بسم الله الرحمن الرحیم

کروماتوگرافی گازی

GAS CHROMATOGRAPHY

استاد مربوطه:

دکتر حسین شکی

گردآورنده:

محمد حسین ناظری سوادرودباری

GAS CHROMATOGRAPHY

کروماتوگرافی گازی

هدف:

مبانی دستگاه و کاربرد کروماتوگرافی گازی

تاریخچه:

پر کاربردترین شیوه جداسازی مواد تجزیه‌ای کروماتوگرافی است که در تمام شاخه‌های علوم کاربردهایی دارد. کرماتوگرافی گروه گوناگون و مهمی از روش‌های جداسازی مواد را شامل می‌شود و امکان می‌دهد تا اجزای سازنده نزدیک به هم مخلوط‌های کمپلکس را جدا، منزوی و شناسایی کند بسیاری از این جداسازی‌ها به روش‌های دیگر ناممکن است. اولین روش‌های کروماتوگرافی در سال ۱۹۰۳ بوسیله میخائیل سوئت ابداع و نامگذاری شد.

مارتین و سینج در سال ۱۹۵۲ به پاس اکتشافاتشان در زمینه کروماتوگرافی موفق به دریافت جایزه نوبل گردیدند

تعریف کروماتوگرافی گازی:

کروماتوگرافی روشی است در علم شیمی برای جداسازی اجزای یک مخلوط با عبور دادن یک فاز متحرک از روی فاز ساکن در این روش معمولا مخلوط به صورت مایع و گاز است از لوله یا شبکه گذرانده میشود سرعت حرکت اجزای تشکیل دهنده مخلوط در لوله یا شبکه مختلف است با توجه به عناصر دیواره داخلی یا لوله شبکه در نتیجه مخلوط به اجزای تشکیل دهنده تجزیه شده هر جز جداگانه خارج می شود . کروماتوگرافی گازی برای جداسازی و شناسایی اجزا تشکیل دهنده یک مخلوط و تجزیه کمی آنها نیز کاربرد دارد

اجزا تشکیل دهنده دستگاه کروماتوگرافی گازی:

سیلندر گاز حامل (CARRIER GAS TANK OR CYLINDER)

ادوات تنظیم فشار و جریان (FLOW &PRESSURE REGULATORS)

محل تزریق نمونه (SAMPLE INJECTION CHAMBER)

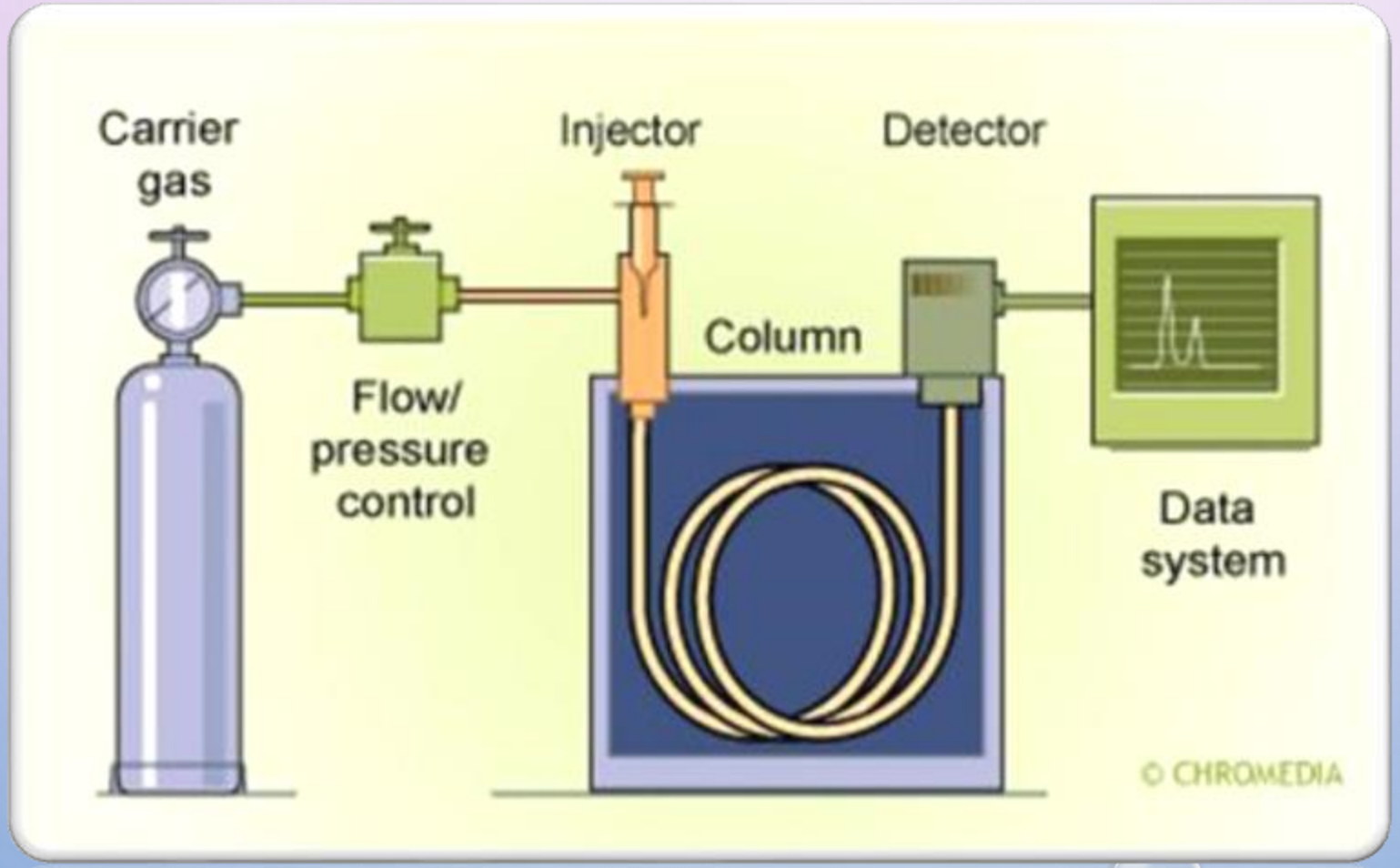
ستون (COLUMN)

