

الفصل الثالث: كروماتوجرافيا الغاز (GC)

مقدمة عامة :

نشأ كروماتوجرافيا الغاز بواسطة العالمان مارتن وجيمس في عام ١٩٥٢ م ومع بداية العام ١٩٥٥ تم تصنيع هذا الجهاز تجاريًا.

يستخدم الغاز الخامل مثل النيتروجين أو الهيليوم كطور متحرك أما الطور الساكن فيكون إما:

- مادة امتزاز صلبة ويسمى في هذه الحالة كروماتوجرافيا غاز - صلب .Gas Solid Chromatography (G.S.C)

- سائل غير متظاير مطلي على ساند صلب ويسمى في هذه الحالة كروماتوجرافيا غاز - سائل .Gas Liquid Chromatography (G.L.C)

يتمتع كروماتوجرافيا الغاز السائل بتطبيقات واسعة جداً والتي يستخدم فيها الغاز كطور متحرك حيث يتم فصل المواد بخاصية الاختلاف في معامل التوزع بين الطورين الساكن والمحرك. ويعتمد زمن المكوث للمادة على مدى قابليتها للتطاير ومدى تفاعಲها مع الطور الساكن. ويمكن زيادة قابلية التطاير وتقليل مكوثها بواسطة تسخين العمود إلى درجات حرارة تتراوح بين ٣٥٠-٥٠°C.

ويجب الاشارة إلى أن المواد يمكن فصلها بسهولة في كروماتوجرافيا الغاز عندما تكون لها:
- ضغط بخاري ملحوظ.

- ثابته حرارياً في درجة حرارة الفصل.

- لها وزن جزيئي أقل من 1000.

عموماً يستخدم كروماتوجرافيا الغاز لفصل :

أ- الغازات. ب- السوائل غير المتأينة. ج- المواد العضوية الصلبة. د- وكثير من المواد العضوية معدنية.

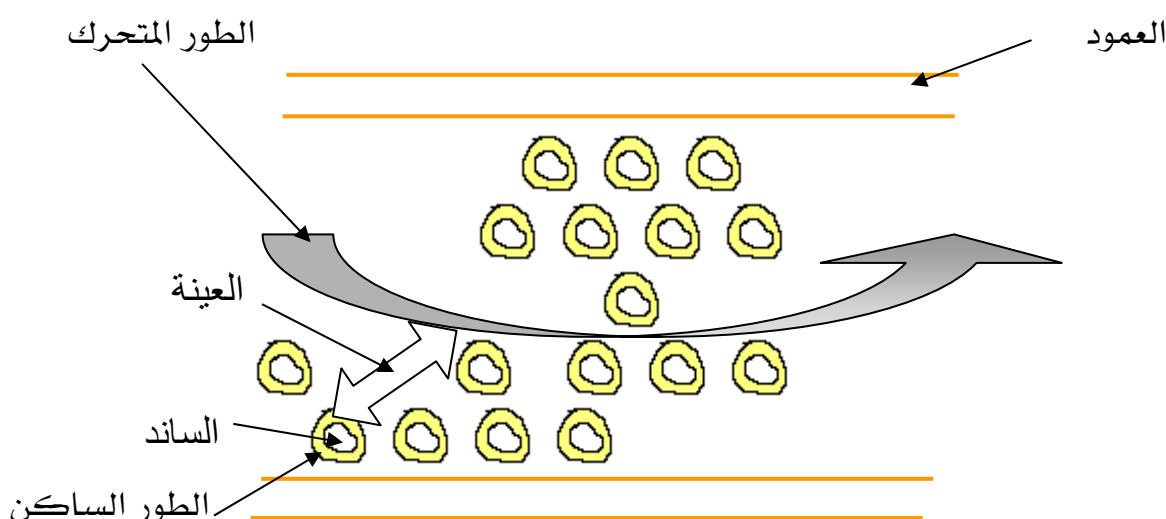
ولا يستخدم في فصل:

١. المواد ذات الجزيئات الكبيرة. ٢. أملاح المواد العضوية وغير العضوية.

