-8 saat ərzində sakit saxlanılır.

3.6.4.2. Meyvə və tərəvəzlərdə karotinoidlərin təyin edilməsi

Bu üsul karotinoidlərin üzvi həlledicilər vasitəsilə ekstraksiya olunmasına və onların nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə ayrılmasına əsaslanır.

Tərkibindəki karotinoidlərin miqdarından asılı olaraq, 2,0 q-dan 2,5 q-dək çəkiddə məhsul nümunəsini çini kasada susuzlaşdırılmış natrium sulfatla birlikdə quru toz alınanadək əzilir. Vitaminlərin oksidləşməsinin qarşısını almaq üçün bir neçə natrium karbonat kristalının əlavə edilməsi məsləhət görülür. Karotinoidlərin ekstraksiyası üçün, adətən, benzin, 70-100⁰C istilikli petroleyn efiri və ya asetonadan istifadə edilir. Nümunəni pigmentlər tam çıxarılanadək ekstraksiya edilir ki, bunun üçün də adətən, beş-altı dəfə ekstraksiya kifayət edir. Ekstraktı vakuum altında (bu işi Büxner qığında da yerinə yetirmək olar) filtrləməklə asılı hissəciklərdən təmizləmək, su ilə yumaq (duz qatılmış sudan istifadə etmək daha yaxşıdır) və qələvi ilə işləmək (sabunlaşma nəticəsində xlorofildən və digər sabunlaşan pigmentlərdən və eləcə də müxtəlif mürəkkəb efirlərdən azad olmağa imkan verir) məsləhət görülür. Karotinoidlərin sonrakı təmizlənməsi sütunlu xromatoqrafiya üsulu ilə həyata keçirmək mümkündür. Təmizlənmiş ekstrakt müəyyən həcmədək kiçik vakuum altında qatılaşıdırılır.

0,2-dən 1,0 ml həcmədək qatılaşıdırılır alınan ekstraktı II dərəcəli aktivliyə malik maqnezium oksid və ya alüminium oksid təbəqəsi ilə örtülmüş şüşə lövhələr üzərinə köçürülür. Ayrılma, adətən 30-35 dəqiqə çəkir. Əksər karotinoidlər rəngli olur, aydın boyanmış və kəskin ayrılan zonaya malik olan

formada gündüz işığında asanlıqla aşkar edilirlər. Əmələ gələn hər bir zonanı ayırır və petroleyn efiri ilə elyurə edilir. Karotinoidlərin daha yaxşı elyurə olunması üçün 1-2 damcı etil spirti əlavə edilir. Karotinoidlərin identifikasiyasını 400 nm-dən 500 nm-dək dalğa uzunluğunda spektrin görünən oblas-tında udulma maksimumlarına görə, R_f qiymətlərinə əsasən, standart “şahid” məhlulları ilə müqayisə etmək yolu ilə aparırlar. Belə ki, standart “şahid” məhlulu kimi adətən yerkökü toxumalarından alınmış α - və β - karotinoidlərdən istifadə edir-lər, likopini isə infraqırmızı spektrə görə identifikasiya edilir.

Karotinoidlərin miqdarını kalium bixromata görə qurul-muş standart əyridən istifadə edərək spektrofotometrik üsulla təyin edilir. Bunun üçün ikiqat kristallaşdırılmış 0,072 q kalium bixromatı distillə olunmuş 100 ml suda həll edilir, 1 ml belə məhlulun tərkibi 0,00416 q karotinə uyğun gəlir.

3.6.4.3. Tokoferolların təyini

T tokoferolların ayrılması möhkəmləndirilmiş silikahel təbəqəsində, müxtəlif həlledicilər sistemində həyata keçirilir (cədvəl 12). Tokoferol izomerlərini aşkar etmək üçün yod, dəmir xlorid, orto-fenantrolin və digər məhlullar tətbiq edilir.

Hidroksil (OH) qruplarının yerləşmə vəziyyətinə görə fərqlənən və bərabər yerdəyişmə ilə üstünlük təşkil edən β və γ - tokoferolları identifikasiya etmək üçün xromatoqramlar serum – sulfatla və ya 2,0%-li soda məhlulu və diazotlaşdırıl-mış 0 – dianizidin məhlulu ilə aşkarlanır. “Şahidlər” qismində, adətən sintetik α - tokoferol və yalnız α , β və γ - tokoferola malik olan soya yağı tətbiq edilir.

Bitki yağlarında tokoferol izomerlərinin təyini. Bitki yağlarında tokoferolların təyin edilməsi üsulu sabunlaşmayan maddələrin çıxarılması və onların nazik silikahel təbəqəsində ayrılmasına əsaslanır.

Təklif edilən bu üsul tokoferolları onlarla birlikdə olan maddələrdən ayırmaqla yanaşı, həm də tokoferol izomerlərinin dəqiqliklə ayrılmasını həyata keçirməyə imkan verir.

Cədvəl 12

Karotinoidlərin və kokoferollarıntəyini

Təyin olunan maddələr	Sorbent	Həlledici sistemləri	Həcm nisbəti
Karotinoidlər	II aktivlik dərəcəsinə malik olan alüminium oksidi, maqnezium oksidi	Aseton-petroleyn efiri, Petroleyn efiri – benzol-metanol	1:3 və ya 2:48 60:10:1
Tokoferollar	Silikahel	Xloroform, Xloroform – sikloheksan	2:1

3 q bitki yağını kalium hidroksidin spirtə 10%-li məhlulu ilə piroqallolla birlikdə sabunlaşdırır, sabunlaşmayan fraksiya dietil efiri ilə ekstraksiya edilir. Həlledicini qovduqdan sonra (bu qovma prosesi təsirsiz qaz mühitində aparılmalıdır) sabunlaşmayan maddələrin alınan çöküntüsünü 5 ml benzolda həll edir və bərkidilmiş silikahel təbəqəsinə malik lövhələrdə ayrılmağa məruz qoyulur.

Xromatoqrafiya üçün 15%-li gibslə bərkidilən (KSK və ya ASK markalı) və 110⁰C-də 2 saat ərzində aktivləşdirilmiş lövhələrdən istifadə edilir. Hərəkət edən həlledici qismində xloroform xidmət göstərir. Xromatoqram qaranlıq mühitdə, adətən, 35 – 45 dərəcə ərzində alınır. Xromatoqrama baxmaq üçün lövhəciyi bərabər həcmdə α –, α' – dipidrilin spirtə 0,25%-li və dəmir 3 - xloridin (FeCl₃) spirtə 0,1%-li məhlullarından ibarət olan Emmeri – Engel reaktivləri ilə çiləyirlər. Tokoferollar bu reaktivlə çəhrayı rəngə boyanır. Ləkələrin vəziyyəti α – tokoferolun standart məhluluna, R_f qiymətinə görə təyin edirlər.

Tokoferolları miqdarca təyin etmək üçün lövhəciklər iki yerə bölünür və onlardan hər birinin üzərinə soya yağının sabunlaşmayan maddələrinin benzol məhlulu çəkilir. Xromatoqram yüksəldikdən və lövhəcikləri qurutduqdan sonra, onun sol hissəsini şüşə ilə qapayır, sağ hissəsi isə Emmeri – Engel məhlulu ilə çiləyirlər. Lövhəciyin sol hissəsindən, tokoferolların rənglənmiş ləkələri hündürlüyündə silikahel təbəqəsi aşınır. Bu silikahel təbəqəsindən ayrılan maddələri etanol vasitəsilə elyurə edilir, sorbent isə sentrifugalama yolu ilə kənarlaşdırılır.

Tokoferolların ayrı-ayrı izomer formalarının miqdarca təyin edilməsi, yuxarıda şərh olunan üsulla sabunlaşdırılan və ayrılan sintetik α - tokoferola, asetata görə qurulmuş kalibrləmə əyrisinə əsasən kolorimetrik üsulla həyata keçirilir.

1 q/l α - tokoferola malik məhlul almaq üçün qalıq spirtdə həll edilir ki, bundan sonra da müvafiq durulaşdırma yolu ilə, kolorimetrik reaksiya yerinə yetirmək üçün 0,005 q/l-dək 0,05 q/l-dək α - tokoferola malik məhlullar hazırlanır. 0,4 ml elyuta 0,5 ml α -, α' - dipiridilin 0,25%-li spirt məhlulundan 0,5 ml və (FeCl₃) dəmir 3 - xloridin 0,1%-li spirt məhlulunda 0,5 ml əlavə edirlər. 5 dəqiqədən sonra boyanmış məhlulun 520 nm dalğa uzunluğunda optik sıxlığı ölçülür. Bu zaman kontrol məhlul kimi 4 ml etanol, 0,5 ml α -, α' - dipiridil və 0,5 ml FeCl₃ məhlulundan ibarət olan qarışıq məhluldan istifadə edilir.

Tokoferolların miqdarını (nümunənin çəki faizləri ilə) kalibrləyici qrafikin köməyi ilə, α - tokoferola hesablanmaqla aşağıdakı (42) bərabərlik ilə təyin edirik:

$$X = \frac{S \cdot A}{V \cdot P}, \quad \quad (42)$$

burada: S – sabunlaşmayan maddələrin benzol məhlulunun həcmi, ml;

A – tokoferolların kalibrləmə əyrisinə görə tapılmış miqdarı, mq;

V – sabunlaşmayan maddələrin benzol məhlullarının lövhəcik üzərinə köçürülən həcmi, ml;

P – yağın çəki miqdarı, q.

3.6.5. Pestisidlərin qalıq miqdarının təyini

Qida məhsullarında pestisidlərin qalıq miqdarının təyin edilməsi üçün nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu təcillilik və seçicilik baxımından perspektivli hesab olunur. Meyvə-tərəvəz xammallarında və onlardan hazırlanan müxtəlif konserv məhsullarında pestisidlərin qalıq miqdarına nəzarət etmək üçün bu üsuldən geniş istifadə olunur (cədvəl 13).

3.6.5.1. Tərəvəzlərdə, meyvələrdə, taxılda, süddə və ətə xlorofosun təyini

Bu üsul tədqiq edilən sınaq nümunəsindən zəhərli kimyəvi birləşmələrin su ilə ekstraksiyasına əsaslanır. Ekstraksiya olunduqdan sonra bu birləşmələri sulu məhluldan xloroform vasitəsilə ayırır, ekstraktlı təmizləyir və nazik silikohel təbəqəsində təyin edilir.

P r p a r a t ı n e k s t r a k s i y a s ı. Xırdalanmış nümun (tərəvəzlər, meyvələr, taxıl, ət və s.) hər biri 70 ml olmaqla 3 dəfə və hər biri 50 ml olmaqla 2 dəfə, su ilə, 15 dəq. ərzində çalxalamaq üçün lazım, aparatla ekstraksiya edilir. Ekstraktları bir yərə toplayır, sonrakı ekstraksiyalar zamanı emulsiyanın əmələ gəlməsindən çəkinmək məqsədi ilə 1,0-1,5 q xörək duzu və xlorofos əlavə edir, su ilə doydurulmuş xloroformla 50 ml-lik porsiyalarla üç dəfə ekstraksiya edilir. Xloroform ekstraktları bir yərə toplanıb, susuzlaşdırılmış natrium sulfat təbəqəsindən süzülür və 10-15 dəq. ərzində qurudulur.

Ətin analiz edilməsi zamanı bölücü qıfda çalxalanarkən xloroformlu alt təbəqədə dayanıqlı emulsiya əmələ gəlir və buna görə də ekstraktı emulsiya ilə bir yerdə süzüb ayırırlar, onun parçalanması üçün isə fasiləsiz qarışdırmaqla üzərinə susuzlaşdırılmış natrium sulfat əlavə edilir. Nümun 10-15 dəq. ərzində sakit buraxır, sonra isə xloroformlu qatı susuz natrium sulfat təbəqəsindən süzülərək quru kolbaya boşaldılır. Natrium sulfat olan kolba hər biri 15 ml olmaqla xloroformla dörd dəfə yaxalanır və bu məhlulları da ekstraksiya məhluluna əlavə edilir.

Süddə xlorofosu təyin edərkən onu əvvəlcədən 10 dəqiqə ərzində 6000 dövr/dəq. bucaq sürətində sentrifugalamaqla yağsızlaşdırır və pambıq təbəqədən keçirməklə filtrin. Sonra 25 ml yağsızlaşdırılmış südə, onun çürüməsi üçün 1,1 q fosformolibden turşusu əlavə edir və hərdən bir çalxalamaqla 30 dəqiqə ərzində sakit saxlanılır.

Çürüdükdən sonra kolbanı distillə suyu ilə iki-üç dəfə (20 ml-dən çox olmayaraq) yumaqla südün sentrifuqa sınaq şüşəsinə keçirir və 6000 dövr/dəq. bucaq sürətində 10 dəq. ərzində sentrifuqallı. Üst təbəqəni pambıq qatından keçirilib bölücü qıfə boşaldılır. Sentrifuqa sınaq şüşəsindəki qalığa (alt təbəqə) isə 25 ml distillə suyu əlavə edərək şüşə çubuqla parçalayır, ehtiyatla yaxşıca qarışdırır və eyni şəraitlərdə (6000 dövr/dəq, 10 dəq.) ikinci dəfə sentrifugalayırlar. Sonra sulu ekstraktlar birləşdirilir və 1 q xörək duzu (NaCl) əlavə edilir.

Alınmış məhluldan su ilə doydurulmuş 40 ml porsiyalı xloroformla preparatı üç dəfə həll edərək çıxarırlar. Xloroformlu ekstraktları susuz natrium-sulfat qatından süzülər. Əgər ekstrakt bulanıqdırsa, onda onu susuz natrium-sulfatla əlavə olaraq susuzlaşdırırlar.

Həllədicinin distillə edilməsi. Susuzlaşdırılmış xloroformlu ekstraktan ekstrakt quruyanadək həllədicini qovurulur (vakuum altında, 40⁰ C-dən çox olmayan temperaturda) və quru qalığı dəqiq ölçülmüş 1 ml xloroform və ya etil efirində həll edilir.

Cədvəl 13

Qida məhsullarında mövcud olan bəzi pestisidlərin ayrılma şərtləri və R_f qiyməti

Ayrılan pestisidlər	Hərəkət edən faza	Aşkarlayıcı reaktiv	Aşkarlanma şəraiti	Aşkarlandıqdan sonra ləkənin rəngi	R _f qiyməti				Aliminitum oksid
					Silikahel markası				
					KSS -3	ŞS K	KSK- 2	KSK- 3	
Metafos Tiofos Metilintrofos n - nitrofenil	Heksan – aseton (4:1)	4n. natrium hidrroksid məhlulu	20 dəqiqə, 120 – 130 ⁰ C	Sarı					0,5 – 0,6 0,5 – 0,6 0,5 – 0,6 0,1 – 0,2
Fenkapton	Dörd xlorlu Xloroform	Karbon 0,05 q bromfenol göyünü 10 ml asetonda həll edir və 0,5 % - li gümüş-nitrat məhlulu, asetonun sulu məhlulu ilə (1:3) 100 ml-dək doldurmaqla	10 dəq; 35-40 ⁰ C	Göy	0,42 0,85	- 0,95	- 0,98		
Ftalafos Sideal Karbofos Fozalon	Xloroform	0,05 q. bromfenol göyünü 10 ml asetonda həll edir və 1:3 nisbətlı aseton-su məhlulunda 0,5 %-li gümüş nitrat məhlulu ilə 100 ml-dək çətdirılır	10 dəq; 35-40 ⁰ C	Göy	0,36 0,8 0,59 0,72	0,56 0,81 - 0,77	0,47 - -		

Xlorofos	Heksan-aseton	Natrium karbo-natın 10 %-li məhlulu ilə rezorsinin 2 %-li məhlulu	10 dəqiqə, 35-40° C	Narıncı		0,31		0,40	
Lindan	n-heksan	5 ml suda 0,5 q. gümüş nitrat həll edilir, 10 ml am-monyak əlavə olunur və 100 ml-lik ölçü kol-basında asetonla ölçü xəttində də doldurulur	Ultrabə-növşeyi işıq	Bozuntul qara				0,17	0,34
Aldrin								0,68	0,83
DDD								0,40	0,36
Heptaxlor								0,65	0,76
Sevin	Benzol-aseton (9:1)	1,25 %-li ikia-zotlu sulfanil tur-şusu və 25 %-li NaOH məhlulu		Qırmızı				0,5	0,7-0,8
	Xloroform Heksan-metanol (1:7,5)								0,49-0,52 0,7-0,8

Prometrin	Heksan-aseton (4:1)	Bromfenol göyü-nün 0,4 %-li ase-ton məhlulu və gümüş-nitratın 2 %-li sulu məhlulu (1:1); qızdırılıb soyudulduqdan sonra lövhəciyi limon turşusunun 2 %-li məhlulu ilə çiləyir	20 dəq, 50 ⁰ C	Göy					0,5
Akreks	Heksan-aseton (4:1)	Ninhidrin reaktivi (ninhidrinin 10 ml 0,25 %-li məhlulunun 1 ml qatı sirkə turşusu ilə qarışdırırlar	5-6 dəq, 100 ⁰ C	Moruğu				0,48	
Karotin			7-8 dəq, 100 ⁰ C	Yasəmən				0,49	

Nazik silikahel təbəqəsində xromatoqrafiyalama. Sorbent çəkilmiş lövhəcik üzərinə göstərilən məhluldan 1 ml köçürülür. Nümunədə xlorofosun miqdarı olduqca azdırsa, onda hazırlanmış bütün məhlul lövhəcik üzərinə köçürülür. sorbent kimi KSK – 3 və ya ŞSK markalı, hissəcikləri 40-60 mkm ölçüyə malik olan silikaheldən istifadə edilir ki, bu zaman bərkidici (yapışdırıcı) kimi nişasta tətbiq olunur.

Elə bu lövhəciyə köçürülən məhlul nümunəsi ləkəsinin hər iki tərəfinə “şahidlər” – təmiz kimyəvi zəhərin müxtəlif qatılıqlı standart məhlulları köçürülür. “Şahidlər” və nümunə köçürülən lövhəcik əlavə olaraq təmizləmək üçün qabaqcadan təmiz benzola salınır. Bundan sonra həlledici sahəsi 10 sm yüksəlir, lövhəciyi kameradan çıxarılır və həlledicinin buxarlanması üçün bir neçə dəqiqə ərzində havada saxlanılır. Sonra lövhəciyi yenidən, hərəkətdə olan həlledici ilə doldurulmuş (1:1 nisbətində asetonla heksan) kameraya yerləşdirir və yuxarıda göstərilən qaydada xromatoqrafiyalandırılır. Qurudulmuş lövhəcik 10%-li natrium karbonat məhlulu və rezorsinin 2,0%-li məhlulu ilə çilənir (aşkarlanır) ki, bunlar da çiləmədən əvvəl 3:2 nisbətində, sonradan 100⁰C-də, 7–10 dəq. ərzində qızdırmaqla qarışdırılır. Xlorofos, narıncı rəngli ləkə şəklində aşkarlanır.

Miqdarca analiz tədqiq edilən nümunə və “şahid” məhlulları ləkələrinin ölçülərinin və rəng intensivliklərinin müqayisələndirilməsi yolu ilə həyata keçirilir. Müqayisələndirilmə ya vizual olaraq və ya da ləkələrin sahələrinin ölçülməsi yolu ilə yerinə yetirilir.

3.6.6. Di - və trikarbon turşularının təyini

Hidrofil maddələri ayırmaq üçün nazik sellüloza təbəqəsindən istifadə edilir. Laboratoriya şəraitlərində xromatoqrafiya kağızından alınan tozşəkilli sellülozda effektiv ayrılmanı əldə etmək mümkün olur. Tozşəkilli sellülozanın Q. B. Samorodovo

– Bianki tərəfindən təklif edilən hazırlanma üsulu əvvəlki səhifələrdə təqdim olunmuşdur. Maddələrin nazik sellüloza təbəqəsində xromatoqrafiyalanması üçün kağız xromatoqrafiyası üsulu ilə işləyərkən istifadə edilən həlledicilər və aşkarlayıcılar sistemlərindən istifadə etmək olar, lakin nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu tətbiq edilərkən yüksək dəqiqliklə ayrılımda analiz müddəti qısaldır.

3.6.6.1. Meyvə və tərəvəzlərdə di – və trikarbon turşularının təyini

Meyvə və tərəvəzlərdə di – və trikarbon turşularının vəsvi və miqdarca təyini üsulu üzvi turşuların ekstraksiyasına, KU – 1 kationidində və EDE – 10 p anionitində M.V. Fadeyeva (202) üsulu ilə təmizlənməyə və Q.B.Samorodovo – Bianki üsulu ilə (178) nazik sellüloza təbəqəsində ayrılıma əsaslanır.

Materialın hazırlanması. Meyvələrin və ya tərəvəzlərin 5 – 20 q həddində götürülmüş çəki nümunəsini 96,0%-li 50 ml spirtə, əks hava soyuducusu qoşulmuş kolbada 7-10 dəq. ərzində qaynadılır. Fiksasiyaedilmiş çəki nümunəsi çini həvəngdəstəyə keçirilir və spirtin içində kvars qumu ilə narın xırdalayır. Xırdalanmış çəki nümunəsini Büxner qıfına keçirir, süzülən ekstraktın və qalığın rəngi tam solğunlaşanadək 80%-li spirtlə ekstraksiya edilir. Distillə zamanı maddələrin oksidləşməsinin qarşısını almaq üçün ekstraktın tərkibinə, 30 ml ekstrakta 200 ml hesablanmaqla kalium metabisulfit əlavə etmək lazımdır.

Spirt ekstraktının hamısını 60-70⁰C temperaturda vakuum altında, demək olar ki, quruyanaqədər distillə edirlər (qovurlar). Qalığı xlorofili, karotinoidləri və efirdə həll olan digər maddələri kənarlaşdırmaq üçün kiçik etil efiri porsiyaları ilə işləyir və sonradan 20, 25 və ya 50 ml-lik müəyyən həcmə çatdırmaqla 96%-li etil spirtində həll edirlər. Alınmış ekstraktda

üzvi turşuların, şəkərlərin, aminturşularının və fenol birləşmələrinin miqdarı edilir.

Üzvi turşuların təmizlənməsi. Nazik sellüloza təbəqə-sində daha yaxşı ayrılmanı təmin etmək üçün, üzvi turşuları digər yanaşı maddələrdən, xüsusilə də şəkərlərdən, ion mübadilə qatranlarının köməyi ilə təmizləmək lazımdır. Bunun üçün spirt ekstraktının bir hissəsi suda həll edilir və KU – 1 qatranı ilə doldurulmuş kolonkadan buraxılır.

Məhlulun optimal axın sürəti 1,5 – 2,0 ml/dəq. təşkil etməlidir. Bütün ekstrakt kolonkadan tam keçib qurtardıqdan sonra kolonka 75 ml porsiyalı distillə olunmuş su ilə üç dəfə yaxalanır. Sonra ekstrakt və yaxalanma suları birləşdirilir, onların həcmi ölçülür və 0,02 n. natrium qələvisi ilə titrləmək yolu ilə ümumi turşuluğunu təyin etmək üçün bu məhluldan 25 – 50 ml götürülür. Elyuatın tərkibində, eyni zamanda şəkərlər də mövcud olduğundan, EDE-10 p markalı anionit doldurulmuş kolonkadan keçirilir. Bu anionit növü turşuları tutub saxlayır, şəkərlər isə filtrata keçir.

Elyuatı anionitdən keçirdikdən sonra qətran dolu kolonka 75 ml-lik distillə olunmuş su porsiyaları ilə üç dəfə yaxalanır. Filtrat və yuyuntu sular tullanılır.

Anionitdən üzvi turşuları yuyub çıxarmaq üçün kolonkadan 100 ml 0,1 n. NaOH məhlulu buraxır, sonra isə kolonka 75 ml porsiyalı distillə olunmuş su ilə üç dəfə yuyulur.

Turşular, natrium qələvisinin duzları şəklində elyuata keçir. Bu turşuları sərbəst şəkildə əldə etmək üçün elyuatın hamısı və yuyuntu suları KU-1 kationiti doldurulmuş kolonkadan keçirilir. Bu zaman elyuat və yuyuntu suları Na^+ kationlarından azad olur. Sonra kolonkanı 75 ml porsiyalı distillə olunmuş su ilə üç dəfə yuyulur, filtrat və yuyuntu suları su hamamında quruyanadək buxarlandırılır və qalıq 5 – 10 ml distillə olunmuş suda və ya 60%-li etil spirtində həll edilir. Alınmış məhluldan di - və trikarbon turşularını ayırmaq üçün istifadə edilir.

Nazik sellüloza təbəqəsində üzvi turşuların xromatografiyası. Nazik (200 mkm) sellüloza təbəqəsinə malik şüşə lövhələr üzərinə ləkələr seriyası şəklində tədqiq ediləcək məhlul nümunəsinin fasiləsiz zolağını keçirir, ayrılma etilasetat - sirkə turşusu - su (3:1:1) və ya qarışığın üst qatında kükürd efiri, su və qarışqa turşusundan (18:9:5) ibarət olan həlledicilər sistemində həyata keçirilir. Ayrılma müddəti 12 – 14⁰C (lakin 18⁰C-dən yüksək olmamalıdır) temperaturda 60 dəqiqə təşkil edir. Lövhələri sorucu şkafta hava üfürücüsü vasitəsilə qurudulur və növbəti günədək açıq havada saxlanılır. Üzvi turşuların yerləşdiyi sahəni müəyyən etmək üçün xromatoqram 0,05%-li bromfenol göyü ilə çilənir. Bu zaman göy fonda üzvi turşuların sarı ləkələri aşkarlanır. Turşuların keyfiyyət tərkibini aydınlaşdırmaq üçün hər bir turşuya məxsus R_f qiyməti müəyyən edilir və o “şahid” turşuların R_f qiymətləri ilə müqayisələndirilir.

Üzvi turşuları miqdarca təyin etmək üçün bromfenol göyü mikrobüretdən kiçik damcılarla punktir xətlər şəklində lövhənin kənarlarına və mərkəzinə (start xətlərinə perpendikulyar olaraq) çəkilir. Turşuların yerləşdiyi sahədən başlayaraq punktir xətlər sarı rəngə boyanır, onlar arasındakı boşluqlar isə mavi rəngdə qalır. Əgər qarışqa turşusu tamamilə kənarlaşmamışdırsa, onda punktir bütövlükdə sarı rəngdə olacaqdır və bu halda qurutmanı davam etmək lazım gəlir.

Turşuların yerləşdiyi sahə konturlanır, cərrah bıçağı ilə təmizlənir və 60⁰C temperaturu qaynar su ilə iki-üç dəfə ekstraksiya edilir. Turşuların alınmış ekstraktını məhlulu havanın karbon qazından qoruyaraq fenolftaleinin iştirakı ilə mikrobüretdən 0,02 n. natrium qələvisi məhlulu ilə titrlənilir.

Di - və trikarbon turşularının miqdarının hesablanması, kağız üzərində xromatografiyası üsulunda qəbul edildiyi kimi aparılır.

3.6.7. Karbohidratların ayrılması

Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu məhsulda şəkərlərin miqdarı çox kiçik olduqda belə onları kifayət qədər tez ayırmağa və təyin etməyə imkan verir, ayrılmış ləkələr isə intensiv rəngə və dəqiq konturlanmış sərhədlərə malik olur. Karbohidratların sellüloza və silikahel təbəqələrində ayrılması üsulları məlumdur.

Bitki mənşəli məhsullardan şəkərlərin (saxaroza, qlükoza, fruktoza, rafinoza) kifayət qədər qənaətbəxş ayrılması bufer kimi 0,03 molyar natrium asetat məhlulu və aşağıdakı 14-cü cədvəldə göstərilən iki həlledicilər sistemindən istifadə etməklə KSK markalı silikaheldə həyata keçirilmişdir.

Lövhəciklərin hazırlanma şərtləri aşağıda göstərilirdi ki kimidir: üyüdülmüş 3,0 q silikaheli və 0,05 mm diametrli tordan ələnmiş 0,25 q tibbi gips kiçik çini həvəngdəstəyə yerləşdirir, üzərinə 12,5 – 13,0 ml su, 0,025 – 0,03 ml molyar natrium-asetat məhlulu əlavə edir, kütlələri dəstəciklə tez və yaxşıca qarışdırır və (20x16 sm) ölçülü lövhəciklərin üzərinə bütün səthi boyunca bərabər qalınlıqda paylamaqla boşaldılır. Tam qurumaya nail olmaq üçün lövhəcikləri otaq temperaturunda təqribən 12 saat saxlanılır ki, bundan sonra da onlar analiz aparmaq üçün hazır sayılır.

Şəkərləri ayırmaq üçün pilləli yüksələn xromatoqrafiyadan istifadə edir. Birinci həlledicilər sistemində (cədvəl 14) şəkərləri tri-, di- və monoşəkərlərə ayırmaq mümkün olur. Həlledicilər cəbhəsi yüksəldikdən sonra start xəttindən 9 sm məsafədə, lövhəciyi 50⁰C istilikdə quruducu şkafda və ya hava üfürücüsü ilə qurudulur, monoşəkəri – qlükoza və fruktozanı ayıran ikinci həlledicilər sisteminə keçirilir. Həlledicilər sistemi cəbhəsi 15 sm-dən az olmamalıdır. Sonra lövhəciyi 20 – 30 dəqiqə ərzində quruducu sobada (şkafda) 120⁰C temperatur həddində qurudulur. Qaynar lövhəciyi qatı sulfat turşusunda həll edilmiş α-naftol ilə çilənir (100 mq α-naftol və

15 ml qatı H_2SO_4). Şəkərlər tünd göy rəngli ləkələr şəklində aşkar olunur.

Ayrılmış şəkərlər lövhəcik üzərində aşağıda qeyd olunan ardıcılıqla düzülərək yerləşir: rafinoza, melibioza, maltoza, saxaroza, qlükoza, fruktoza, ksiloza.

Cədvəl 14

Aminturşuları və karbohidratlar üçün sorbent və həlledici sistemləri

Ayrılan maddə	Sorbent	Həlledici sistemləri	Həcm nisbəti
Aminturşuları	Sellüloza	N - butanol - aseton - ammonyak - su (I) . . .	20:20:10:4
		İzopropanol - qarışqa turşusu -su (II)	20:1:5
		İzopropanol - qarışqa turşusu - su	20:1:5
	Silikahel	96%-li etanol - su . . n - butanol - sirkə turşusu - su Fenol - su	70:30 60:20:20 75:25
Karbohidratlar	Sellüloza	İkinci butanol - etilasetat - su	8:12:3
		n - butanol - piridin - su	10:3:3
		n - butanol - 25%-li ammonyak - su	16:1:2
	Silikahel	İzopropanol - etilasetat - su (I) n - propanol - etilasetat - su (II)	45:65:20 40:60:5

Şəkərlərin effektiv ayrılması gibbs və su ilə qarışdırılmış, 13x18 sm ölçülü şüşə lövhəcik üzərinə 0,1 – 0,2 mm qalınlıqda çəkilən bərkidilmiş kağız sellülozası üzərində baş verir (məcnu çəkildikdən sonra lövhəciyi 5 – 15 saat ərzində açıq havada və 40 dərj. ərzində 104-106⁰C temperaturda qurudulur). Şəkərlər

qarışığının daha dəqiq ayrılması, adətən yüksələn axında 20-22⁰C-də 5 – 10 saat ərzində baş verir.

3.6.8. Aminturşuların ayrılması

Aminturşuların ayrılmasını nazik sellüloza və ya silikahel təbəqəsində müxtəlif həlledicilər sistemindən (cədvəl 12) istifadə etməklə, həm birpilləli və həm də iki pilləli xromatoqrafiya üsulu ilə həyata keçirmək olar.

Sellüloza təbəqəsində iki istiqamətdə ayırmaq üçün əvvəlcə n - butanol - aseton - ammoniyak - su (20:20:10:4) qarışığından istifadə edir, hava üfürücüsündən verilən qaynar hava ilə 2 saat ərzində qurudulduqdan sonra isə turş həlledicidə digər istiqamətdə: izopropanol – qarışqa turşusu – su (20:1:5) qarışığı ilə ayırma həyata keçirilir. Xromatoqramı qurudur və dərhal asetonla 0,4%-li ninhidrin məhlulu ilə çiləməklə aşkarlanır.

Bitki mənşəli qida məhsullarında sərbəst aminturşuları ayırmaq üçün, adətən bir pilləli xromatoqrafiya üsulundan istifadə edilir.

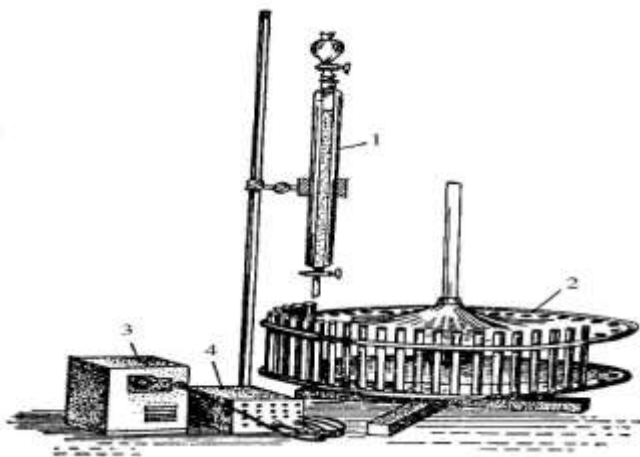
3.7. Kolonkalı xromatoqrafiya

3.7.1. Kolonkalı xromatoqrafiya haqqında ümumi məlumat

Maddələrin xromatoqrafik ayrılması həyata keçirilən kolonka silindrik formalı və ya xüsusi konstruksiyaya malik ola bilər ki, bu da adətən şüşədən, təsadüfi hallarda isə paslanmayan poladdan və alüminiumdan hazırlanır. Kolonkanın hündürlüyü bir neçə santimetrdən 5 – 20 metrədək, diametri bir neçə millimetrdən 5 – 15 santimetrədək olur. Kolonkaların xromatoqrafiyada tətbiq olunan bütün forma müxtəlifliyində tam qənaətbəxş ayırmanı, sonunda titrləmə üçün büret tipli malik ştativə bərkidilmiş şüşə borudan ibarət olan ən sadə kolonkalardan istifadə edildikdə əldə etmək olar.

Kolonkaların işi ya təzyiq altında (adətən hel – xromatoqrafiya üçün), ya da vakuumda (ion mübadilə xromatoqrafiyası üçün) həyata keçirilə bilər. Kolonkada xromatoqrafik ayrılma üçün həm ora verilən analiz edilən qarışığın, həm də aşkarlayıcı və ya sıxışdırıb çıxarıcı kimi tətbiq edilən mayenin bərabər verilməsi vacib şərt sayılır. Bu şərt kolonkanın yuxarı hissəsinə mayenin “Mariotta” qabının və ya xüsusi mikronasosun köməyi ilə vaxtaşırı tökülməsi ilə təmin edilə bilər. Axının adi sürəti kolonkaların diametrindən asılı olaraq 0,5 – 3,0 ml/dəq. təşkil edir. Sınağın davam etdiyi bütün dövr ərzində axın sürətinin qiymətinə nəzarəti reometrlərin və rotametrərlərin köməyi ilə həyata keçirirlər.

Aşağıdakı şəkildə maye xromatoqrafiyası üçün tətbiq olunan ən sadə quruluşa malik qurğu təsvir edilmişdir (şəkil 24).



*Şəkil 24. Xromatoqrafiya üçün kolonka
və avtomatik fraksiya toplayıcısı*

1 – kolonka; 2 – fırlanan kollektor; 3 – mikronasos;
4 – idarəetmə qutusu.