آشکارساز (DETECTOR)

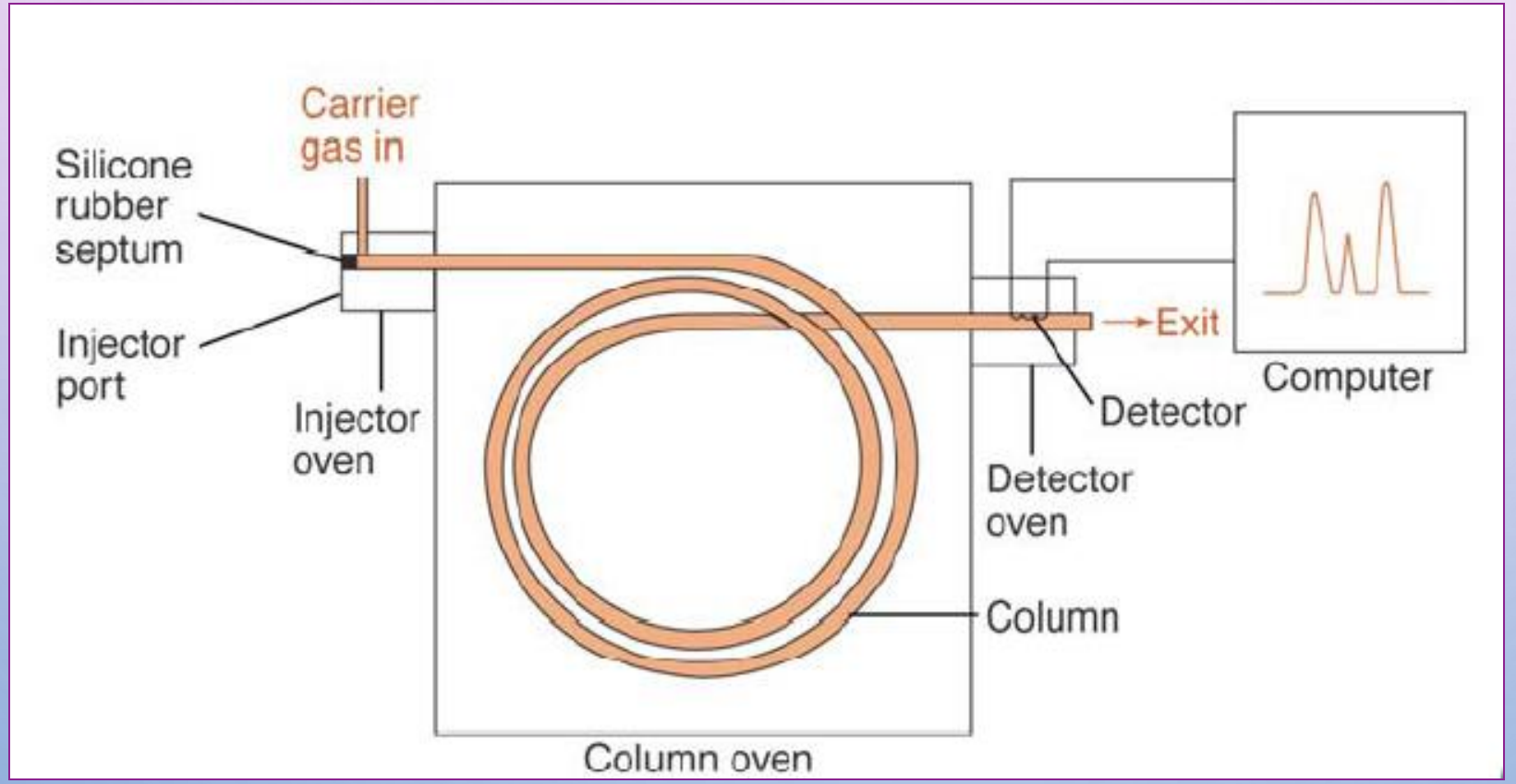
محفظههای گرمکن (OVEN)

