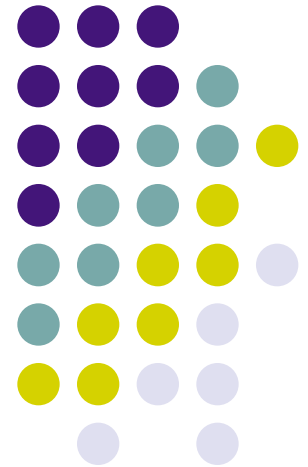


GAZ KROMATOGRAFI

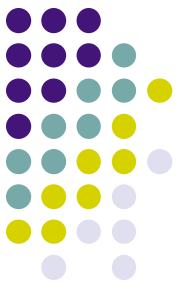


GC, kromatografik bir ayırım yöntemidir.



Sabit bir fazdan mobil faz olarak gaz akımı (He, Azot, vb.) geçirilerek uçucu bileşiklerin adsorbsiyon ve dağılım farkına göre birbirlerinden ayrılmasını sağlayan yöntemdir.

Gaz kromatografik ayırımı sağlayan alet **gaz kromatograf** olarak adlandırılır. Gaz kromatograf, karışım halindeki bileşenleri ayırmak için kullanılan kimyasal analiz enstrümanıdır.



Uygulama şekline göre iki tipte olabilir:

- **Gaz-katı kromatografisi**

Stasyonere faz katı ise; gaz-katı kromatografisi olarak adlandırılır. Ayırım adsorbsiyona dayanır. Günümüzde fazla kullanılmamaktadır.

- **Gaz-sıvı kromatografisi**

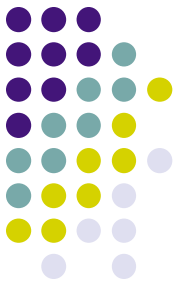
Stasyonere faz sıvı ise; gaz-sıvı kromatografisi olarak adlandırılır. Ayırım dağılıma dayanır. Günümüzde hemen hemen yalnız gaz-sıvı kromatografisi uygulanmaktadır. Bu yüzden gaz kromatografisi deyince akla gaz-sıvı kromatografisi gelmektedir.

Taşıyıcı gaz



- Mobil (hareketli) fazdır.
- Taşıyıcı gaz kolona sabit bir basınç ve akış hızı ile gönderilir.
- Kimyasal olarak inert olmalıdır.

AZOT, HELYUM, ARGON, HİDROJEN mobil faz olarak kullanılabilir.



Kolon

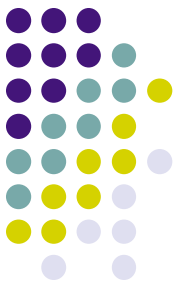
Ayırma işleminin gerçekleştiği kısımdır.

Kolonlar; **paslanmaz çelik**, bakır, alüminyum veya camdan yapılmış olabilir.

Düz, kıvrılmış veya spiral şeklinde olabilir.

GC'de iki tip kolon vardır:

- 1 Dolgulu kolonlar
- 2 Kapiller kolonlar



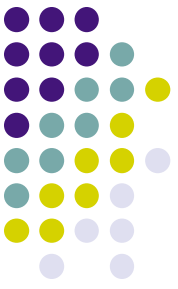
Dolgulu kolonlar;

Sabit faz, inert bir destek materyaline emprenye edilmiş (emdirilmiş) halde kolonun içinde bulunur. Uzunlukları **1-3 m**, iç çapları **2-4 mm** olabilir.

Kapiller kolonlar;

Sabit faz, kolonun çeperine ince bir film tabakası halinde tutturulmuştur. Uzunlukları **5-60 m**, iç çapları **0.1-0.53 mm** olabilir.

**KAPİLLER KOLONLAR DOLGULU KOLONLARA GÖRE
DAHA ETKİLİ BİR AYIRIM SAĞLAR**



Kapiller kolon tipleri

WCOT: Wall Coated Open Tubular

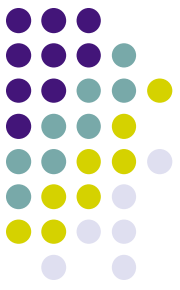
Kolonun iç çeperi sıvı stasyoner fazla kaplıdır.

SCOT: Support Coated Open Tubular

Kolonun iç çeperi destek materyali ile kaplıdır, onun üzerine stasyoner sıvı faz yüklenmiştir.

FSOT: Fused Silica Open Tubular

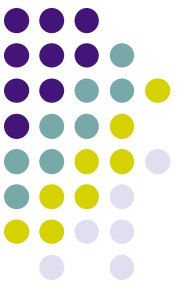
WCOT kolonların yeni bir tüpüdür.



Kolonda, sabit faz; polar, orta polar veya non-polar olabilir. Ayırımı yapılacak bileşiklerin özelliklerine göre sabit faz seçimi yapılır.

Kolonda üzerine sabit faz yüklenecek destek maddesi, geniş bir yüzeye sahip olmalı, inert ve dayanıklı olmalıdır.