Kolonkalı xromatoqrafiya üsulunu həyata keçirmək üçün tətbiq edilən şüşə kolonkanın yuxarı hissəsindəki cilalanmış, nisbətən ensiz sahəsinə həlledici doldurmaq məqsədilə damcı-tökən qıf birləşdirilir. Kolonkanın aşağı sonluğu dartılıb kapillyar şəklinə salınmış və burada da cilalanmış kran yerləşdirilmişdir, bu kran həlledici axınının sürətini tənzimləyir.

Kolonka termostatlaşdırılmış şüşə köynəyin daxilində quraşdırılmışdır. Kolonka tez-tez suspenziya şəklində olan sorbentlə doldurulur. Suspenziyanı sonradan ayırmaq üçün istifadəsi nəzərdə tutulmuş həlledici ilə hazırlanır. Hazırlanmış suspenziyanı, yavaşca kolonkaya vuraraq dolmasını müşahidə etməklə tökülür. Bu zaman aşağı kran açıq olur və həlledici kolonkadan keçir, sorbent isə filtrin köməkliyi ilə tutulub saxlanılır. Kolonkadakı sorbent təbəqəsi üzərində maye təbəqəsi olmalıdır. Kolonkanı doldurduqdan sonra damcı-tökən qıfı birləşdirir və kran vasitəsilə kolonkadan keçən həlledicinin müəyyən axma sürətini dəqiqləşdirilir.

Tədqiq edilən nümunə mikropipet və ya da mikrospris vasitəsilə daxil edilir. Bu zaman damcılı qıfı kolonkadan ayıraraq bir qədər yuxarı bağlamırlar ki, maye axını kəsilməsin. Ayrılan maddələrin qarışığı kolonkaya o anda tökülür ki, sorbent üzərindəki həlledici təbəqəsi sorbentin yuxarı sərhəddinədək boşalmış olsun. Sonra üstdən ehtiyatla, sorbentin son yuxarı səthindən 1-2 sm hündürlüyədək həlledici tökülür və bu səviyyə ayrılma dövrü ərzində damcılı qıfın köməyi ilə qoruyub saxlanılır. Ayrılma həlledici verilən andan etibarən başlanılır. Kolonkadan axan həlledici kiçik porsiyalarla müəyyən zaman intervalında xüsusi avtomatik kollektor – fraksiya yığıcılarının, məsələn, SF-22 tipli qurğuların köməyi ilə toplanır. Hər bir sınaq şüşəsindəki məhlulu, qarışıq komponentlərin konsentrasiyasını təyin etməklə (daha tez-tez məhlulun optik sıxlığı təyin edilir) analizə məruz qoyurlar və komponentin konsentrasiyasının (və ya optiki sıxlığının) kolonkadan keçən məhlulun həcmindən asılılıq qrafiki qurulur.

Fasiləsiz analiz üsulları daha geniş tətbiq olunur ki, bu metodların köməyi ilə kolonkanın çıxışında ayrılmış maddələrin qeydiyyatı məhlulun elektrokeçiriciliyinin, refraksiya (sındırma) əmsalının, ultrabənövşəyi şüalanma oblastında işığın udulmasının, ionlaşmanın ölçülməsi əsasında fasiləsiz olaraq həyata keçirilir.

Maye xromatoqrafiyasında ayırma, hərəkətdə olan, hərəkətsiz fazalardan, yəni kalonkadan və həlledicidən asılıdır. Tələb edilən ayrılmanın əldə edilməsi üçün kalonkanı, sorbentin tipini, onun hissələrinin ölçülərini və həndəsi quruluşunu düzgün seçmək vacibdir.

Kalonkada maddələrin tutulma vaxtının azaldılmasına, temperaturun artırılması hesabına müvəffəq olunur, lakin əksər hallarda hərəkətdə olan fazanın tərkibinin dəyişməsi daha effektiv olur. Bu məqsədlə analiz prosesində hərəkətdə olan fazanın fasiləsiz polyarlığını və ya ion gücünü artırmaq mümkündür. Belə metod “*qradiyentli yuyulma*” və ya “*qradiyentli aşkarlanma*” adlanır və maddələrin yaxşı ayrılmasını şərtləndirir. Bundan başqa bu metodu ayrılan çoxsaylı komponentlərin bəzilərinin sorbent üzərində digərlərindən qüvvətli tutulduğu və dəyişməz tərkibli həlledici ilə kalonkanın yuyulması, həm böyük vaxt sərfinə və həm də məhlulların çox durulaşdırılmasına gətirib çıxardığı hallarda tətbiq etmək əlverişli sayılır. Eyni zamanda, qradiyentli aşkarlamanın köməyi ilə eyni maddənin bir neçə porsiya məhlulla aşkarlanmasından qaçmaq mümkündür. Müxtəlif ədəbiyyat mənbələrində qradiyentli aşkarlama üsulu, bu üsulun aparatür sxemi və nəzəriyyəsi haqqında daha dəqiq və hərtərəfli məlumatlar əks etdirilir.

Müasir zamanda “*k o l o n k a l ı x r o m a t o q r a f i y a*” anlayışına yalnız Svetin adsorbsiyalı xromatoqrafiyası daxil deyildir. Kolonkalarda qarışıqların aşağıda göstərilən daha geniş yayılmış ayrılma üsullarını fərqləndirmək qəbul olun-

muşdur: *paylaşdırıcı* (MMX), *adsorbsiyalı* (BMX), *ion mübadilə* və *hel – filtrləmə* xromatoqrafiya üsulları.

Kolonkalı xromatoqrafiya üsulları hərəkətsiz və hərəkətli fazaları geniş şəkildə dəyişməyə imkan verir ki, bu da adı çəkilən xromatoqrafiya üsulunu həqiqətən də universallaşdırır.

Kolonkalarda xromatoqrafiya üsulu nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə sıx əlaqədardır və bir çox üstünlüklərə malikdir, belə ki, həm o, həm də bu halda analoji sorbentlər istifadə edilir və eyni qrupdan olan birləşmələri ayırmaq mümkün olur.

Lakin kolonkalı xromatoqrafiya, prosesin avtomatlaşdırılması mümkünlüyünə əsasən əksər tədqiqatçılar tərəfindən daha perspektiv üsul kimi qəbul edilir. Məhz kolonkalı xromatoqrafiya üsulunda yüksək sürətli və yüksək effektiv maye xromatoqrafiyasını həyata keçirmək mümkün olur.

3.7.2. Kolonkalarda paylaşdırıcı xromatoqrafiya üsulunun əsasları

Kolonkalarda paylaşdırıcı xromatoqrafiyada hərəkətsiz faza, bərk daşıyıcı ilə əlaqədar olan (məsələn, sellüloza tərəfindən udulan su hərəkətsiz fazadır) maye ilə təmsil edilir.

Hərəkət edən faza qismində həlledici tərəfindən həll olunaraq yuyulmayan müxtəlif mayelərdən istifadə edirlər. Silikahel, alüminium oksid, kizelqur, sellüloza bərk daşıyıcı kimi istifadə olunmağa yararlı hesab edilir.

Son zamanlar *zipaks* və *karosil* tipli tənzimlənən məsaməli səthə malik, xüsusilə dəyərli yeni materiallar işlənib hazırlanmışdır. Bu materiallar məsamələrin tənzimlənən ölçülərinə və tənzimlənən qalınlığa malik bərk qeyri-selektiv şüşə özəyə və çoxməsaməli səthi təbəqəyə malik hissəciklər kimi təəssürat yaradır.

Müasir təsəvvürlərə görə paylaşdırıcı xromatoqrafiya zamanı maddələrin paylanması su və suda həll olaraq yuyul-

mayan həlledici arasında baş vermir, bu ayrılma hel-ayrılma və hərəkət edən həlledici arasında baş verir. Belə ki, su ilə islanan sellüloza, elə bil ki, polisaxaridin ayrılan maddələrə nəzərən bəzi adsorbsion xassələrlə üstünlük təşkil edən qatı məhlulu kimi təsəvvür yaradır. Buna görə də elə hesab edilir ki, xromatoqrafiya prosesi maye-maye sistemində baş verməyib, hel-maye sistemində baş verir.

Bu səbəbdən də sellüloza ilə kolonkalarda xromatoqrafiya zamanı kiçikmolekullu spirtlərin (metanol, etanol, propanol) və üzvi turşuların (qarışqa turşusu, sirkə turşusu) suda məhlulları kimi su ilə qarışan, yəni suda həll olan həlledicilərdən istifadə etmək mümkündür.

3.7.3. Kolonkalarda paylaşdırıcı xromatoqrafiya üsulunun tətbiqi

Prinsip etibarilə, bu üsulla kolonkada o qrup maddələri ayırmaq olur ki, onlar kağız üzərində xromatoqrafiya üsulunun köməyi ilə ayrılma bilir, yəni, həm *hidrofil* birləşmələr (aminturşular, şəkərlər) və həm də *lipofil* maddələr (yağ turşuları, alkaloidlər).

Adətən, polyar maddələri ayırmaq üçün hərəkətsiz və hərəkət edən polyar fazalardan istifadə edilir. belə analizə misal olaraq, silikahelli kolonkada antosianların ayrılması əməliyyatını göstərmək olar, belə ki, bu zaman hərəkətsiz həlledici qismində fosfat turşusunun 10,0%-li sulu məhlulundan, hərəkət edən həlledici qismində isə *n* - butanol-sirkə turşusu-su (4:1:5) qarışığından istifadə edirlər.

Qeyri-polyar maddələr hərəkət edən polyar və qeyri-polyar fazalardan istifadə olunan zaman daha effektiv ayrılır. “Çevrilmiş” fazalı bu üsulu yağların və fosfotidlərin, eləcə də gənəgərçək yağında rasional turşusunun oksidləşmə məhsullarının cəm miqdarını təyin etmək üçün tətbiq edilir. Bu zaman hərəkətsiz faza daşıyıcısı qismində zəif havalandırılmış

tozşəkilli təbii kauçuklardan və ya benzoilin 5,0%-li peroksidi ilə buxara verilmiş sintetik silikonlardan istifadə edilir. hərəkətsiz faza qismində benzin, hərəkət edən faza qismində isə asetonun sulu məhlulları xidmət göstərir.

3.8. Adsorbsion xromatoqrafiya

3.8.1. Adsorbsion xromatoqrafiya üsulunun əsasları

Adsorbsion kolonkalı xromatoqrafiyada hərəkətsiz faza bərk (məsələn, alüminium oksid, silikahel və s.) olur. Bu halda xromatoqrafik ayrılma adsorbsiya ilə şərtlənən, komponentlərin hərəkət edən maye və hərəkətsiz bərk fazalar arasında paylanmasına əsaslanır. Xromatoqrafiyada, əsasən dönər molekulyar (fiziki) adsorbsiyadan istifadə edilir, bəzi hallarda isə zəif dönər kompleks əmələgətirmənin olması mümkündür.

Maddələrin ayrılmasına adsorbentin tipi əsaslı dərəcədə təsir göstərir. Maye xromatoqrafiyasında aşağıda adı qeyd edilən adsorbentlər daha tez-tez istifadə olunur (təqribən yüksələn aktivlik sırası ilə göstərilir): diatomit, silikahel, alüminium oksid, maqnezium oksid, aktivləşdirilmiş kömür. Bəzi hallarda məhsulların molekulyar xromatoqrafiyası üçün adsorbent qismində ion-mübadilə qatranlarından, molekulyar qəfəslərdən istifadə edilir. Adsorbentin aktivliyi əsaslı dərəcədə onun hazırlanma üsulu ilə, eləcə də dispersiya, yəni xırdalanma dərəcəsi ilə təyin edilir.

Praktikada möhkəm kök salmış kolonkalı xromatoqrafiyada istifadə olunan mineral daşıyıcılarla bir sırada poliakrilonitril, poliamidlər və s. kimi sintetik mənşəyə malik müxtəlif üzvi materiallardan istifadə edilmə ənənəsi də geniş yayılmışdır. Poliamidlər (karbon, perlon, neylon, ultramid-müxtəlif ölkələrdə başqa adlarla istehsal edilir) fenollar, aşı maddələri, üzvi turşular, amidlər, aminlər, dinzil – törəmə aminturşular, şəkərlər, azotlu əsaslar, nukleozidlər, nukle-

otidlər, vitaminlər, antioksidləşdiricilər və bu kimi digər çoxsaylı maddələri ayırmaq üçün qaz xromatoqrafiyasında tətbiq edilir.

Poliamidlərdə kolonkalı xromatoqrafiya üsulunun əsas üstün cəhəti alüminium oksid və ya silikahel tipli qeyri-üzvi sorbentlərlə müqayisədə böyük udulma həcmnin olması, eləcə də qatı qələvi məhlulları ilə asan regenerasiya (bərpa) olunmasıdır.

Poliamidlər bir çox üzvi həlledicilərin, qatı qələvi məhlullarının və durulaşdırılmış turşuların təsirinə qarşı dayanıqlıdır, lakin oksidləşdiricilərin təsirinə qarşı dayanıqsızdır, fenolda, krezolda, qatı mineral turşularda həll olur.

Poliamidlərlə kolonkalarda xromatoqrafiya üsulu sadə həlledicilər sistemini tətbiq etməyə ona görə imkan verir ki, adsorbsiya və desorbsiya prosesləri, əsasən hidrogen rabitələrinin yaranmasına xidmət göstərir. Poliamidlər üçün həlledicilərin elyurətmə (yuma) sırasına *su, etil spirti, metil spirti, aseton, duru NaOH məhlulu, formamid, dimetil – formamid* aid edilir.

Bir neçə xarici ölkənin istehsal firmasının poliamid markaları məlumdur ki, bunlara da aşağıda adı göstərilənləri aid etmək olar: *Woelm* firması (Almaniya), *Serva* firması (Almaniya), *K. I. I* firması (İngiltərə) və s. Poliamid tozunu laboratoriya şəraitlərində çox sadə və mümkün olan üsullarla kapronəyirmə tullantılarından almaq olar.

Kapron istehsalı tullantıları sabun və ya yuyucu tozla yuyur, qurudur və hər biri 15 dəqiqə olmaqla iki dəfə xloroform və dixloretan qarışığında (həcmə görə 1:1 nisbətində) qaynatmaqla yağısızlaşdırılır. İpliği havada qurudur və 80%-li sirkə turşusu məhlulunda (1 l sirkə turşusu məhluluna 200 q iplik əlavə edilir) həll edilir. Kapronu çökdürmək üçün möhkəm çalxalayaraq, 1,5 l-ə qədər su nazik axınla süzülür. Bu zaman bircinsli qatı kütlə əmələ gəlir.

Turşu ya Byüxner qıfında, ya da diametri 5 – 10 sm olan, şüşədən hazırlanmış xromatoqrafik borucuqda, neytral reaksiyadək yuyulur. Suyu kənarlaşdırmaq üçün kapronun üzərinə üç-dörd dəfə 96%-li etil spirti tökülür, sonra isə otaq temperaturunda, azacıq nəm vəziyyətdə qurudulur. Əgər püshrükləşmiş hissəciklər olarsa, belə halda onlar “*Univerva l*” markalı dəyirməndə 1 – 2 saniyə ərzində xırdalanır. Xırdalanmış toz son dəfə olaraq otaq temperaturunda qurudulur və dəliklərinin diametri 1 mm olan ələkdən keçirilir.

3.8.2. Adsorbsiyalı xromatoqrafiya üsulunun tətbiqi

Adsorbsion xromatoqrafiya üsulunun tətbiqi sahələrini haqqında şərh verməyi təsəvvür etmək belə mümkün deyil. Kolonkalarda adsorbsion xromatoqrafiya üsulunu həlledicilərin (heksan, tsikloheksan və s.) təmizlənməsi üçün, ultrabənövşəyi spektroskopiyaya üçün tətbiq edilir. Lakin qida məhsullarının analizi zamanı müxtəlif maddələrin vəsfi və preparativ ayrılması, təmizlənməsi üçün kolonkalarda xromatoqrafiya üsulunun istifadə edilməsi xüsusilə qiymətlidir. Karotinoidlərin, antosianların, katexinlərin, sterinlərin, vitaminlərin təyini zamanı, lipidlərin və fosfolipidlərin ayrı-ayrı qruplara fraksiyalandırılması üçün bu üsuldən istifadə edilir.

3.8.2.1. Poliamiddə fraksiyalandırmaqla katexinlərin və leykoantosianların təyini

Bu üsul tətbiq edilən obyektədən katexinlərin və leykoantosianların ekstraksiyasına, onların 50-70%-li və 96%-li etil spirtində 0.01 n. KOH məhlulu ilə poliamiddə ardıcılıqla monomer və kondensləşmiş formalara ayrılmasına əsaslanır.

Təyinat metodikası. Fenol birləşmələrinin ekstraksiya üsulu “Meyvə və tərəvəzlərdə di- və trikarbon turşularının təyini” bölməsində şərh edilmişdir. 20 q alma ləti

və ya 10 q alma qabığından çıxarılmış ekstrakt vakuum altında buxarlandırılır və qalıqı 20 ml 96%-li etil spirtində həll edilir.

0,3 q poliamidi (2,0 q lət və ya 1,0 q qabığa hesablanmaqla) çini kasaya yerləşdirir və üzərinə 2,0 q alma lətindən (və ya 1,0 q alma qabığından) alınan 2 ml ekstrakt əlavə edilir. Çini kasada olan kütlə 10 ml distilləolunmuş su ilə durulaşdırır və vakuum çıxıntısı olan dərəcəli sınaq şüşəsinə qoyulan 2 №-li Şot qıfına keçirilir.

Əvvəlcə poliamiddən 10 ml porsiyalı distilləolunmuş su ilə şəklər və üzvi turşular iki dəfə yuyulur. Bundan sonra 20 ml ümumi həcmədək hər dəfə 2,0 ml olmaqla 50%-li etil spirti ilə 10 dəfə yumaqla sərbəst katexinlər və leykoantosianlar elyurə edilir. Katexinlərin və leykoantosianların kondensləşmiş formalarının elyurə edilməsi 96%-li etil spirtində 0,01 n. KOH məhlulu 0,1 n. xlorid turşusu məhlulu ilə neytrallaşdırma zamanı eyni vaxtda aparılır. Bunun üçün çıxıntısı olan sınaq şüşəsinə 1,0 ml 0,1 n. xlorid turşusu məhlulu əlavə edilir və bundan sonra kondensləşmiş katexinlər və leykoantosianlar ümumi həcm 10 ml-ə çatanaqədər, hər dəfə 2,0 ml olmaqla beş dəfə 0,01 n. KOH məhlulu ilə yuyulur.

Birinci fraksiyada vanilin reaktivi ilə sərbəst katexinlərin miqdarı təyin edilir. Bunun üçün elyurədilmiş 1,0 ml məhlul 5,0 ml vanilin məhlul ilə qarışdırılır (Vanilin məhlulunu hazırlamaq üçün 1,0 q vanilin 100 ml qatı xlorid turşusunda həll edirlər). Alınan boyanmış məhlulun intensivliyini 2-3 dəq-dən sonra fotoelektrokolorimetrdə, 0,5 sm-lik küvetlərdə 2№-li yaşıl işıq filtrində ölçülür. Müqayisələndirmək məqsədilə kontrol kimi, elyurədilmiş məhluldan 1,0 ml və qatı xlorid turşusundan 5,0 ml götürülür. Sərbəst katexinlərin konsentrasiyasını katexinə görə, Q.B.Samorodova – Biankinin təklif etdiyi kimi hesablanır.

İkinci fraksiyada kondensləşmiş katexinlərin və leykoantosianların cəm miqdarı vanilin reaktivi ilə təyin edilir. Onların təyinat metodikası, sərbəst katexinlər üçün olan təyinat

metodikası kimidir. Yenidən hesablama (–) – epikatexin və leykosianidin dimerinə görə qurulmuş kalibrəmə xəttinə əsasən aparılır. Leykoantosianların konsentrasiyasını təyin etmək üçün elyurədilmiş 1,0 ml məhlula 3:1 nisbətində qatışdırılmış *n* – butil spirti və xlorid turşusu qarışığı əlavə edir və 30 dəq. ərzində 96 – 98⁰C istilikli qaynar su hamamında saxlanılır. Sonra 0,3 sm qalınlığa malik küvetlərdə 536 nm dalğa uzunluğunda optik sıxlığı ölçülür. Müqayisə məqsədilə kontrol kimi elyurədilmiş məhluldan 1,0 ml, *n* – butil spirti və xlorid turşusu qarışığından (3:1) isə 4 ml götürür, sonra isə optik sıxlığı ölçülür.

Leykoantosianların miqdarını *n* - butil spirti və qatı xlorid turşusunun 3:1 nisbətli qarışığı ilə 30 dəq. ərzində qaynar su hamamında işlənmiş (–) – epikatexin və leykosianidin dimerinə görə qurulmuş kalibrəmə xəttinə əsasən hesablanır.

Kondensləşmiş katexinlərin və leykoantosianların cəmi, leykoantosianların miqdarı arasındakı fərq kondensləşmiş formalı katexinlərin cəminə bərabər olacaqdır.

3.9. İon-mübadilə xromatoqrafiyası

3.9.1. İon-mübadilə xromatoqrafiyası üsulunun əsasları

İon-mübadilə xromatoqrafiyasında adi adsorbsiya əvəzinə ionların adsorbsiyası baş verir. Bu üsul qarışıqların ayrılması üçün öz ionlarını elektrolitlərin məhluldakı ionları ilə dəyişməyə qabil olan elektrolit ionitlərin və ya ion dəyişdiricilərin istifadəsinə əsaslanır. Ayrılma, müxtəlif ionların belə mübadiləyə qarşı müxtəlif reaksiya qabiliyyəti nəticəsində baş verir. İonitlərlə elektrolitlər arasında ionların mübadilə prosesi, ionların məhluldan ionitə və ionitdən məhlula diffuziyası ilə şərtlənir. Bu zaman ekvivalent ion mübadiləsi baş verir, yəni

ionitdən çıxarılan ionların miqdarı məhluldan udulan ionların miqdarına bərabər olur.

Xromatoqrafiyanın bu növü sadə fiziki udulma (sorbsiya) zamanı əlçatmaz olan bütün kimyəvi reaksiyaları tətbiq etməyə imkan verir. Belə ki, kolonkaya, udulan ionlarla kompleks birləşmələr əmələ gətirən və ya mühitin pH-nı (aktiv turşuluğunu), nəticə etibarilə udulan birləşmənin dissosiasiya dərəcəsini dəyişən maddə daxil edilə bilər.

İon-mübadilə materialları, maye xromatoqrafiyasında istifadə edilən hərəkətsiz fazaların vacib sinfi kimi təsəvvür yaradır. Daha tez-tez sintetik ion mübadilə qatranlarını (adətən, stirolun və divinilbenzolun sopolimerləri) tətbiq edilir: kationitlər (güclü və zəif turşulu) və amionitlər (güclü və zəif qələvili). İon dəyişdiricilərin xüsusiyyətləri, onların tərkibindəki aktiv qrupların mövcudluğundan asılıdır. Belə ki, daha güclü vacib kationitlərin tərkibində $(-SO_3^- H^+)$ sulfoqruplar, zəif turşulu kationitlərin tərkibində isə karboksil qrupları $(-COO^- H^+)$ olur. Güclü qələvili anion mübadilə qatranları, adətən dördlü ammoniumlu mübadilə qruplarına $[-CH_2 N^+(-CH_3) Cl^-]$, zəif qələvili anion mübadilə qatranları isə $[-N^+ H(R_2) Cl^-]$ kimi funksional qruplara malik olur.

Sənaye tərəfindən buraxılan iondəyişdiricilərdən xaricdə istehsal edilən *dauekslər* və *amberlitrə*, *KU – 1*, *KU – 2*, *SDV*, *KB – 1*, *KB – 2*, *KB – 4*, *AB – 18*, *AB – 19*, *AN – 23* və başqa markalı qatranları misal göstərmək olar (cədvəl 15).

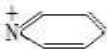
Qida məhsullarını analiz edərkən müxtəlif maddələri ayırmaq və təmizləmək üçün, habelə karbohidrat əsaslı iondəyişdiricilərdən istifadə edilir. İon mübadilə xromatoqrafiyalarında hərəkətsiz fazalar kimi yumaq və ya toz şəklində qarışıq sellülozadan istifadə edilməsi perspektivlidir.

İon-mübadilə qatranlarından istifadə etməklə əsas xromatoqrafik ayırmaları sulu məhlullarda və ya su-metanol kimi qarışıq həlledicilərdə həyata keçirilir. Bu məqsədlə tez-tez

müxtəlif konsentrasiyalı sulu bufer məhlullarından istifadə edilir. Ayrılma və tutulma müddəti məhlulun pH – göstəricisi və ion gücü dəyişdirilməklə tənzimlənir.

Cədvəl 15

Maye xromatoqrafiyasında istifadə olunan bəzi ion-mübadilə qatranlarının xüsusiyyətləri

Tip	Marka	Aktiv qruplar	Həcm tutumu, mq·ekv q
Kationitlər: güclü turşulular	KU – 1	– SO ₃ H	4,5
	KU – 2	– SO ₃ H	4,8
zəif turşulular	KU – 6	– SO ₃ H; – OOH	5,5
	NSF	– SO ₃ H	3,0
	SDV	– SO ₃ H	4,2
	Daneks – 50	– SO ₃ H	4,0
	Amberlit IR 120	– SO ₃ H	4,5
	Amberlit 200	– SO ₃ H	5,0
	KB – 4	– COOH	8,5 – 9,5
	KN	– COOH	6,0
	KM	– COOH	7,5
	Amberlit İRC – 50	– COONa	10,0
	Duolit SS – 3	– COONa	7,0
Anionitlər: güclü əsaslılar	AV – 17	– N (CH ₃) ₃	4,3
	AV – 18		3,0
zəif əsaslılar	AV – 19	(CH ₃) ₃	3,0
	Daueks – 1	– N (CH ₃) ₃	3,2
	Amberlit İRA – 40	– CH ₂ N(CH ₃) ₃ Cl	3,0
	AN – 18	≡ N; =NH	3,6
	Daueks – 3	– NH(R ₂)Cl [–]	5,5
	Amberlit 1 – 45	– NH ₂	6,8
	ƏDƏ – 10 π	– NH ₂ ; = NH	8,5 – 10,0

İonların bu və ya digər sorbentdə nisbi seçmə sorbsiyalığı ayrılan maddələrin, həlledicinin və sorbentin təbiətindən,

həlledicilərin konsentrasiyasından, mühitin pH göstəricisindən və sınağın keçirilmə şəraitlərindən asılıdır. İondəyişdiricilərlə aparılan işin vacib mərhələləri, onların tədqiqata hazırlanmasından və istifadə edildikdən sonra regenerasiya (bərpa) edilməsindən ibarətdir.

3.9.2. İon-mübadilə üsulunun tətbiqi

İon-mübadilə xromatoqrafiyası – maddələrin, müsbət və ya mənfi yüklənmiş ion əmələ gəlməklə məhlulda dissiyasiya edə bilən molekulaların sadə və daha effektiv ayrılma üsuludur. Bir çox biokimyəvi problemlərin həlli üçün bu, xüsusilə vacibdir. İon mübadilə xromatoqrafiyası, maddələrin miqdarca təyinatından əvvəl, onların ayrılması və çıxarılması metodu kimi geniş istifadə olunur. Bir çox hallarda maddələrin miqdarca təyinatı, onları ion mübadilə kolonkalarında qabaqcadan xromatoqrafik ayırma icra etmədən mümkün olmur.

Molekulyar və ion mübadilə sorbentlərindən başqa oksidləşmə - reduksiya xüsusiyyətlərinə malik sintetik ion dəyişdiricilərdən də istifadə edilir.

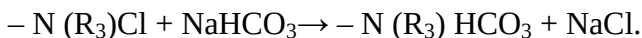
İon qarışıqlarının ayrılması, onların həll olması ilə şərtlənən, müəyyən qaydada çətin həll olan çöküntülərin əmələ gəlməsinə əsaslanan, **çöküntülü xromatoqrafiya** üsulu ilə həyata keçirilə bilər. Çöküntü xromatoqrafiyası üsulunu, məsələn, süd məhsullarında ağır metodların duzları təyin olunarkən istifadə edilir.

3.9.3. Yağ turşularının ayrılması və metilləşdirilməsi

N.A.Qolovkin və R.L.Perkel tərəfindən işlənilib hazırlanmış sərbəst yağ turşularının iondəyişdirici qatrandan ayrılması və metilləşdirilməsi metodikası, Xoriştin metodunun modifikasiyasıdır.

Yağlı ekstraktdan sərbəst yağ turşularının udulması dinamik şəraitlərdə İRA – 401 markalı güclü əsaslı amberlitli kolonkadan bikarbonatlı formada həyata keçirilir.

Qatranın yüklənməsi:



3.9.3.1. İon-mübadilə qətranının hazırlanması

50 q İRA – 401 markalı amberliti 500 ml tutumlu konusvarı kolbada 4 N. HCl məhlulunda 10 – 12 saat ərzində saxlayırlar, bundan sonra su ilə neytral reaksiyadək yuyulur və 30-40 dəq. 200 ml 1 N. natrium bikarbonat məhlulu ilə qarışdırılır. Alınan qatran bikarbonat formada əvvəlcə universal indikator görə neytral reaksiyadək bir neçə porsiya distillə su ilə, sonra suyun qarışması üçün üç porsiya 96%-li etanolla və üç porsiya 1:1 nisbətində qarışdırılmış efir və 96%-li etanol qarışığı ilə yuyulur. Qatranı göstərilən həlledicilər altında soyuducuda 0⁰C-dən – 2⁰C-dək istilik hədlərində saxlanılır.

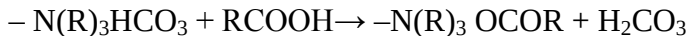
3.9.3.2. İon-mübadilə kolonkasının hazırlanması

9 mm diametrli və 16-20 sm hündürlüklü kolonkaya 3-5 ml 1:1 nisbətində qarışdırılmış efir və etanol qarışığı tökülür, şüşə pambıqdan hazırlanmış tıxac yerləşdirilir, sonra 15 sm qalınlıqlı təbəqə alınanadək həmin qarışıqda suspenziyalaşdırılan bikarbonat formada amberlit əlavə edilir və üstündə şüşə pambıqdan hazırlanmış ikinci tıxac yerləşdirilir.

3.9.3.3. Sərbəst yağ turşularının kolonkada udulması

Dördxlorlu karbondan olan piyin 50 ml məhluluna eyni həlledicidə olan 2 ml standart 1,0%-li tridekan turşusu (yağ turşularının sonrakı miqdarca qaz xromatoqrafiya analizi

zamanı daxili standart kimi istifadə olunan) və 50 ml 96%-li etanol əlavə edilir. Qarışıq ehtiyatla qarışdırılır və sərbəst yağ turşularının udulması üçün 1 ml/dəq. sürəti ilə kolonkadan buraxılır:

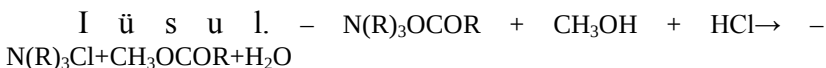


Qatranı piydən əvvəlcə 30 ml dördxlörlü karbon və mütləq spirtlə (1:1), sonra 20 ml dördxlörlü karbonla yuyulub təmizlənir.

Kolonka metilləşdirmə üçün xlorid turşusundan istifadə edilməsi məcburi olan halda həqiqi metanolla yuyulur, yodlu metildən istifadə edildikdə isə o, həqiqi etanolla əvəzlənə bilər. Kolonkaları yuduqdan sonra qatran dənələri su şırnaqlı nasosdan istifadə edilərək hava axını ilə yüngülcə qurudulur, üst qatdakı tıxacı naqqaşla kənarlaşdırılır və qatran cilalanmış tıxaca malik 29 mm diametrli geniş sınaq şüşəsinə keçirilir.

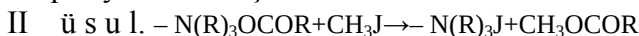
3.9.3.4. Yağ turşularının ion-mübadilə kolonkasında metilləşdirilməsi

Yağ turşularının metilləşdirilməsi üçün iki üsul mövcuddur.



Qatranın udduğu turşuları metilləşdirmək üçün o, xlorid turşusunun 5-7 %-li 5 ml metanol məhluluna tökülür, karbon qazı qabarcıqları tamamilə kənarlaşanadək qarışdırır və dəqiqə ərzində sakit saxladıqdan sonra yenidən diqqətlə qarışdırılır. Metanollu məhlulu yaxşı cilalanmış kranlı ayırıcı qıfa boşaldır və qatran hər porsiyada 10 ml efir olmaqla iki dəfə yuyulur, yuyuntu məhlullarını həmin ayırıcı qıfa əlavə edilir. Sonra ayırıcı qıfa 20 ml distillə olunmuş su əlavə edilir, kütlə ehtiyatla qarışdırılır, sulu təbəqə kənarlaşdırılır, yağ turşularının metil efirlərinin efir məhlulları eyni zamanda neytrallaşdırılır və 2 q susuzlaşdırılmış natrium-sulfat və 1 q natrium-bikarbonat

qarışığı ilə qurudulur. Məhlul ehtiyatla buxarlandırılır və qaz xromatoqrafiya analizi üçün istifadə edirlər.



Qatrana n – pentanda metil-yodun (CH_3J) 10%-li məhlulundan 4-5 ml əlavə edirlər və yağ turşularının metilləşməsi üçün bir gün sakit saxlanılır. Saxlanma başa çatdıqda qatran ehtiyatla qarışdırılır, çöküntünün üstündəki təmiz sınaq şüşəsinə boşaldılır və qatran bir neçə millilitr pentan və ya efirlə yuyulur. Yağ turşularının metil efirlərinin bir yerə toplanan məhlullarını otaq temperaturunda ehtiyatla buxarlandırdıqdan sonra, onlar qaz xromatoqrafiya analizi üçün istifadə olunmağa hazır vəziyyətə düşülür.

3.9.4. İon-mübadilə xromatoqrafiyası üsulu ilə aminturşuların təyini

İon mübadilə xromatoqrafiyası aminturşuların analizi üçün geniş miqyasda istifadə olunur. Kation mübadilə qatranı daha az oxşarlıq bürüzə verən turş və oksiaminturşular kolonkadan birinci yuyulur, sonra neytral, daha sonra isə aromatik aminturşular elyuasiya olunur. Əsasi aminturşular qatranla daha möhkəm birləşir və onların kolonkadan yuyulması üçün digər, daha az turşuluğa malik bufer məhlulundan istifadə edilir. Birkolonkalı metod zamanı, adətən, müxtəlif ion gücünə və pH-a malik bufer məhlulları iki dəfə dəyişir. Xromatoqrafiya prosesini sürətləndirmək üçün müxtəlif ölçülərə malik iki kolonkanı; məsələn, analiz ortasında biri digəri ilə əvəz edilən iki bufer məhlullarından istifadə olunarkən turş və neytral aminturşuları analiz etmək üçün $150 \times 0,9$ və ya $69 \times 0,9$ sm ölçülü “böyük” kolonkanı; daha yüksək pH qiymətli üçüncü bufer məhlulundan istifadə edərkən əsasi aminturşuları analiz etmək üçün $15 \times 0,9$ və ya $23 \times 0,9$ sm ölçülü “kiçik” kolonka istifadə edilir.

Aminturşuların ion mübadilə xromatoqrafiyası nümunənin hazırlanması və tədqiq olunan nümunədə aminturşu tərkibinin miqdarca hesablanması istisna olmaqla, demək olar ki, analiz bütün mərhələlərini avtomatlaşdırmağa imkan verən aminturşu analizatorlarının yaranması geniş populyarlıq qazandı, bununla belə hesabat texnikası da, həmçinin, avtomatlaşdırıla bilər.