ثبات، داده پرداز و نمایشگر (RECORDER, DATA SYSTEM & DISPLAYER)

شمای کلی دستگاه گاز کروماتوگرافی:



ساختمان یک دستگاه گاز کروماتوگراف:



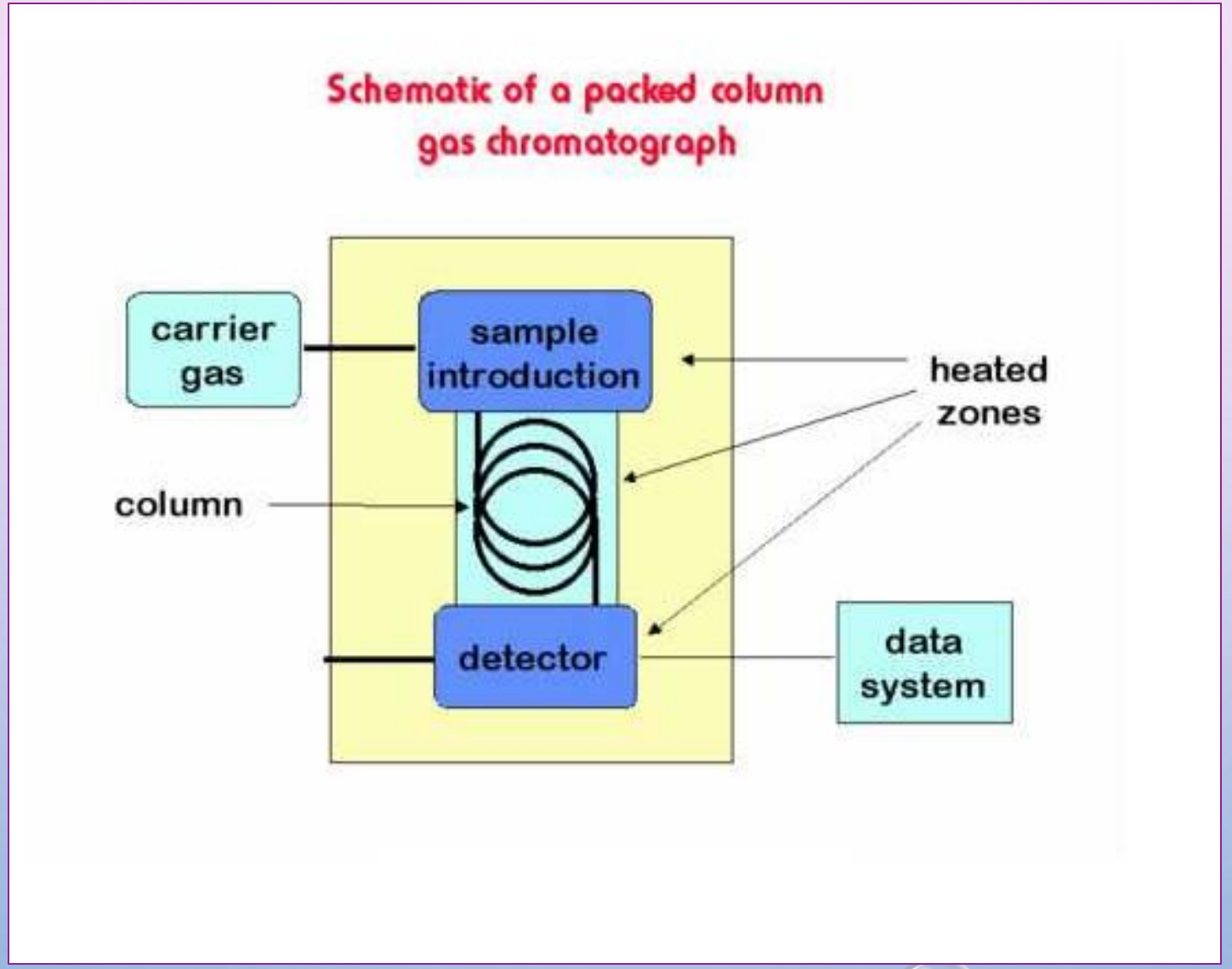
در کروماتوگرافی گازی دو فاز وجود دارد فاز ثابت و فاز متحرک فاز ثابت در واقع اجزای درونی لوله یا شبکه جداسازی را تشکیل می دهد و فاز متحرک مربوط به ماده ای است که می خواهد مورد تجزیه و تخلیص قرار بگیرد فاز ثابت می تواند بر اساس میل مایع یا جامد باشد اساس جداسازی بر اساس وزن مولکولی و .جداسازی بر اساس میل اتصالات به فاز ثابت اعم از این اصول است