يتميز كروماتوجرافيا الغاز بالكفاءة العالية والسرعة والانتقائية. كما لا يتم فيها تفكيك (فقدان طبيعة) المادة ويطلب كميات قليلة جداً (عدة مايكروليترات) من المادة.

مبدأ الكروماتوجرافيا الغازية:

عند مرور الطور المتحرك من اسطوانة مضغوطة خلال محطة الحقن ، والتي تحقن فيها كمية قليلة من العينة خلال قطعة مطاطية septum بواسطة إبرة الحقن إذا كانت سائلة أو صمام خاص إذا كانت العينة غازية ، تتحرك مكونات المادة عبر العمود حيث يتم الفصل بناءً على اختلاف معامل التوزع بين الطور المتحرك الغاز والطور الساكن السائل كما في الشكل رقم (١٩) (علمًا بأن الطور المتحرك ليس له دور ملحوظ في عملية الفصل).



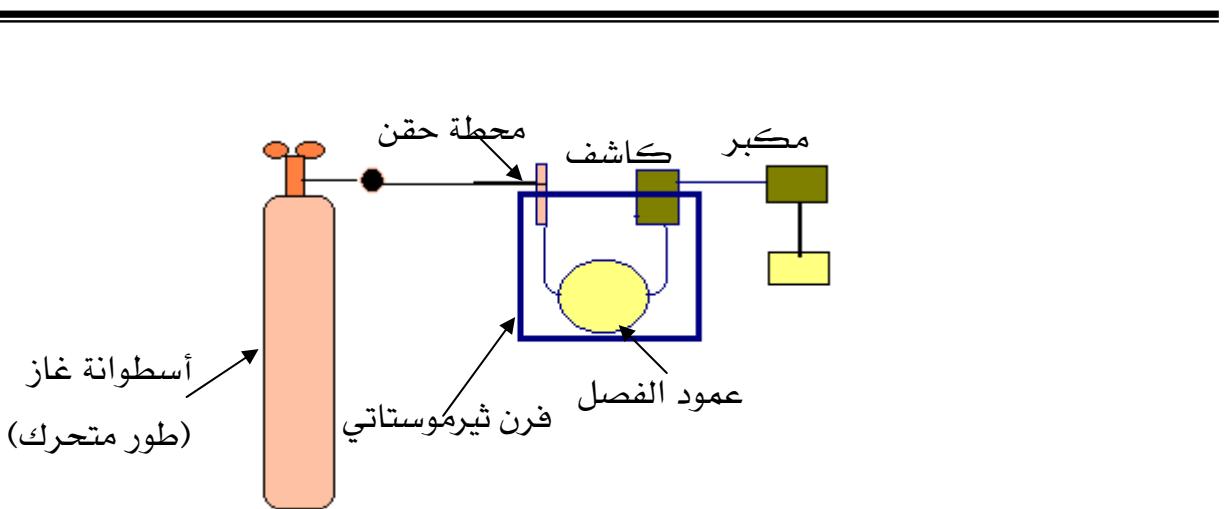
الشكل رقم (١٩) يوضح مبدأ الكروماتوجرافيا الغاز

عند خروج العينات من العمود تمر من خلال المقدر والذي يستجيب بدوره لكل مكون على هيئة سن peak.

المكونات الأساسية لنظام كروماتوجرافيا الغاز:

يتكون جهاز كروماتوجرافيا الغاز كما في الشكل رقم (٢٠) من:

- الغاز الحامل (طور متحرك) carrier gas مع منظم سريان.
- محطة الحقن injection port .
- عمود الفصل (عمود معبأ packed column أو عمود شعرى capillary column).
- مقدر Detector وأداة تسجيل.



الشكل رقم (٢٠) يوضح المكونات الأساسية لجهاز كروماتوجرافيا الغاز

الغاز الحامل (الطور المتحرك) Carrier Gas :

الغرض من الغاز الحامل هو نقل المواد خلال العمود دون أن يكون له أثر مباشر على الفصل.

ويجب أن يكون الغاز الحامل :

- عالي النقاوة و خالي من الأوكسجين.
- غير نشط كيميائياً.
- غير سام وغير قابل للاشتعال.