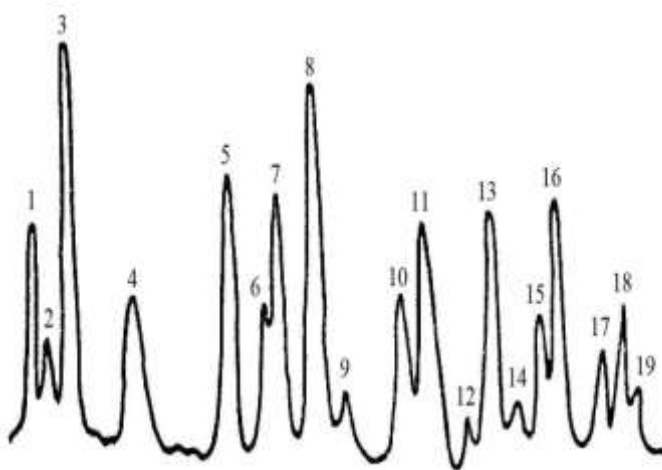
Sərbəst aminturşuları tərkibini öyrənərkən, 3-5 q miqdarında ət və ya balıq, 5-10 q miqdarında un və ya tərəvəz xamalarının xırdalanmış çəki nümunəsini dörd-beş dəfə, heyvani mənşəlilər etil spirti ilə, bitki mənşəlilər isə su ilə işləyir. Bu zaman mikroxırdalayıcıdan istifadə edilir, homogenləşdirilmiş məhsullar isə sentrifüqalanır. Zülalları kənarlaşdırmaq üçün məhsullardan alınan ekstraktları xloroformla işləmək olar.

Sonra sərbəst aminturşulara malik sulu faza qarışıqlardan ion mübadiləsi qatranı ilə və ya vakuum-rotasiyalı buxarlandırıcıda quruyanadək buxarlandırmaqla təmizlənir. Quru qalığı aktiv turşuluğu pH 2,2 olan natrium-sitratlı məhlulla (bu məhlulla konservant kimi fenol və kapril turşusu əlavə etmək olar) durulaşdırılır. Kolonkada aminturşuların məhlullarını təmizləmək üçün ənənəvi KU – 2 markalı və ya xaricdən gətirilən Daneks –50, Zeo – Karb – 215, Zeo – Karb – 225 və başqa markalı kationitlərdən istifadə edilir. Elektroneytral molekullar (məsələn, şəkərlər) və anionlar kolonkada qalmır, aminturşular və kationlar isə ion mübadilə qatranları tərəfindən udulur, yəni adsorbsiya olunur.

Kolonkanı 30-40 ml su ilə yuyulur və bu yuyuntu suyu tullanılır, aminturşuların isə kolonkadan dəqiqədə 1 ml sürəti ilə 50 ml 6 n. NH_4OH məhlulu buraxmaqla elyurə edilir, yəni yuyulur. Aminturşular məhlulunu vakuumda və ya su hamamında quruyanadək buxarlandırılır, yəni 15-20 ml su əlavə edilir və daha 2 dəfə, ammoniyakın izləri yox olanadək təkrarən buxarlandırılır. Məhsulun aminturşu tərkibi ümumi analiz edərək zülalları və peptidləri, onları təşkil edən aminturşularınadək

hidroliz edilir. Təqribən 50 mq-dək zülallara malik olan xırda-
lanmış məhsulun 50 ml-dək çəki nümunəsi 6 n. xlorid turşusunun iştirakı ilə, 110-120⁰C istilikdə 24 saat ərzində qızdırmaq yolu ilə qaynaqlanmış şüşə ampulada hidrolizə məruz qoyulur.

Soyudulduqdan sonra hidrolizat filtrlənir. Xlorid turşusunu vakuum altında distillə edir (qovur), bir neçə dəfə xlorid turşusunun iyi yox olanadək distillə olunmuş su ilə yuyulur.



Şəkil 25. Qırmızı kələmin avtomatik aminanalizatorada alınmış aminturşu tərkibinin xromatogramı

- 1 – lizin; 2 – histidin; 3 – ammoniyak; 4 – arginin;
5 – asparagin turşusu; 6 – treonin; 7 – serin;
8 – qlutamin turşusu; 9 – prolin; 10 – qlisin;
11 – alanin; 12 – sistin; 13 – valin; 14 – metionin;
15 – izoleysin; 16 – leysin; 17 – tirozin; 18 – fenilalanin;
19 – aminoyağ turşusu

Quruyana d k buxarlandırılmış hidrolizatı, aktiv turşuluđu pH 2,2 olan 10 ml natrium-sitratlı bufer m hlulunda h ll edir v  analiz    n istifad  olunur.

Avtomatik aminanalizatorlar minimum  l  m yi s rf etm kl  z lali hidrolizatların aminturşu t rkibinin v  ya qida m hsullarından  ıxarılan s rb st aminturşu qarışıqlarının analizini h yata ke irm y  imkan verir. Elyuasiya ed n bufer m hlulları iond yişdirici kolonkalardan, aşkarlanması α – aminturşuların ninhidrinl  hamıya m lum olan r ng reaksiyasına  saslanan aminturşular fraksiyasına yuyur. Analizatorun kolonkadan ki ik s r tl  (20 – 130 ml/saat) axan mayey  olan adi iř rejimi zamanı buferl şdirilmiş ninhidrinli reagent  lav  edilir v  qarışıđı r ngin intensivl şməsi    n 100 C istiliy  q d r qızdırılır. Maye axınının sabit s r ti řaraitində reaksiya qarışığının boyanma intensivliyi, axarı olan kalorimetrl   l  l r v   z  yazan qurđu il  qeyd  alınır (řekil 25) .

Sınaq n mun sindəki aminturşuların t rkibi piklərin sah lərin  g r  hesablanır, bel  ki, madd  miqdarının t yinat d qiqliyi pikin formasından asılıdır. Daha yaxşı n tic lər, pikin simmetriyası H a u s formasına yaxınlařdıđı hallarda  ld  edilir. Analiz n tic lərinin etibarlılıđına z man t m qs dil , fon xəttinin  z rid ki enm  h nd rl y n pikin h nd rl y n  olan nisb ti 0,4-d n b y k olmayan piklərin sah sini hesablamaq m sl h t g r l r. Pik sah lərinin hesablanması s r tl ndirm k    n elektron v  mexaniki integratorlar istifadə oluna bil r. Sınaq n mun sindəki aminturşuların konsentrasiyasının pikin h nd rl y n  g r  avtomatik hesablanması metodları iřl nib hazırlanır.

H r bir aminturşunun miqdarını m tl q vahidl rl  hesablamaq m qs dil , leysin  g r  kalibr leyici qrafik qurulur. Bel  ki, m xt lif aminturşuların ninhidrinl  reaksiya m hsulları, aminturşuların eyni konsentrasiyasında boyanma intensivliyin  g r  xeyli f rql nir, hesablanma formuluna “r ng  msalı” v  ya “r ng  ıxımı” kimi adlandırılan  msal daxil edilir.

3.10. Molekulyar-şəbəkəli xromatoqrafiya

3.10.1. Molekulyar-şəbəkəli xromatoqrafiya üsulunun əsasları

Molekulyar-şəbəkəli xromatoqrafiya üsulu zülalları ayırmaq üçün geniş tətbiq olunur, eyni bərabərlikdə olan yüksək məsaməli qeyri-ion mənşəli heldən istifadə edən zaman maddə qatışıqlarını onların molekulalarının ölçülərinə görə fraksiyalara ayırmağa imkan verir. Ayrılan maddələrin molekulaları onların ölçülərindən asılı olaraq, sərbəst (hərəkət edən) həlledici və qabaran helin məsaməli hissəciklərin boşluğunu dolduran hərəkətsiz həlledici arasında paylanır. Molekulların “hel şəbəkəsindən” keçmə sürəti, onların dənəciklərə daxil olma və dənəciklərin tərkibində tutulub saxlanma qabiliyyətindən asılıdır.

Başqa sözlərlə, maddənin kolonkada qalma müddəti, diffuziya sürətinə müvafiqdir, yəni maddə molekulaları onlar üçün mümkün olan sahəyə (dənəciklərə) daxil olmağı bacarmalıdır. Belə dənəciklərin ölçüləri və miqdarı helin canlanma dərəcəsi ilə, yəni onun qabarma qabiliyyəti ilə müəyyən olunur.

Maye xromatoqrafiyasının daha tez-tez “*hel xromatoqrafiyası*” kimi adlandırılan bu müxtəlifliyin əsasını *eksklüziya prinsipi* təşkil edir. Buna müvafiq olaraq verilən maddə üçün helin yalnız müəyyən bir hissəsi əlçatan olur, belə ki, molekulaların ölçüləri kiçik olduqca, onlar dənəciklərə daha asanlıqla daxil olur və qabaran polimer torunda tutulub daha möhkəm saxlanılır. Müəyyən parametrləri aşan molekulalar dənəciklərin daxilinə nüfuz etmir və ilk fraksiyalarda həlledicinin sərbəst həcmi ilə birlikdə elyurə olunur (yuyulur). Hel dənəciklərinin daxilinə müdaxilə etmiş molekulalar, onların molekulalarının ölçülərinin kiçilməsi əsasında sonrakı həlledici fraksiyalarına görə elyurə olunurlar, belə ki, ən kiçik molekulalar kolonkadan sonuncu olaraq çıxır.

Buna baxmayaraq, bu xromatoqrafiya növünün eksklyuziya prinsipi tam sübut olunmamış sayılır, şəbəkə effekti və helin istifadə edilməsi isə daha geniş yayılmış adların kök salması üçün əsas kimi xidmət göstərir.

İstifadə olunan helin növündən asılı olaraq, şəbəkəli xromatoqrafiya üzvi həlledicilərdə qabaran, lipofil polimerlərdə həyata keçirilən *hel – nüfuzedici* və hidrofil hellərin istifadə olunmasına əsaslanan *hel – filtrləyici* olmaqla iki yerə ayrılır.

Hel-filtrləyici xromatoqrafiyada daşıyıcı qismində *sefadeks* daha geniş tətbiq olunur. mikrobioloji yolla saxarozadan alınan və qlükoza qalıqlarından ibarət olan yüksək molekullu polisaxaridin, yəni calanmış dekstranın əmtəlik adıdır. Dekstrandakı hidrosil qruplarının yüksək miqdarı onu çox hidrofil edir. Dekstranın calanması epixlorhidrinlə, qələvi mühitində həyata keçirilir. Nəticədə, müxtəlif ölçülü dənəciklər şəklində dekstran heli (sefadeks) alınır.

Pharmacia Fine Chemicals A. B. Upsala (İsveç) firması qabarma dərəcəsinə görə bir – birindən fərqlənən G-10-dan G-200-dək 8 növ (tip) sefadeks istehsal edir. Qlobulyar əzələ zülallarını və 4000-dən 150000 – dək molekul çəkisinə malik olan peptidləri ayırmaq üçün G-100 tipli sefadeks daha yararlı hesab olunur. Monosaxaridləri G-10 tipli sefadeksdə daha yaxşı ayırmaq mümkün olur. Adətən, heli toz halında istehsal edir, lakin əgər bufer məhlulə konservant qismində 0,02%-li natrium azid əlavə edilsə, o, kolonkada qabarmış vəziyyətdə saxlanılır.

Xromatoqrafiya zamanı 20-250 sm uzunluğu və 20-50 mm diametrə malik kolonka qabarmış hel ilə doldurulur, oraya sınaq nümunəsi əlavə edilir və sabit sürətlə ayrılan maddələrin fraksiyaları həlledicilərlə elyurə edilir. Elyuatdakı maddələrin paylanmasının analizi müxtəlif üsullarla həyata keçirir: spektrin ultrabənövşəyi oblastda udulmasını ölçməklə, quru qalığa görə, rəng reaksiyalarının köməyi ilə. Kolonkadan zülalların çıxması, adətən 280 nm, bəzi hallarda isə 230 və ya 310 nm dalğa uzunluğunda elyuatların optik sıxlığına görə

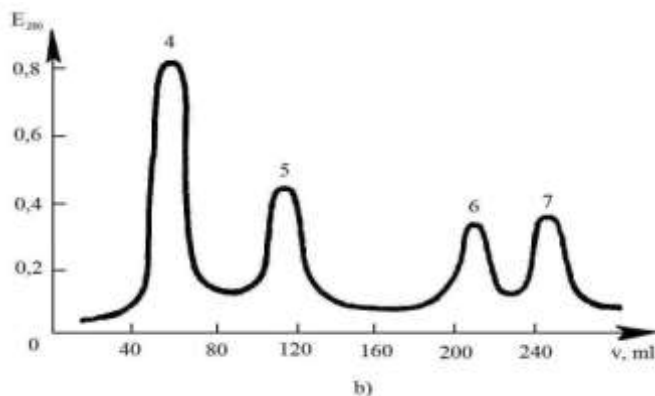
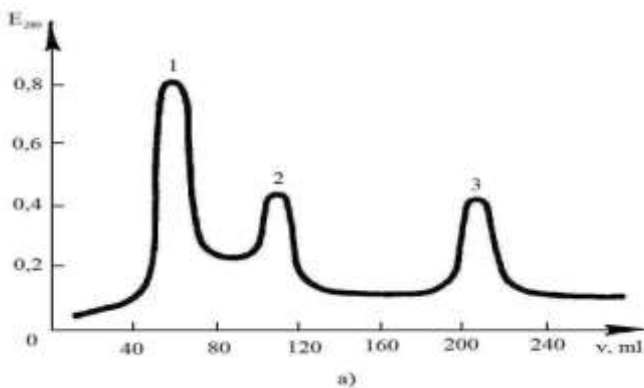
nəzarət edilir (tənzimlənir), yəni analizin başlanğıcından pikin maksimum çıxımı anınadək keçən müddətlə təyin olunan zaman xidmət göstərir.

Sınağın konkret şəraitləri üçün hər bir maddənin xarakteristikası kimi, tutulub saxlanma müddəti xidmət göstərir. Bu göstərici, analizin başlanğıcından pikin maksimum çıxım anınadək keçən zamanla, yəni maksimal optik sıxlıqla təyin olunur. maddələrin miqdarı analizi ona əsaslanır ki, xromatoqramda hər bir pikin sahəsi, qarışıq komponentin bu pikə uyğun gələn konsentrasiyasına mütənasibdir (bax: “Xromatoqrafiya piklərinin sahələrinin təyini”).

3.10.2. Molekulyar şəbəkələrdə zülalların xromatoqrafiyası

Qida məhsullarının tərkibində mövcud olan zülallar, onların müxtəlif həlledicilərdə həll olmasına görə fraksiyalandırmaqla çıxarılır. Zülalların ekstraksiyasını ya xırdalanmış məhsulun çəki nümunəsindən bilavasitə, ya da onu tədqiq edilən obyektə nəmliyin və yağların mövcud olan miqdarından asılı olaraq 1:10 və daha böyük nisbətlərdə 10°C temperaturu soyuq asetonla işləmək yolu ilə öncədən susuzlaşdırdıqdan və yağsızlaşdırdıqdan sonra həyata keçirilir. Bundan sonra asetonu filtdən keçirir, məhsulu isə vakuum altında, otaq temperaturuna bərabər istilikdə qurudulur. Həll olmasına görə zülal fraksiyaları molekulyar şəbəkələrdə xromatoqrafiya edilir.

Əzələ zülallarının ekstraksiyası aşağıda şərh edilən qaydada həyata keçirilir. Xırdalanmış 10-15 q miqdarında balıq, ət və ya heyvani mənşəli digər zülallı məhsula (2-4 q susuzlaşdırılmış və yağsızlaşdırılmış çəki nümunəsinə) 50 ml 7,5 pH və 0,05 ion gücünə malik soyudulmuş fosfat buferi əlavə edilir. Qatışıq hər 1 dəqiqədən sonra 10 san fasilələrlə 3 dəqə ərzində homogenləşdirir və 14-16 saat ərzində soyuducuda saxlanılır.



*Şəkil 26. Diri karp balığının miofibrilyar
(a) və sarkoplazmatik (b) zülallarının xromatoqramları*

*1 – aktomiozin + miozin; 2 – f – aktin; 3 – q – aktin + tropomiozin; 4 – qlobulin; 5 – miogen; 6 – mioalbumin;
7 – kiçikmolekullu azotlu maddələr*

Homogenləşdirilmiş kütlə sonra $0 - 4^{\circ}\text{C}$ temperaturda və 6000 dövr/dəq. çevrəvi sürəti ilə 30 dəq. ərzində sentrifugalanır. Maye hissəni süzür sınaq şüşələrində qalan çöküntülər isə

eyni göstəricilərə malik fosfat buferi ilə yenidən iki dəfə işlənməyə məruz qoyulur. İşləmələrdən sonrakı bütün süzüntüləri bir yerə toplayır, filtrlənir və bufer məhlulu ilə 250 ml-lik kolbada ölçü xəttinədək doldururlar.

Ekstraktda sarkoplazmatik zülallar və kiçikmolekullu azotlu maddələr mövcud olur. Hüceyrə qalıqları 7,2 pH ion gücünə malik 50 ml fosfat buferində homogenləşdirməyə məruz qoyulur və sarkoplazmatik zülallara analoji olaraq, məhlula keçən miofibrilyar zülallar ayrılır. Hüceyrə qalıqları 50 ml soyudulmuş 0,1 n. NaOH məhlulunda, yuxarıda şərh olunan üsulla homogenləşdirirlər. Ekstraktda denaturasiaetmiş zülallar alınır. Hüceyrə qalıqları hollagen və elastin kimi zülallara malik olur ki, bunların da miqdarını tərkibində olan oksiprolinə görə müəyyən etmək mümkündür.

Zülalların hər fraksiyadakı miqdarını ($N \cdot 6,25$) qəbul olunmuş ümumi üsullarla, məsələn, *Keldal* üsulu və ya modifikasiya olunmuş *Konvey* üsulu ilə təyin edilir. Qeyri-zülali azotu təyin etmək üçün məhsulun çəki nümunəsi 7,2 pH və 0,5 ion gücünə malik fosfat buferi ilə işlənir. Ekstraktdakı zülallar 5,0%-li trixlorosirkə turşusu ilə çökdürülür.

Əzələ zülallarının xromatoqrafik ayrılması G-100 markalı sefadeksdə həyata keçirir ki, bunu da qabaqcadan fosfat buferi ilə isladılır və qabarması üçün 72 saat ərzində saxlanılır. Kolonkanı qabarmış sefadekslə doldurulur (kolonka 60x2,5 sm ölçülü olduqda daha yaxşı nəticə əldə olunur) və 24 saat ərzində ondan, 30-35 ml/saat sürəti ilə fosfat buferi buraxılır. Bundan sonra ehtiyatla damcıtökən pipet vasitəsilə 5-10 mq zülallara malik olan 4-5 ml ekstrakt götürülüb kolonkada təbəqələşdirilir. Zülali ekstraktın hopması tam başa çatdıqdan sonra bufer məhlul buraxılır və avtomat fraksiyalaşdırıcı kollektorun köməyi ilə 8-10 saat ərzində elyurəedilən məhlul hər biri 5 ml olmaqla sınaq şüşələrinə yığılır. Elyurəolunmuş məhlulların optik sıxlıqlarını spektrofotometrə 280 nm dalğa uzunluğunda, kolonkadan ilk sınaq şüşəsinə yığılan bufer məh-

lulu qarşılığında (bu məhlulun optik sıxlığı ilə müqayisələndirilir) ölçülür. Alınan nəticələr əsasında əyri qurulur (şəkil 26).

Zülalların kolonkadan elyurədilməsi üçün həlledicilər qismində 7,5 pH və 0,05 ion güclü (0,00338 M KH_2PO_4 +0,0155 M Na_2HPO_4) və 7,2 pH və 0,5 ion güclü (birinci məhlula KCl – in 0,45 M qatılığınadək kalium xlorid əlavə etməklə alınır) fosfat buferlərindən istifadə edilir.

Məhsuldakı zülal fraksiyalarının miqdarı hər bir pikin sahəsinin xromatoqramdakı bütün piklərin sahələri cəminə olan nisbəti ilə müəyyən edilir. (bax: “Xromatoqrafik ayrılma prinsipləri” hissəsi).

Qida məhsullarının xromatoqrafik tədqiqi üsulları müasir dövrdə olduqca populyarlaşmış və daha çoxşaxəli tədqiqat sahələrində geniş istifadə olunmağa başlamışdır.

IV BÖLMƏ

QIDA MƏHSULLARININ TƏDQIQ OLUNMASININ LÜMINESSENT ÜSULLARI

4.1. Qida məhsullarının lüminessentli tədqiqat üsullarının əsasları

Maddədə həyəcanlanma vəziyyətindən normal vəziyyətə qayıdarkən elektronların keçməsi nəticəsində əmələ gələn atomların, ionların, molekulaların və bu maddələrin daha mürəkkəb hissəciklərinin işıqlanması lüminessensiya adlandırılır. Maddənin lüminessensiyasının başlanması üçün ona kənardan müəyyən miqdarda enerji çatdırmaq vacibdir. Maddə hissəcikləri onlara çatdırılan enerjini udaraq, müəyyən müddət ərzində o halda qalmaqla həyəcanlanma vəziyyətinə keçir. Sonra onlar həyəcanlanma enerjisinin bir hissəsini lüminessensiya kvantları şəklində itirərək sükunət halına qaydır.

Ultrabənövşəyi və görünən tezliklərin optik diapazonunun işıq şüalarının təsiri altında əmələ gələn işıqlanma, həyəcanlanma səviyyəsinin növündən və bu vəziyyətdə qalma müddətindən asılı olaraq *fluoresensiya* və *fosforessensiya* kimi iki növə ayrılan fotolüminessensiya adını daşıyır.

Fluoresensiya – maddənin yalnız şüalanma zamanı davam edən xüsusi işıqlanma növüdür. Əgər həyəcanlandırıcı mənbə yox edilsə, onda ani olaraq və ya 0,001 saniyədən çox olmayan vaxt ərzində də işıqlanma kəsilir.

Həyəcanlandırıcı işıq yox etdikdən (söndürdükdən) sonra maddənin davam edən xüsusi işıqlanması *fosforessensiya* adlandırılır.

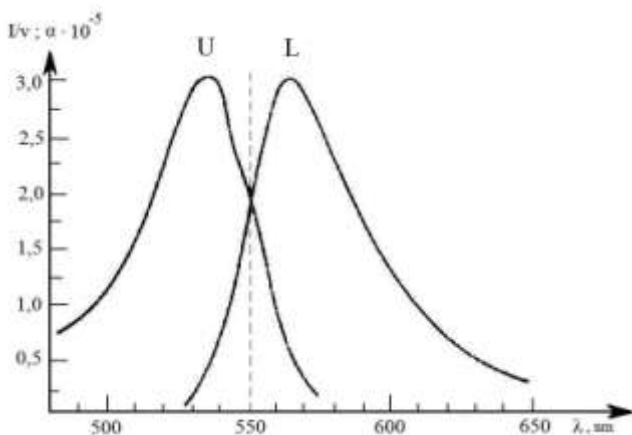
Qida məhsullarını tədqiq etmək üçün fluoressensiya hadisəsindən istifadə edilir.

Lüminessentli analizin (LA) köməyi ilə tədqiq olunan nümunədə maddələrin 10^{-11} q/q konsentrasiyalarda mövcudluğu-

nu aşkar etmək olur. Vəsfı və mıqdarı lüminessentli analizdən qıda məhsullarının tərkibindəki bəzi vitaminləri, südün tərkibindəki zülalların və yağların mıqdarını təyin etmək üçün, balığın və ətin təzəliyini, tərəvəzlərin, meyvələrin korlanma diaqnostikasını və qıda məhsullarında konservantların, dərman preparatlarının, konseregen maddələrin, pestisidlərin aşkar olunması üçün istifadə edilir.

Lüminessentli analiz aparılan zaman molekulyar işıqlanmaya xas olan əsas qanunauyğunluqlar nəzərə alınır. Məsələn, lüminessensiya spektrinin həyəcanlandırıcı işıqın dalğa uzunluğundan qeyri-asılılıq qanunu, ikinci udulma olmadıqda həyəcanlandırma üçün müqayisə ediləcək dərəcədə geniş spektral sahələrdən istifadə olunmasına imkan verir.

Stoks-Lommel qaydasına uyğun olaraq, bütövlükdə şüalanma spektri və onun maksimumu həmişə udulma spektri və onun maksimumu ilə müqayisədə uzun dalğalar tərəfə yerini dəyişir (şəkil 27).



Şəkil 27. Asetonda 6Ж markalı rodamin boyasının udulma (U) və lüminessensiya (L) spektrləri

Əksər maddələr üçün Stoks-Lommel qanunu kəskin olaraq yerinə yetirilir, belə ki, lüminessensiya spektrlərinin yerini dəyişməsi udulma spektrlərinə nisbətən, lüminessensiyaya qarışan həyəcanlandırıcı işığın səpələnmiş hissəsini filtrləməyə imkan verir.

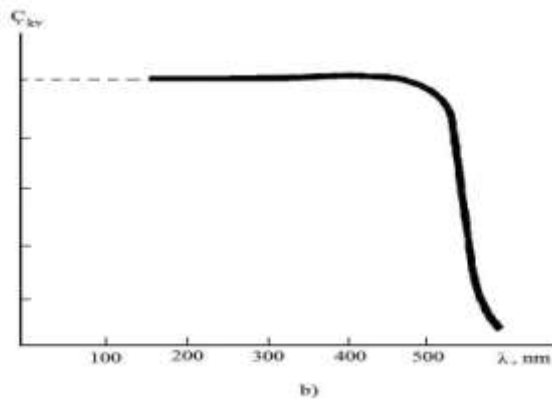
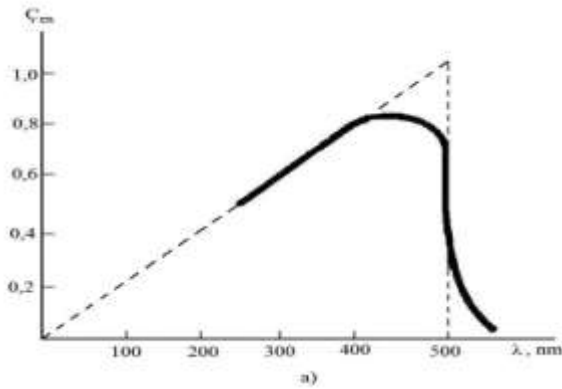
Lüminessensiyaya həyəcanlanma enerjisinin əmələgəlmə tamlığı “*e n e r g e t i k ç ı x ı m*” (Ben) anlayışı ilə xarakterizə edilir. Şüalanan enerji udulan enerji ilə müqayisədə 80-90%-ə çata bilər. S.İ.Vavilov tərəfindən müəyyən edilmişdir ki, lüminessensiyanın energetik çıxışı (Ben) həyəcanlandırıcı işığın dalğa uzunluğuna mütənasib olaraq çoxalır, sonra bəzi spektr intervalında sabit qalır, udulma və lüminessensiya spektrlərinin basılma oblastında isə tez enib düşməyə başlayır (şəkil 28, a).

“*K v a n t ç ı x ı m*” anlayışı (B_{kv}), kvantların hansı hissəsinin lüminessent kvantına çevrildiyini göstərir. Sınağın keçirilməsi üzrə optimal şəraitlər seçilən zaman S. İ. Vavilov qanunu istifadə olunur. Bu qanuna görə əgər həyəcanlandırıcı dalğa orta hesabla, özünün mövcud olduğundan daha uzun dalğaya çevrilsə, lüminessensiya kvant çıxışını (B_{kv}) sabit saxlayır və əksinə əgər uzun həyəcanlandırıcı dalğalar qısa dalğalara çevrilirlərsə, onda lüminessensiya çıxımı kəskin olaraq azalır (şəkil 28, a). Lüminessentli analizdə qırsadalğalı kvantların artıq enerjisinin lüminessensiya intensivliyini (L_I) artırmadığını mütləq nəzərə almaq lazımdır.

Lüminessensiya spektrlərinin şifrəsi açılarkən, yəni bu spektrlər oxunarkən V.L.Levşin tərəfindən müəyyən olunmuş bir çox maddələr üçün həyata keçən udulma və şüalanma spektrlərinin güzgü simmetriyası qaydası diqqət mərkəzində saxlanılır (şəkil 27).

Verilən həyəcanlanma şəraitlərində lüminessensiya intensivliyi maddənin şüalanma mərkəzlərinin sayı ilə, yəni onun konsentrasiyası (qatılığı) ilə təyin olunur. Lakin lüminessensiya intensivliyi (L_I) lüminessensiyalaşan maddənin konsen-

trasiyasına o hallarda mütənasib olur ki, onun məhluldakı miqdarı $10^{-4} - 10^{-5} \text{ q/ml}$ həddindən çox olmasın.



Şəkil 28. Fluoresseinin suda məhlulunun fluoressensiyasının energetik (a) və kvant (b) çıxımının həyəcanlandırıcı işığın dalğa uzunluğundan asılılığı. (S.İ.Vavilov qanunu)

Daha yüksək qatılıqlarda (konsentrasiyalarda) məhlulda lüminessensiya intensivliyini (Lİ) azalda bilən “öz-özünə sönmə” kimi adlandırılan konsentrasiyalı “sönmə” müşahidə edilir. Konsentrasiyalı sönmə faktını məhlulu durulaşdırmaqla müəyyən etmək olar.

Lüminessensiyanın “sönməsi” məhlulda kənar qatışıqların mövcudluğu ilə də baş verə bilər. Qeyri-lüminessensiyalı qatışıqlar, həm həyəcanlanma və həm də lüminessensiya enerjisini tutaraq maddənin lüminessensiya intensivliyini dəyişir. Əgər qatışıq lüminessensiyalanırsa, onda o, öz işıqlanması ilə tədqiqat nəticələrini təhrif edən (dəyişən) fon əmələ gətirir. Belə hallarda lüminessensiyalı analiz aparılanadək, tədqiq olunan məhsul çökdürmə, ekstraksiya, xromatoqrafiya və digər üsullardan istifadə edilərək qatışıqlardan təmizlənir. Məhsulun qazsızlaşdırılması da məqsədəuyğun hesab edilir, belə ki, bəzi qazlar, xüsusən də oksigen lüminessensiyanı “söndürə” bilər.

Bir çox fluoressensiya məhlullarında “sönmə temperaturu” kimi adlandırılan temperaturun yüksəlməsi zamanı “sönmə” müşahidə olunur. Temperaturun azalması lüminessensiya intensivliyinin böyüməsinə və spektrin strukturunun yaxşılaşmasına səbəb olur. Bir çox hallarda, otaq temperaturunda lüminessensiyalanmayan birləşmələr, kiçik temperaturlarda lüminessensiyalanmağa başlanır. Elmi tədqiqatların yerinə yetirilməsi zamanı maye azotdan geniş miqyasda istifadə olunur. Konserogen maddələri, o cümlədən benzpirenləri ayırmaq üçün E.P.Şpolski tərəfindən işlənib hazırlanmış, aşağı temperaturlarda qeyri-düzxətli lüminessensiya üsulu özünü doğruldur. Çoxnövli aromatik karbohidrogenlər maye azot temperaturunda dondurulmuş *n* – *parafin* məhlullarında qeyri-düzxətli spektrlərə görə təyin edilərkən analizin yüksək dəqiqliyi əldə olunur.

Lüminessentli analizdə, tədqiq olunan obyektə görünən spektrin qısal dalğalı hissəsi (380 – 485 nm dalğa uzunluğu diapazonuna malik bənövşəyi və göy şüalarla) və ya daha tez-tez uzundalğalı ultrabənövşəyi diapazonda (320 – 380 nm) və bəzən orta və uzundalğalı ultrabənövşəyi diapazonlarda (280 – 320 və 200 – 280 nm) ultrabənövşəyi radiasiya ilə işıqlandırmaqla fotohəyəcanlanma tətbiq edilir.

700-1000 nm diapazonunda qırmızı və infraqırmızı şüalar ola bilər ki, gələcəkdə lüminessentli analizdə tətbiq oluna bilər.

Bəzi elmi-tədqiqat işlərində göstərilir ki, müxtəlif maddələr və o cümlədən qida məhsulları qırmızı və infraqırmızı lüminessensiya ilə üstünlük təşkil edir.

Spektrin görünən oblastında işıq mənbəyi lüminessensiyanın müşahidə olunması və ölçülməsinə mane olmasın deyə, onu - adətən həyəcanlandırıcı şüalanma buraxan və spektrin mane olan hissəsini udan xüsusi işıq filtrlərinin köməyi ilə aradan götürülür.

Lüminessensiyalı analizdə işıq mənbəyi qismində cəvə buxarlarında qaz boşalmasının istifadəsinə əsaslanan cəvəli lampalar daha geniş yayılmışdır. Belə ki, Stoks-Lommel qanununa görə lüminessensiya spektri həmişə udulma spektrinə nisbətən uzun dalğalar tərəfə yerini dəyişir, lüminessensiyanı həyəcanlandırmaq üçün tez-tez bu spektrin ayrı-ayrı sahələrini nikel oksidi ilə boyanan şüşədən hazırlanmış elə “qara şüşələr” kimi də adlandırılan UFS markalı işıq filtrinin köməyi ilə ayıraraq spektrin uzundalğalı ultrabənövşəyi oblastını istifadə edilir. UFS markalı işıq filtrləri görünən spektrin çox hissəsi üçün qeyri-şəffafdır, amma ultrabənövşəyi şüaları yaxşı keçirilir. UFS – 1 markalı şüşə 250-dən 400 nm-dək spektr oblastı ayırır. UFS – 2 markalı filtr 270 nm-dən 330 nm-dək dalğa uzunluqlu şüaları keçirir. UFS – 3 markalı işıq filtri (Vud şüşəsi) 360 nm-dək keçirmə maksimumu ilə 320 nm-dən 400 nm-dək olan spektral sahələri ayırır. UFS – 4 markalı filtr 340 nm-dən 390 nm-dək keçirmə (buraxma) oblastı ilə xarakterizə olunur. Bəzən $K_2Cr_2O_4$, $CuSO_4$, $NiSO_4$, $CoSO_4$ və digər qeyri-üzvi duz məhlulları şəklində maye işıq filtrlərindən də istifadə edilir.

Buna baxmayaraq, “qara şüşələrin” bütün markaları 650 nm-dən başlayaraq uzundalğalı şüalanma (radiasiya) buraxılır ki, fotoelementlərə malik bəzi lüminessensiya cihazları bu şüalara həssasdır. Spektrin bu oblastını aradan götürmək üçün cihazın fotoelementindən əvvəl ikinci işıq filtri kimi adlandırılan əlavə işıq filtrinin qurulmasını nəzərdə tutan çarpazlaşdırılmış işıq filtrləri üsulundan istifadə edilir. Uzundalğalı

radiasiyanı, mis sulfatın sulu məhlulu ilə ammoniakın sulu məhlulu qarışığından ibarət olan ikinci maye işıq filtrləri yaxşı udur.

4.2. Qida məhsullarının keyfiyyətliliyinin təyin olunması

Lüminessensiya rənginin vizual olaraq müşahidə edilməsi meyvə və tərəvəzlərin korlanmasının diaqnostikası, ətin və unun sortunun süd məhsullarının, qida yağlarının təbiətinin aşkar edilməsi, bəzi qida məhsullarının zərərsizliyinin müəyyən edilməsi üçün istifadə edilə bilər.

Sağlam kartofun kəsiyi yaşıl fluoressensiyaya malik olur. Belə kartof fitoforla yoluxduqda intensiv göy, zəif donduqda ağımtıl, dairəvi çürüklə zədələndikdə yaşılmıtlı, virus xəstəlikləri əmələ gəldikdə isə yumruların damarlı hissəsində üstünlük təşkil edən müxtəlif rənglərə boyanır. Limon və portağal mavi çalarlı sarı fluoressensiyaya, naringi isə bənövşəyi çalarlı tünd çəhrayı fluoressensiyaya malik olur. Mavi rəngli kiflərlə zədələndikdə, zədələnmə yerlərində ləkələr şəklində tünd göy rəngli fluoressensiya əmələ gəlir.