تفاوت انواع کروماتوگرافی گازی:

فرق GC نوع گاز حمل کننده است یا همان کریر ستون دستگاه و بستگی به فرآورده ای دارد که می خواهیم به دستگاه ستون تزریق کنیم مثلا اگر کارخانه روغن باشد کار خانه ایی که می خواهد ترانس روغن را بگیرد گاز هلیم به ستون دستگاه تزریق میکند.

اساس کار کروماتوگرافی گازی:

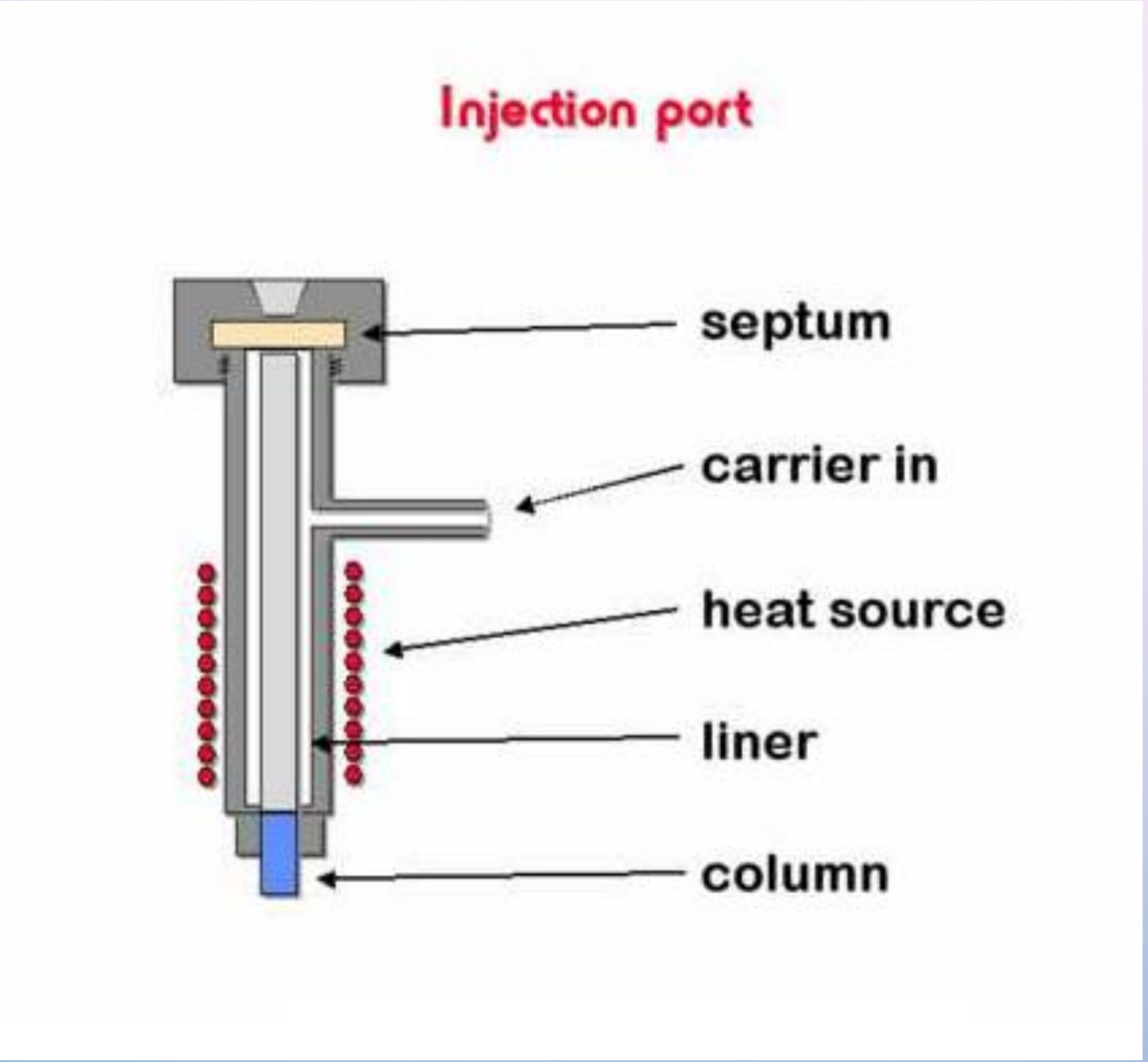
این دستگاه با سه گاز کار میکند نیتروژن-هیدروژن-هوا در اینجا گاز نیتروژن کریر یا حمل کننده است که مخازن گاز ها در کنار دستگاه است چون ما از هیدروکربن استفاده می کنیم .گاز حمل کننده حتما باید نیتروژن باشد و دتکتور هم باید از نوع (FID) باشد.