أكثر الغازات استخداماً النيتروجين والهيليوم والهيدروجين، ويعتمد اختيار الغاز الناقل على طبيعة المادة المراد فصلها وطبيعة المقدار المستخدم فمثلاً يفضل استخدام الهيدروجين والهيليوم مع مقدر التوصيل الحراري بسبب توصيلهما الحراري العالي.

تم السيطرة على سرعة سريان الغاز الناقل بواسطة صمام خاص وتقاس سرعة السريان بواسطة مقاييس السريان بفقاعة الصابون.

محطة حقن العينة : Sample Injection Port

الغرض الأساسي من محطة الحقن هو إدخال العينة إلى مسار الطور المتحرك. وقد تكون العينة صلبة أو سائلة أو غازية.

عموماً العينات الصلبة والسائلة (إن لم تكن متطايره) يتم تحويلها إلى محلول باستخدام مذيب متطاير ويحقن بواسطة محقنة مايكروليترية تنتهي بإبرة مدببة خلال سداده رقيقة من المطاط تلتئم تلقائياً عند سحب المحقنة (يجب تغيير هذه القطعة المطاطية من وقت إلى آخر).

العينات الغازية تحقن بواسطة محقنة وأنها ليست دقيقة يستخدم غالباً صمام خاص للغازات بدلاً من المحقنة .

الحقن خلال الأعمدة المعبأة Packed Column Injection

تحقن كميات تتراوح بين ١٠٠ الى ١٠ ميكروليتر للعينة المخففة خلال السدادة المطاطية

بطريقتين:

في الحالة الأولى يتم الحقن في منطقة فارغة فوق رأس العمود الساخن حراريًا لضمان تحول المادة إلى حالة بخارية. أما في الحالة الثانية فيتم حقن العينة داخل سطح الطور الساكن مباشرة وتكون درجة حرارة هذه المنطقة متساوية لدرجة حرارة العمود (أقل درجةً من الحالة الأولى) وبهذا نضمن عدم تحلل المادة باستخدام درجة الحرارة العالية، وتعتبر الحالة الثانية هي المفضلة.

الحقن خلال عمود شعري Capillary Column Injection

بالرغم من أن الأعمدة الشعرية طويلة جدًا إلا أن مساحة الطور الساكن فيها أقل لذا يجب حقن كمية قليلة جدًا من العينة (١٠ - ٢ ميكروليتر) حتى لا يتسبّب في انسداد العمود.

وهناك أربعة تقنيات مختلفة للحقن وهي الحقن المجزأ split less والحقن غير المجزأ split less والتبخير الحراري المبرمج والحقن على العمود مباشرةً.

فمثلاً في حالة الحقن المجزأ Split Injection :

يتم إدخال العينة (١٠ - ٢ ميكروليتر) خلال قطعة مطاطية Septum إلى منطقة التبخير ، وهذا الجزء يكون مبطنةً بالزجاج أو الكوارتز لحماية العينة من التفاعل مع سطح المعدن الساخن وبها قطعة من الصوف الزجاجي لضمان تحول المادة كليًا إلى حالة متطايرية. بمجرد تحول العينة إلى حالة متطايرية تم اختلاطها مع الطور المتحرك. تخرج معظم العينة من خلال فتحة المجزأ للخارج بينما تدخل ١٠ - ١٪ من العينة إلى العمود الشعري مع الطور المتحرك.