Təzə-tər meyvə və tərəvəzlərin fluoressensiya rənginin dəyişməsi, onların digər üsullarla müəyyənləşdirilə bilməyən korlanmasının başlanmasının olduqca ilkin mərhələsində aşkar etməyə imkan verir. Lüminessentli analiz saxlanılmaq üçün göndərilən, eləcə də uzunmüddətli daşınma və ya konservləşdirmək üçün nəzərdə tutulan meyvə və tərəvəzlərin sort seçimi zamanı effektiv ola bilər. Son halda istehsal olunan hazır konservlərdə zay məhsulun miqdarı kəskin olaraq azalır.

Cənub rayonlarında Günəş işığından ultrabənövşəyi radiasiyanı (şüalanmanı) filtrləyən “*q a r a ş ü ş ə y ə*” malik sadə günəş lümineskopu tətbiq ediləndir.

Lüminessensiya rənginin dəyişməsi qida məhsullarının bəzi qüsurlarını aşkar etməyə imkan verir. Ətdə *Cysticercus cellulosea* və *Cysticercus bovis* mövcudluğu parlaq çəhrayı

nöqtələrə əsasən aşkar olunur ki, bunların da xarakterik fluoressensiyası helmintoz sürfələrində mayenin tərkibi ilə şərtlənir.

Fluoressensiya rənginə əsasən süd və süd məhsullarının təbiəti və keyfiyyətliliyi haqqında mühakimə yürütmək olar (60). Sağlam inəklərdən sağılan təzə süd açıq-sarı rəngli fluoressensiyaya, xəstə inəklərdən sağılan, eləcə də soda və ya 15% su əlavə edilmiş süd sarımtıl çalarlı solğun rəngə malik olur. Lüminessensiyanın rənginə əsasən südün saxtalaşdırılması halını üzə çıxarmaq (aşkar etmək) mümkündür. Fluoresensiyalı mikroskopiya üsulu ilə süddə kəskin yaşılmıtlı-sarımtıl fluoressensiya ilə üstünlük təşkil edən bağırsaq çöpu bakteriyaları qrupunun mövcudluğu aşkar edilir. Kontrastı (ziddiyyətli rəngi) gücləndirmək üçün konqo-rubin və ya aqolitmin əlavə edilir. Süddə vərəm çöplərinin olması, onların qaranlıq fonda parlaq-sarı çöplər şəklində xarakterik fluoressensiyasına görə aşkarlanır. Yetişməmiş pendir kəsiyinin fluoressensiyası sarı rəngə malik olur. Pendir kütləsi yetişdikdə fluoressensiya boz-göy rəngdən bənövşəyi rəngədek çalar qazanır.

Lüminessensiya rənginə görə bitki yağı bəzi müxtəlifliklərə malikdir. Fluoressensiya üsulu ilə bitki yağlarında mineral yağ qatışıqlarını aşkar etmək olar. Heyvani mənşəli (mal, donuz, qoyun) ərinmiş piyləri fluoressensiya edilmir, inək yağı bülbülü-sarı fluoressensiyaya, marqarin isə mavi fluoressensiyaya malikdir. Bu əlamət heyvan piylərinin tərkibində sadə üsulla marqarin qatışıqlarını müəyyən etməyə imkan verir.

Lüminessentli analiz qida piylərinin oksidləşmə dərəcəsini müəyyənlədirməyə imkan verir (85, 107). Fluoressensiya məqsədilə sınaq şüşəsinə tədqiq edilən yağdan 3-4 ml yerləşdirir, eyni miqdarda distilləolunmuş su və 3-4 damcı ammoniyakın sulu məhlulu əlavə edilir.

Qarışıq intensiv olaraq çalxalayır və sınaq şüşəsində yağ və su fazaları tam ayrılanadək sentrifüqalanır. Lüminessensiya ОЛД-4 markalı cihazın köməyi ilə təyin edirlər. Ultrabənövşəyi şüalar selində sulu təbəqənin işıqlanması müşahidə edilir.

Oksidləşmiş maddələrin miqdarı 1,0%-dən çox olduqda dəqiq mavi işıqlanma, 0,5%-dən 1,0%-dək olduqda mavi-tüstü çalarlı yaşılmıtlı işıqlanma, əgər oksidləşən maddələrin miqdarı 0,5%-dən kiçik olduqda isə yaşıl rəngli lüminessensiya əmələ gəlir.

Unun fluoressensiya rəngini müşahidə etməklə onun sortunu, növünü və tərkibində mövcud olan zərərli qatışıqları təyin etmək olar. Buğda və çovdar dənələrinin qabıqları, aleyron təbəqəsi və rüşeymləri endospermlə müqayisədə daha intensiv göy işıqlanmaya malikdir. Bunun nəticəsi olaraq, unun sortu aşağı olduqca məhsul bir o qədər daha parlaq fluoressensiya ilə üstünlük təşkil edir. Unun müxtəlif növləri də işıqlanma rənglərinə görə fərqlənir. Səməni unu qeyri-parlaq-ağımtıl, noxud unu çəhrayı, soya unu isə göy-yaşıl fluoressensiyaya malikdir. Çovdar mahmızı (toxumda göbələk xəstəliyi) hissəcikləri tünd çəhrayı rəngli fluoressensiya əks etdirilir. Çovdar mahmızı xəstəliyi mövcud olan un bənövşəyi sayrışan (parlaq) işıqlanma qazanır.

Fluoressensiya rənginə və intensivliyinə digər amillər də təsir edir. Məsələn, buğda və çovdar unları qurudulan zaman fluoressensiya parlaq göy rəngdən sarı rəngədək dəyişir. Buğdanı və unu saxlayan zaman fluoressensiya rəngində müxtəlif çalar əmələ gəlir.

Lüminessensiyaya vizual müşahidə ilə yumurta məhsullarının təzəlik dərəcəsini xarakterizə etmək olar. Məsələn, ağ rəngli qabığa malik təzə toyuq yumurtası intensiv qırmızı fluoressensiyaya malik olur, saxlanılarkən isə bu fluoressensiyanın rəngi maviyə çevrilir. Daha tünd rəngli qabığa malik toyuq yumurtalarını saxladıqda lüminessensiyada mavi-bənövşəyi ton əmələ gəlir.

Lüminessensiya ilə vəsfi analiz üsulundan istifadə etməklə ətin hansı növdən olduğunu təyin etmək və onun sortu haqqında təqribi fikir söyləmək olar. Heyvan ətinin əzələ toxuması qırmızımtıl-qəhvəyi çalarlı xüsusi fluoressensiya ilə üstünlük təşkil edir, belə ki, mal ətinin əzələləri üçün məxməri-tünd-qırmızı çalarlar, qoyun əti üçün tünd-qəhvəyi, donuz əti

üçün isə açıq-qəhvəyi çalarlar xarakterikdir. Xüsusi birləşdirici (vətlər, əzələləri bürüyən pərdələr) və qığırdaq toxumaları parlaq mavi rəngdə lüminessensiya edirlər, piy toxumaları isə açıq sarı rəngli işıqlanmaya malikdir.

Ət xarab olan zaman onun fluoressensiya rəngi dəyişir. Xarabolmanın birinci mərhələsində mal ətinin əzələ toxumasının fluoressensiyasının tünd-qırmızı rəngli fonunda, məhsulun korlanmasının dərinləşməsinə görə genişlənən yaşıl nöqtələr əmələ gəlir. Köhnə ətin əzələləri bütöv yaşıl rənglə örtülmüş tünd-qırmızı rənglə fluoressensiya-yalanır.

Lüminessensiya intensivliyinin (Lİ) fotoelektrik ölçülməsi balığın və ətin təzəliyi haqqında fikir yürütməyə imkan verir. Fotoelement zəncirində yaranan cərəyanın gücü lüminessensiyanın fotoelement üzərinə düşən işıq selinə mütənasib olur. Cərəyanın gücü qalvanometr vasitəsilə ölçülür. Şkalanın qabaqcadan dərəcələrə bölünməsi sınaq nümunəsinin kontrol nümunə ilə bilavasitə müqayisələndirilməsi aparılma-dan lüminessensiya intensivliyini ölçməyə imkan verir.

Ətin və balığın təzəliyini təyin etmək üçün yeni bir neçə lüminessent cihazları konstruksiya edilərək istehlaka buraxılmışdır. Danilov və Kondratenko tərəfindən yaradılmış fotometr müxtəlif intensivlikli lüminessensiya şüalanmalarını qeyd etmək üçün bir neçə şkalaya malikdir.

Ətin təzəliyi qiymətləndirilən zaman, məhsulun xırdalanmış çəki nümunəsini 1:10 nisbətində distillə olunmuş su ilə qarışdırılır və ekstrakt hazırlanır. Təzə mal ətindən alınan sulu ekstraktlar sarımtıl-yaşıl rəngli lüminessensiya ilə alınan xarakterizə olunur. Təzəliyi şübhəli olan ət ekstraktları yaşıl-mavi rənglə fluoressensiya edir. Tamamilə köhnə olan ətdən alınan ekstraktlar süd rəngli işıqlanmaya malik olur. Təzə halda pörtülmüş və soyudulmuş ət nümunələrinin sulu ekstraktlarının lüminessensiya intensivliyi (Lİ) olduqca kiçikdir və praktiki olaraq cihaz vasitəsilə ölçülə bilmir. Təzə halda dondurulmuş ət üçün ekstraktların 528-544 nm spektr maksimumunda 2-dən 10 mksb-dək hədlərdə lüminessensiya intensivliyi xarak-

terikdir. Ət korlandıqda, sulu ekstraktların lüminessensiya intensivliyi artır və lüminessensiya spektrlərinin maksimumları qısa dalğalar tərəfdə bir qədər qarışır. Təzəliyi şübhəli olan ət ekstraktları 512-516 nm spektr maksimumunda 20-30 mksb lüminessensiya intensivliyinə malik olur. Tamamilə köhnə ətdən alınan ekstraktlar 498-502 nm spektr maksimumu ilə lüminessensiya edilir, lüminessensiya intensivliyi 40-50 mksb-dək artır. Bu üsul bir neçə dəqiqə ərzində ətin təzəlik dərəcəsini müəyyənləşdirməyə imkan verir.

Balığın təzəliyinin lüminessensiyalı analizinin 360 – 365 nm dalğa uzunluğu oblastında həyəcanlanma zamanı yerinə yetirilməsi məsləhət görülür, bu zaman şirin su və dəniz balıqlarının sulu ekstraktlarının və əzələ kəsiklərinin işıqlanması 420 – 640 nm dalğa uzunluğu oblastında müşahidə olunur. Balığın korlanması prosesində lüminessensiya intensivliyi 440 – 460 nm dalğa uzunluğu oblastında yüksəlir, spektrin bu oblastında balığın aktiv turşuluğu (pH) onun lüminessensiya intensivliyinə təsir göstərmir. Güman edilir ki, balığın korlanması zamanı lüminessensiya intensivliyinin artması, məhsulun mikrobioloji yoluxması ilə əlaqədardır, belə ki, çürümə mikroorqanizmlərinin təmiz kulturaları 360-365 nm dalğa uzunluğu oblastında həyəcanlanma zamanı 400 – 600 nm dalğa uzunluğu oblastında 460 nm spektr maksimumu ilə lüminessensiya edilir, bununla belə mikrofloranın konsentrasiyası artıqca sulu məhlullarda lüminessensiya intensivliyi yüksəlir. Soyudulmuş suf balığı əzələlərindəki mikroorqanizmlərin miqdarı ilə lüminessensiya intensivliyi arasındakı korrelyasiya, yəni düzəliş əmsalı maksimum 0,84-dür.

Lüminessensiya intensivliyinə görə 360 – 365 nm dalğa uzunluğunda həyəcanlanma zamanı, fotometrlə təyin olunan maksimumda lüminessensiya intensivliyinə əsasən balığın təzəliyini əks etdirən parametrlər təklif edilmişdir. Bu parametrlərə uyğun olaraq balığı iki tipə bölünür. Birinci tipə zəif lüminessensiya xüsusiyyətli balıqları, yəni karp, suf, durnabalığı, treska, xanıbalığı növlərini, ikinci tipə isə kəskin ifadə

olunan lüminessensiya xüsusiyyətli balıq növlərini, məsələn, paltus balığı aid edilir (cədvəl 16).

Cədvəl 16

**Lüminessensiya intensivliyinin balığın
təzəlik dərəcəsindən asılılığı**

Balığın təzəlik dərəcəsi	Lüminessensiya intensivliyi, mka	
	I tip	II tip
Təzə balıq	25 – 50	50 – 70
Təzəliyi şübhəli olan balıq	60 – 80	120 – 140
Tam köhnə balıq	100 – 180	160 – 200

Balığın təzəliyini təyin etmək üçün nəzərdə tutulan təkmilləşdirilmiş lüminessentli fotometr, bilavasitə balığın səthində ekspress-analiz aparmağa imkan verir və keyfiyyətinə görə balıqları növləşdirərkən istifadə oluna bilər.

4. 3. Qida məhsullarının kimyəvi tərkibinin təyini

Miqdarca lüminessensiyalı analiz üsulu məhlulda lüminessensiya intensivliyinə əsasən tədqiq olunan maddənin konsentrasiyasını müəyyən etməyə imkan verir.

Miqdarca analiz texnikası ona əsaslanır ki, məhluldakı fluoressensiyalanan maddənin kiçik miqdarında, işıqlanma aydınlığı və sınaq nümunəsindəki maddələrin konsentrasiyası arasında proporsional asılılıq mövcud olur. Lüminessensiya intensivliyinə görə qeyri-müəyyən konsentrasiyalı məhlulun etalon məhlulla müqayisələndirilmənin aparılması daha əlverişli hesab edilir. Sınaq nümunələrindəki maddələrin miqdarı standart məhlullardakı maddələrin konsentrasiyasına əsasən hesablanır.

Əvvəlcədən qurulmuş kalibrəmə qrafikindən istifadə etmək də mümkündür, lakin bu üsul daha az etibarlıdır, belə ki, bu halda lüminessensiyaya bir çox amillər (məsələn, kənar

qatışıqların miqdarı, temperaturun yüksəlməsi, tədqiq edilən komponentin məhluldakı mövcud miqdarı və s.) təsir göstərir və lüminessentli analiz aparılarkən tədqiq olunan və standart məhlullar üçün eyni identik şəraitlərin yaradılması olduqca vacib hesab edilir.

Tədqiq edilən maddələrdə özlərinin xüsusi lüminessensiyası olmadıqda, fluoressensiya etməyən maddələrin fluoroxromlarla reaksiya məhsullarının ikinci fluoressensiyasından istifadə edirlər.

Miqdarca lüminessentli analizdə, daha tez-tez fluorimetrlər və ya fluorometrlər kimi adlandırılan lüminessent foto-metrləri tətbiq edilir.

Qida məhsullarındakı vitaminləri təyin etmək və yağlarda oksidləşmə proseslərini tədqiq etmək üçün, adətən EF – 3 markalı fluorometrdən istifadə olunur. Südün tərkibindəki zülalların və yağların miqdarını təyin etmək üçün nəzərdə tutulan müxtəlif markalı yeni cihazlar işlənilib hazırlanmışdır.

Əgər tədqiq olunan sınaq nümunəsinin tərkibinə fluoressensiyalanan bir neçə maddə daxildirsə, onda xüsusi spektral cihazların köməyi ilə şüalanma enerjisi spektrə ayrılır (parçalanır), bu zaman şüalanma intensivliyi fotoelektrik və ya fotoqrafik üsulla qeydiyyatı alırlar, yəni registrasiya edilir.

Lüminessensiya intensivliyini fotoelektrik registrasiyası üçün fluorometrlər mövcud olmayan halda, bəzən, monoxromatorlar, spektrofotometrlər və ya xüsusi nasadkalı spektroskoplardan istifadə edilir.

4.3.1. Süddə zülalların və yağların təyin edilməsi

Süd zülalları, spektrin ultrabənövşəyi oblastında xüsusi (ilkin) fluoressensiya ilə üstünlük təşkil edir. 340 – 350 nm dalğa uzunluğu maksimumunda lüminessensiya intensivliyi süddəki zülalların konsentrasiyasına proporsional olur. S.V.Konev və İ.İ.Kozunin tərəfindən işlənilib hazırlanmış süddəki zülalların təyin edilməsinin fluoressentli ekspes üsulu

yuxarıda adı çəkilən halın mövcudluğuna əsaslanır. Bu alimlər tərəfindən konstruksiya edilmiş fluoressensiyalı proteiometr 3,0 – 5,0 dəq. ərzində 0,1%-dək dəqiqliklə süddəki zülalların miqdarını təyin etməyə imkan verir.

Son zamanlarda yerinə yetirilən tədqiqat işlərindən əldə edilən nəticələr göstərir ki, lüminessensiya intensivliyinə (L_I) zülalların konsentrasiyası ilə yanaşı, fluoressensiyanın (B_{kv}) “kvant çıxımı”nı dəyişən zülal molekullarının strukturu da təsir göstərir. Struktur faktoru aradan qaldırmaq və fluoressensiyanın (B_{kv}) “kvant çıxımı”nı stabiləşdirmək (sabitləşdirmək) üçün S. V. Konev tərəfindən iki üsul təklif edilmişdir:

a) zülalların 8 M sidik cövhəri ilə monomerləşdirilməsi;

b) süd zülallarının formaldehid və ya kalsium xloridlə aqreqasiyası.

Süddə yağların təyini, südün yağ fazasının fluoroxromlaşması ilə yaranan ikinci fluoressensiyaya əsaslanır, belə ki, süd yağı xüsusi fluoressensiyaya malik olmur. Boyayıcı kimi, bir dəqiqə ərzində qaynar su hamamında qızdırılarkən yağ damcılarını (qabarcıqlarını) seçimli və həcmli fluoroxromlaşdırən fosfin – 3 – natrium oksidinin 0,05%-li məhlulu işlədilə bilər. Lüminessensiya intensivliyi 1 mm qalınlıqlı nazik qatda, işıq zolağında təyin edirlər.

Bu üsul təzə, yağsızlaşdırılmış və bişirilmiş südün analizi üçün, eləcə də kefirdə və qatıqda yağın miqdarını təyin etmək üçün yararlı hesab olunur.

Hələ 1973-cü ildən etibarən seriyalı şəkildə istehsal edilməyə başlanan Fİ-1 markalı avtomatik işləyən fluoressentli yağölçən, Moskva şəhərində mövcud olan o dövrdəki Ümumittifaq Elmi-Tədqiqat Elmi Cihazlar İnstitutunun əməkdaşları tərəfindən işlənib hazırlanmışdır ki, müasir zamanda da bu cihaz öz populyarlığı ilə xeyli fərqlənir.

Bu cihaz südün tərkibindəki yağın miqdarını ölçmək üçün nəzərdə tutulmuşdur. Bu cihazın iş prinsipi boyayıcı ilə həcmi fluoxromlaşdırılan südün yağ fazasının lüminessensiya intensivliyinin ölçülməsinə əsaslanır. Süddə yağın miqdarının

ölçülmə diapazonu 0,05-dən 6,5%-dəkdir. Tədqiqat nəticələrinin Roza-Hotlib üsuluna görə təyin edilən yağlılıq göstəricisindən orta kvadratik kənarlaşması 0,06%, analiz davamiyyəti isə 2 dəq. təşkil edir.

4.3.2. Tiamin, riboflavin, fol turşuları kimi vitaminlərin təyini

Lüminessensiyalı analiz üsulundan qida məhsullarının tərkibindəki B₁, B₂ vitaminlərini və fol turşuları qruplarını təyin etmək üçün geniş miqyasda istifadə edilir.

4.3.2.1. B₁ vitaminin (tiamin və ya anevrin) təyini

B₁ vitamini xüsusi fluoressensiyaya malik deyil, lakin onun qələvi məhlulları, sulu-qələvi məhlulları 460 – 470 nm dalğa uzunluğunda maksimum işıqlanma intensivliyinə malik göy rənglə fluoressensiya edən Tioxrom əmələ gətirərək asanlıqla oksidləşir.

Bu vitamin aşağıdakı qaydada təyin olunur. Məhsulun çəki nümunəsi hidrolizə məruz qoyulur. Əgər məhsulun tərkibində sərbəst halda tiaminin miqdarı üstünlük təşkil edirsə, onda bu hidroliz turşu hidrolizi ilə məhdudlaşdırılır. Birləşmiş formalı vitamini təyin etmək üçün güclü diastatik aktivliyə malik olan fermentlə hidroliz prosesini həyata keçirilir. Tiamini məhluldan, şüşədən hazırlanmış xromatoqrafiya kolonkasında adsorbsiya üsulu ilə ayırmaq daha məqsədəuyğun hesab olunur. Kolonkaya qabaqcadan silikahel doldurulur, adsorbsiya olunmuş vitamin adsorbentdən (silikaheldən) qaynar turş kalium-xlorid (KCl) məhlulu ilə elyurə etməklə ayrılır. Sonra tiamin (K₃Fe(CN)₆) qələvi məhlul ilə oksidləşdirilir.

Alınan tioxrom məhluldan izobutil, butil və ya izoamil spirti ilə çıxarılaraq ayrılır. Tioxromun spirt məhlulu sudan ayrılır və EF-3 markalı fluorometrin köməyi ilə lüminessensiya intensivliyi ölçülür. Bu fluorometr 320-390 nm dalğa uzunluğu

diapazonunda ultrabənövşəyi şüaları özündən keçirən birinci işıq filtri və 400-580 nm dalğa uzunluqlu şüaları keçirə bilən zolağa malik ikinci işıq filtri ilə təchiz edilir. Daha kiçik keçiricilik diapazonuna malik, məsələn, giriş filtri üçün 365 nm dalğa uzunluğu çıxış filtri üçün 435 nm dalğa uzunluğu maksimumu ilə işıq filtrlərindən istifadə edildikdə daha yaxşı nəticələr əldə olunur.

Tiaminin miqdarını, tədqiq olunan oksidləşdirilmiş tiokrom məhlulu oksidləşdirilmiş standart məhlulla lüminessensiya intensivliyinə görə müqayisələndirilərək hesablama formuluna görə təyin edilir. Fluorometrin yenidən işə yararlılığını yoxlamaq üçün standart xinin disulfid məhlulundan istifadə olunur.

4.3.2.2. B₂ vitamininin (riboflavin) təyini

Qida məhsullarının tərkibində B₂ vitamini dörd formada mövcud olur:

1. Sərbəst riboflavin;
2. Riboflavin mononukleotid;
3. Riboflavin flavinadenindinukleotid;
4. Zülalla möhkəm birləşmiş nukleotid.

Sərbəst riboflavinin və onun mononukleotidinin neytral su və ya spirt məhlulları sarımtıl-yaşıl rənglə fluoressensiya edilir; fluoressensiya zolağı 513-613 nm dalğa uzunluğu oblastında, maksimumla 565 nm-də yerləşir. Aktiv turşuluğun (pH) turşuluq və ya qələviliyə doğru dəyişməsi ilə fluoressensiyanın “sönməsi” baş verir. Riboflavin dinukleotidin lüminessensiya intensivliyi sərbəst vitamin və ya onun mononukleotidi ilə müqayisədə 6-10 dəfə zəifdir. Riboflavinin zülalla birləşmiş formaları fluoressensiyaya malik olmur. Buna görə də, B₂ vitamininin ümumi miqdarını təyin edərkən, riboflavinin zülalla birləşmiş və nukleotid formalardan azad olması həyata keçirilir.

Riboflavinin zülalla möhkəm birləşməsinə parçalamaq üçün məhsulun əvvəlcədən hazırlanmış çəki nümunəsini ferment və ya turşu hidrolizinə məruz qoyulur. Ferment hidrolizinə məruz qoyulma halında kripsin, pankreatin və ya penisillium mitsellərindən alınan ferment preparatlarından istifadə edilir. Riboflavini nukleotid birləşmələrdən, filtrlənmiş hidrolizə trixlorosirkə turşusu məhlulu ilə işləməklə azad etmək olar. Bu məqsədlə bəzən fosfataza preparatlardan da istifadə edilir. Sonra K_2HPO_4 məhlulu ilə aktiv turşuluğu 6-ya çatdırır və sonradan reduksiyaya məruz qoymaqla sınaq məhlulu kalium permanqanat məhlulu ilə oksidləşdirirlər. Sınaq məhlulunu oksidləşdirməklə fluoressensiyalanan qatışıqların vitaminin təyinat nəticələrinə göstərə biləcəyi təsir aradan qaldırılmağa çalışılır.

İşçi və standart məhlulların lüminessensiya intensivliyi 350-480 nm keçiricilik zolağına malik ilkin işıq filtrlə və 510-650 nm spektr oblastında şüaları buraxan ikinci filtrlə EF-3 markalı cihazın köməyi ilə ölçülür.

İşçi və standart məhlulların natrium hidrosulfitlə işlənməsi yolu ilə fluoressensiya “söndürüldükdən” sonra ölçülən qalıq fluoressensiyasını da hesabat formulunda nəzərə alınır. Standart riboflavin məhlulunun fluoressensiyası işləndikdən sonra, adətən sıfıradək “sönür”. Sınaq məhlulunun özündə bir qismi ekstraktın mükəmməl təmizlənməsinə baxmayaraq qalan fluoressensiyaedən qatışıqların mövcudluğu ilə şərtlənən azacıq fluoressensiya qalır.

Riboflavinin lüminessentli analizi bir neçə modifikasiyalarda yerinə yetirilir.

Qida məhsullarının tərkibində mövcud olan B_2 vitamininin təyini üzrə bir neçə yeni fluorometrik ekspres-metod işlənilib hazırlanmışdır.

4.3.2.3. Fol turşusu qrupu vitaminlərinin təyini

Bu qrup vitaminlər xüsusi fluoressensiyaya malik olur. Onlar oksidləşən zaman 470 nm dalğa uzunluğunda maksimumla mavi rəngli fluoressensiyaya malik törəmələr əmələ gəlir.

Fol turşularının fluorometrik təyini üsulu aşağıda göstərilən qaydada yerinə yetirilir. Məhsulun çəki nümunəsini, birləşmiş formalı vitamini ayırmaq (çıxarmaq) üçün fermentativ hidrolizə məruz qoyulur. Fol turşusunu hidrolizatdan aktivləşdirilmiş kömürün və ya digər adsorbentin köməyi ilə ayırır (adsorbsiya edir), sonra vitaminləri zəif ammoniyak məhlulu vasitəsilə elyurə edirlər. Ammoniyak distillə edilir, vitaminlər olan mayen isə kalium permanqanat (KMnO_4) və hidrogen peroksid (H_2O_2) ilə oksidləşdirilir.

Məhlulun lüminessensiya intensivliyini aktiv turşuluğun (pH) 4,0-4,5 qiymətində, 365 nm dalğa uzunluğuna malik maksimum keçiricilikli ilkin işıq filtrlı və 470 nm dalğa uzunluğuna malik maksimum keçiricilikli ikinci filtrlı EF-3 markalı cihazda ölçür. Fluorometrin göstəricisindən kontrol məhlulun lüminessensiya intensivliyini çıxır, bu da sınaq nümunəsinə analogi olaraq, lakin sınaq nümunəsi olmadan hazırlanır.

Hesablama formulunda standart məhlulun lüminessensiya intensivliyi, məhluldakı fol turşusunun konsentrasiyası və işin gedişi zamanı yerinə yetirilən durulaşdırılma da nəzərə alınır.

4.3.3. Qida məhsullarının zərərsizliyinə nəzarət

4.3.3.1. Polisiklik aromatik karbohidrogenlərin (PAK) təyini

Polisiklik aromatik karbohidrogenlər bitki mənşəli, hisə verilmiş qida məhsullarının tərkibində mövcuddur. Tərəvəzlərdə və dənli bitkilərdə, əsas etibarilə onların tərkibinə torpaqdan keçən 13-dək polisiklik aromatik karbohidrogen aşkar olunmuşdur. Polisiklik aromatik karbohidrogenlərin qida

məhsullarına düşmə mənbəyi kimi su, hava və hisləyici tüstü də rol oynayır.

Böyük sənaye şəhərlərinin və eləcə də əhalisi sıxlıq təşkil edən böyük şəhərlərin havasında, məsələn 15-dək polisiklik aromatik karbohidrogen, o cümlədən 3,4 – benzpiren (müasir terminalogiyaya əsasən bu birləşmə “*benz(a)piren*” adlandırılır) – güclü konserogen təsirə malik maddə mövcud olur. Benz(a)piren (BP) və digər polisiklik aromatik karbohidrogenlər zeytun, qarğıdalı, günəbaxan, pambıq və digər qida və texniki yağların tərkibində də aşkarlanmışdır. Bitki yağlarının istehsalat nümunələrinin tərkibində benz(a)prenin konsentrasiyası 0,2-dən 10 mqk/kq-dək civarında dəyişir.

Bu maddə yağlarda yaxşı həll olur və yağlı bitkilərin meyvə və toxumlarından istehsal prosesi zamanı çıxarılması mümkün olur.

Benz(a)prenin daha yüksək miqdarı, yağlı bitkilərin toxumlarının meyvə qabıqlarında mövcud olan lipidlərin tərkibində aşkar olunmuşdur. Günəbaxan toxumalarını qurudan zaman benz(a)prenin onlardakı miqdarı kameralarda yanacağın tam yanmaması nəticəsində yüksələ bilər.

Ənənəvi tüstü üsulu ilə hazırlanan qaynar hisə verilmiş balığın, eləcə də hisə verilmiş və yarım hisə verilmiş kolbasa məmulatlarının tərkibində benz(a)prenin miqdarı, 1 kq məhsulda 1,0 mkq-dan onlarla mkq-dək həddə dəyişir. Soyuq halda hisə verilmiş balıqda və bişirilmiş kolbasa məmulatlarında benz(a)prenin miqdarı 0,2-0,3-dən 1,0 mkq/kq-dək konsentrasiyalarda mövcud olur.

Tütün tüstüsündə benz(a)prenin daha yüksək miqdarı aşkar edilmişdir.

Benz(a)prenin və digər konserogen polisiklik aromatik karbohidrogenlərin təyin olunması, aşağı temperaturda fluorosensiya spektrinin incə strukturuna görə aparılır. Qida məhsullarını tənqid etmək üçün P.P.Dikun tərəfindən işlənib hazırlanan konserogen polisiklik aromatik karbohidrogenlərin,

xüsusilə də benz(a)prenin təyin edilməsi metodikası daha geniş tətbiq sahəsi tapmışdır.

Benz(a)prenin təyin olunmasının spektral-fluoressensiyalı üsulu bir neçə mərhələdən ibarətdir: polisiklik aromatik karbohidrogenlərə malik fraksiyaların, məhsulun çəki nümunəsindən çıxarılması; alınmış fraksiyaların qatışıqlardan təmizlənməsi və politsiklik aromatik karbohidrogenlərin xromatoqrafik ayrılması; maye azot temperaturunda lüminessensiya spektrlərinə görə benz(a)prenin və digər polisiklik aromatik karbohidrogenlərin keyfiyyətcə (vəsfı) təyini; spektral – fluoressensiyalı üsulun modifikasiyalarından birinin (əlavələr üsulu və ya daxili standart üsulu) köməyi ilə benz(a)prenin miqdarca təyini.

Hisə verilmiş məhsullarda və bitki yağlarında benz(a)prenin təyin olunma metodikası. Hisə verilmiş məhsulun 1,0 kq qiyməsinin üzərinə 1,0 l etil spirti tökür, məhsuldakı yağların miqdarından asılı olaraq 150-250 q kalium qələvisi (KOH) əlavə edir və lipidlərin sabunlaşması üçün 1,5 – 2,0 saat ərzində qaynadılır. Sonra qarışıq üzərinə 3-5 dəfə artıq miqdarda distillə olunmuş su tökür və etil efiri ilə sabunlaşmayan maddələri ekstraksiya edilir. Efirin ilk porsiyası işlənən məhsulun həcmindən 4-5 dəfə çox, son 3-4-cü porsiyaları isə birincidən 3 dəfə çox olmalıdır.

Bitki yağları tədqiq olunarkən 50 q məhsulu (yağı) bir saat ərzində qaynar su hamamında kalium hidroksidin (KOH) 100 ml 25%-li spirt məhlulla sabunlaşdırılır, sonra məhlul 10 dəfə artıq miqdarda distillə olunmuş su ilə durulaşdırılır və etil efiri ilə çoxsaylı ekstraksiya yolu ilə sabunlaşmayan maddələr ayrılır.

Efirli ekstraktı bir neçə dəfə distillə olunmuş su ilə yuyulur, suyun ilk porsiyası turşudurulur, susuz natrium sulfat (Na_2SO_4) üzərində qurudulur. Efiri distillə edilir, qalıq isə benzolda həll edilir, alüminium oksidi ilə doldurulmuş 120 – 140 mm uzunluqlu kolonkadan buraxılır. Kolonkada adsorbsiya olunaraq digər sabunlaşmayan maddələrdən ayrılmış polisiklik aromatik karbohidrogenləri, göy fluoressensiyalı

fraksiyaların ayrılması kəsilənədək benzolla elyurə edilir. Benzol elyuatdan ayrılır, qalığı isə kolonkalı və ya nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə fraksiyalandırılır.

Bəzi qatışıqlara malik, ayrılan polisiklik aromatik karbohidrogenləri 10-15 ml petroleyn efirində həll edilir, alüminium oksidi ilə doldurulmuş 120-140 mm hündürlük və 10 – 14 mm diametrə malik kolonkaya keçirirlər.

Polisiklik aromatik karbohidrogenlərin fluoressensiya-lanan fraksiyalarını əvvəlcə petroleyn efiri ilə, sonra benzol əlavə etməklə elyurə edilir. Benz(a)piren III, IV və V fraksiyalarda mövcud olur. Benz(a)pireni daha tam ayırmaq üçün kolonkalı xromatoqrafiya üsulu və ya alüminium oksidi qatı çəkilməmiş nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulu ilə fraksiyalandırmanı təkrar etmək olar. Göstərilən ikinci üsuldən istifadə edən zaman həlledici qismində 1:2 nisbətində qarışdırılmış xloroform – petroleyn efiri istifadə edilir.

Benz(a)pirenin *v ə s f i a n a l i z i n i* E.V.Şpolski efektindən istifadə edərək spektral üsulla həyata keçirirlər. – 196⁰C temperaturda, normal parafin sırası karbohidrogenlərdə həll olmuş polisiklik aromatik karbohidrogenlərin ayrı-ayrı fraksiyalarının lüminessensiya spektrləri alınır. Belə spektrlər incə struktura malik olur və “qeyri-xətti spektrlər” adlanır. Benz(a)pireni keyfiyyətcə (vəsfı) analiz etmək üçün 1,0 ml benzol ekstraktından və 2,0 ml n - oktandan ibarət olan qarışıqdan istifadə edilir. Qarışıqla dolu olan sınaq şüşəsi maye azotlu Dyuar borusuna yerləşdirilir. UFS-1 və ya UFS-2 markalı filtrlərdən ultrabənövşəyi şüalanma keçirərək, DRŞ-250, DRŞ-50 və ya PRK-2 markalı civəli-kvars lampasının köməyi ilə lüminessensiya həyəcandırılır. Yalnız benz(a)pireni təyin edən zaman (əgər polisiklik aromatik karbohidrogenlərin digər fraksiyaları bizi maraqlandırmırsa) UFS-3 və ya UFS-4 markalı filtrlərdən də istifadə etmək olar. Spektrin yazılması üçün adətən f=270 mm kameralı İSP-51 markalı spektroqrafi istifadə edilir. Benz(a)pirenin dondurulmuş n-oktan məhlulunda

xarakterik 4030 və 4085 A qeyri-xətləri (yalançı xətlər) mövcud olur.