Destek maddesi olarak, diatome toprağı, cam veya organik polimerler kullanılabilir.



Numunenin Kolona Tatbiki

Numune kolona mümkün olan en küçük hacimde ve en kısa sürede verilmelidir.

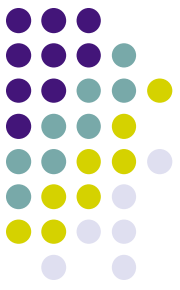
Numune sıvı ise enjektörle, gaz ise özel enjektörle sisteme verilir.

Otomatik enjektörlü cihazlarda split ve splitless enjeksiyon yapmak mümkündür.

Splitless; numune seyreltilmeden enjektöre çekilen kısmın tamamı sisteme verilir.

Split; numune belli oranda seyreltilip verilir.





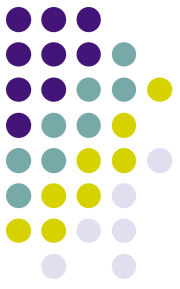
GC'de analizi yapılacak madde;

- Uçucu olmalı/ uçucu hale getirilebilmelidir.
- Buharlaştığı sıcaklık derecesinde bozunmamalıdır.



Analizi yapılacak madde uçucu değilse, **trimetilsilil açil** veya **ester** gibi türevleri hazırlanarak uçucu hale getirilir.

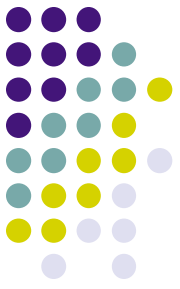
Dedektör



Kolondan ayrılıp gelen maddeleri algılayıp, zamanın bir fonksiyonu halinde veren cihazlardır. Kolondan gelen maddeleri uygun sinyaller halinde algırlar ve integratöre gönderirler.

Dedektörlerin, duyarlılığı yüksek olmalı, gaz akış hızı değişimlerinden etkilenmemelidirler.

Dedektör sıcaklığı kolondan çıkan numunenin yoğunlaşmasına yol açmayacak kadar yüksek olmalıdır.



GC'de Dedektör Tipleri

- *Alev İyonizasyon Dedektörü-Flame Ionisation Dedector (FID)*
- *Kütle Spektrometrik Dedektör-Mass Spectrometric Dedector (MS)*
- *Isı İletkenlik Dedektörü-Thermal Conductivity Dedector (TCD)*
- *Azot/Fosfor Dedektörü-Nitrogen-Phosphorus Dedector*

EN FAZLA FID ve MS DEDEKTÖRLER KULLANILMAKTADIR

Kaydedici/İntegratör

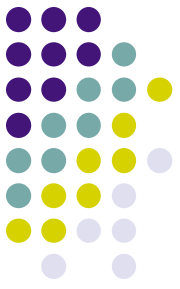


Dedektör sinyallerinin zamana karşı grafiğini çizer(pik şeklinde) ve pikler altındaki alanı hesaplar.

Ayırımı etkileyen faktörler

- Sıcaklık
- Basınç
- Taşıyıcı gazın akış hızı
- Kolon



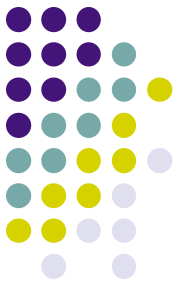


GC'de elde edilen kromatogramdaki pikler retansiyon zamanı ve retansiyon hacmi ile karakterize edilirler.

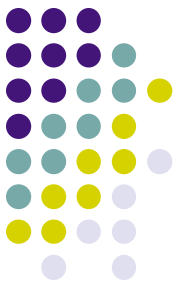
Retansiyon zamanı (t_R): Maddenin enjekte edildiği an ile maksimum dedektör cevabı alındığı an arasında geçen süredir.

Retansiyon hacmi (v_R): Retansiyon zamanında kolondan geçen gaz hacmidir.

GC'nin avantajları



- Teşhis ve tayin kolaydır.
- Analiz süresi kısadır.
- Hassas bir yöntemdir.
- Verimli bir yöntemdir.
- Küçük örnekler gerektirir (genellikle μL)
- Güvenilirdir.
- Uygun maliyetli sistemlerdir.



GC'nin dezavantajları

- Yalnızca uçucu olan veya uçucu hale getirilebilen bileşiklere uygulanabilir.
- Bazı bileşikler çok yüksek sıcaklıkta kararlı değildirler.
- Bileşiklerin tayini için spektroskopik yöntemler gerekebilir. (Örneğin MS)

GC'nin uygulama alanları



- **İlaç Sanayi Analizleri**

Kalite kontrol

Hammadde ve bitmiş ürün analizi

Organik çözücü atığı saptama

Uçucu yağ analizleri (Gül yağı, Kekik yağı vb.)

- **Gıda/Tatlandırıcı/Koku Analizleri**

- **Petrol Sanayi Analizleri**

- **Kimyasal ve Endüstriyel Analizler**

- **Çevresel Analizler**