العمود The Column

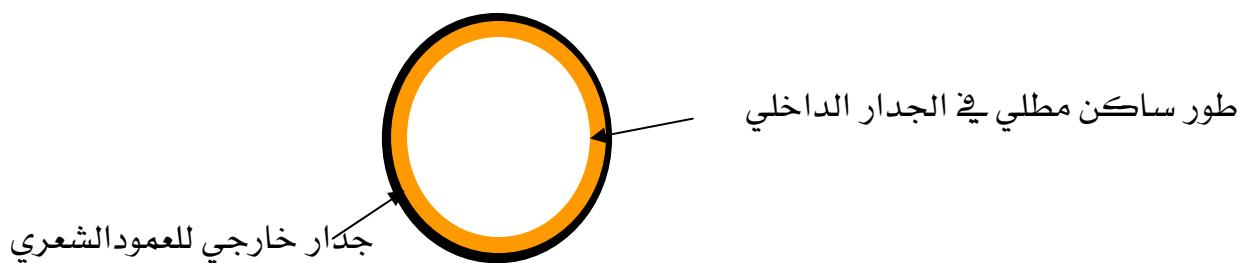
يصنع عمود الفصل عادةً من حديد غير قابل للصدأ أو من الزجاج، ويتم حفظ العمود في فرن ثيرموستاتي لأن الفصل يتم في درجات حرارة عالية. ويوجد نوعان من الأعمدة :

• الأعمدة المعبأة Packed Columns

يتراوح طول هذه الأعمدة ما بين ١ - ٣ متر وبقطر داخلي من ٢ - ٣ ملم. وتنتمي التعبئة بالطور الساكن الصلب أو بطور ساكن سائل مطلية على حبيبات من الزجاج.

• الأعمدة الشعرية Capillary Columns

يتم في هذا النوع طلاء الجدار الداخلي بواسطة الطور الساكن السائل كما في الشكل رقم (٢١).



الشكل رقم (٢١) يوضح مقطع من عمود شعري

ولا يمكن تبعية هذه الأعمدة لأن القطر الداخلي لها في حدود 0.1-0.6 ملم وبطول من 15-60 متراً علماً بأن سمك الطبقة المطلية على الجدار في حدود 0.25-5 مايكرومتر.

تبعية العمود بالطور الساكن :

- أعمدة الامتزاز - طور ساكن صلب:

تستخدم في هذا النوع العديد من مواد التبعية منها:

- ألومنيا - كربون - سليكا - مناخل جزيئية.

إذ تعمل الأعمدة التي تحتوي على هذه المواد بكفاءة عالية في درجة حرارة الغرفة.

- أعمدة التجزو طور ساكن سائل:

يثبت الطور الساكن السائل (طلاء) على حبيبات من الزجاج أو الجرافيت (تسمى بالدعامة الصلبة) على هيئة طبقة رقيقة، ويشترط في الدعامة الصلبة أن تكون: - خاملة كيميائياً وثابتة حرارياً.

أما السائل (الطور ساكن) المستخدم كطبقة رقيقة يجب أن يكون: غير متطاير وثابت حرارياً عند درجة الحرارة المستخدمة في الفصل.

هذه السوائل قد تكون :

(i) سوائل قطبية: Polar Liquids

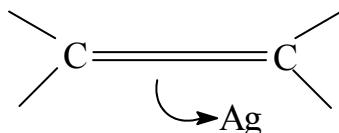
هناك العديد من السوائل القطبية التي يمكن استخدامها، منها مبلمرات إيثيلين جليكول (ثابتة حرارياً من 60-250°C) وسكسنسات ثائي إيثيلين جليكول (ثابتة حرارياً حتى 200°C) ومن السوائل القطبية أيضاً عديدات الاسترات والأمينات وهذه تستبقي المواد القطبية عن طريق عدة قوى مثل الرابطة الهيدروجينية.

(ii) سوائل غير قطبية: Non-polar Liquids

من أهم أنواع هذه الفئة مبلمرات السليكون (ثابتة حرارياً حتى درجة حرارة 300°C) ويعتمد الفصل هنا غالباً على اختلاف درجات غليان المادة.

iii) سوائل خاصة : Special Liquids

مثال لهذا النوع استخدام نترات الفضة / إيثيلين جلايكول كطور ساكن سائل. استبقاء وفصل المواد عن بعضها يعتمد على مدى ثبات المركب المعقد التي تكونها تلك المواد مع الفضة. فمثلاً لفصل خليط من البرافينات والأوليفينات نجد أن الأوليفينات تتأخر في العمود نظراً لتكون الرابطة التاسقية التالية :