Fluoessensiyalı-spektral üsulla benz(a)pirenin *miqdarca* təyin olunması, tədqiq edilən ekstraktın tərkibində mövcud olan lüminessensiyalanan qatışıqların yaratdığı fona görə cihazın qurulmasının və əlavələrin, yaxud daxili standartın köməyi ilə istənilən modifikasiyadan istifadə etməklə yerinə yetirilə bilər.

Benz(a)pireni, göstərilən modifikasiyalardan birincisinin köməyi ilə təyin edərkən, tədqiq olunan məhlulu təmiz benz(a)piren məhlulu ilə yox, tədqiq olunan məhsulun özü kimi, lakin məhlula müəyyən miqdarda təmiz benz(a)piren əlavə etməklə (çəki artıqlığı ilə) durulaşdırılmış məhlulla tutuşdurulur, belə ki, bu məhlulun işıqlanmasına da, tədqiq olunan məhlulda olduğu kimi kənar maddələr təsir göstərir.

Daxili standart üsulun köməyi ilə benz(a)pirenin təyin olunması zamanı benzpirenli fraksiyaya analoji şəraitlərdə yaxşı qeyri-xətti spektr verən təmiz etalon maddə daxil edilir, belə ki, bu maddə spektrində benz(a)pirenin analoji xətləri ilə örtülməməlidir.

Belə standart-maddə kimi adətən 1,12 benzperiləndən istifadə edilir. 1,12 benzperilenin Şpolski n-oktan məhlulunun spektrində benz(a)pirenin uyğun xətləri arasında yerləşən 4063 A dəqiq xətti var, 1,12-benzperilenin spektrində benz(a)pirenin analitik xətlərinin yaxınlığında isə görünən xətlər olmur. Standart maddə benz(a)pirenin etalon məhlullarına da müqayisələndirmək üçün daxil edilir. Tədqiq olunan məhlulda benz(a)pirenin və əlavə olunan maddənin xətləri intensivliklərinin nisbətini ölçülür.

Benz(a)pirenin məlum konsentrasiyaları və standart maddə üçün “şahid” – məhlullara görə əvvəllər təyin olunmuş xətlərin intensivliyi nisbətindən istifadə edərək, əlavə olunan standartın miqdarını bilərək, məhsuldan ayrılan benzpiren məhlullarında benz(a)pirenin miqdarı tapılır.

Hisəverilmiş məhsulun sınaq nümunəsinin çəki miqdarı 100 q-dək azaldıqda, lipidlərin sabunlaşması üçün götürülmüş maddələrin göstərilən uyğunluğuna riayət olunduqda və politsiklik aromatik karbohidrogenlərin çıxarılması, təmizlənməsi və fraksiyalandırılmasının şərh olunan bütün mərhələləri yerinə yetirildikdə bu üsulun həssaslıq həddi 0,1 – 0,2 mkq/kq təşkil edir. Sınaq xətası 10-15% olur.

4.3.3.2. Pestisidlərin təyini

Bəzi pestisidlər, məsələn, varfalin, potozon, indolinsirkə turşusu, naftilasetat xüsusi fluoressensiya qabiliyyətinə malikdir. İlkən lüminessensiyaya malik olmayan pestisidləri (DDT, metoksixlor, aldrin, xlordan, heptaxlor və s.) kimyəvi yolla fluoressensiyalanan birləşmələrə çevirmək mümkündür. Məsələn, insektisid 0,0-dietil-0-naftilimidotiofosfatı, əvvəlcədən fluoressensiyalanan törəmələrinə oksidləşdirməklə, 0,01 mkq/ml konsentrasiyalarda lüminessensiya üsulu ilə təyin etmək mümkündür.

Pambıq yağında sevin zəhərli kimyəvi preparatın qalıq miqdarı təyin etmək üçün 100 ml məhsul və elə o miqdarda da butil spirtini bölücü qıfı yerləşdirilir. Qıfda olan kütlələri 30 san ərzində mükəmməl qarışdırılır, sonra onun üzərinə NaOH-ın 25 ml 1 n. sulu məhlulunu əlavə edir və daha 30 ehtiyatla qarışdırma davam etdirilir. Mayələr təbəqələşdikdən sonra, sulu-qələvili altdakı təbəqəni sınaq şüşəsinə boşaldır və ultrabənövşəyi şüalar selində onun lüminessensiyasını müşahidə edilir. Məhlulun yaşılmıtil-mavi rəngli işıqlanması, onda sevin zəhərli kimyəvi preparatın mövcud olması haqqında məlumat verir.

Təzə və qurudulmuş meyvə və tərəvəzlərin analizi zamanı 100 q xırdalanmış məhsul kip bağlanan tıxacı olan kolbaya yerləşdirilir, üzərinə benzol əlavə edilir, kolba çalxalanır və 30 dəq ərzində sakit saxlanılır. Ekstraksiyaolmuş benzollu məhlul bölücü qıfı filtrlənir, üzərinə NaOH-ın 10-15 ml 0,1 n. məhlulu əlavə edilir, kütlə 30 san qarışdırılır. Bir müddət sakit sax-

ladıqdan sonra məhlul təbəqələşir, təbəqələşmə başa çatdıqdan sonra aşağı təbəqə sınaq şüşəsinə boşaldır və onun lüminessensiya müşahidə edilir.

Sevin zəhərli kimyəvi preparatı miqdarca təyin etmək üçün B₁ vitaminin təyində göstərildiyi kimi, işıq filtrləri ilə təchiz edilmiş EF – 3 markalı fluometrdən istifadə edilir.

Standart məhlul, NaOH-in 100 ml 0,1 n. sulu məhlulunda 50 mkq sevin zəhərli kimyəvi preparatına malik olur. Sevin zəhərli kimyəvi preparatın məhsuldakı miqdarı tədqiq olunan və standart məhlulların lüminessensiya intensivliyinə görə hesablanılır.

4.3.3.3. Ağır metal duzlarının təyini

Lüminessensiya reaktivlərinin köməyi ilə qida məhsullarının tərkibində mövcud olan ağır metalların miqdarını təyin etmək olar. Oksixinolinlə işləmə misin, qurğuşunun, dəmirin fluoressensiyasını əmələ gətirir. Bəzi maddələrin mövcudluğu şəraitində qalay və civə duzlarına malik olan məhlullar lüminessensiyalanır (60).

Tədqiq edilən maddənin kiçik konsentrasiyalarında fluorometrik üsul həssaslığa görə kolorimetrik üsulu üstələyir, lakin lüminessensiyalı analizin işlənilib hazırlanmış yaxşı tədqiqat metodikasının yoxluğu səbəbindən qida məhsullarının tərkibindəki ağır metalların təyin edilməsi zamanı hələlik istifadə olunmur.

4.4. Fluoressensiya və hemilüminessensiya indikatorları

Bulantılı və ya boyanmış məhlulları, məsələn, pivəni, meyvə, giləmeyvə və tərəvəz şirələrini, bitki yağlarını titrləyən zaman *fluorescent indikatorlarından* istifadə edilir. Turşu və ya əsasi xüsusiyyətlərə malik olan bir çox lüminessensiyalanan üzvi maddələr, pH-indikatorlar qisminə təbiiq oluna bilər, belə ki, mühitin pH-ı dəyişdikdə adətən maddənin lüminessensiya xüsusiyyətləri də dəyişir. Müasir zamanda 40-dək pH-ı indikatorun məlum olmasına baxmayaraq,

onlar məhdud çərçivədə tətbiq olunur, belə ki, bunların istifadəsi əlavə cihaz, aparat və qurğulardan istifadəni, eləcə də xüsusi şəraitlərin yaradılmasını, məsələn, otağın qaranlıqlaşdırılması, titrlənən məhlulun filtrləyici ultrabənövşəyi şüalarla işıqlandırılması kimi ilkin tədbirlərin görülməsini tələb edir. Titrlənən məhlulda mövcud olan maddələrlə indikatorun fluoressensiyanın “sönməsi”nə görə müşahidə nəticələrinin təhrif edilməsi də (yanlış qəbul olunması) baş verə bilər.

İşıqlanması, bütün fotoluminessensiya növlərində olduğu kimi, udulan işıq enerjisinin çevrilməsi nəticəsində baş verməyib, kimyəvi reaksiyalarda ayrılan enerji hesabına işıqlanan hemiluminessensiya indikatorları daha geniş yayılmışdır. Hemiluminessensiya indikatorlarının fluoressensiya indikatorlarından üstün cəhəti ondan ibarətdir ki, birincilərdən istifadə edilən zaman ultrabənövşəyi şüa mənbəyinə ehtiyac duyulmur.

Hemiluminessensiya pH-indikatorların istifadəsi ona əsaslanır ki, onların işıqlanması pH-mühitin müəyyən qiymətində baş verir. Məsələn, lüminolun luminessensiyası pH 8,0-8,5-də, lyusitenin luminessensiyası isə pH 9,0-10,0-da başlayır.

Turşuluğu təyin edərkən titrlənən məhlula 40 mq lüminol, 30 mq hemoqlobin və 6 ml 3,0%-li hidrogen peroksid (H_2O_2) məhlulu əlavə edir, vizual müşahidə edilən işıqlanma əmələ gələnədək 0,1 n. natrium qələvisi ($NaOH$) məhlulu ilə titrlənir. Lüminolu kalium ferrosianidin və hidrogen peroksiddə birlikdə də tətbiq etmək olar. Titrlənən məhlula 3 damcı 0,1%-li hidrogen peroksid məhlulu, 4 damcı 5,0%-li $K_3Fe(CN)_6$ (qırmızı qan duzu) məhlulu və 6 damcı lüminolun suda doymuş məhlulu əlavə edilir. Titrlənmənin sonu 30 san-dən az olmayaraq davam edən xarakterik işıqlanmaya görə təyin edilir.

Qida məhsulların xarab olmasının diaqnostikası, südün tərkibindəki zülalları və yağları təyin etmək, B qrup vitaminləri analiz etmək üçün luminessensiya daha geniş miqyasda istifadə olunur. Polisiklik aromatik karbohidrogenləri aşkar etmək və miqdarca müəyyən etmək üçün fluoressensiya üsulları əvəzsizdir.

V BÖLMƏ

QIDA MƏHSULLARININ REOLOJİ ANALİZ ÜSULLARI

5.1. Reologiyanın əsas anlayışları

Qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin kifayət qədər yüksək dəqiqliklə qiymətləndirilməsində onların konsistensiyası olduqca mühüm əhəmiyyət kəsb edir. Son iki-üç onilliklər ərzində konsistensiyanın qiymətləndirilməsinin şərti, subyektiv üsulları ilə bir sırada daha tez-tez struktur-mexaniki və ya *reoloji* üsullardan da istifadə edilir.

Qida məhsulları istehsalı müəssisələrində istehsal proseslərinin səmərəliliyinin və hazır məhsulların keyfiyyət göstəricilərinin yüksəldilməsi üçün mütərəqqi istehsal texnologiyalarının və bu texnologiyalara müvafiq yeni texnoloji avadanlıqların yaradılması zəruri şərt hesab olunur.

İstehsalın optimal rejimdə aparılması və yeni konstruksiyalı müxtəlif texnoloji avadanlıqların yaradılması üçün emal edilən qida xammallarının, yarımfabrikatların və eləcə də qidalanmaq üçün hazır vəziyyətə salınmış məhsulların reoloji xüsusiyyətlərinin öyrənilməsi olduqca vacib əhəmiyyət kəsb edir.

R e o l o g i y a – müqayisə olunacaq dərəcədə yeni elm sahəsidir, bu sahə fiziki-kimyəvi mexanikanın sərbəst bir sahəsi kimi formalaşmış və inkişaf etməkdə davam edir. Bu elm sahəsi müxtəlif maddə və materialların axması (hərəkəti) və deformasiyasını öyrənir ki, bu da mexanikanın və elastiklik nəzəriyyəsinin bir çox vəziyyətindən istifadəyə əsaslanır.

“***R e o l o g i y a***” sözü yunanca olub, “*r h e o s*” – axın, sel və “*l o q o s*”- elm, bilik sözlərinin birləşməsindən əmələ gəlmişdir və termin kimi ilk dəfə 1929-cu ildə Amerika Birləşmiş Ştatlarında keçirilən III Beynəlxalq Simpoziumda qəbul edilmişdir.

Bütün real cisimlər xarici qüvvələrin təsiri altında deformasiya etmək qabiliyyətinə malikdirlər, yəni xarici qüvvələrin təsiri altında bütün cisimlər öz forma və ölçülərini dəyişə bilər.

Qida məhsullarının əsas reoloji xassələri dedikdə, onların *özlülüyü, elastikliyi, plastikliyi və möhkəmliyi* başa düşülür. Eyni bir material, onun vəziyyətindən və yüklənmə şəraitlərindən asılı olaraq müxtəlif xassələrə malik olduğunu büruzə verir. Məsələn, makaron xəmiri, yükün ani təsiri zamanı elastik cisim, digər şəraitlərdə isə daha çox özlü və plastik cisim xassələri daşıyır.

Deformasiya – dedikdə, cismin hissəciklərinin və molekullarının nisbi yerdəyişməsi nəticəsində nisbi yerdəyişməsi prosesi başa düşülür. Əgər yük götürüldükdən, yəni xarici qüvvələrin təsiri kəsildikdən sonra deformasiya yox olursa, belə deformasiyanı *elastiki deformasiya* (bərpa olunan), əgər xarici qüvvələrin təsiri kəsildikdən sonra deformasiya yox olmur, onda belə deformasiyanı *qalıcı deformasiyası* (bərpa olunmayan) kimi adlandırmaq qəbul olunmuşdur. Birinci növ deformasiya, adətən elastik məhsullar, ikinci növ deformasiya isə daha çox özlü və plastik məhsullar üçün xarakterikdir. Bərpa olunmayan deformasiyada mexaniki təsir enerjisinin bir hissəsi istilik şəklində ayrılır. Deformasiyaların qiyməti və xarakteri cismi təşkil edən materialın xassələri, onun forması və xarici qüvvələrin təsir göstərmə üsulu ilə şərtlənir.

Nisbi deformasiya, mütləq deformasiyanın $[\Delta l (m)]$ cismin ilkin ölçüsünə $[l (m)]$ olan nisbətinə bərabərdir.

$$\gamma = \frac{\Delta l}{l} \quad (43)$$

Deformasiya sürüşmə ilə, xətti və ya həcmi ola bilər. Qərarlaşmış rejimdən fərqli olaraq qərarlaşmamış rejimdə deformasiya zamana görə $[t (san)]$ dəyişə bilər. Əgər deformasiya son qüvvənin təsiri altında fasiləsiz olaraq artırsa,

onda material axmağa (hərəkətə) başlayır. Qərarlaşmış axma halı sürət qradienti ilə xarakterizə olunur və deformasiya sürətinin analoqu kimi çıxış edir.

E l a s t i l i k – məhsulun, deformasiyadan sonrakı ilkin formasını və ölçüsünü tam bərpa etməsi qabiliyyətidir. Elastiki deformasiya ani və gecikən ola bilər, belə ki, ani elastik deformasiyanın yaranması çox sürətlə baş verir və verilmiş mühtdə səsən yayılma sürətinə bərabər götürülür.

Ani elastik deformasiya Huk qanunu ilə ifadə olunur. Gecikən ani deformasiya isə müəyyən zaman intervalında baş verir və sabit gərginlikdə belə deformasiyanın artma sürəti monoton azalır. Qüvvənin təsiri kəsildikdən sonra isə deformasiya tədricən azalan sürətlə yox olur.

Bərpa olunmayan deformasiya qida məhsulunun plastiklik və ya özlülük xassəsini şərtləndirir.

Maddələrin müxtəlif vəziyyətlərini təyin edən ən vacib kəmiyyət, onların özlülüyüdür ki, bu da, başqa sözlə, *axıcılığa müqavimət həddi* adlanır. Özlülüyn əksi olan kəmiyyətə *axıcılıq* deyilir. Materialların özlülüyn temperaturdan, təzyiqdən, nəmlik və ya yağlılıqdan, qatılıqdan, xırdalanma dərəcəsindən və bu kimi digər göstəricilərdən asılıdır.

Özlü axmada deformasiya Nyutonun qanununa əsasən gərginliklə mütənəsibdir və qüvvənin təsiri kəsildikdən sonra bərpa edilmir.

İki növ özlülük mövcuddur. Effektiv özlülük və plastik özlülük.

E f f e k t i v ö z l ü l ü k – axın gərginliyinin axın sürətinə olan nisbəti kimi başa düşülür.

P l a s t i k ö z l ü l ü k – son gərginlik hədlərində cisimlərin deformasiyasını xarakterizə edir.

P l a s t i k l i k – cisimlərin dağılmadan böyük qalıq deformasiyaya malik olma qabiliyyətidir. O, dağılmadan sonrakı qalıq deformasiyasının qiyməti ilə xarakterizə olunur, yəni bu kəmiyyət nə qədər böyük olarsa, material da o qədər çox plastiktir.

gərginliyi toxunan qüvvənin sürüşmə səthinin sahəsinə olan nisbətində bərabərdir.

Sürüşmənin baş verməsi üçün tətbiq edilən minimum gərginlik, *sürüşmə həddə gərginliyi (axıcılıq həddi)* adlanır.

Sürüşməklə axıcılıq – sabit gərginliyin təsiri altında materialın fasiləsiz deformasiya hadisəsidir.

Yapışqanlıq (adheziv) – iki müxtəlif materialın toxunma səthləri arasında yaranan ilişmə qüvvəsidir.

5.2. Reoloji modellər və bərabərliklər.

Qida kütlələrinin həcmi deformasiyası

Qida kütlələrinin əsas axma növləri və modellərini nəzərdən keçirək. İdeallaşdırılmış materialların əsas 3 aralıq modeli məlumdur:

1. *İdealelastiki cisim* – elə cisimdir ki, deformasiyaya sərf olunan enerji, cismin özündə toplanır və təsir kəsildikdən sonra, sərf olunan enerji yenidən bərpa olunur.

2. *İdealplastik cisim* – normal qüvvədən asılı olmayaraq, üfüqi səthdə, miqdarca daim azalan element şəklində təsəvvür oluna bilər.

3. *İdealözlü maye* – malik olduğu gərginliyin, deformasiya sürəti ilə düz mütənəsb olması ilə xarakterizə olunur, yəni

$$\tau = \eta \cdot \gamma \dots \dots \dots (46)$$

burada: η – özlülük əmsalı,

γ – axın sürətidir.

Özlü axın istənilən qüvvənin təsiri altında baş verir, təsir azaldıqca, deformasiya sürəti azalır, təsir yox olduqda sürət sıfıra çevrilir.

Reoloji modellər iki elementdən: yay və porşendən ibarət olur, bu elementlər kombinəedilmiş ardıcıl və paralel birləşmə şəklində qurula bilirlər.

Elastik–plastik, elastik–özlü, özlü–elastik, özlü–plastik cisimlər daha mürəkkəb modellərə malikdir.

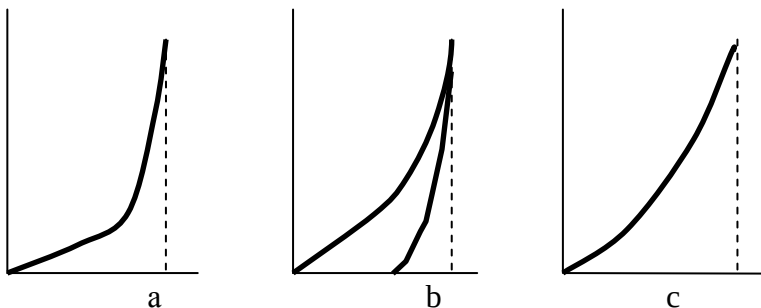
17-ci cədvəldə bəzi mürəkkəb modellərin sxemi, reoloji ayrılırları və reoloji tənlikləri göstərilir.

5.2.1. Qida kütlələrinin həcmi deformasiyası

Qida məhsulları istehsalının bir sıra sahələrində, məsələn, xəmirdoğrayan, makaron presləyən, konfet kütlələrini formalaşdıran maşınlarda, şirə, yağ çıxaran preslərdə və digər avadanlıqlarda emal edilən qida məhsulları hərtərəfli sıxılmaya məruz qalır. Bu zaman onların sıxılması əvvəlcə maye və ya havanın kənarlaşması, sonra isə kütlə hissəciklərinin daha kip yerləşməsi hesabına baş verir.

Materialın təzyiq altında, hərtərəfli sıxılma şəraitində həcmi deformasiyası öyrənilərkən, adətən aşağıdakı məsələlər dəqiqləşdirilir: kütlənin həcmi boyunca təzyiqin paylanması; təzyiq altında materialın sıxlığı; materialın sıxlığının təzyiqdən asılılığı; gərginliyin relaksasiyası prosesləri və materialın sürtünməsi.

Müxtəlif qida məhsullarının (məsələn, makaron xəmiri, konfet kütlələri, çay, qəhvə və s.) preslənməsi prosesinin xarakter ayrılırları aşağıdakı 29-cu şəkildə göstərilmişdir:



Şəkil 29. Müxtəlif qida məhsullarının preslənməsi prosesinin xarakter əyriləri

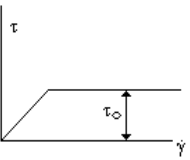
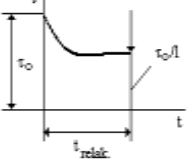
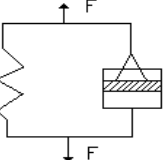
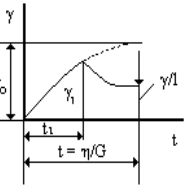
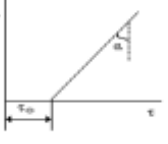
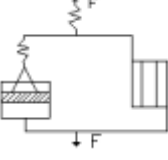
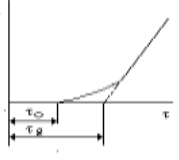
Şəkilə verilən əyrlərdən görünür ki, kütlənin maksimum sıxılmış bircinsli strukturu əmələ gələnə qədər, əvvəlcə təzyiqdən asılı olaraq sıxlığın kəskin dəyişməsi baş verir, sonra isə təzyiq kəskin artarkən, sıxlığın cüzi artması müşahidə olunur.

Müxtəlif çeşidli qida məhsulları istehsalında çətin və asan bərkiyən materiallar bir-birindən fərqləndirilir. Yuxarıdakı 29-cu şəkildə göstərilən sxemlər, bu baxımdan, aşağıdakı kimi izah olunur: (a) – sxemi çətin bərkiyən, (b) – sxemi bərkimə zamanı bir sıra elastiki xüsusiyyətləri meydana çıxan və (c) – sxemi isə asan bərkiyən materialların preslənməsi prosesini xarakterizə edir.

Qida kütlələrinin həcmi deformasiyası və onların preslənməsi, formalaşdırılması, borularda nəql etdirilməsi zamanı axıcılıq şəraitinə, təzyiqin relaksasiyası və materialın sürünməsi xüsusi təsir göstərir.

Qida sənayesindəki belə təzahürlər çörək və makaron xəmirləri, müxtəlif konfet kütlələri, çay və bir sıra digər məhsullar üçün tədqiq edilmişdir.

**Reoloji modellər, modellərin sxemi, reoloji əyrilər
və reoloji tənliklər**

Model	Modelin sixemi	Reoloji əyri	Reoloji tənlik
Elastik- plastik cisim (Huka görə)			1) $\tau < \tau_0$ olduqda elastiki vəziyyət $\tau = G\gamma$ 2) $\tau = \tau_0$ olduqda plastik axın
Elastik-özlü cisim (Maksvelə görə)			$\dot{\gamma} = \frac{\tau}{G} + \frac{\tau}{\eta}$
Özlü-elastik cisim (Kelvinə görə)			$\tau = \Theta\gamma + \eta\dot{\gamma}$
Özlü-plastik cisim (Binqama görə)			$\tau = \tau_0 + \eta_{pl} \cdot \dot{\gamma}$
Özlü-plastik cisim (Şvedova görə)			$\dot{\gamma} = \frac{\tau - \tau_0}{\eta_{pl}} + \frac{\tau}{G}$

Müxtəlif özlü–plastik qida kütlələrinin (məsələn, konfet kütlələri, makaron və çörək xəmiri) sınağı göstərmişdir ki, təzyiqin yüksəlməsi ilə bütün reoloji xüsusiyyətlər artır. Qida məhsullarının reoloji xassələrinə təzyiqin təsirinin yekunu olaraq qeyd etmək lazımdır ki, təzyiq nəinki texnoloji maşının işinə, hətta hazır məhsulun keyfiyyətinə də təsir göstərir.

Buna görə də, bu və ya digər prosesin hesablanması və avadanlıqların layihələndirilməsi zamanı ərzaq materiallarının emalının optimal təzyiq şəraitində həyata keçirilməsinə çalışmaq lazımdır.

Qida sənayesində bir çox proseslər xammal və yarım-fabrikatların istilik–fiziki emalı ilə əlaqədardır.

Belə proseslər siyahısına xammal və yarımfabrikatların qızdırılması, pörtülməsi, qurudulması, kondensləşdirilməsi, bişirilməsi, buxarlandırılması, qovurulması, sterilizasiya və pastərizə edilməsi, hazır məhsulların soyudulması və digər proseslər daxil edilir.

Qida məhsulları istehsalının texnoloji proseslərində istilik və kütlə mübadiləsi hadisələrinin təzahür etməsi vacib rol oynayır. Çox zaman belə qeyri-stasionar, yəni zamandan asılı olaraq parametrləri dəyişən və dönməz proseslər nəticəsində xammal və yarımfabrikatların xassələri, strukturu və keyfiyyəti dəyişir.

5.3. Reoloji xüsusiyyətlərin struktur tipləri və təyini üsulları

Bir çox qida kütlələri, bərk və maye hallarla yanaşı, fiziki xüsusiyyətlərinə görə orta mövqeyə malik olan strukturlar da əmələ gətirir. Belələrinə zülali və şəkərli həlməşiklər, müxtəlif konsentrasional suspenziyalar (məcunşəkilli suspenziyayadək), emulsiyalar və köpüklər aid olunurlar.

Daxili strukturun olması, belə sistemlərə onların konsistensiyasını obyektiv olaraq xarakterizə edən elastiklik, plas-

tiklik, özlülük, möhkəmlik kimi müəyyən mexaniki xassələr verir. Mexaniki xassələr, maddənin (kütlənin) tərkibinə daxil olan komponentlərin təbiətindən və nisbətindən, eləcə də onlar arasındakı qarşılıqlı təsir qüvvələrindən asılı olur.

Akademik P.A.Rebinderin və onun həmfikirələrinin əldə etdiyi nəticələrə müvafiq olaraq dispers strukturların iki əsas tipini bir-birindən fərqləndirmək qəbul olunmuşdur:

a) koaqulyasiyalı;

b) kondensasiya-kristallizasiyalı.

K o a q u l y a s i y a e t m i ş (p ı x t a l a ş m ı ş) strukturlar maye təbəqələrindən təsir göstərə bilən Van-der-Vaals qüvvələri ilə tutulub saxlanılır. Onların əmələ gəlməsinin əsas şərti, hissəciklərin toxunma səthlərinin qeyri-bircins olması və gələcək strukturların ilkin zəncirin, yəni nöqtəvari kontaktlar əmələ gələn hidrofob sahələrin mövcudluğuudur.

K o n d e n s a s i y a e d ər ə k k r i s t a l l a ş m ı ş strukturlar polimerlərin kondensləşməsi və ya məhlul və ərintilərin kristallaşması prosesində əmələ gəlirlər; onların mövcud olması möhkəm kimyəvi rabitələrlə müəyyən edilir, ayrı-ayrı hissəciklər böyüyür, onlar arasındakı maye təbəqələr yox olur. Belə struktura malik sistemlər böyük möhkəmliklə, kövrəklik və parçalanarkən dönməzliklə fərqlənir və üstünlük təşkil edir.

Məhsulun emalı prosesində, hissəciklər arasındakı maye təbəqələri kənarlaşdırmaq üçün şərait yaradıldıqda, məsələn, qurutma və ya presləmə zamanı koaqulyasiyaetmiş strukturlar kondensasiya edərək kristallaşmış strukturlara (çevrilə) keçə bilirlər. Belə ki, istənilən sistemin mexaniki xassələri onun strukturu ilə əlaqədardır ki, bunlar da tez-tez “struktur-mexaniki xassələr” adlandırılır.

Qida məhsullarının struktur-mexaniki xüsusiyyətlərini öyrənərkən, zamana müvafiq deformasiyanın inkişafı tədqiq edilir. Deformasiyanın əsasən iki növü tədqiq edilir: sıxılma (dartılma) və hərəkət (axın). Birinci halda gərginlik nümunənin səthinə perpendikulyar olaraq, ikinci halda isə toxunan (tangensial) olaraq təsir göstərir.

Struktur-mexaniki xassələrin tədqiqat nəticələri, adətən deformasiya kinetikasi ayriləri şəklində qrafiki olaraq ifadə edilir. Dağılmamış (parçalanmamış) strukturlar oblastı üçün belə ayrilərin aşağıdakı iki əsas tipi mövcuddur:

1. Göstərilən sabit gərginlik axıcılıq həddindən kiçikdir, yəni $P < P_{\tau}$ şərti ödənilir (şəkil 30). Absis oxunda zaman (τ), ordinat oxunda isə deformasiya (ϵ) əks etdirilir.

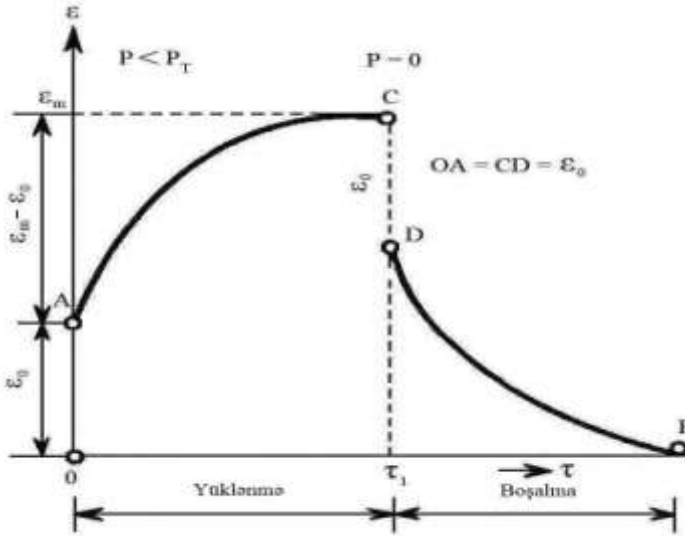
Gərginliyin ani təsiri zamanı cismin xarici təsirlərə ani reaksiyası kimi ϵ_0 deformasiyası əmələ gəlir. Onun qiyməti ilkin kimyəvi rabitələrin gücü ilə təyin olunur. Ani elastiki deformasiyanın ardınca zamana görə yüksək elastiki deformasiya inkişaf edir. Onun qiyməti ayrı-ayrı makromolekullar və onları bəndləri arasındakı rabitə gücünü xarakterizə edir.

Deformasiya bəzi ϵ_m maksimal qiymətə çatır və sonradan dəyişmir, belə ki, təsir edən gərginlik cismin daxili müqavimət qüvvələri ilə tarazlaşdırılır, əyrinin son hissəsi xətti xarakterə malik olur. C nöqtəsində gərginliyi yox edir ($P = 0$) və deformasiya DF əyrisinə görə sıfıradək (0) düşür, yəni sistem öz formasını tamamilə bərpa edir.

Real qida kütlələri və qida məhsulları üçün bu tip ayrilərə çox təsadüfi rast gəlinir. Yalnız bəzi (qida həlməşikləri) həlməşikşəkilli qidalar kiçik gərginliklərin təsiri zamanı tamamilə əks olunan deformasiyalar verə bilər.

2. $P < P_{\tau}$ şərti ödənilirsə onda 31-ci şəkildə əks olunan əyri alınır. ϵ_0 ani elastiki deformasiya yarandıqdan sonra, plastiki axına keçən, fasiləsiz artan qalıq deformasiyası aşkar olunur. qalıq deformasiyası tg α -nı xarakterizə edə biləcək sabit sürətlə yüksəlir.

$$P = const; \quad P < P_{\tau}.$$

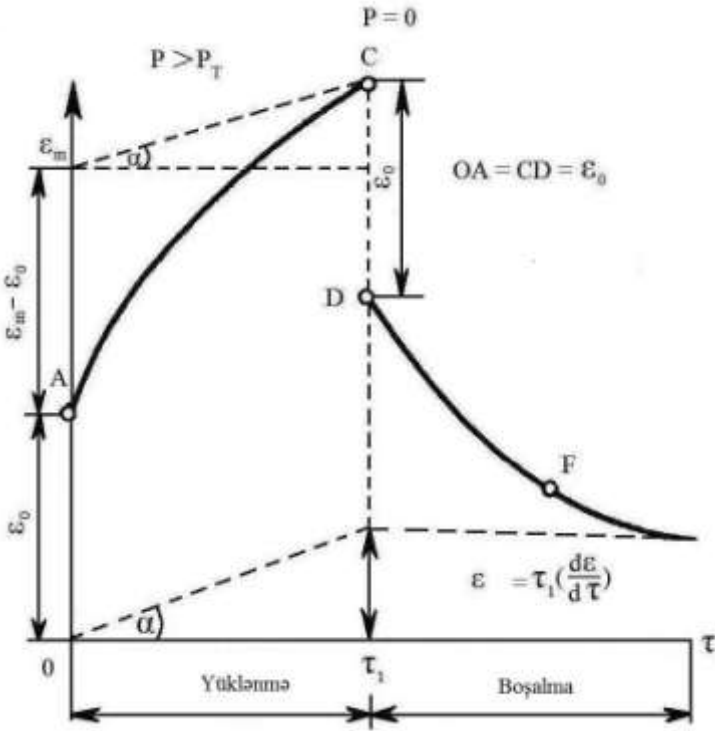


Şəkil 30. Deformasiya kinetikasının ayrısı

Yüklənmənin τ_1 təsir müddəti ərzində maksimal deformasiya, əyrinin sonluq sahəsinə toxunan ordinat oxunda kəsilən hissə ilə təyin olunur. Onun qiyməti aşağıdakı bərabərlikdən tapıla bilər:

$$\varepsilon_m = \varepsilon - \tau \cdot \left(\frac{d\varepsilon}{d\tau} \right)_{qaka} \cdot \cdot \cdot \cdot \cdot \quad (47)$$

$\varepsilon_m - \varepsilon_0 = \varepsilon_e$ fərqi elastiki deformasiyanın qiymətini ifadə edir.



Şəkil 31. Deformasiya kinetikasının əyrisi

$$P = \text{const}; \quad P > P_T.$$

C nöqtəsində gərginlik yox edilir, yəni götürülür və bu zaman “nümunənin” istirahəti baş verir və bu da $\varepsilon_0 = OA = CD$ elastiki deformasiyanın yox olması ilə nəticələnir, elastiki deformasiyada bərpa gedir. Zaman müddətinin artması ilə, DF əyrisi $\varepsilon_{\text{qalıq}}$ deformasiyasının bəzi son qiymətlərinə doğru asimmetrik olaraq yaxınlaşacaqdır ki, bu da qalıq deformasiyasıdır (şəkil 31).