Schematic of a packed column
gas chromatograph
carrier
gas
sample
introduction
heated
zones
column
detector
data
system

طرز کار دستگاهGC :

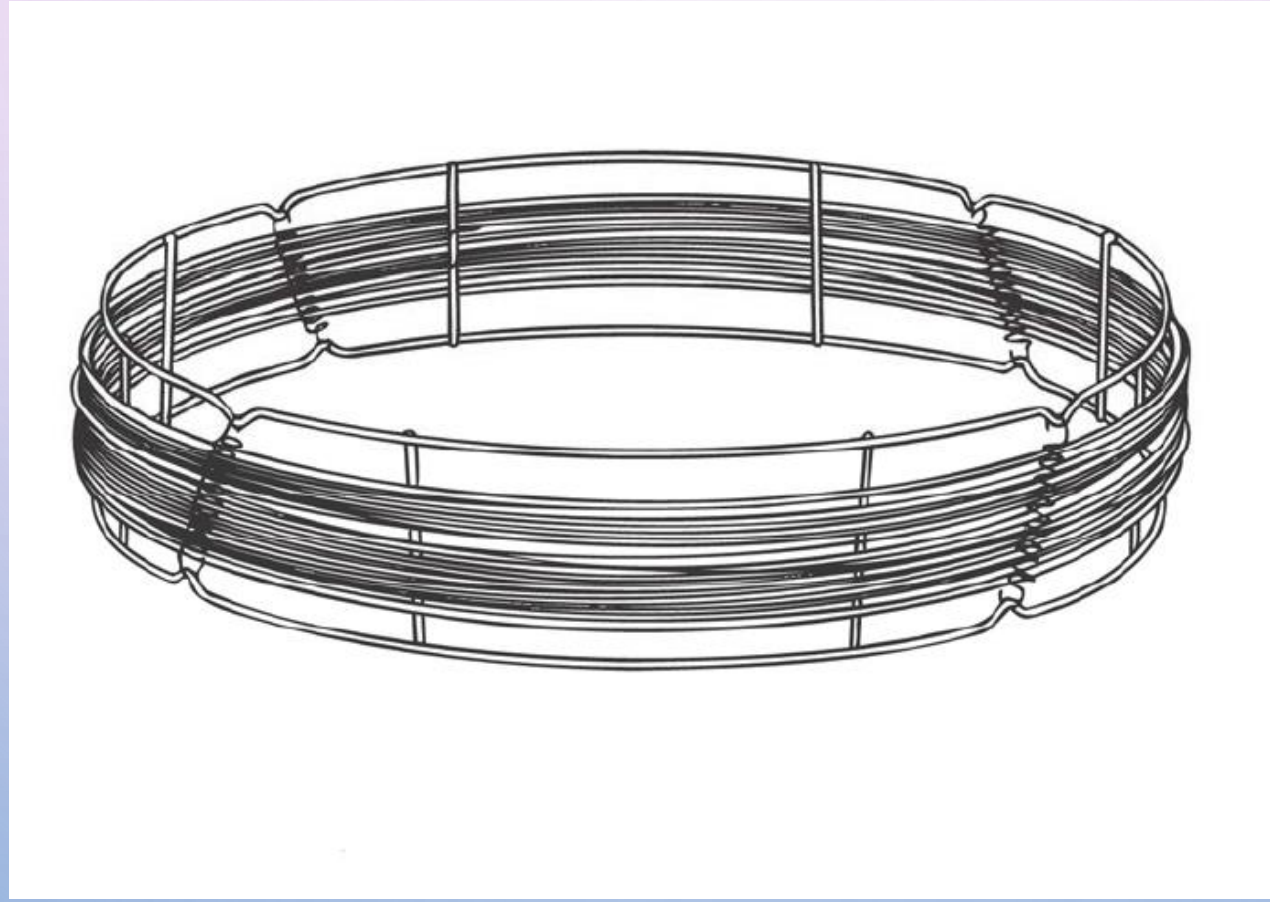
حالا دستگاه را روشن می کنیم ۱۵ دقیقه طول میکشد تا دستگاه آماده ای آزمایش شود سپس گاز را متصل می کنیم گاز دارد فیلتر می شود تا نا خالصی ها و آشغال گرفته شود سپس وارد لوپ می شود