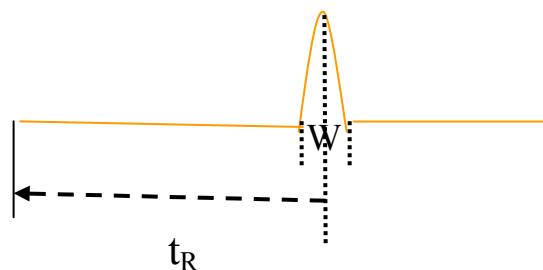
أداء العمود : Column Performance

يحدث فصل المواد داخل العمود نتيجة قوى التفاعل بين المادة المراد فصلها (المذاب) والطور الساكن السائل (المذيب). وبالرغم من أن المادة المراد فصلها تجزئ نفسها بين الطور المتحرك الغاز والطور الساكن إلا أن قوى التفاعل تحدث فقط لحظة امتصاص المادة المراد فصلها في الطور الساكن السائل. ويجب ملاحظة أن كل مكونات الخليط تتحرك بسرعة واحدة داخل الطور المتحرك الغاز بالرغم من اختلاف زمن الاستبقاء داخل العمود. وهنالك عاملان يؤثران على أداء العمود وهما :

i) كفاءة العمود :

نجد أن هذا مفهوم ميكانيكي يبحث ويتعلق بانتشار المادة المراد فصلها أسفل العمود كدالة للمادة المعبأة داخل العمود (الطور الساكن).

ويتمكن التعبير عن الكفاءة بالرجوع إلى ما يعرف بعدد الطبقات النظرية number of theoretical plates (n).



شكل رقم (٢٢) يوضح كيفية تعين عدد الطبقات النظرية

$$n = 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2$$

ونلاحظ من المعادلة كلما زادت قيمة n كلما ضاقت الأسنان W بالنسبة لزمن استبقاء t_R معين. وبالرغم من أن عدد الطبقات النظرية n يعد مقياساً لـ كفاءة العمود إلا أنه لأغراض المقارنة يتم استخدام ما يُعرف بالارتفاع المكافئ للطبقة نظرياً H

$$H = \frac{L}{n} = \frac{L}{16} \left(\frac{w}{t_r} \right)^2$$

حيث إن L : طول العمود.

ونلاحظ من المعادلة أعلاه أنه كلما قل ارتفاع الطبقة النظرية H كانت درجة الفصل أفضل. وهنالك عدة عوامل تؤثر على قيمة H منها معدل السريان وهذا يمكن إيضاحه بمعادلة فان ديمتر

: Van Deemter Equation

$$H = 2\lambda dp + \frac{2vD_G}{\bar{u}} + \cdot \frac{8}{\Pi^2} \frac{k}{(1+K)^2} \cdot \frac{df^2 \bar{u}}{D_L}$$

حيث إن :

H: الارتفاع المكافئ لطبقة نظرية واحدة. λ و v : ثوابت.

dp : متوسط قطر الحبيبات.

\bar{u} : سرعة السريان الخطى للطور المتحرك الغاز.

D_G : معامل انتشار المادة المراد فصلها في الطور المتحرك.

D_L : معامل انتشار المادة المراد فصلها في الطور الساكن السائل.

df : متوسط سمك الطبقة الرقيقة للطور الساكن السائل على الحبيبات.

k: معامل التجزء.

ويمكن كتابة المعادلة بالصورة البسيطة التالية :

$$H = A + \frac{B}{u} + C \bar{u}$$

العامل A (مؤثرة الطرق غير المتساوية):

انتشار النطاق وعرض السن الناتج من أثر الطرق غير المتساوية يحدث نتيجة الطرق المختلفة التي