Deformasiyalar kinetikasının əyrisinə görə, $\varepsilon_0 = f(P)$ əyrisi birinci tipdən ikinci tipə çevrilən gərginliklə xarakterizə olunan elastiklik həddindən başqa aşağıdakı asılı olmayan xarakteristikaları da tapmaq olar:

$$1. \text{ Axının ani elastiklik modulu } E_1 = \frac{P}{\varepsilon_0};$$

$$2. \text{ Elastiklik modulu } E_2 = \frac{P}{\varepsilon_m - \varepsilon_0};$$

Hər iki modul gərginlik ölçülərinə malikdir, belə ki, bu halda deformasiya nisbi, ölçüsüz kəmiyyətdir.

$$3. \eta = \frac{P'}{\left(\frac{d\varepsilon}{d\tau}\right)_{qala}},$$

burada: $P' = P - P_\tau$ (birinci tip əyri üçün elastiklik həddi yoxdur, yəni $P_\tau = 0$).

Plastiki özlülüüyü əyrinin yüksüz (boşalma) hissəsinə görə aşağıdakı nisbətdən təyin etmək olar:

$$\eta_{pl} = \frac{P'}{\frac{\varepsilon_{qal;q}}{\tau_1}} \quad , \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (48)$$

burada: τ_1 – yükləmənin təsir müddətidir.

$$4. \eta_s = \frac{P}{\left(\frac{d\varepsilon}{d\tau}\right)_0 - \left(\frac{d\varepsilon}{d\tau}\right)_{qala}} \quad \text{şərti özlülüüyü.}$$

burada: $\left(\frac{d\varepsilon}{d\tau}\right)_0$ – əyrinin başlanğıc sahəsinin absis oxuna

toxunma əyriliyi (bucağı) ilə;

$\left(\frac{d\varepsilon}{d\tau}\right)_{qala}$ – isə əyrinin son sahəsinin absis oxuna toxun-

ma bucağı ilə tapılır.

Belə ki, *elastiklik* – ani zamanda əmələ gələn, elastiki deformasiya qiymətinə görə hesablanan moduldur ki, bu da *şərti – ani elastiklik modulu* adlanır.

Göstərilən asılı olmayan E_1 , E_2 , $\eta_{plastiki}$, $\eta_{şərti}$ qiymətləri ilə yanaşı, qida məhsullarının və yarımfabrikatların struktur-mexaniki xassələri bəzi nisbi qiymətlərlə xarakterizə oluna bilər.

Strukturlaşmış dispers sistemlər və yüksəkmolekullu birləşmə məhlulları üçün belə qiymətlər akademik P.A.Rebinder tərəfindən təklif olunmuşdur:

$$\text{möhkəmlik } M\% = \frac{\varepsilon_0}{\varepsilon_m} \cdot 100;$$

$$\text{plastiklik } P\% = \frac{\varepsilon_{qala}}{\varepsilon_{plast}} \cdot 100;$$

$$\text{elastiklik } E\% = \frac{\varepsilon_m \cdot \varepsilon_0}{\varepsilon_m} \cdot 100 \text{ və ya } E = \frac{E_1}{E_1 + E_2}$$

Sadalanın bütün xarakteristikaları, aşağıda şərh edilən cihazlardan istifadə etməklə almaq olar.

5.4. Əsas reoloji xüsusiyyətləri təyin etmək üçün olan cihazlar

Struktur-mexaniki xüsusiyyətləri tədqiq edən zaman ölçülən qiymətlər bunlardır: təsir göstərən gərginlik – P; deformasiya – ε ; deformasiya sürəti – V. Bunlardan biri, adətən sabit kəmiyyət olur, qalan ikisi isə biri digərindən asılı olaraq

ölçülür. Məsələn, $P = \text{const}$ şərti daxilində deformasiyanın zamandan asılılığı ölçülür, yəni $\varepsilon = f(\tau)$.

İşçi gərginliyin qiymətini həmişə tədqiqat məqsədindən asılı olaraq, kiçik gərginliklərdə sistemin möhkəm-elastiki xassələrinin təyin edilməsinin çətinliyi seçilir, böyük gərginliklərdə isə sistemin özlüklüyünün təyin edilməsinin çətinliyi nəzərə alınmaqla seçilir.

Yüklənmənin təsiretmə müddəti də bütün halda, lakin deformasiyaya tam inkişaf etmə imkanı verməklə seçilir. Struktur-mexaniki xassələri tədqiq etmək üçün nəzərdə tutulan cihazlar, ölçülən deformasiyaların tiplərinə görə qruplaşdırılır (məsələn, hərəkət (axın) deformasiyasını ölçmək üçün olan cihazlar, birəsaslı sıxılma deformasiyasını ölçmək üçün olan cihazlar və s.).

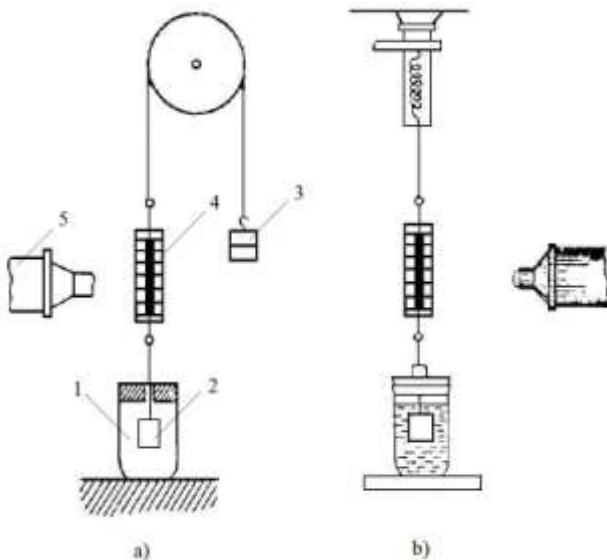
5.4.1. Hərəkət (axın) deformasiyasını ölçmək üçün istifadə edilən cihazlar

Deformasiyanın baş verdiyi fəzanın (boşluğun) formasından asılı olaraq bu tiptən olan bütün cihazlar üç qrupa bölünür: düz paralel araməsafəli cihazlar (Veyler – Rebinder, Nikolayev); çevrəvi ara məsafəli cihazlar (rotasiyalı viskozimetrlər); kapillyar və ya dar borucuq şəklində araməsafəli cihazlar (kapillyar və ya şarlı viskozimetrlər).

5.4.1.1. Veyler-Rebinder cihazı

Bu cihazlar suspenziyalar, məcunlar, həlməşiklər kimi sistemlərin mexaniki möhkəmliyini öyrənmək üçün nəzərdə tutulmuşdur. Mexaniki möhkəmliyin əsas xarakteristikalarından biri, axının gərginlik həddidir (P).

Göstərilən cihazın köməkliyi ilə axının gərginlik həddi tədqiq olunan sistemə yerləşdirilmiş, lövhənin düzəlməsi üçün lazım olan qüvvəyə görə təyin edilir (şəkil 32).



Şəkil 32. İki (a və b) modifikasiyada Veyler – Rebinder cihazının sxemi:

1 – düz paralel küvet; 2 – lövhəcik; 3 – yük;
4 – mikroskala; 5 – mikroskop.

Birinci modifikasiyada (şəkil 32, a) yükün təsiri ilə lövhəcik hərəkət edir, ikinci modifikasiyada isə (şəkil 32, b) elektrik mühərrikinin köməyi ilə təqribən 1 sm/dəq sürəti ilə bərabər olaraq enə bilən hərəkətli stol üzərində küvet yerləşdirilmişdir. Lövhəciyin hərəkət etməsi üçün vacib olan güc, əvvəlcədən kalibrlənmiş yayın gərilməsinə (dartılmasına, açılmasına) görə təyin edilir.

Ölçmə metodikası: küveti tədqiq edilən sistemlə doldurur və ilkin sınaqda yük elə seçilir ki, lövhənin dartılması

yavaş-yavaş baş versin. Həm də deformasiya qiyməti şkalanın ölçülərinə yerləşməlidir.

Küveti su ilə yuyur, onun mərkəzi (orta) hissəsində lövhəciyi yerləşdirir və tədqiq olunan sistemlə yenidən doldurulur. Ölçmələr təqribən 30 dəq.-dən sonra başlanır, cihazı və saniyəölçən eyni zamanda işə salınır və yük lövhəciyi hərəkət etdirməyə başlanır. Zamana görə hərəkət deformasiyası mikroskopda müşahidə edilir və yazılır (özü yazan qurğuda). Ölçmələrin nəticələrinə əsasən deformasiya kinetikasının əyrisi qurulur.

Cihaz kifayət qədər həssasdır və aşağıdakı qiymətləri təyin etməyə imkan verir:

1. Axının hədd gərginliyi:

$$P = \frac{F_m - F}{2 \cdot S} \quad \quad (49)$$

burada: P – axının gərginlik həddi, q/sm^2 (kq/m^2);

F_m – lövhəciyin sistemdə hərəkəti üçün lazım olan qüvvə, q (kq);

F – lövhəciyin dispers mühidə hərəkəti üçün (əgər bu mühit suspenziyadırsa, onda suda) lazım olan qüvvə, q (kq);

S – lövhəciyin sahəsi, sm^2 (m^2).

2. Yerdəyişmə (hərəkət) modulu:

$$E_c = \frac{P}{\varepsilon} \quad \quad (50)$$

burada: P – gərginlik, q/sm^2 (kq/m^2);

ε – yerdəyişmə deformasiyasının lövhəcik və küvetin divarları arasındakı məsafənin eninə olan nisbəti.

Deformasiyanın yerdəyişmə gərginliyindən asılılıq əyri-lərinə görə müəyyən edildi ki, bolqar tomat (pomidor) məcunu strukturlaşdırılmış sistemdir. Bu qida məhsulu üçün struktur – mexaniki xassələrin konsentrasiyadan, istilik emalından və xammalın növündən asılılığı öyrənilmişdir.

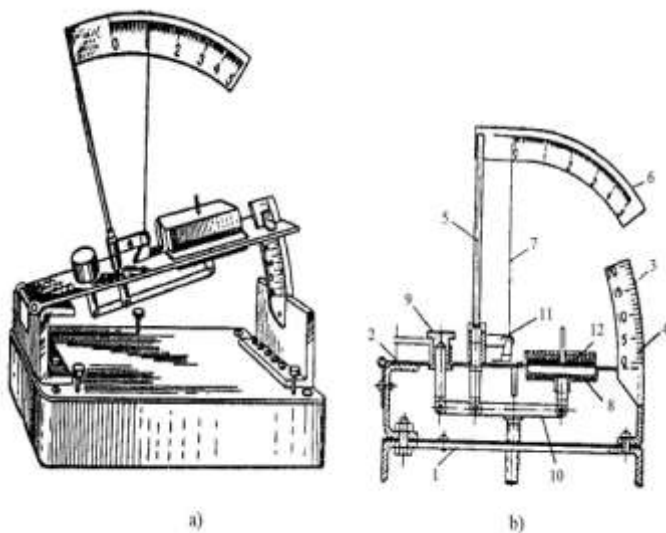
5.4.1.2. Maili səthdə yerdəyişmə deformasiyasının ölçülməsi üçün Nikolayev cihazı

Bu cihaz məlum D. İ. Tolstov modeli əsasında yaradılmış və ondan gərginliyin optiki qeydiyyatı üsulunun mexaniki qeydiyyatla əvəzlənməsi ilə fərqlənir (şəkil 33).

Ölçmə metodikası. Əsas səthi üfüqi vəziyyətə gətirilir. Buraxılmış 8 meydançasına ərsin vasitəsilə tədqiq edilən məhsuldan sürtür və o 4x4x0,5 sm ölçülü lövhə şəklində formalaşdırılır. Bu qalınlıqda sürtülərkən tədqiq edilən nümunə 2 səthi səviyyəsindəki düşür. Nümunə üzərinə nahamar 12 alüminium lövhəsi yerləşdirilir ki, bunu da ölçücü əqrəbin aşağı sonluğuna kip otuzdurulur. 12 lövhəsinin üzərinə yük qoyulur.

9 düyməsini basaraq, nümunə səthin 2 səviyyəsinə qaldırılır, ölçücü əqrəbin bu zaman sıfır vəziyyətindən yerdəyişməyə məruz qalıb-qalmadığı yoxlanılır (əgər yerdəyişmə baş veribsə, onda əqrəbi sıfır vəziyyətinə gətirilir). Nümunə belə vəziyyətdə təqribən 1 dəq. saxlanılır, dayaq stiftinin 4 başlığı sıxır və 2 səthinin sonluğunu 3 şkalasına görə 10-15⁰ maillik bucağınadək qaldırılır. Maili səth möhkəmləndirilir (bərkidir) və eyni zamanda, saniyəölçən işə salınır. 6 şkalasındakı əqrəbin göstərdiyi deformasiya qiyməti zamana müvafiq olaraq yazılır.

Yüklənmədə deformasiya öyrənilməsi sona çatdırılaraq, yük lövhəciyi götürülür, 4 stiftini azad edir və səthi üfüqi vəziyyətə gətirilir. Strukturun elastiki qüvvələri sayəsində baş verən əqrəbin əks-hərəkətini yazır və şkalanı müşahidə edilir.



Şəkil 33. Maili səthdə yerdəyişmə deformasiyasını ölçmək üçün Nikolayev cihazı:

a – ümumi görünüşü; b – sxem: 1 – özü; 2 – 0 – dan 15^0 – dək maili vəziyyətə salına bilən səth; 3 – səthi müəyyən meyillilikdə yerləşdirmək üçün şkala; 4 – şkalanı bərkidən stift; 5 – ölçücü şkalanın dirəyi; 6 – ölçücü şkala; 7 – əqrəb; 8 – nümunə qoymaq üçün meydança; 9 – rıçaq mexanizminin sol cihazının düyməsi; 10 – rıçaq mexanizminin sağ cihazının ştoku; 11 – kronşteynin tənzimləyici vint; 12 – yük lövhəciyi.

Cihaz, 5 mm həddində olan deformasiyaları ölçməyə imkan verir. Nümunənin qalınlığı 5 mm və maksimal deformasiya sürəti 1 mm/dəq olduqda deformasiya sürəti qradiyenti $0,003 \text{ san}^{-1}$ qiymətinə malik olur (sürət qradiyenti deformasiyanın xətti sürətinin nümunə qalınlığına olan nisbəti kimi hesablanır).

Göstərilən cihazla $10^2 - 10^3$ puaz ($1\text{puaz} = 0,1 \frac{H \cdot \text{san}}{m^2}$) özlülüyə malik olan sistemləri tədqiq etmək mümkündür. Bu cihazın modifikasiyaedilmiş variantı $10^6 - 10^8 \frac{H \cdot \text{san}}{m^2}$ özlülüyə malik sistemlər üçün ölçmələri həyata keçirməyə imkan verir. Paralel təyin olunan deformasiyalar arasındakı fərq 10 – 15% təşkil edir.

Yerdəyişmə modulu və sistemin özlülüyü aşağıdakı bərabərliklərlə hesablanır:

$$E = \frac{P \cdot \sin \alpha \cdot 981 \cdot l \cdot \delta}{\varepsilon_{el.}} \quad \eta = \frac{P \cdot \sin \alpha \cdot 981 \cdot l \cdot \tau \cdot \delta}{\varepsilon_{qalıq}} \quad . \quad (52)$$

burada: α – səthin maillik bucağı, $\alpha=15^0$ üçün $\sin \alpha \sim 0,26$ – ya bərabərdir.

l – lövhəcik nümunənin qalınlığı, sm (m);

$\varepsilon_{el.}$ və $\varepsilon_{qalıq}$ – uyğun olaraq elastiki və qalıq deformasiyalar;

981 – ağırlıq qüvvəsinin təcili;

τ – deformasiya müddəti, san;

P – gərginlik (örtücü və yük lövhəciklərinin ümumi kütləsinin lövhəciyin sahəsinə olan nisbəti kimi təyin edilir), qr/sm² (kq/m²);

E – yerdəyişmə modulu, din/sm² (kq/m²);

η – özlülük, puaz ($\frac{H \cdot \text{san}^2}{m^2}$);

δ – cihaz şkalası vahidlərində deformasiya.

Elastiki və qalıq deformasiyaların qiyməti deformasiyalar kinetikasi əyrisinə görə tapılır.

Nikolayev və Tolstoy cihazları qida məhsullarının strukturu və konsistensiyalarının tədqiq olunması üçün geniş tətbiq edilir. Tolstoy cihazında elastiklik və özlülüyn şərti – ani modulunun qiymətinə görə, eləcə də sonra hesablanmış

elastikliyə görə, quru südün istifadəsi ilə alınmış marqarinin konsistensiyası hesablanmışdır. Elə bu xüsusiyyətlər də saxlanma prosesində marqarinin strukturu və konsistensiyasında baş verən dəyişkənlikləri tədqiq etmək üçün istifadə edilmişdir.

Prolin kütlələrinin konsentrasiyasının temperaturdan asılılığı elastiklik modulunun qiymətinə görə müəyyənləşdirilir.

Jelatin həlməşiklərinin struktur-mexaniki xüsusiyyətlərini yerdəyişmə və sürüşmə modullarının qiymətinə görə xarakterizə etmək üçün QOST-a daxil edilmiş, nisbi vahidlərlə qiymətlər verən Valent cihazının əvəzinə Tolstoy cihazından istifadə edilməsi məsləhət görülür.

Nikolayev cihazının köməyi ilə meyvəli-jeleli konfet kütləsinin struktur əmələgətirmə dinamikası tədqiq olunmuşdur.

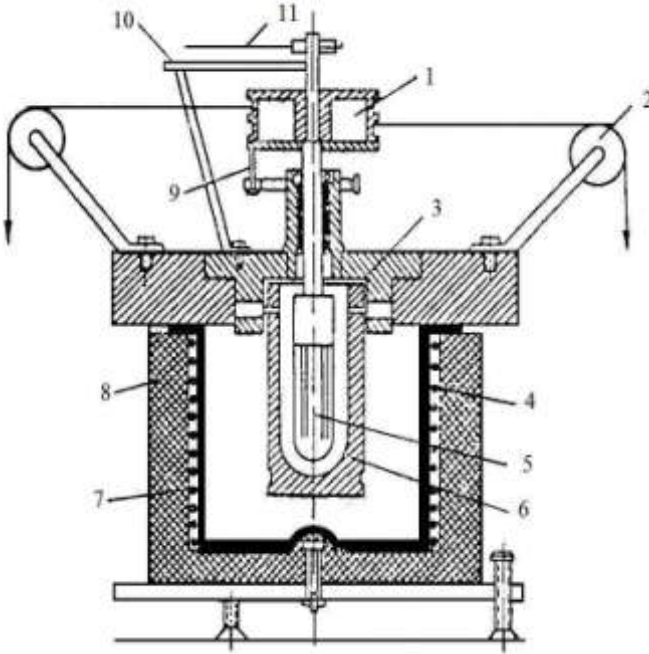
Bu cihaz çörək xəmirinin elastiki-özlü xüsusiyyətlərinin və bu xüsusiyyətlərə mexaniki emalın, zülalların, kleykovinanın, nişastanın və yarmaların miqdarının təsirinin tədqiq edilməsi üçün istifadə olunmuşdur.

Ət qiyməsinin özlülüyünün ölçülməsi əsasında, bişmiş kolbasalar istehsalı üçün nəzərdə tutulan ətin ilkin emalının optimal şəraitləri seçilmişdir.

Səthi paralel və ara məsafəsinə malik olan cihazlar istifadə edilmək üçün çox sadədir, mürəkkəb hesabat tələb etmir və yüksək həssaslıqla üstünlük təşkil edir. Bu cihazların çatışmazlığı ondadır ki, yerdəyişmə deformasiyasının ölçülmə şkalası bir neçə millimetrlə məhdudlaşmışdır, ona görə də bu cihazların köməyi ilə böyük deformasiyaları ölçmək olmaz. Daha böyük deformasiyaları ölçmək üçün dairəvi araboşluğuna malik cihazlardan, yəni rotasiyalı viskozimetrlərdən istifadə edilməsi məsləhət görülür.

5.4.1.3. Volaroviçin rotasiyalı viskozimetri

Maye və mayeyəbənzər sistemlərin əyri axınını (sürət qradientinin yerdəyişmə gərginliyindən asılılığını əks etdirən əyri) tədqiq etmək üçün nəzərdə tutulan rotasiyalı viskozimetrlərin bir çox modelləri mövcuddur.



Şəkil 34. Volaroviç sisteminin RV – 8 markalı rotasiyalı viskozimetrinin sxemi

1 – şiv; 2 – bloklar; 3 – qurucu qayqa;
4 – termostatlandırılan maye üçün stəkan; 5 – rotor;
6 – stəkan; 7 – elektrikqızdırıcı spirali; 8 – izolyasiya qatı; 9 – stopor; 10 – şkala; 11 – əqrəb.

Rotasiyalı viskozimetrin (şəkil 34) iş prinsipi belədir: tədqiq olunan kütlə eyni oxlu iki silindr arasındakı boşluğa yerləşdirilir və onlardan biri fırlanan zaman (bəzən, daxili silindr, bəzən isə xarici silindr hərəkət edir) silindrlərin divarlarına yapışan özlü maye, hərəkətə maneçilik yaratmaq şərtlə hərəkət etməyə başlayır. Bu zaman ya fırlanma hərəkətini davam etdirmək üçün tətbiq edilməsi tələb olunan gücü, ya da hərəkət sürətini xarakterizə edən kəmiyyəti ölçmək olur.

Ölçmə metodikası: ölçmələrə başlamazdan əvvəl, adətən “boş” sınaq aparılır ki, bunun da məqsədi silindrin, blokların və sapların xüsusi titrəyişini təyin etməkdir.

Saplara əvvəlcə 1 q-lıq, sonra 1,5 və 2,0 q-lıq yükləri (yaxşı cihaz üçün 2,5 qramdan çox olmayaraq), silindr hərəkətə başlayana qədər asırlar. Fırlanmanı təmin edən ən kiçik P_0 qüvvəsi, sistemin sürtünmə qüvvəsinə bərabər olacaqdır.

Axının hədd gərginliyini müəyyən etmək üçün xarici silindri tədqiq olunan maddə ilə miqdarda yüklənir ki, daxili silindrin yüklənmə dərinliyi 7-8 sm olsun (bu yüklənməni çəkiyə görə də yerinə yetirmək olar).

Əgər öyrənilən sistem məcun və ya yüksək özlü mayedirsə, onda boş yerin və ya hava qabarcığının qalmamasını izləmək lazımdır.

Silindri yükləyərək, cihazın hər iki lifinə ilkin (başlanğıc) yük asılır (adətən, P_0 yükündən başlanır), əyləcdən azad edir və silindrin fırlanması izlənilir. Əgər tətbiq olunan fırladıcı momentin təsiri ilə silindr hərəkət etmirsə, onda silindrin hərəkəti başlananadək yük artırılır.

Fırlanma hərəkəti kimi, çevrənin $\frac{1}{4}$ hissəsi qədər fasiləsiz dönmə qəbul edilir. Əgər fırlanmaya səbəb olan ən kiçik yük P_1 olarsa, onda axının hədd gərginliyini aşağıdakı formula ilə hesablamaq olar:

$$P_m = K(P_1 - P_0) \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (53)$$

burada: K – cihazın daxili silindrinin yüklənmə dərinliyindən asılı olan konstantdır.

Adətən, K -nın müxtəlif qiymətləri göstərilmiş cədvəl, istismar haqqında instruksiya ilə birlikdə, cihaz satılarkən təqdim edilir.

Axının hədd gərginliyi təyin edildikdən sonra liflərə asılmış yükü artırır və hər yükləmə zamanı saniyəölçənlə üç-dörd fırlanma zamanı ölçülür, yükün iki və ya üç qiymətində silindrin fırlanma sürəti müəyyən edilir.

Qeyri Nyuton mayeləri üçün hər yüklənmə zamanı stasionar axını müəyyənləşdirməkdən ötrü vaxt tələb edilir (stasionar axın zamanı daxili silindrin fırlanma sürəti zamandan asılı olmur). Adətən, stasionar axın ilk iki dövrdən sonra müəyyən edilir, buna görə də hər bir yükləmə zamanı ilk iki dövr buraxılır və sonrakı iki-üç dövr müəyyən olunur. Bir dövrün müddəti 15-20 san-dək olmalıdır. Əgər bu müddət azdırsa, onda beş-yeddi dövr, əgər çoxdursa, onda bir dövrün müəyyən bir hissəsi müəyyən edilir, bu zaman müəyyənləşdirilən hissə silindrin 90^0 -dən az olmayan dönməsini əks etdirməlidir.

Özlülüüyü aşağıdakı bərabərliklə hesablanır:

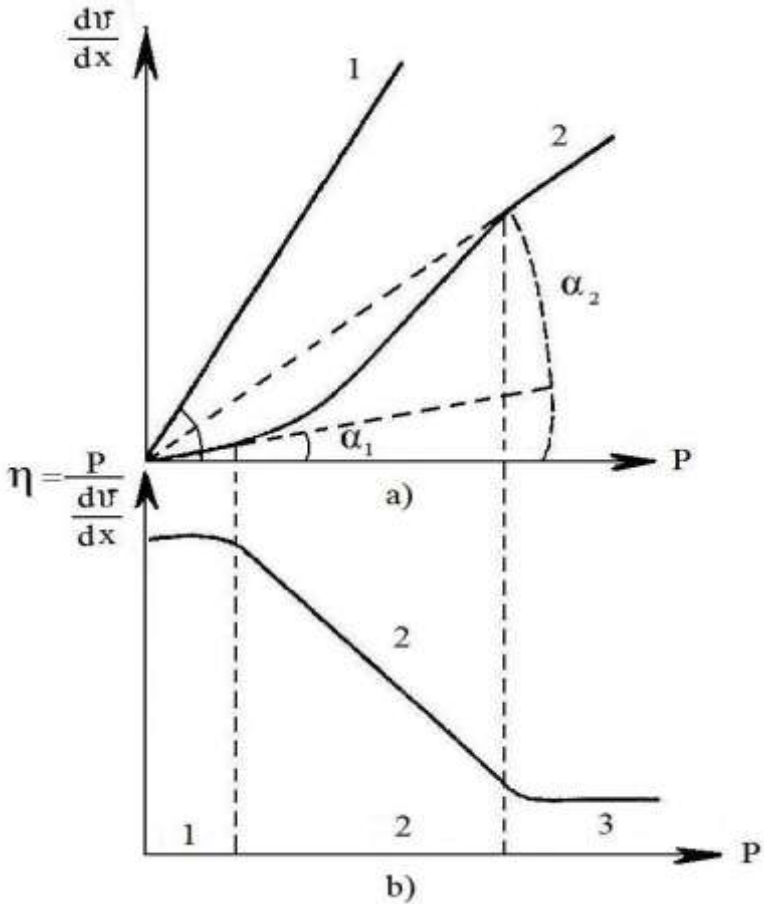
$$\eta = K_1 \frac{P - P_0}{N} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (54)$$

burada: N – saniyə ərzindəki dövrlər sayı;

K_1 – cihazın yüklənmə dərinliyindən asılı olan sabitidir.

Qeyri-Nyuton mayələrinin özlü xassələrinin xarakteristikası üçün axın gərginliyi və sürət qradiyenti arasındakı asılılığı qrafik şəklində ifadə etmək qəbul olunmuşdur. Bu kəmiyyətlərin hər ikisini bilavasitə ölçmək olmaz, onlar hesabat yolu ilə tapılır. Sürət qradiyentini silindrin fırlanma sürətinin (saniyədəki dövrlər sayı) silindrlər arasındakı məsamənin

(araboşluğunun) qiymətinə olan nisbəti (cihaza verilən instruksiyada göstərilir) kimi təyin edilir.



Şəkil 35. Nyuton (1) və strukturlaşdırılmış (2) mayelər üçün axıcılıq ayrıləri(a) və strukturlaşdırılmış mayelər üçün özlülüyn axın gərginliyindən asılılığı (b).

Praktikada axıcılıq əyrilərini tez-tez daxili silindrin fırlanmasının bucaq sürəti – fırlanma yaradan yük koordinatlarında qurulur. Bu kəmiyyətlər sürət qradiyentinə və axın gərginliyinə mütənəsibdir, lakin onlardan fərqli olaraq, təcrübi yolla müəyyən edilə bilər.

Özlülük xassələrinin təyini yalnız stasionar laminar axın şəraitlərində mümkün olur, əks halda ölçmə nəticələri təsadüfi xarakterə malik olacaqdır.

Həqiqi məhlullar üçün sabit axın gərginliyində ona cavab verən sürət qradiyenti praktiki ani olaraq müəyyən edilir və sonradan, zaman keçdikcə dəyişmir. Mürəkkəb dispers sistemlər olan qida kütlələri üçün bu proses müəyyən zaman tələb edir. Bu isə daxili strukturların deformasiya ilə dağılmasını, hissəcik və ya makromolekulların axın boyu ariyentasiyasını şərtləndirir.

Rotasiyalı viskozimetrin köməyi ilə alınmış axıcılıq əyriləri, tədqiq olunan mayeləri Nyuton mayələrinə və ya strukturlaşdırılmış, anomal özlü mayələrə aid etməyə imkan verir.

Nyuton mayesi üçün axıcılıq əyrisi, koordinat oxlarının başlanğıcından (sıfır nöqtəsindən) çıxan düz xətdir (şəkil 35, a).

Belə sistemin özlülüyünü düz xəttin maillik bucağının absis oxuna kotangensi şəklində, qrafiki yolla hesablamaq olar ($\operatorname{ctg} \alpha$). Verilən temperaturda axın gərginliyinin geniş intervalında sabit qiymət, onun əhəmiyyətini xarakterizə edir.

35, b şəklində strukturlaşdırılmış maye üçün axma əyrisinin xarakterik görünüşü təsvir olunmuşdur, bu təsvirdə üç sahə (oblast) dəqiqliklə ayrılmışdır ki, bunlar da rəqəmlərlə işarələnmişdir. Çox kiçik (1) və çox böyük (3) gərginliklərdə xətti asılılıq müşahidə olunur, maye Nyuton mayesi kimi axır və onun özlülüyü uyğun olaraq α_1 və α_2 bucaqlarının kotangensi ilə müəyyən edilir. Orta gərginlik oblastında (2) xətti asılılığın pozulması baş verir. Burada özlülük sabit kəmiyyət olaraq qalmır, sürət qradiyentinin və ya axın gərginliyinin artması ilə özlülüyün qiyməti azalır. Nyuton mayesindən fərqli

olaraq, o effektiv özlülük adlandırılır və aşağıdakı bərabərlikdən təyin edilir:

$$\eta_{ef.} = \frac{P}{\frac{dv}{dx}} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (55)$$

Strukturlaşdırılmış mayelərin axma əyriləri üçün ümumi analitik ifadələr yoxdur, müəyyən şəraitlərdə onlardan bəziləri Binqam bərabərliyi ilə şərh oluna bilər:

$$P - \theta = \gamma \cdot \frac{dv}{dx} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (56)$$

Bu bərabərliyin iki konstantı: θ və γ axın gərginliyinə və özlülüyə uyğun olaraq ölçüyə malik olur.

Əgər Binqam mayesinin axma əyrisinə diqqət yetirsək (şəkil 29) görərik ki, göstərilən gərginlik yalnız θ qiymətindən böyük olduqda axın başlaya bilər. Buna görə də qeyd olunan bu konstanta axının hədd gərginliyi adı verir və sistemin möhkəmliyinin xarakteristikası üçün istifadə edilir. Binqam özlülüüyü (azalan $\eta_{ef.}$ kəmiyyətindən fərqli olaraq) dəyişilməz, yəni sabit qalır və aşağıdakı bərabərlikdən təyin olunur:

$$\gamma = \frac{P - \theta}{\frac{dv}{dx}} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (57)$$

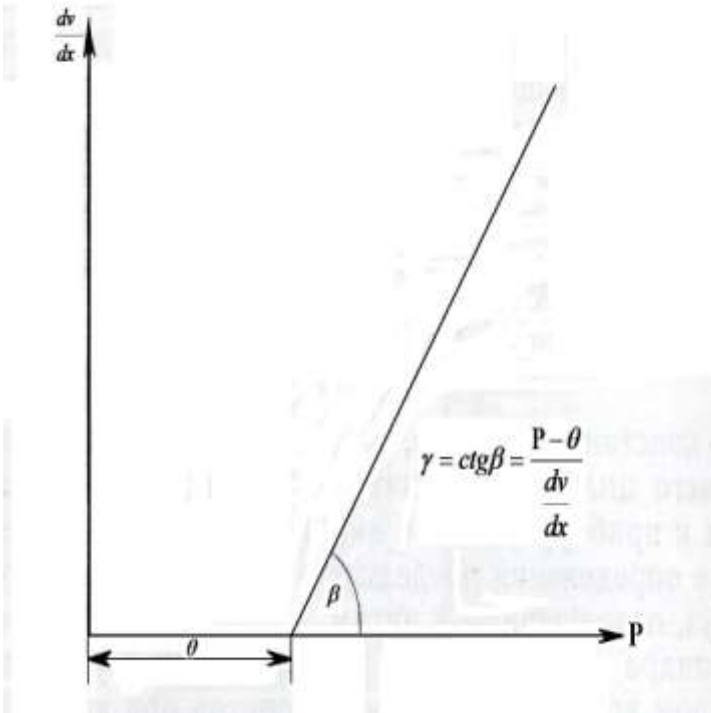
Binqam bərabərliyinə kəskin riayət edən real sistemlər yoxdur, lakin bu bərabərlik axın gərginliyinin bəzi orta qiymətləri üçün mayelərin axmasını yaxşı əks etdirir (şəkil 36).

Qida sənayesində Pavlov, Maçixin və bir sıra digər sistemlərlə işləyən rotasiyalı viskozimetrlərdən istifadə edilir. Lakin, qeyd etmək lazımdır ki, əksər tədqiqat işləri hazırda RV-4, RV-7 (QOST-a daxil edilmişlər) və RV-8 markalı Volaroviç sistemli viskozimetrlərdə yerinə yetirilir.

Buğda unundan xəmirin hazırlanmasının texnoloji prosesini yaxşılaşdırmaq üçün özlülüyün və axının hədd gərginliyinin nəmlikdən asılılığı öyrənilmişdir.

Xəmirin əsas reoloji xüsusiyyətləri əsasında, bəzi bəranki, çörək və bulka məmulatlarının formalaşması prosesi tədqiq edilmişdir.

Konserv sənayesində, axın sürəti – axın gərginliyi koordinatında qurulmuş reoloji ayrılərin görünüşünə görə, maye və püreşəkilli hazır məhsulların və yarımfabrikatların çoxsaylı strukturlarını təsnifatlaşdırmağa cəhd göstərilmişdir.



Şəkil 36. Binqam mayesinin axıcılıq ayrısı

Qənnadı sənayesində, pralində olan qida kütlələrinin struktur-mexaniki xüsusiyyətləri dəfələrlə tədqiq edilmişdir. “Çarodeyka” konfet kütləsi üçün effektiv özlülüyün yağın miqdarından, temperaturundan və yerdəyişmə sürətindən asılılığı öyrənilmişdir. Prolinli konfetlərin strukturunun formalaşmasının texnoloji prosesini təkmilləşdirmək üçün müxtəlif temperaturda axın gərginliyinin axın sürətindən asılılığı tədqiq edilmişdir.

Qaymaqlı pomadka olduqca maraqlı reoloji cisim hesab edilir. Maçixinin rotasiyalı viskozimetrdə axıcılıq əyrilərini tədqiq edərək, müəyyən edilmişdir ki, bu məhsulu strukturlaşdırılmış mayelərə aid etmək olar, belə ki, özlülük, axma sürətindən asılıdır.

Adheziya və struktur-mexaniki xassələrin bir-biri ilə əlaqəsinin (eləcə də axının hədd gərginliyinə görə) öyrənilməsi daxili strukturu parçalanmadan pomadkalı kütlələrdən hazırlanan konfet korpuslarının formalaşmasını, axının uyğun gərginliyi və sürəti seçilərsə, istənilən temperaturda həyata keçirmək olar.