حالا دستگاه آماده است در این حال وقتی هوا وارد میشود به ولو فشار می آید و بعد از پر شدن فشار به ولو می آید و بسته می شود و مسیر لوپ را می بندندگاز در داخل می ماند سپس گاز نیتروژن به ولو فشار می آورد و به داخل انجکتور میرود.


Injection port
septum
carrier in
heat source
liner
column

ستون ما درون اوون است.مثلا برای آزمایش گاز مایع از ۱۰۰ شروع می کنیم تا ۲۵۰ ادامه می دهیم می دانیم ترکیبات گاز مایع اتان پروپان بوتان و هگزان می باشد که مهمتر از همه پروپان و بوتان است در این دما گاز درون ستون می چرخد یعنی همان گاز کریر آن را می چرخاند دمای اوون وقتی به ۱۵۰ رسید اتان آزاد میشود و علت این که جرم کمتری دارد سپس به دتکتور می رود و دتکتور شناسایی میکند و سیستم یک پیک می اندازد به مراتب دما بالاتر میرود و با افزایش دما پروپان خارج میشود و به ترتیب همه خارج میشوند تا دمای ۲۲۰ همه باید آزاد شود در آخر دستگاه یک پرینت می دهد و جمع بندی می شود

یک ستون مویینه:



انتخاب ستون در GC:

Phase polarity examples.

Non-polar - methyl silicone

Best for non-polar compounds

Intermediate - methyl silicone/phenyl silicone: 20-50% phenyl

Best for mixed samples

Polar - Carbowax 20M

Best for polar compounds

دمای ستون – روش برنامه ریزی دمایی:

جداسازی با دمای ثابت ستون(ISOTHERMAL) روش مناسبی برای نمونه های ساده است.

اما اگر نمونه آزمایشی مخلوط پیچیده ای از چند جزء باشد استفاده از روش برنامه ریزی دمایی الزامی است.

در این روش به کمک بالا بردن دما با شیب مناسب می توان پیک هایی را که درهم روی دارند از هم سوا کرد.یا به عبارتی رزولوشن را بهبود بخشید.

۰آشکارسازها DETECTORS

دکتکتور به عنوان چشم سیستم کروماتوگرافی مورد توجه قرار میگیرد. دتکتور در برابر حضور اجزا موجود در گاز حامل شسته شده از ستون یک پاسخ الکتریکی می دهد. برخی مشخصات دتکتور به شرح زیر می باشند.

۱)انتخاب دتکتور :بسته به کاربرد یک دتکتور باید تمام اجزا شیمیایی که از ستون بیرون می آید ویا یک گروه ویژه از آنها شناسایی کند.

۲)دقت: سیگنال های داده شده به وسیله دتکتور در محدوده های معینی می باشند. دقت یک دتکتور به خطاهای سیستمی و خطاهای تصادفی بستگی دارد.

