

DENEY RAPORU

DENEY ADI Gaz Kromatografisi (12 No'lu deney)

DENEY TARİHİ 07 Kasım 2003 Cuma

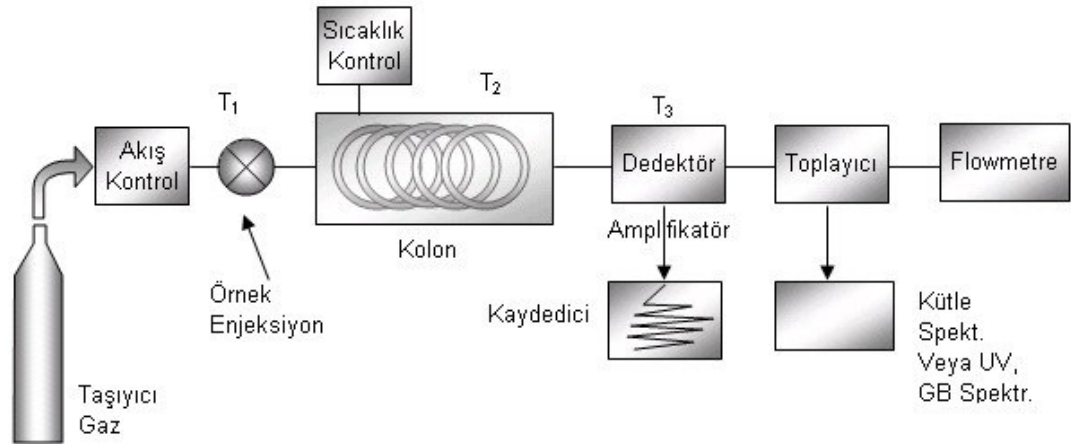
AMAÇ Gaz kromatografisinin çalışma prensiplerinin ve piklerin incelenmesi, alkol karışımındaki her bir alkolün miktarının bulunması

TEORİK BİLGİ

Gaz Kromatografisi

Gaz kromatografisi ilk defa 1914 yılında Martin ve Syge tarafından sıvı-sıvı kromatografisini izah ederken ortaya atılmıştır. Bu makalede hareketli fazın sıvı kadar gaz da olabileceği bildirilmektedir.

Bilindiği gibi kromatografi tekniğinde ayrılacak maddeler biri sabit faz (stasyoner faz) ve diğeri hareketli faz (mobil faz) olmak üzere iki faz arasında dağılmaktadır. Gaz kromatografisinde hareketli faz taşıyıcı gazdır. Gaz kromatografisi geleneksel kromatografiye göre bazı üstünlükler gösterir. Bunlar; yüksek çözüm gücü, yüksek duyarlılık, hızlı separasyon, aynı anda (simültan) miktar belirtimi olanağı olarak sayılabilir.

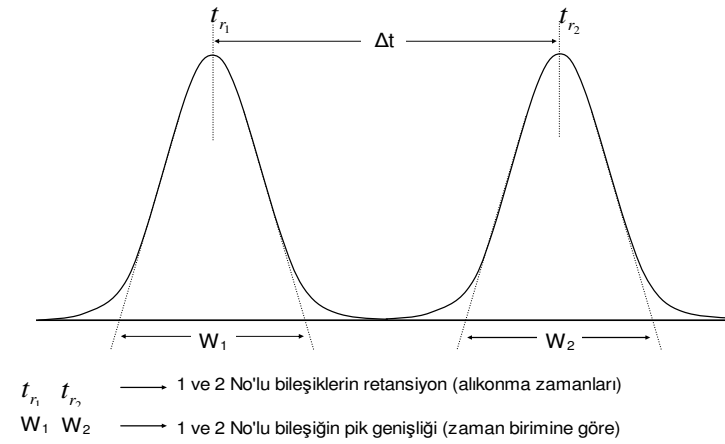


Gaz kromatografisi buhar fazına getirilmiş bir bileşik karışımını, taşıyıcı gaz ile stasyonere bir faz üzerinden geçirmek suretiyle ayırmaya yarayan bir prosestir. Kontrollü koşullarda nmunenin tek bir komponenti buhar basınçlarına göre kısmen stasyonere fazda kısmen de mobil fazda bulunacaktır. Her bir komponent için bir partiyen koefisyantı yani denge dağılım katsayısı hesaplanmıştır. Bu satasyonere

fazın 1 ml'sindeki çözülmüş madde miktarının mobil fazın 1 ml'sindeki çözülmüş madde miktarına oranıdır. Bileşiklerin stasyonere fazla etkileşimlerinin farklı olması ve buhar basınçlarının farklı olmasından dolayı kolondan çıkış hızları farklı olacaktır. Buna bağlı olarak da ayırım sağlanacaktır.