Südlü konfetlərin effektiv özlülüyünü təyin edərək, “Karovka” tipli kütlənin alınması üçün şəraitləri seçmiş və bişirilmə müddətinin onun özlülüyünə təsirini öyrənmişdir.

Effektiv özlülük qiymətinin sürət qradiyentindən asılılığı rahat – lukumun (şəkər-nişasta həlməşiyi) reoloji xüsusiyyətlərinin tədqiqi üçün əsas olmuşdur.

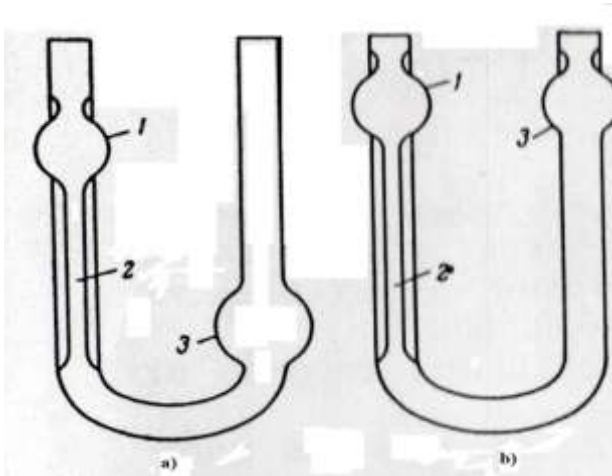
Bundan başqa, RV-8 markalı viskozimetrdəət qiyməsinin və digər məhsulların keyfiyyətini, sortunu təyin etmək məqsədilə jelatinin reoloji xassələri öyrənilmişdir.

5.4.1.4. Kapillyar viskozimetrlər

Bu cihazlar kiçik özlülük göstəriciləri ilə üstünlük təşkil edən sistemlərin tədqiq olunması üçün istifadə edilir. 37-ci şəkildə kapillyar viskozimetrlərin iki tipi təsvir edilmişdir ki,

bunlar da daha tez-tez *Ostvald* və *Ubellod* viskozimetrləri kimi adlandırılır.

Ostvald viskozimetri Ubellod viskozimetrindən onunla fərqlənir ki, birincidə mayenin kapillyardan axması xüsusi çəki hesabına baş verir. Ubellod viskozimetrində mayenin axması üçün qollardan birində təzyiq və ya vakuum yaradılır. Bu və ya o biri cihazdan istifadə edərkən, müəyyən miqdarda mayenin kapillyardan axma müddəti, ölçülən kəmiyyət qismində çıxış edir. Adətən, özlülük hər hansı bir etalon mayenin özlülüynün məlum özlülük qiymətinə olan nisbətinə görə təyin olunur. Belə etalon maye kimi su, gənəgərçək yağı, qliserin və s. götürülə bilər.



Şəkil 37. Kapillyar viskozimetrlər

a – Ostvald; b – Ubellod; 1 – tədqiq olunan maye üçün tutum; 2 – kapillyar; 3 – ölçülmədən sonrakı mayeni toplamaq üçün tutum

Ölçmə metodikası: Ostvald viskozimetrindən istifadə edən zaman tədqiq olunan mayenin həcmi elə seçilir ki, sol

burada: η_0 və η – standart və tədqiq edilən mayelərin
özlülüyü, puaz, $(\frac{N \cdot \text{san}}{m^2})$;

d_0 və d – standart və tədqiq edilən mayelərin
sıxlığı, q/sm^3 , (kq/m^3) ;

τ_0 və τ – standart və tədqiq edilən mayelərin axma
müddəti, san.

Kapillyar viskozimetrlərin köməyi ilə ət-sümük həlimi və texniki fibrinsizləşdirilmiş qan üçün özlülüyün temperaturdan asılılığı, eləcə də bəzi təbii şirələrin, məsələn, təbii üzüm şirəsinin özlülüyü öyrənilmişdir.

5.4.1.5. Diyircəkli Qeppler viskozimetri

Bu cihaz 10 altlığının və 11 tənzimləyici vintinin köməyi ilə viskozimetr, termostatlaşdırıcı köynəklə birlikdə çevrilə (ölçməni təkrar etmək üçün) və 10^0 bucaq altında maillənə bilər ki, bu da diyircəyin düz düşməməsindən qaçmaq məqsədini şərtləndirir. Cihaz adətən altı müxtəlif diyircəklə təchiz olunur ki, bunların da xarakteristikaları qabaqcadan təklif edilir (şəkil 38).

Ölçmə metodikası: Tədqiq edilən mayeni borucuğa elə keçirilir ki, onun tərkibində hava qabarcıqları olmasın. Təqribən 30 dəq. ərzində, verilən temperaturda termostatlaşdırılır və 10^0 əyir diyircəyə, sərbəst olaraq mayeyə düşmə imkanı verməklə, viskozimetri 10^0 mailləşdirilir. Diyircək, işarələnmiş yuxarı nöqtəyə (yuxarı ölçü) toxunan zaman saniyəölçəni işə salır və diyircək işarələnmiş aşağı nöqtəyə çatdıqda saniyəölçən dayandırılır.

Viskozimetri çevirməklə və strukturun bərpası üçün lazımı olan zamanı gözləyərək, ölçmə bir neçə dəfə yerinə yetirməklə təkrarlanır.

Hesabat Stoks bərabərliyinə görə aparılır:

$$V = \frac{H}{\tau} = \frac{2 \cdot r^2 \cdot (d - d_1) \cdot g}{9 \cdot \eta} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (60)$$

burada: V – diyircəyin düşmə sürəti;

H – nişanlar arasındakı məsafə (diyircəyin yolu);

τ – diyircəyin nişanlar arasındakı məsafədən düşmə müddəti;

r – borucuğun radiusu;

d və d_1 – uyğun olaraq diyircəyin və mayenin sıxlığı;

R – ağırlıq qüvvəsinin təcili;

η – özlülük.

Adətən, ölçmə hər hansı bir mayeyə nisbətən aparılır, onda hesabat sadələşir və özlülük aşağıdakı bərabərliklə hesablanır:

$$\eta = \eta_0 \frac{\tau(d - d_1)}{\tau_0(d - d_0)} \quad . \quad . \quad . \quad . \quad . \quad (62)$$

burada: η_0 və η , τ_0 və τ – uyğun olaraq standart və tədqiq

olunan mayelərin özlülüüyü (puaz, $(\frac{N \cdot \text{san}}{m^2})$) və

diyircəyin düşmə müddəti (san).

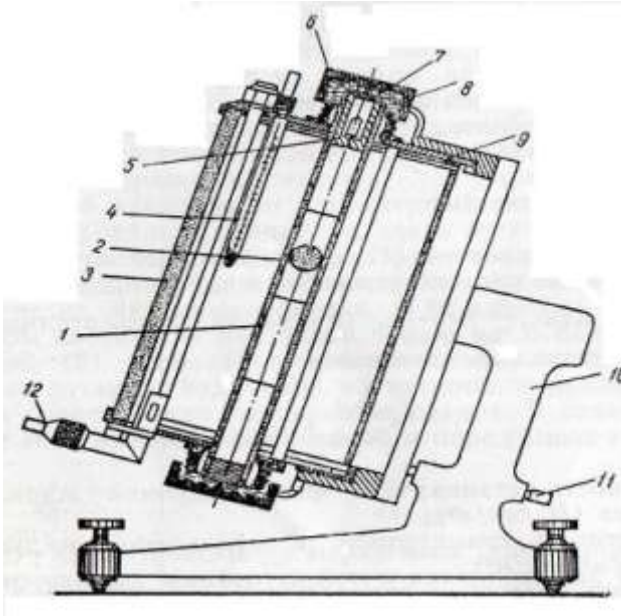
d , d_0 və d_1 – standart və tədqiq olunan mayelərdə diyircəyin sıxlığı, $(\text{q/sm}^3, \text{kq/m}^3)$;

Ədəbiyyat mənbələrində, müxtəlif qida kütlələri üçün diyircəkli viskozimetrdə yerinə yetirilmiş tədqiqat işlərinin çoxsaylı nəticələri əks etdirilir.

Qənnadı sənayesində kakao yağının 35^0 C -dən 50^0 C özlülüyn temperaturdan asılılığı, eləcə də karamel patkəsi və şəkər-patkə şərbəti üçün özlülüyn quru maddələrin kon-

sentrasiyasından asılılığı həmçinin, şəkər şərbəti məhlullarının özlülüyünün onların tərkibində mövcud olan xörək duzundan asılılıq xüsusiyyətləri də öyrənilmişdir.

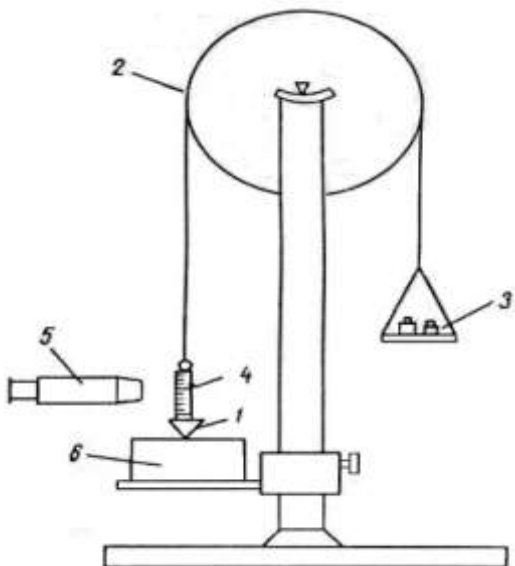
Sümük-ət həlimi və əridilmiş donuz piyi üçün, soya və günəbaxan miseliləri üçün özlülüyün temperaturdan asılılığı tədqiq edilmiş və müəyyən müsbət nəticələr əldə olunmuşdur ki, bu nəticələr hazırda müxtəlif sorğu kitablarına daxil edilmişdir.



Şəkil 38. Diyircəkli Qeppler viskozimetri

- 1 – viskozimetrin işçi hissəsi – şəffaf borucuq;
- 2 – diyircək; 3 – termostatlaşdırılmış maye üçün silindr;
- 4 – termometr; 5 – borucuqdan mayeni boşaltmaq üçün qapaq;
- 6 – sıxıcı qayka; 7 – artıq mayeni yığmaq (toplamaq) üçün tutum; 8 – kipləşdirici üzük; 9 – qapaq; 10 – altlıq;
- 11 – tənzimləyici vint; 12 – mayenin verilməsi üçün ştuser

məsələn $K_{\alpha=45^\circ} = 0,0658$, $K_{\alpha=90^\circ} = 0,159$ bir
 neçə konus cihaza əlavə olunur) konstant;
 F – əks çəkiddən götürülən yük, q (kq);
 h_m – konusun daxil olma dərinliyi, sm (m).



Şəkil 39. Konik plastometr

1 – konus; 2 – blok; 3 – yük; 4 – şkala;
 5 – mikroskop; 6 – nümunə.

Axının hədd gərginliyini hesablamaq üçün ölçməni üç dəfə təkrar edir və orta arifmetik qiymət qəbul edilir. Əgər deformasiya kinetikasının əyrisini qurmaq tələb olunursa, onda mikroşkalanın göstəricisinin zamana görə dəyişməsi qeydə alınaraq, yazılır.

Qida sənayesində daha tez-tez, Rusiya Federasiyasında istehsal olunan KP – 3 markalı konik plastometrdən istifadə edilir. Bu tip aparatların iş prinsipi və hesablama üsulları,

əvvəldə şərh olunmuş aparatlardan bir o qədər də kəskin fərqlənir.

Konik plastometrin köməyi ilə, Binqam cismi kimi baxılan kərəyağının struktur-mexaniki xüsusiyyətləri tədqiq olunmuşdur. Tədqiqatlar onun konsistensiyasını qiymətləndirmək üçün obyektiv kriteriyanı əldə etmək məqsədilə aparılmışdır. Əsas reoloji xüsusiyyətləri deformasiya kinetikasi əyrisindən təyin etmək mümkün olur.

L.S.Kyznesova və digər alimlər tərəfindən meyvə-jele sistemlərinin həlməşik əmələgətirmə prosesi və müxtəlif amillərin (əlavə edilən şəkərin miqdarı, nəmlik, aktiv turşuluq və s.) bu prosesə təsiri tədqiq olunaraq öyrənilmişdir. Axının hədd gərginliyinin qiymətinə görə pomadka kütləsinin, polivinil spirti əsasında hazırlanan jeleli qənnadı kütləsinin, natrium-alqinat, aqar və aqaroid əlavələri ilə oksidləşdirilmiş nişasta həlməşiyinin (bu həlməşik jeleli marmelad, rahat-lokum hazırlamaq üçün məsləhət görülür) plastik möhkəmliyi təyin edilmişdir. Axının hədd gərginliyinin qiymətinin müəyyən olunması, halvanın keyfiyyətini qiymətləndirmək məqsədilə məsləhət görülür.

Konik plastometrin köməyi ilə şəkərli xəmirin struktur-mexaniki xüsusiyyətləri tədqiq edilmiş, səthi-aktiv maddələrin təsiri və onun plastiki möhkəmliyinə olan digər təsirlər öyrənilmişdir.

Günəbaxan yağı fosfolipidlərinin, xəmirin plastiki möhkəmliyinə təsirinin öyrənilməsi, onun qıcqırma müddətini ix-tisar etməyə imkan vermişdir.

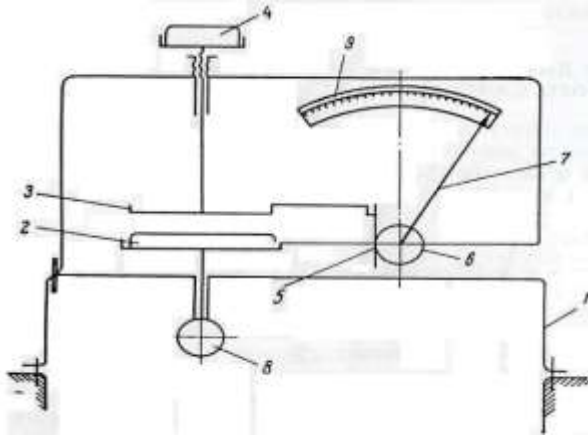
Qursağ pendirlərinin konsistensiya xüsusiyyətlərinin obyektiv kriteriyanı işləyib hazırlamaq üçün, axının hədd gərginliyi qiymətindən dəfələrlə istifadə edilmişdir.

5.4.2. Biroxlu sıxılma deformasiyasını ölçmək üçün istifadə olunan cihazlar

Əgər məhsulun strukturu bircinsli deyilsə və o, xeyli böyük özlülüklə fərqlənirsə, belə məhsulun konsistensiyası biroxlu sıxılma deformasiyası ilə xarakterizə edilir (təsadüfi hallarda, nümunənin bərkiməsi və forma dəyişmə deformasiyasının uçotunun çətinliyi ilə əlaqədar olan dartılma deformasiyası ilə).

5.4.2.1. Nikolayev və Şpiqelqlyas cihazı

Ölçmə metodikası. 50 mm enliyə, 50 mm uzunluğa və 40 mm hündürlüyə malik olan tirşəkilli nümunəni 2 və 3 paralel səthlər arasında yerləşdirilir, bu zaman 2 stolu sonadək endirilir. 2 stolu, nümunə 3 səthinə toxunanadək qaldırılaraq, nümunənin ilkin uzunluğu ölçülür (şəkil 40). Əgər belə vəziyyətdə yük yerinə hər hansı bir 4 yükünü yerləşdirilərsə, əqrəbin yerdəyişməsinə görə cihazın şkalasında şərti ani deformasiya qiymətini müəyyən etmək olar. Sonra saniyəölçəni işə salaraq, təsir edilən gücün müvazinət halınadək onun zamana görə dəyişməsi və nümunənin daxili müqaviməti müəyyən edilir. Ölçülmə nəticələrinə əsasən deformasiya kinetikasının əyrisini qurulur. Nümunənin ilkin en kəsiyini və yükün stolla birlikdə çəkisini bilərək, şərti ani elastiki deformasiya qiymətinə və nümunənin ilkin uzunluq qiymətinə görə elastiki sıxılma modulu hesablanır:



Şəkil 40. Nikolayev və Şpiqelqlyas cihazı

1 – gövdə; 2, 3 – aralarında nümunə yerləşən disklər; 4 – yük;
5 – reyka; 6 – şesterna; 7 – əqrəb; 8 – eksentrik; 9 – şkala.

$$E = \frac{P}{\varepsilon}; P = \frac{F}{S}; \varepsilon = \frac{\Delta l}{l} \quad \quad (64)$$

burada: E – sıxılma modulu, q/sm^2 (kq/m^2);

P – işçi gərginlik, q/sm^2 (kq/m^2);

S – en kəsik sahəsi, sm/m^2 ;

ε – deformasiyanın ölçüsüz qiyməti;

l – nümunənin uzunluğu, sm (m);

Δt – deformasiya prosesində uzunluq dəyişməsi, sm (m).

Özlülük aşağıdakı bərabərliklə təyin edilir:

$$\eta_{ef.} = \frac{P}{\frac{dv}{dx}} \quad \quad (65)$$

burada: dv – deformasiya sürəti (nümunənin hündürlük dəyişməsinin zamana nisbəti), sm/san (m/san);

dx – lövhələr arasındakı orta məsafə, sm (m).

Müvazinət halında nümunənin dəyişmiş en kəsik sahəsinə gərginliyi yenidən hesablasaq, onda axının hədd gərginliyini almaq olar.

Göstərilən cihazın köməyi ilə çörək içliyinin, bərk qursaq pendirlərinin reoloji xüsusiyyətləri, saxlanma prosesində onların konsistensiya dəyişkənlikləri öyrənilmiş və bir sıra vacib nəticələr əldə olunmuşdur.

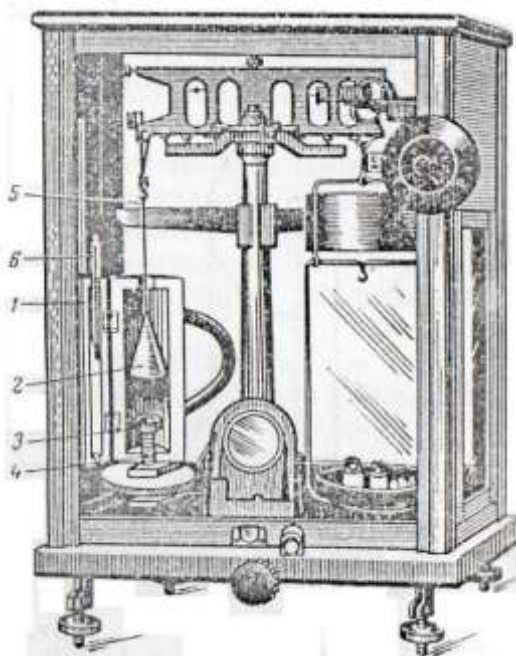
5.4.2.2. Dinamometrik tərəzilər

Son zamanlar, biroxlu sıxılma deformasiyasının modifikasiya edilmiş dinamometrik tərəzilərdə tədqiq olunmasının nəticələri ilə əlaqədar olan çoxsaylı elmi işlər yazılıb nəşr edilmişdir.

Dinamometrik tərəzi ilk əvvəl həlməşiklərin struktur-mexaniki xüsusiyyətlərinin öyrənilməsi üçün təklif edilmişdir. Bu cihazı ADB-200 M markalı analitik tərəziyə oxşatmaq olur, lakin onun sağ tərəfi dəyişilməyib, sol tərəfdə çəki daşı qoyulan fincanın yerinə, 5 nazik polad sapdan 2 puansonu asılmışdır (şəkil 41).

Tərəzi xüsusi özül üzərində quraşdırılmışdır ki, bu da iki bərkidici vasitəsilə stola bərkidilir. Stola 1 termostatin metal köynəyi birləşdirilir. İşçi stolun mərkəzində, nümunəni yerləşdirmək və şaquli olaraq yerini dəyişdirmək üçün tutucuya malik 4 mikrometrik vinti yerləşdirilir.

Yüklənməmiş vəziyyətdə tərəzi müvazinət halında olur. Analitik tərəzilərin işıqlandırıcısında, parlaq olmayan ekranda mikroşkalanı dəqiq əks etdirmək üçün 12 – 15 Bt gücündə olan lampa quraşdırılır. 1 metal köynəyi və işçi stol, cihazın işçi kamerasını əmələ gətirilir.



Şəkil 41. Dinamometrik tərəzi

*1 – termostat köynəyi; 2 – puanson; 3 – işçi stolun qanovu;
4 – nümunəni yerləşdirmək və şaquli olaraq yerini dəyişdirmək
üçün mikrometrik vint; 5 – polad sap; 6 – termometr*

Köynəyə, ultratermostatdan su verilir. İşçi kameranın temperaturuna 6 termometri və ya $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ dəqiqlikli termocütlə nəzarət olunur. Ölçmə prosesində nümunə qurumasının qarşısını almaq üçün işçi kameranın boşluğu su buxarları ilə doydurulur. Bir neçə damcı miqdarında su, ölçmənin əvvəlində işçi stolda yerləşən 3 xüsusi yuvacığın (qanova) tökülür.

Bu cihaz nümunənin 0,01-dən 5,0 mm-dək hədlərdə olan deformasiyasını dəqiqliklə və asanlıqla ölçməyə və ölçülmə

xətası 5,0% olan, qəbul oluna bilən nəticələr almağa imkan verir.

Şərh edilən bu cihazın köməyi ilə deformasiyanın, 10^{-3} -dən 10 kq/m^2 -dək elastiklik modulu olan sistemlər üçün gərginlikdən, temperaturdan və zamandan asılılığını ölçmək olar.

Ölçmə metodikası. Ölçməyə başlamazdan əvvəl, mikroskopun bölünmə qiymətini müəyyən etmək lazımdır. Bunun üçün çəkinin sıfır qiyməti müəyyənləşdirilərək, işçi stola dəqiq təyin olunmuş qalınlıqlı metal lövhə yerləşdirilir və puanson buraxılır. İşıqlanan şkaladan bölgülərin sayı müəyyən edilir. Lövhənin qalınlığını bölgülərin sayına bölərək, bir bölgünün qiyməti alınır.

Ölçülməyə məruz qoyulacaq nümunələr, $d=10 - 13 \text{ mm}$, $h=13 - 20 \text{ mm}$ ölçülərə malik silindrik formalı olmalıdır, belə ki, tədqiqata məruz qoyulan xammallara göstərilən əməliyyatların paralelliyinə xüsusi tələblər irəli sürülür. Müxtəlif ədəbiyyat mənbələrində belə nümunələrin bir neçə hazırlanma üsulu göstərilmişdir.

İşçi stolun qanovuna bir neçə damcı distillə olunmuş su əlavə edilir, nümunə yerləşdirilir və qapaq bağlanır, köynəyi termostatlaşdırılır və sıfır nöqtəsi müəyyən edilir.

Sıfır nöqtəsini müəyyən etmək üçün aşağıda şərh olunan üsul təklif edilir: ani deformasiyanın ən azı üç yüklənmədəki qiyməti ölçülür (məsələn, 1, 2 və 3 q yüklənmədə). Yüklənmə müddəti koordinatlarında eksperimental nöqtələrdən düz xətt keçirilir. Bu düz xətti sıfır nöqtəsinə ekspolyasiya edərək, ordinat oxunda müəyyən parçanı alırlar ki, bu da sıfır nöqtəsi kimi qəbul edilir və sonradan hər bir göstəricidən bu parça çıxır.

Sıfır nöqtəsi müəyyən edilib, sınaq nümunəsi verilən temperaturda 15-30 dəq. ərzində termostatlaşdırılır. Bütün bu dövr ərzində tərəzi bağlı qalır və yük sınaq nümunəsini sıxmır. Termostatlaşdırma qurtardıqda, eyni zamanda yükün təsiri və saniyəölçən işə salınır (çəki fincanından müəyyən yük götürülür). İlk 5-10 dəq.-də şkala üzrə hesablama hər 30 san-dən

Eləcə də jelatin və marmelad kütlələrinin həlməşikləri üçün konsentrasiyasından asılı olaraq yumşaqlığın öyrənilməsi həyata keçirilmişdir, belə ki, sonuncu halda dinamometrik tərəzilərlə mütləq vahidlərə malik nəticələr verməyən Valent cihazını dəyişmək məsləhət görülmüşdür.

Yuxarıda baxılan cihazlar və reoloji xüsusiyyətlərin hesablanması üsulları, eləcə də onların praktikada istifadə nəticələri göstərir ki, reoloji metodlar, tədqiqat məqsədləri üçün istifadə olunduğu kimi, həm də texnoloji proseslərin təkmilləşdirilməsi məqsədilədə istifadə edilə bilər. Ölçmə nəticələrinin mütləq vahidlərlə alınması isə, müxtəlif tədqiqatlardan alınan nəticələri müqayisə etməyə imkan verir.

VI BÖLMƏ

QIDA MƏHSULLARININ KEYFİYYƏTİNƏ NƏZARƏT ÜÇÜN İŞLƏDİLƏN CİHAZ VƏ TEXNİKİ VASİTƏLƏR

Müasir dövrdə istehsal şəraitlərində və laboratoriyalarda fiziki-kimyəvi tədqiqatlarla yanaşı qida məhsullarının keyfiyyətinə avtomatik nəzarət üsulları da geniş tətbiqini tapmışdır.

6.1. Qida məhsullarının tərkibi və xassələrinin avtomatlaşdırılmış təyini üsullarının təsnifatı

Qida məhsullarının keyfiyyətini xarakterizə edən xüsusiyyətlərin təyin olunması prosesinin avtomatlaşdırılması, onların tədqiqi üsullarının sonrakı inkişafı və təkmilləşdirilməsinin vacib mərhələsi hesab olunur.

Avtomatlaşdırılmış nəzarət-ölçü cihazları və qurğuları müvafiq keyfiyyət göstəricilərinin yüksək təyinat dəqiqliyini təmin etməklə yanaşı, həm də qida məhsullarının istehsalı, daşınması, saxlanması və realizə olunması zamanı analiz və ölçmələrin aparılmasına sərf edilən zamanı xeyli dərəcədə ixtisar etməyə imkan verir.

Qida məhsullarının tərkibi və xüsusiyyətlərinin müasir zamanda tətbiq olunan avtomatlaşdırılmış təyinat üsulları son dərəcə müxtəlifdir. Onlar tədqiq edilən məhsulların ilkin dəyişdiricilərlə (vericilər) fiziki, kimyəvi, elektrik, atom və digər qarşılıqlı əlaqə effektlərində istifadəyə əsaslanır. Vericilərin ötürdüyü siqnallar ikinci cihazlar tərəfindən başa düşülərək qəbul edilir və informasiyaya çevrilir.

Vericilərin və ikinci cihazların tətbiq olunan sxem və konstruksiyalarının müxtəlifliyi bu üsulların təsnifatlaşdırılması vacibliyini və onların sistemləşdirilməsini şərtləndirir (cədvəl 18).

Praktiki istifadə üçün maddələrin bilavasitə ölçülən tərkibinə və xassələrinə nəzarət üsullarının 18-ci cədvəldə göstərilən təsnifatı daha əlverişli hesab edilir.

Cədvəl 18

Maddələrin tərkibi və xassələrinin bilavasitə ölçülmə üsullarının təsnifatı

Məhsulun xassələri-ni xarakterizə edən, nəzarət olunan parametrlər	Təyin olunan xassələr	Nəzarət üsulları
Mexaniki xassələr	Sıxlıq Xüsusi çəki Dinamik və kinematik özlülük əmsalı	Üzgəcli, çəkili, Hidrostatik, dinamik Kapilyar, enən şar, fırlanan səthlər
Termodinamiki xassələr	Reaksiyaların istilik effekti Buxarların elastikliyi	Termodinamiki Monometrik
Elektrokimyəvi xassələr	Elektrik keçiriciliyi Elektrod potensialı Elektrod potensialının hərəkəti İonların ayrılma potensialı və cərəyanının sıxlıq həddi Elektroliz sürəti	Konduktometrik Potensiometrik Depolyarizəlanmış, qalvanik Polyaroqrafik Kulonometrik
Dalğa xassələri	Şüalanma intensivliyi, işığın səpələnməsi və udulması İşığın sınma göstəricisi Polyarlaşma səthinin fırlanması Rentgen və radioaktiv şüalanma mühiti ilə qarşılıqlı əlaqə intensivliyi Ultrasəsin yayılma və udulma sürəti Elektromaqnit rəqslərinin udulma intensivliyi	Fotometrik, fotokolorimetrik, nefelometrik, spektrometrik, optiko – akustik, kvantometrik Refraktometrik, interferometrik Polyarimetrik Rentgenospektrometrik, radioizotop Ultrasəs Atom-maqnit rezonansı, elektron, paramaqnit rezonansı.
Elektrik və maqnit xassələri	Qazların və buxarların elektrik keçiriciliyi Dielektrik keçiriciliyi Xüsusi maqnit qəbulediciliyi Hissəciklərin nisbi yüklənməsi	Termiki ionlaşma, radioaktiv şüalanma ilə ionlaşma, fotoionlaşma Dielkometrik, həcmi Termomaqnit, maqnitoeffuzion, maqnitomexaniki Mass – spektrometrik

6.2. Avtomatlaşdırılmış nəzarət üçün texniki vasitələrə verilən tələblər

Qida məhsullarını tədqiq etmək üçün tətbiq olunan cihazlara xüsusilə kəskin tələblər irəli sürülür. Əksər qida məhsulları müxtəlif kimyəvi aktiv maddələrə malik olur və buna görə də onlarla təmasda olan materiallar aşınmaya və eroziyaya qarşı dayanıqlılıqla üstünlük təşkil etməlidir. Eyni zamanda bu materialların tədqiq edilən qida məhsullarına, onların dadı və rənginin pisləşməsinə, qidalılıq dəyərinin azalmasına, kənar iyin yaranmasına və bu kimi digər xoşagəlməz halların əmələ gəlməsinə gətirib çıxaran təsir göstərmə mümkünlüyü istisna təşkil etməlidir.

Tədqiqat işləri yerinə yetirilən zaman kənar mikroflo-ranın inkişafı imkanlarını aradan qaldırmaq və məhsula toksiki maddələrin düşməsinə istisna etmək vacibdir.

Radioaktiv, yüksək tezlikli və ultrasəs cihazlarından istifadə olunmaqla yerinə yetirilən tədqiqatlar, şüalanmanın qida məhsullarının keyfiyyətinə və onların mikroflorasına zərərli təsir göstərə bilməsi mümkünlüyü nəzərə alınmaqla həyata keçirilməlidir.

Qida məhsullarının tərkibinə və xassələrinə avtomatik nəzarət etmək üçün istifadə olunan texniki vasitələr Beynəlxalq Standartlar, eləcə də sənaye cihazları və avtomatlaşdırma vasitələri Dövlət sistemi tərəfindən irəli sürülən tələblərə tam cavab verməlidir.

Sənaye cihazları və avtomatlaşdırma vasitələri Dövlət sistemi vahid texniki tələblərə müvafiq, giriş və çıxış siqnallarının vahid parametrlərinə və vahid normallaşdırılmış əndazə və birləşdirilmiş ölçülərə, eləcə də məqsəduyğun iqtisadi dəqiqliyə, etibarlılığa və uzunömürlüyə malik olan informasiyaların alınması, işlənməsi və istifadəsi üçün unifikasiya olunmuş blokların, cihazların və qurğuların normalaşdırılmış, sıralarının məcmusudur. Sənaye cihazları və avtomatlaşdırma vasitələri Dövlət sisteminin məmullatları unifikasiyaların maksimal müm-

kün səviyyəsini və istehsalat üçün ümumi texnoloji bazanı təmin edən unifikasiyaedilmiş strukturlara, konstruktiv parametrlərə və siqnallara malik olan baza konstruksiyaları əsasında hazırlanır.

Hazırda qida məhsullarının tərkibi və xassələrini tədqiq etmək üçün, sənaye cihazları və avtomatlaşdırma vasitələri Dövlət sistemi qurulmamışdan əvvəl işlənib hazırlanmış xeyli çoxlu sayda cihazlar istifadə olunur. Sənaye cihazları və avtomatlaşdırma vasitələri Dövlət sisteminin bütün tələblərini təmin edən unifikasiyaedilmiş cihazlardan istifadəyə mərhələli keçid, qida məhsullarının keyfiyyətinə nəzarət sisteminin effektivliyini yüksəltməyə və tam avtomatlaşdırmaqla qida məhsulları istehsalının sonrakı inkişafını təmin etməyə imkan verir.

6.3. Səpələnən (dənəvər) qida məhsullarının temperaturu və nəmliyinin məsafədən ölçülməsi

Müasir zamanda səpələnən (dənəvər) qida məhsullarının (şəkər tozu, buğda dənələri və s.) qurudulması və saxlanılması proseslərində temperaturu və nəmliyinin məsafədən ölçülməsi üsulları geniş təşəkkül tapmışdır. Bu üsulların tətbiq olunması uyğun göstəricilərin təyin edilməsinə sərf edilən zamanın xeyli ixtisar edilməsi və sisteməlik olaraq orta nümunənin götürülməsi kimi çox zəhmət tələb edən əməliyyatların aradan götürülməsi hesabına göstərilən proseslərin texnologiyasını təkmilləşdirməyə və effektivliyini yüksəltməyə imkan verir.

Dənəvər qida məhsullarının temperaturu və nəmliyinin məsafədən ölçülməsi üsullarının mahiyyəti aşağıda göstərilənlərlə şərtlənir. Bir və ya iki parametri (temperatur, nəmlik) təyin edən cihazın ötürücülərini məhsulun müxtəlif nöqtələrinə yerləşdirilir. Kommunikasiya kabelinin köməyi ilə ötürücülər ikinci cihazla (göstərən və ya qeydə alan) birləşdirilir. Fasilələrlə cihazın göstəricilərinin götürülməsi həyata keçirilir və alınan məlumatlar əsasında məhsul kütləsində temperatur və nəmlik sahələrindəki dəyişkənliklər müəyyən edilir.

Paralel olaraq məhsulu əhatə edən havanın temperaturu və nəmliyi ölçülür.

Əldə edilən informasiya məhsul və ətraf mühit arasında baş verən istilik və kütlə mübadiləsi proseslərinin, eləcə də məhsulun özünün daxilindəki istilik və kütlə keçiriciliyinin inkişafını izləməyə imkan verir və bu proseslərin tənzimlənməsi üzrə tədbirlərin keçirilməsi üçün əsas kimi xidmət göstərir.

Temperaturun məsafədən ölçülməsi zamanı ötürücülər qismində, adətən məftil və ya yarımkeçirici termomüqavimətlərdən, eləcə də termocütlərdən istifadə edilir.

Temperaturun *müqavimət termometrləri* ilə ölçülməsi cərəyan keçirici materialın (məftilin və ya yarımkeçiricinin) temperatur dəyişkənliyindən asılı olaraq özünün elektrik müqavimətini dəyişməsi xassəsinə əsaslanır. Temperaturu artırıqda metal keçiricilərin elektrik müqavimətinin qiyməti yüksəlir, yarımkeçiricilərdə isə azalır.

Müasir zamanda sənaye tərəfindən seriyalı şəkildə iki qrup *məftilli müqavimət termometrləri* buraxılır: platinli müqavimət termometrləri (PMT) və mis müqavimət termometrləri (MMT). 50-dən 180⁰C-dək temperatur intervalında işləmək üçün mis müqavimət termometrlərindən, 200-dən 600⁰C-dək daha geniş temperatur diapazonunda isə platinli müqavimət termometrlərindən istifadə edirlər.

Yarımkeçirici müqavimət termometrləri (termistorlar) bir neçə metal oksidlərin qarışığından hazırlanır. Ənənəvi olaraq hazırda sənaye tərəfindən MMT tipli mis-manqan və KMT tipli kobalt-manqan termistorları istehsal edilir.