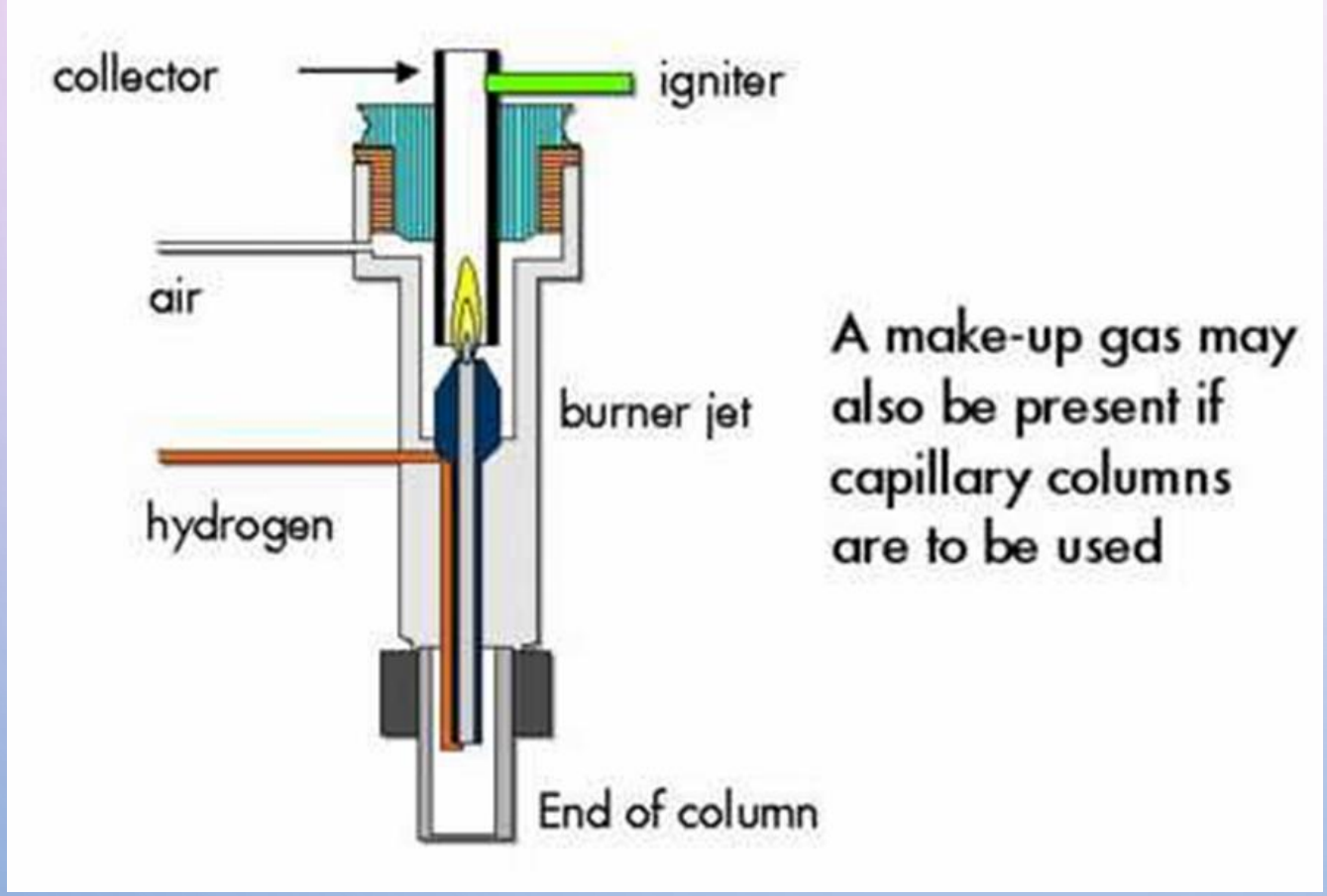
۳)قابلیت تکرار یا تکرار پذیری:اگر ۲ جز برابر با مقدار های مساوی از دتکتور عبور کند جدا اززمانهای اندازهگیری،دتکتور باید سیگنالهای مشابه برای آنها بدهد.

۴)سرعت :اجزا موجود در گاز حامل از میان دتکتور به سرعت عبور می کنند این نباید در تشخیص مشکل ایجاد کند.

انواع دتکتورهای GC:

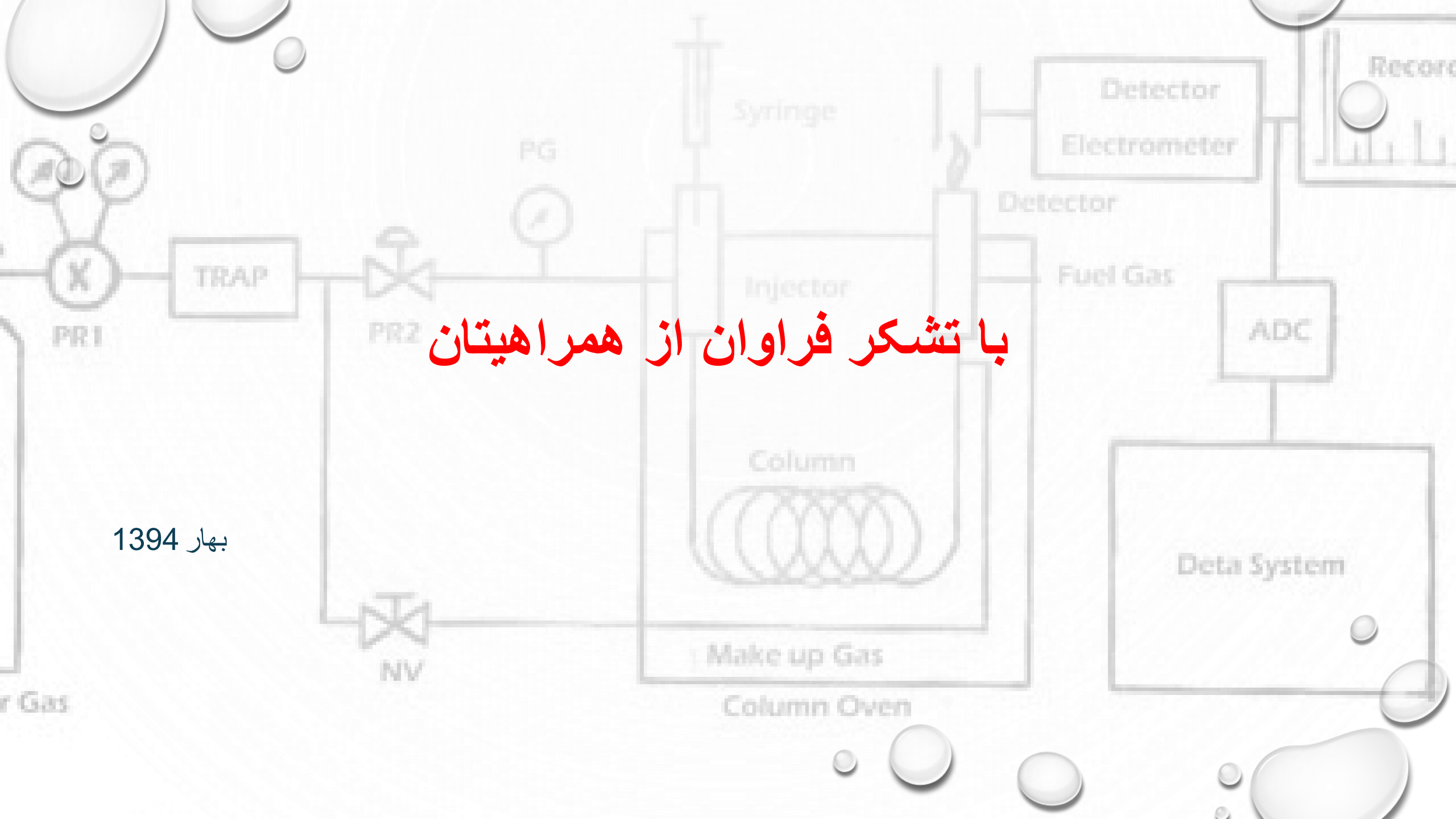
1. CCD - Catalytic Combustion Detector
2. TCD - Thermal Conductivity Detector
3. FID - Flame Ionization Detector
4. DELCD - Dry Electrolytic Conductivity Detector
5. FID/DELCD - combination Flame Ionization Detector and Dry Electrolytic Conductivity Detector
6. HID - Helium Ionization Detector
7. PID - Photo Ionization Detector
8. NPD - Nitrogen-Phosphorus Detector
9. NPD/DELCD - combination Nitrogen-Phosphorus Detector and Dry Electrolytic Conductivity Detector
10. TID - Thermal Ionization Detector
11. FPD - Flame Photometric Detector
12. FPD/FID - combination Flame Photometric Detector and Flame Ionization Detector
13. Dual FPD - dual wavelength for simultaneous sulfur and phosphorus response
14. FID dual FPD - combination dual Flame Photometric Detector and Flame Ionization Detector
15. ECD - Electron Capture Detector
16. RGD - Reduction Gas Detector
17. ASD - Aromatic Selective Detector

آشکار ساز شعله یونیزاسیونFID:



موارد ایمنی مرتبط با کروماتوگرافی گازی:

- آشنا بودن با دستورالمل ها و اجرای راهکارهای ارائه شده توسط سازنده دستگاه
- بررسی قسمتهای مختلف دستگاه جهت اطمینان از عملکرد صحیح
- اتصال ستون به دتکتور قبل از روشن کردن دتکتورFID و وجود تهویه مناسب در آزمایشگاه
- اتصال خروجی های دستگاه به سیستم تهویه آزمایشگاه جهت جلوگیری از پخش گازهای سمی
- بررسی نشتی کلیه اتصالات گاز
- استقرار سیلندرهای گاز در محل محکم و مناسب
- قطع گازهای دتکتور در مواقع انجام تعمیرات
- اطمینان از سرد بودن دتکتور و INJECTOR برای انجام تعمیرات
- قطع برق دستگاه قبل از اقدام برای تعمیرات لازم.



با تشکر فراوان از همراهیتان

بهار 1394