Taşıyıcı gaz ile kolona giren bileşik kolonu terk ettiği sırasına göre dedektöre taşınır. Dedektörün yanıt sinyali bir elektrometride üyütülerek kaydediciye gönderilir. Çıkan grafik genelde üzerinde birkaç pik içeren bir temel çizgidir. Numunenin içindeki her bir bileşik bir pik verir. Retansiyon zamanı ya da tutulma zamanı numunenin enjeksiyonu ile dedektörde pik maksimumu elde edildiği arasında geçen zaman olup belli bir separasyon sisteminde spesifiktir. Böylece karışımda bulunan her bir bileşik retansiyon zamanlarına göre birbirinden ayrılabilir. Kalitatif analiz yapılabilir. Pikin büyüklüğü de incelenen bileşiğin miktarı ile orantılı olduğu için miktar analizi de yapılabilir. Kantitatif analiz mümkündür.

İdeal bir kromatogramda taşıyıcı gazın akış hızı ve moleküllerin dağılım katsayıları önemlidir.



Kolonlar

Gaz kromatografisinde kolonlar cam ya da paslanmaz çeliktir. Materyal analiz edilecek maddeye göre değişir. Kolesterol ile özellikle halojen içeren numuneler sıcak metal yüzeyleri ile reaksiyona girerler. Bu durumda cam kolonların kullanımı daha uygundur. Paslanmaz çelik kolonlar ise ucuz ve dayanıklı ayrıca ısı transfer özellikleri iyidir. Kapiler kolonlar ince çaplı uzun tüplerdir. 0,01-0,03 inç iç çapında ve 100-500 feet uzunluğundadır. Borunun içi yüzü sıvı fazında ince bir tabaka ile kaplıdır. Kapiler kolonlar yüksek verime fakat düşük numune kapasitesine sahiptir.

Dedektörler

Termal Kondüktivite Dedektörü: En çok kullanılan dedektördür. Taşıyıcı gazın termal kondüktivitesi kolondan elüe edilen madde miktarı ile orantılıdır. 2 Bloktan oluşur. Birinden saf gaz diğerinden ise saf gaz+ kolondan çıkan karışım bileşimi geçer.

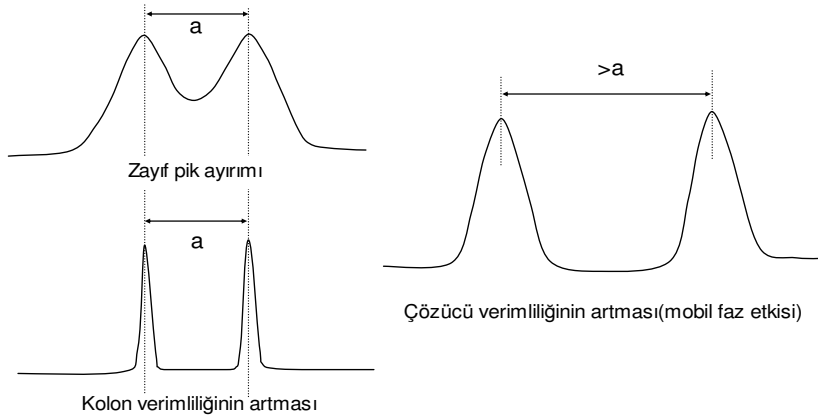
Elektron tutma Dedektörü: Elektronlara afinitesi olan bileşikler saptar.

Alev İyonizasyon Dedektörü: Kolondan çıkan materyal dedektöre girmezden önce hidrojen gazı ile karıştırılır, alev alır, iyonizasyon olur, elektronlar toplanır ve akım ölçülür.

Kromotogramlar

Kaydediciden elde edilen şekil bir sinyal-zaman eğrisi olup bileşimin cinsini, miktarını ve kolon parametrelerini belirtir. Elde edile nçan şeklindeki eğrilerin alanları ölçülerek miktarı bulunabilir.

GC de önce standart verilerek standardın alıkonma zamanı bulunur. Sonra örnek verilerek alıkonma süresinde elde edilen piklerin miktarı bulunur. Elde edilen piklerin ayrılımları, yüksekliği ve genişliği kolonla ilgilidir. Kolonun ve taşıyıcı gazın özellikleri değiştirilerek optimum pikler elde edilebilir.



Uygulama Alanları

Organik bileşik analizlerinde, plastik made analizlerinde, fermantasyon endüstrisinde, ham petrol fraksiyonları analizinde, gıda endüstrisinde meyve, süt, kahve, ekmek analizlerinde, biyokimya ve klinik çalışmalarda, kozmetik ve parfüm sanayinde kullanılmaktadır.

DENEYİN YAPILIŞI

Etanol, Metanol ve propanolün ayrı ayrı standart çözeltilerinin kromotogramı alınır. Buradan retansiyon zamanı belirlenir. Daha sonra bu üçünün karışımı olan örneğin kromotogramından her birinin retansiyon zamanındaki piklerin miktarına bakılarak derişimleri bulunur.

SONUÇ

Örnekteki bileşiklerin alıkonma süreleri farklılığı piklerin ayrı çıkması ile, pik alanlarının farklılığı ise miktarları ile ilgili olduğu gözlenmiştir.

EK

GC ile yapılan analiz sonucu

M. H. H. H.
A. H. H. H.