Termistorlar – digər müqavimət termometrlərindən daha yüksək həssaslığı ilə fərqlənir. Onlar daha kompaktdırlar və xarici mühitin təsirindən qorunmaq üçün şüşə daxilinə salına bilirlər.

Ölçülən temperaturların nisbətən kiçik diapazonu (–70⁰C-dən 120-180⁰C-dək) və ölçücü sxemi əlavə olaraq tənzimləmədən qarşılıqlı əvəzlənməni istisna edən müqavimət

nominalına görə ayrı-ayrı nüsxələrin xeyli səpələnməsi (20%-dək) termistorların çatışmazlığı hesab olunur.

Məftil müqavimət termometrləri və termistorlar ilə bir komplektdə tətbiq edilən ikinci cihazları üç qrupa bölmək olar:

1. *Loqometrlər (ommetrlər);*
2. *Tarazlaşdırılmış körpülər;*
3. *Tarazlaşdırılmamış körpülər.*

Loqometrlərin təsir prinsipi sabit maqnit sahəsi ilə müəyyən bucaq altında çarpazlaşmış və öz aralarında sərt çarpazlaşmış iki çərçivə arasında axan cərəyanla yaradılan maqnit sahələrinin qarşılıqlı əlaqəsinə əsaslanır. Loqometrin maqnit sistemi xətlər üzrə maqnit induksiyaının daha böyük qiymətini təmin edir ki, bu induksiya maqnit sonluqlarının ortasından və ətrafında çərçivələr fırlanan silindrik özəyin, yəni rotorun mərkəzindən keçir. Ötürücünün müqaviməti dəyişən zaman çərçivələrin birindən böyük güclü cərəyan keçir, momentlər bərabərliyi pozulur və cihazın əqrəbi ilə əlaqələnməmiş hərəkət sistemi çevrilir. Qidalandırıcı körpünün müəyyən rəqs hədlərində cihazın göstəricilərinə gərginliyin təsir göstərməməsi, bu cihazın ən böyük uğuru hesab olunur.

Tarazlaşdırılmış körpülər termistorların elektrik müqavimətini ölçmək üçün daha geniş yayılmış cihazlar sayılır.

Bu tarazlaşdırılmış körpülərin iş prinsipi, körpünün termomüqavimət qoşulan çiyini ilə körpü zəncirində vacib olan tarazlığı təminatlandıran reoxord olan tarazlaşdırıcı çiyini arasındakı tarazlığın qorunmasından ibarətdir.

Tarazlaşdırılmamış körpülər, əsasən yarımkeçirici müqavimət termometrləri ilə istifadə olunur, lakin onlar cərəyanın enib-yüksəlməsinə qarşı həssas olduqlarından, onların istifadəsi məhduddur.

Termoelektrik termometrlərin köməyi ilə temperaturun ölçülməsi termoelektrik effektindən istifadəyə əsaslanır. Bu effekt, onların birləşmə yerlərindəki temperatur qradientində iki müxtəlif cinsli keçiricidən ibarət olan qapalı zəncirdə elektrik cərəyanının əmələ gəlməsindən ibarətdir.

İstifadə edilən materiallardan asılı olaraq termocütləri iki qrupa bölünür:

1. Nəcib metallardan hazırlanan termocütlər;
2. Paslanan metallardan hazırlanan termocütlər.

Birinci qrupa məsələn, yuxarı ölçmə həddi 1300°C olan *platinorodiy-platinli* (TPP) termocüt aid edilir. İkinci qrupa 1000°C -dək temperaturu ölçmək üçün *xromel-alümel* (TXA), yuxarı ölçmə həddi 600°C olan *xromel-kopel*, 400°C -dək temperaturu ölçmək üçün *mis-konstant* termocütləri aid edilir.

Qeyd edək ki, xromel – 89% nikel, 10% xrom və 1% dəmirdən, alümel – 94% nikel, 2% alüminium, 2,5% manqan, 1% silisium, 0,5% dəmirdən, kopel isə 44% nikel və 56% misdən ibarət olur.

Mexaniki zədələnmələrdən və kimyəvi cəhətdən aqressiv olan mühitlərdən mühafizə etmək üçün termocütlər qoruyucu xüsusi örtük içərisinə yerləşdirilir. Termoelektrodlar bir-birindən və qoruyucu armaturdan keramik (çini) və ya şüşə izolyatorların köməyi ilə izolə edilir.

Termoelektrohərəkətverici qüvvəni (t.e.h.q.) ölçmək üçün termocütlər zəncirinə millivoltmetr və ya potensiometr daxil edilir.

Termoelektrik termometrlərin termoelektrohərəkətverici qüvvəsini ölçmək üçün ikinci cihazlar qismində tətbiq olunan millivoltmetrlər və potensiometrlər, konstruksiyalarından asılı olaraq bir və ya bir neçə termocütlə bir komplektdə işləyə, lent və ya diaqramda göstəricilərin qeydiyyatı üçün qurğuya malik ola bilər.

Millivoltmetrlərin iş prinsipi qütbləri arasında çərçivə yerləşən sabit maqnitin maqnit sahəsi ilə fırlanan çərçivənin buruqlarından keçən elektrik cərəyanının qarşılıqlı təsirinə əsaslanır.

Potensiometrlərin köməyi ilə *termoelektrohərəkətverici qüvvəni* (t.e.h.q.) ölçülməsi kompensasiya üsulu ilə həyata keçirilir. Bu zaman ölçülən termoelektrohərəkətverici qüvvə kalibrələnmiş müqavimətlərdə cərəyanın məlum düşgüsünədək

tarazlaşdırılır, ölçücü cihaza verilən ölçülən və məlum elektrohərəkətverici qüvvənin nəticələnən effekti isə sıfıra çatdırılır. Normal element qismində 20°C temperatur həddində 1,0183 B elektrohərəkətverici qüvvə ilə üstünlük təşkil edən və bunu kiçik yüklənmələr zamanı saxlayan cıvəli-kadmiumlu qalvanik Veston elementindən istifadə edilir.

Dənəvər (səpələnən) qida məhsullarının nəmliyinin məsafədən təyin edilməsi, onların temperaturunun təyin edilməsi ilə müqayisədə daha mürəkkəb məsələdir. Bu, təyin olunan parametrlərin xüsusiyyəti ilə izah edilir. Əgər məhsulun temperaturunu ölçən zaman qızma dərəcəsi haqqında və ya başqa sözlə, bütövlükdə, verilən məhsulun molekullarının orta kinetik enerjisi haqqında məlumat (informasiya) almaq kifayətdirsə, onda nəmliyi təyin edən zaman tədqiq edilən maddənin molekulları ilə məhsulda olan su molekulları arasındakı nisbəti təyin etmək lazımdır.

Məlumdur ki, qida məhsulları nəmliyi müxtəlif üsullarla saxlaya bilər, yəni nəmliyin, öz enerjisində və buna uyğun olaraq əlaqə möhkəmliyinə görə fərqlənən əsas materialla bir neçə əlaqə forması mövcuddur. Bundan əlavə, məhsulda mövcud olan nəmlik onun sıxlığı, səpələnmə (dənəvərlik) qabiliyyəti, elastikliyi, dielektrik keçiriciliyi, elektrik müqaviməti və bu kimi digər xassələrinə təsir göstərir. Bu səbəblərdən bir çox qida məhsulları üçün nəmliyin məsafədən təyin edilməsi məsələsinin həlli çətinləşir, lakin səpələnən qida məhsulları ilə bağlı müəyyən irəliləyişlər qeydə alınmışdır.

Müasir dövrdə şəkər tozunun, taxılın və digər qida məhsullarının nəmliyinin məsafədən ölçülməsi üsulları işlənilmiş və istehsal şəraitlərində praktiki olaraq həyata keçirilir. Bu üsullar məhsulun elektrofiziki xassələr dəyişkənliyinin onun nəmlik dəyişkənliyindən asılılığına əsaslanır.

Qida məhsullarının nəmliyinin məsafədən ölçülməsi üsullarından biri *həcmi metod*dur. Nəmliyin dəyişməsi ilə məhsulun dielektrik keçiriciliyi qiymətinin dəyişməsi xassəsi, nəmliyin həcmi ölçülməsi üsulunun əsasını təşkil edir. Məlumdur

ki, suyun dielektrik keçiriciliyi sabit kəmiyyətdir və 81-ə yaxındır ($\epsilon \sim 81$ f/n), bir çox quru maddələr üçün isə bu kəmiyyət 2,0-dən 10,0-də qiymətlər arasında dəyişir. Buna görə də, maddənin nəmliyi hətta cüzi dəyişdikdə belə, onun dielektrik keçiriciliyinin dəyişməsi halı baş verir.

Bu üsul məhsuldakı sərbəst (qurutma ilə kənarlaşdırılan) nəmliyin miqdarını kifayət qədər dəqiqliklə müəyyən etməyə imkan verir.

Birləşmiş nəmlik (bərk maddələrlə ion, molekulyar rabitə ilə birləşən su molekulları) üçün bu üsulu tətbiq etmək yarırsızdır, belə ki, birləşmiş suyun dielektrik keçiriciliyinin qiyməti 2,2-dən 15 f/n-dəkdir. Qida məhsulunun nəmliyinin həcmi üsulla təyin olunması məhsulun dielektrik keçiriciliyinin qiymətinin dəyişməsinə gətirib çıxarır.

Həcmi təyinat üsulunda üç əsas qurğudan, yəni

1. Yüksək tezlikli generatordan;
2. Vericidən;
3. Ölçücü cihazdan istifadə olunur.

Həcmi nəmlikölçənlərin ötürücüləri içərisinə tədqiq olunan məhsul yerləşdirilən silindrik və ya yastı formalı kondensator kimidir. Kondensatorun ətrafına (çərçivəsinə) gərginlik verilir və onun tutumu ölçülür. Bu zaman nəzərə alınır ki, kondensatorlu ötürücünün tutum qiymətinə dielektrik keçiriciliyi ilə yanaşı, yığıcı sıxlığı və materialın kütləsi, onun temperaturu, elektrik keçiriciliyi və digər amillər də təsir göstərir. Bu amillərin təsirini azaltmaq üçün uyğun düzəlişlər tətbiq edilir.

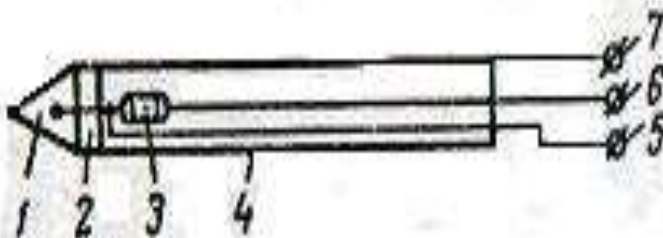
Hazırda taxıl üçün, onun nəmliyinə məsafədən nəzarəti təmin edən həcmi (tutum) nəmlikölçənlər yaradılmış və tətbiq olunur. AVP nəmlikölçən cihaz taxıl dəninin 10-20% diapazonunda olan nəmliyini $\pm 1,0\%$ -dək dəqiqliklə təyin etməyə imkan verir. Bu cihazın analoqları olan OTİ-1 və OTİ-2 markalı cihazlar da mövcuddur.

Nəmliyin konduktometrik üsulla ölçülməsi, buğda, un, şəkər tozu və digərləri kimi səpələnən qida məhsulları üçün

geniş tətbiq edilir. Bu üsul, məhsulun nəmliyi ilə onun elektrik müqaviməti arasında mövcud olan asılılığa əsaslanır. Nəmliyin konduktometrik üsulla təyin edilməsi materialın müqavimətinin ölçülməsinə gətirib çıxarır.

Ölçmə qurğusu ötürücüdən və müqavimətiölçən ikinci cihazdan ibarət olur ki, bu ötürücü də bir çox elektrod şəklində olur və onun köməkliyi ilə tədqiq olunan məhsuldan elektrik cərəyanı buraxılır.

Misal kimi aşağıda, şəkər tozunun nəmliyi və temperaturunu məsafədən ölçmək üçün cihaz qurğusuna diqqət yetirək. O, ötürücüdən, E-6-3 tipli teraometrdən və kommutasion qurğudan ibarətdir (şəkil 42).



Şəkil 42. Nəmlikölçən vericinin sxemi

- 1 – konusşəkilli ucluq; 2 – floroplast izoləedici;
3 – MMT – 1 – 100 tipli termistor; 4 – korpus;
5, 6, 7 – çıxışlar.

Konikşəkilli 1 ucluğu və 4 gövdəsi elektrodlar kimi xidmət göstərilir. Onlar bir-birindən kalibrlənən qalınlığa malik floroplast materialdan hazırlanan izoləedici ilə ayrılmışlar. Temperaturu ölçmək üçün ötürücünün daxilində MMT-1-100 tipli 3 kondensatoru qurulmuşdur. Şəkər tozunun elektrik müqavimətinin, eləcə də termistorun müqavimətinin ölçülməsi 10^3 -dən 10^{12} Om-dək işçi ölçmə diapazonuna malik E-6-3 tipli teraometrin köməyi ilə həyata keçirilir. Nəmliyə görə ölçmə

xətası $\pm 0,01\%$, temperatura görə isə $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ təşkil edir. Cihazın komplektinə 10-15 m-dək məsafədən ölçməni təmin edən 5-10 ötürücü daxil olur.

Səpələnən (dənəvər) qida məhsullarının nəmliyi və temperaturunu təyin etmək üçün yuxarıda şərh olunan cihazların praktiki tətbiqi, onların keyfiyyətinə daha yüksək elmi səviyyədə nəzarət problemini həll etməyə imkan verir.

ƏDƏBİYYAT

1. Analitik kimyanın əsasları. 2 kitab. Kitab 1. Ümumi suallar. Ayırma metodları. Y.A.Zolotov, E.N.Doroxova, V.İ.Fadeeva və b. Y.A.Zolotovun redaktorluğu ilə. (Tərcümə olunmuş) – M.: 1999. – 436 s.

2. Analitik kimyanın əsasları. 2 kitab. Kitab 2. Kimyəvi analiz metodları. Y.A.Zolotov, E.N.Doroxova, V.İ.Fadeeva və b. Y.A.Zolotovun redaktorluğu ilə. (Tərcümə olunmuş) – M.: 1999. – 574 s.

3. Həsənova S.İ., Həşimov X.M. Qida kimyası. – Bakı.: İqtisad Universiteti nəşriyyatı, 2010. – 478 s.

4. Mikayilov V.Ş. Qida məhsullarının dequstasiyası. – Bakı.: Kooperasiya nəşriyyatı, 2012. – 384 s.

5. Mustafayev F.Ə., Rüstəmov E.Ə. Yeyinti məhsullarının laboratoriya müayinələri. – Bakı.: Elm, 2010. – 448 s.

6. Базарнова Ю.Г. Методы исследования сырья и готовой продукции. – Санкт – Петербург.: Издательство Санкт – Петербургского Государственного Универ-та, 2013. – 76 с.

7. Березкин В.Г. Газовая хроматография в нефтехимии. – М.: Наука, 1975.

8. Бузун Г.А., Джемухадзе К.М., Милешко Л.Ф. и др. Применение полиамида для выделения белков и ферментов из растений, богатых фенольными соединениями. – В кн «Методы современной биохимии». Под ред. В.Л.Кретовича, К.Ф. Шольц. – М.: Наука, 1975

9. Гаврикова Э.В., Козьмина Н.П., Творогова Н.Н. «Прикладная биохимия и микробиология». Т. XI, вып. 1, 1975, с. 78.

10. Динаиская Э. И., Робышева З. Н., Горобцова Т.А. и др. Методы определения витаминов в дрожжах. – М., ОНТИТЭИ – микробиопром, 1974.

11. Запрометов М.Н. Основы биохимии фенольных соединений. – М., Высшая школа, 1974.

12. Зобова Р.Г., Ходак А.П. «Хлебопекарная и кондитерская промышленность», 1973, № 10, с. 18.

13. Зубрев Н.И., Лурье И.С., Лукьянов А.Б. «Хлебопекарная и кондитерская промышленность», 1973, № 5, с. 20.

14. Исследование продовольственных товаров / В. И. Базарова, Л.А. Боровикова, Л.А. Дорофеев и др. – М.: Экономика, 1986. – 296 с.

15. Касторных М.С., Кулаковская Н.А., Хомутов Б.И. и др. Динамика накопления продуктов окисления при неингибированном автоокислении свиного топленого жира. – В сб. научных трудов «Товароведение пищевых продуктов», вып. 5, с. 96. – М.: Изд. МИНХа, 1975.

16. Клячко Ю.А. Методы анализа пищевых продуктов. – М.: Наука, 1988. – 270 с.

17. Коренман Я.И., Лисицкая Р.П. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов. – Воронеж.: Издательство Воронеж. Гос. Технол. Акад., 2002. – 408 с.

18. Колесник А.А., Лам – Тыи. Изменение количественного аминокислотного состава краснокочанной капусты в процессе хранения. – В сб. научных трудов «Товароведение и технология торговли и общественного питания», вып. 2, с. 24. – М.: Изд. МИНХа, 1974.

19. Король А.Н. Неподвижные фазы в газожидкостной хроматографии. – Киев.: Наукова думка, 1969.

20. Крусъ Г.Н. Шальгина А.М., Волокитина З.В. Методы исследования молока и молочных продуктов. – М.: Колос, 2000. – 368 с.

21. Лабораторный практикум по общей технологии пищевых производств / А.А.Виноградова, Г.М.Мелькина, Л. А. Фомичева и др. Под ред. Л.И.Ковальской. – М.: Агропромиздат, 1991. – 335 с.

22. Литвинов Л.Д., Руденко Б.А. Газовая хроматография в биологии и медицине. – М.: Медицина, 1971.

23. Лурье А.А. Сорбенты и хроматографические носители. – М.: Химия, 1972.

24. Ляликов Ю.С. Физико – механические методы анализа. – М.: Химия, 1974.

25. Методы анализа пищевых сельскохозяйственных продуктов и медицинских препаратов. Пер. с англ. Под ред. А.Ф. Наместникова. – М.: Пищевая промышленность, 1974.

26. Методы биохимического исследования растения / А. И. Ермаков, В. В. Арасимович, Н. П. Ярош и др. Под Ред. А.И.Ермакова. – Л.: Агропромиздат. Ленинградское отделение, 1987. – 430 с.

27. Новые методы анализа аминокислот, пептидов и белков. Пер. с англ. Под ред. Ю.А.Овчинникова. – М.: Мир, 1974.

28. Подлегаева Т.В., Просеков А.Ю. Методы исследования свойств сырья и продуктов питания. Учебная пособие. – Кемерово, 2004.

29. Сакун В.А. Сушка и активное вентилирование зерна и зеленых кормов. – М.: Колос, 1974.

30. Скробанский Г.Г., Парамонова Т.Н. Экспресс – информация ЦНИИТЭИпищепром. «Консервная промышленность», вып. 9, с. 17, – М., 1975.

31. Соловьева Е.И., Любивая А.И., Кабанова Н.Н. и др. – М.: Консервная и овощесушильная промышленность, 1974, № 11, с. 38.

32. Сосновский А.Г., Столярова Н.И. Измерение температур. – М.: Изд. стандартов, 1970.

33. Шеллард Э. Количественная хроматография на бумаге и в тонком слое. – М.: Мир, 1971.

34. Guiochon G., Goedert M. “Chimie analytique”, 1971, N 4, 214.

M Ü N D Ə R İ C A T

Giriş	3
I BÖLMƏ. QIDA XAMMALLARI VƏ HAZIR QIDA MƏHSULLARININ KEYFİYYƏT QIYMƏTLƏNDİRMƏSİNİN NƏZƏRİ ƏSASLARI	6
1.1. Termin və təyinlər	6
1.2. Laboratoriya nəzarətinin təşkili	8
1.3. Qida xammalları və hazır qida məhsullarının keyfiyyət göstəricilərinin təyini metodları	14
1.4. Qida məhsullarının tədqiqinin müasir üsullarının əhəmiyyəti	22
1.5. Miqdari kimyəvi analiz, onun əhəmiyyəti və inkişafı	25
1.5.1. Miqdari kimyəvi analizin inkişafı	27
II BÖLMƏ. QIDA MƏHSULLARININ SPEKTRAL TƏDQIQAT ÜSULLARI.	30
2.1. Absorbsiyalı spektroskopiya	30
2.1.1. Absorbsiyalı spektroskopiyanın nəzəri əsasları	30
2.1.1.1. Spektroskopiyanın əsas qanunu	32
2.1.1.2. Molyar udulma əmsalı	35
2.1.1.3. Xromofor qrupların udulması	39
2.1.2. Qida məhsullarının analizi üçün absorbsiyalı spektroskopiyanın tətbiqi	40
2.1.2.1. Yağın 2 – tiobarbitur turşusu (TBT) ilə oksidləşmə dərəcəsinin təyini	40
2.1.2.2. Süd piyinin oksidləşmə dərəcəsinin təyini	41
2.1.2.3. Kərəyağı piyinin oksidləşmə dərəcəsinin təyini	42
2.1.2.4. Floroqlisinlə piyin oksidləşmə dərəcəsinin təyini (Kreys – Luriyə görə)	43

2.1.2.5. Karbazol metodu ilə pektin maddələrinin təyini	44
2.1.2.6. Bitki məhsullarında fenol birləşmələrinin təyini	47
2.1.2.7. Şərablarda və üzümdə fenol maddələrinin təyini	48
2.1.2.8. Meyvələrdə fenolların ümumi miqdarının təyini	49
2.1.2.9. Şərablarda vanilinin köməyi ilə fenol birləşmələrinin təyini	49
2.1.2.10. Şərablarda antosianların və leykoantosianların təyini	50
2.1.2.11. Çayda katexinlərin cəm miqdarının təyinedilməsi (təcili metod)	52
2.1.2.12. Çayda kofeinin miqdarının təyini	54
2.1.2.13. Teobrominin və ya kofeinin təyini	55
2.1.2.14. Əksetmə metodu ilə ətin tərkibindəki mioqlobinin təyini	57
2.2. Spektral analiz xətlərinin mənbələri	59
2.3. İnfraqırmızı spektroskopiya	63
2.3.1. İnfraqırmızı spektrlərin alınması və nümunələrin hazırlanması	67
2.3.2. İnfraqırmızı spektrlərin oxunması (şifrlərin açılması)	68
2.4. Atom-absorbsiyalı spektroskopiya	73
2.4.1. Atom absorbsiyasının nəzəri əsasları	73
2.4.2. Analiz üçün nümunələrin hazırlanması	77
2.4.3. Alovun seçilməsi	81
2.4.4. Işıq mənbəyi	82
2.4.5. Ayrı-ayrı elementlərin təyin olunma xüsusiyyətləri	83
2.4.6. Alovşuz spektroskopiya	90

III BÖLMƏ. QIDA MƏHSULLARININ XROMATOQRAFİK ANALİZ

ÜSULLARI	92
3.1. Xromatoqrafiya nəzəriyyəsinin əsasları və xromatoqrafiya növləri	92
3.1.1. Xromatoqrafik ayrılma prinsipi	92
3.1.2. Xromatoqrafiyanın əsas növləri və onların təsnifatı	93
3.2. Qaz xromatoqrafiyası	99
3.2.1. Qaz xromatoqrafiyası metodunun əsasları və prinsipi	99
3.2.2. Detektorların xüsusiyyətləri	103
3.2.3. Xromatoqrafiya kolonkalarının xüsusiyyətləri	107
3.2.4. Vəsfi analiz	111
3.2.5. Miqdari analiz	115
3.2.6. Xromatoqrafik piklərin sahələrinin hesablanması	116
3.2.7. Eksperimentin aparılma metodikası	127
3.2.8. Ali yağ turşularının təyini	131
3.2.8.1. Lipidlərin ayrılması	132
3.2.8.2. Metilləşdirmə metodları	133
3.2.8.3. Qeyri-polyar fazalarda xromatoqrafik ayrılma.	136
3.2.8.4. Polyar fazalarda xromatoqrafik ayrılma	137
3.2.8.5. Yağ turşularının vəsfi və miqdari analizi	138
3.2.8.6. Qida məhsullarının yağ-turşu tərkibinin analizi.	139
3.2.9. Uçucu yağ turşularının təyini	142
3.2.9.1. Pendirdə və kərəyağında uçucu yağ turşularının təyini	143
3.2.9.2. Ətin uçucu yağ turşularının təyini	144
3.2.9.3. Reaksiyalı xromatoqrafiya üsulu ilə kolbasa məmulatlarında uçucu yağ turşularının təyini	145
3.2.10. Pestisidlərin təyini	146
3.2.10.1. Tərəvəzlərdə, meyvələrdə, süddə və onun emal məhsullarında xlorlu zəhərli üzvi kimyəvi	

birləşmələrin təyini.	147
3.2.11. Vitaminlərin təyin edilməsi	151
3.2.11.1. Bitki yağlarında tokoferolun izomer formalarının təyini	151
3.2.12. Triqliseridlərin, aminturşuların və karbohidratların təyini	153
3.2.12.1. Triqliseridlərin təyini	153
3.2.12.2. Aminturşuların təyini	154
3.2.12.3. Karbohidratların təyini	155
3.2.13. Qida məhsullarının aromatinin (ətrinin) analizi	156
3.2.13.1. Qaz ekstraksiyası	159
3.2.13.2. Üzvi həlledicilərlə ekstraksiya	161
3.2.13.3. Distillə üsulu	162
3.2.13.4. Xromatoqrafik ayrılma	168
3.2.13.5. Qoxuların kimyəvi fraksiyalandırılması . . .	175
3.3. Qaz-maye xromatoqrafiyası	183
3.4. Qaz-bərk xromatoqrafiya	186
3.5. Kağız üzərində paylaşdırıcı xromatoqrafiya . . .	188
3.5.1. Hisə verilmiş məhsulların fenol tərkibinin təyini	192
3.6. Nazik təbəqəli xromatoqrafiya (NTX) üsulu . . .	192
3.6.1. Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üsulunun əsasları.	204
3.6.1.1. Nazik təbəqəli xromatoqrafiya üçün sorbentlər	205
3.6.1.2. Hərəkət edən maye fazanın və ayrılma şərtlərinin seçilməsi	209
3.6.1.3. NTX üçün lövhəciklərin hazırlanması	212
3.6.1.4. Nümunənin lövhəcik üzərinə keçirilməsi . . .	217
3.6.1.5. Lövhəcik üzərində maddənin xromatoqrafiyalandırılması	218
3.6.1.6. İdentifikasiya üsulları	220
3.6.1.7. Nazik təbəqəli xromatoqrafiyada miqdarı analiz	222
3.6.1.8. Xromatoqramların sənədləşdirilməsi	224
3.6.2. Lipidlərin fraksiya tərkibinin təyini	225
3.6.3. Fosfolipidlərin fraksiyalara ayrılması	228

3.6.4. Vitaminlərin təyin olunması	231
3.6.4.1. Karotinoidlərin ayrılması və aşkar edilməsi	231
3.6.4.2. Meyvə və tərəvəzlərdə karotinoidlərin təyini	232
3.6.4.3. Tokoferolların təyini	233
3.6.5. Pestisidlərin qalıq miqdarının təyini	236
3.6.5.1. Tərəvəzlərdə, meyvələrdə, taxılda, süddə və ətdə xlorofosun təyini	236
3.6.6. Di - və trikarbon turşularının təyini	241
3.6.6.1. Meyvə və tərəvəzlərdə di - və trikarbon turşu- larının təyini	242
3.6.7. Karbohidratların ayrılması	245
3.6.8. Aminturşuların ayrılması	247
3.7. Kolonkalı xromatoqrafiya	247
3.7.1. Kolonkalı xromatoqrafiya haqqında ümumi məlumat	247
3.7.2. Kolonkalarda paylaşdırıcı xromatoqrafiya üsulunun əsasları	251
3.7.3. Kolonkalarda paylaşdırıcı xromatoqrafiya üsulunun tətbiqi	252
3.8. Adsorbsion xromatoqrafiya	253
3.8.1. Adsorbsion xromatoqrafiya üsulunun əsasları	253
3.8.2. Adsorbsiyalı xromatoqrafiya üsulunun tətbiqi	255
3.8.2.1. Poliamiddə fraksiyalandırmaqla katexinlərin və leykoantosianların təyini	255
3.9. İon-mübadilə xromatoqrafiyası	257
3.9.1. İon-mübadilə xromatoqrafiyası üsulunun əsasları	257
3.9.2. İon mübadilə üsulunun tətbiqi	260
3.9.3. Yağ turşularının ayrılması və metilləşdirilməsi	260
3.9.3.1. İon-mübadilə qatranının hazırlanması	261
3.9.3.2. İon-mübadilə kolonkasının hazırlanması	261
3.9.3.3. Sərbəst yağ turşularının kolonkada udulması	261
3.9.3.4. Yağ turşularının ion-mübadilə kolonkasında metilləşdirilməsi	262

3.9.4. İon-mübadilə xromatoqrafiyası üsulu ilə	263
aminturşuları təyini	267
3.10. Molekulyar-şəbəkəli xromatoqrafiya	
3.10.1. Molekulyar – şəbəkəli xromatoqrafiya	267
üsulünün əsasları	
3.10.2. Molekulyar şəbəkələrdə zülalların	269
xromatoqrafiyası	

IV BÖLMƏ. QIDA MƏHSULLARININ TƏDQIQ OLUNMASININ LÜMINESSENT ÜSULLARI

4.1. Qida məhsullarının lüminessentli tədqiqat	
üsullarının əsasları	273
4.2. Qida məhsullarının keyfiyyətliliyinin təyin	
olunması	279
4.3. Qida məhsullarının kimyəvi tərkibinin təyini . . .	284
4.3.1. Süddə zülalların və yağların təyin edilməsi.....	286
4.3.2. Tiamin, riboflavin, fol turşuları kimi	
vitaminlərin təyini	287
4.3.2.1. B ₁ vitaminin (tiamin və ya anevrin) təyini . . .	287
4.3.2.2. B ₂ vitamininin (riboflavin) təyini	288
4.3.2.3. Fol turşusu qrupu vitaminlərinin təyini	290
4.3.3. Qida məhsullarının zərərsizliyinə nəzarət	291
4.3.3.1. Polisiklik aromatik karbohidrogenlərin təyini	291
4.3.3.2. Pestisidlərin təyini	295
4.3.3.3. Ağır metal duzlarının təyini	296
4.4. Fluoressensiya və hemilüminessensiya	
indikatorları	297

V BÖLMƏ. QIDA MƏHSULLARININ REOLOJİ ANALİZ ÜSULLARI

5.1. Reologiyanın əsas anlayışları	299
5.2. Reoloji modellər və bərabərliklər. Qida	
kütlələrinin həcmi deformasiyası	303

5.2.1. Qida kütlələrinin həcmi deformasiyası	304
5.3. Reoloji xüsusiyyətlərin struktur tipləri və təyini üsulları	307
5.4. Əsas reoloji xüsusiyyətləri təyin etmək üçün olan cihazlar	313
5.4.1. Hərəkət (axın) deformasiyasını ölçmək üçün istifadə edilən cihazlar	314
5.4.1.1. Veyler – Rebinder cihazı	314
5.4.1.2. Maili səthdə yerdəyişmə deformasiyasının ölçülməsi üçün Nikolayev cihazı	318
5.4.1.3. Volaroviçin rotasiyalı viskozimetri	322
5.4.1.4. Kapilyar viskozimetrlər	329
5.4.1.5. Diyircəkli Qeppler viskozimetri	332
5.4.1.6. Konik viskozimetr	336
5.4.2. Biroxlu sıxılma deformasiyasını ölçmək üçün istifadə olunan cihazlar	338
5.4.2.1. Nikolayev və Şpiqelqlyas cihazı	338
5.4.2.2. Dinamometrik tərəzilər	340

VI BÖLMƏ. QIDA MƏHSULLARININ KEYFİYYƏTİNƏ NƏZARƏT ÜÇÜN İŞLƏDİLƏN CİHAZ VƏ TEXNİKİ VASİTƏLƏR . . .	345
6.1. Qida məhsullarının tərkibi və xassələrinin avtomat laşdırılmış təyini üsullarının təsnifatı	345
6.2. Avtomatlaşdırılmış nəzarət üçün texniki vasitələrə verilən tələblər	347
6.3. Səpələnən (dənəvər) qida məhsullarının temperaturu və nəmliyinin məsafədən ölçülməsi . . .	348
ƏDƏBİYYAT	356
MÜNDƏRİCAT	359

Няшриййатын мцдири	<i>Камил Щцсейнов</i>
Баш редактор	<i>Исмят Сяфяров</i>
Редактор	<i>Исабя Щцсейнова</i>
Корректор	<i>Səbiyyə Sətimi</i>
Kompyuter operatoru	<i>Тяраня Бахиялийева</i>
Kompyuter yığıcı	<i>İsayeva Aysel</i>
Dizayner	<i>Mehdi Quliyev</i>

t.e.n., dos. Fərzəliyev Elsevər Baba oğlu

**Qida məhsullarının müasir
tədqiqat üsulları**

Ali məktəblər üçün dərslik

**Çapa imzalanıb 30. 06. 2014. Kağız formatı 60x84 1/16.
Həcmi 22,9 ç.v. Sifariş 122. Sayı 500.**

**" İqtisad Universiteti " Nəşriyyatı.
AZ 1001, Bakı, İstiqlaliyyət küçəsi, 6**



FƏRZƏLİYEV ELSEVƏR BABA OĞLU

1960-cı ildə Azərbaycanın dilbər guşələrindən olan Quba rayonunun Amsar kəndində fəhlə ailəsində anadan olmuşdur. 1977-ci ildə Amsar kənd orta məktəbini əla və yaxşı qiymətlərlə bitirdikdən sonra sovxozda fəhlə işləmişdir. 1980-cı ildə Ç. İldırım adına Azərbaycan Politeknik İnstitutunun (indiki Azərbaycan Texniki Universiteti) Kirovabad (indiki Gəncə) filialının “Yeyinti məhsullarının texnologiyası” fakültəsinə “Konservləşdirmə texnologiyası” ixtisası üzrə I kursa qəbul olmuş, 1985-ci ildə Azərbaycan Texnologiya İnstitutunu eyni fakültə və ixtisas üzrə fərqlənmə diplomu ilə bitirmişdir. 1985-ci də Azərbaycan Bağçılıq və Subtropik Bitkilər üzrə Elm-İstehsalat Birliyinin “Konservləşdirilmiş yeyinti məhsullarının texnologiyası” ixtisası üzrə (istehsalatdan ayrılmaqla) aspiranturasına qəbul olunmuş, 1986-cı ilin iyulunda M. V. Lomonosov adına Odessa Yeyinti Sənaye Texnologiyası İnstitutunun (indiki Odessa Qida Texnologiyaları Milli Akademiyası) eyni ixtisas üzrə məqsədli aspiranturasına köçürülmüşdür. 1988-ci ildə namizədlik dissertasiyasının yazılmasını vaxtından əvvəl tamamlamış və 1989-cu ilin iyununda müvəffəqiyyətlə müdafiə edərək, texnika elmləri namizədi alimlik dərəcəsinə layiq görülmüşdür. Ali tədris müəssisələrindəki 23 illik əmək fəaliyyəti dövründə laboratoriya müdiri, assistent, müəllim, baş müəllim və dosent vəzifələrində çalışmışdır. Doktorluq dissertasiyası üzərində işləyir. Hazırda Azərbaycan Dövlət İqtisad Universitetinin “Qida məhsullarının texnologiyası” kafedrasında dosent vəzifəsində çalışır. 65-dək elmi əsərin, o cümlədən 3 dərslik, 10 fənn proqramı, 2 metodiki vəsait və bir çox maraqlı əsərlərin müəllifidir.

Ailəlidir, iki qızı, bir oğlu və bir nəvəsi var.