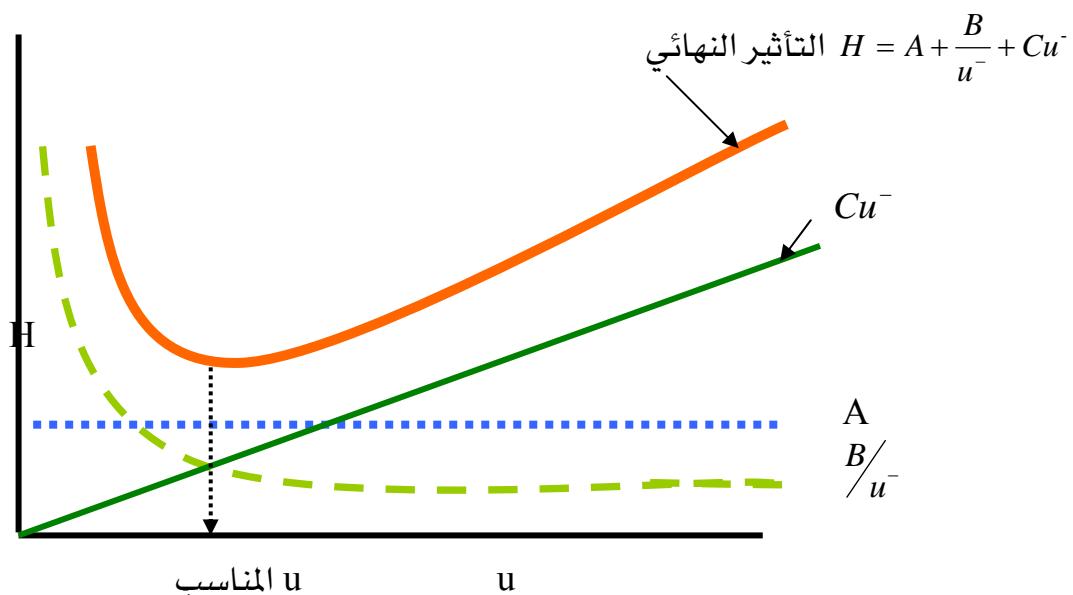
يسلكها جزيء من نفس النوع. ويمكن تقليل تأثير A وبالتالي تصغير قيمة هذا العامل وذلك بتبعية العמוד بحبيبات صغيرة ومتتماثلة في الشكل. وعليه نجد أن العامل A هو خاصية من خواص المادة المعبأة في العمود ويكون ثابتاً للعمود المعين.

العامل B (مؤثرة الانتشار الطولي):

ينتج هذا من ميل الجزيئات (المادة المراد فصلها) للانشار من المنطقة ذات التركيز العالي إلى المنطقة ذات التركيز المنخفض. هذا النوع من الانتشار والذي يمكن حدوثه في الطور لساكن والمتحرك يؤدي إلى انتشار النطاق وزيادة في عرض السن. ويمكن تقليل هذه الظاهرة بتقليل درجة الحرارة وزيادة سرعة السريان للطور المتحرك.

العامل C (مؤثرة عدم الاتزان) :

انتشار النطاق والزيادة في عرض السن يمكن أن يحدث بسبب سرعة سريان الطور المتحرك مما يؤدي إلى عدم الوصول إلى حالة الاتزان بين الطورين المتحرك والساكن ويمكن تقليل هذه الظاهرة بتقليل سرعة سريان الطور المتحرك. ويمكن أيضاً الوصول إلى حالة الاتزان بتضييق الطرق التي من خلالها يسري الطور المتحرك بحيث أن الجزيئات (المادة المراد فصلها) لا تنتشر بعيداً للوصول للطور الساكن، ولنفس السبب يجب أن يكون سمك الطور الساكن رقيقاً جداً ليتم الاتزان في وقت وجيز.. وعند رسم العلاقة بين H وسرعة سريان الطور المتحرك u نحصل على الشكل رقم (٢٢).



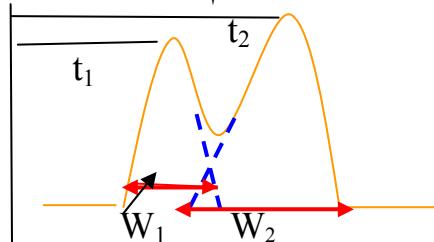
الشكل رقم (٢٢) يوضح العلاقة بين H وسرعة سريان الطور المتحرك
نلاحظ من الرسم أنه للوصول لأعلى كفاءة (H أقل قيمة ممكنة) الثوابت A, B, C يجب أن تكون ذات قيم صغيرة جداً. للوصول إلى ذلك يجب التحكم في سرعة سريان الطور المتحرك بحيث نحصل على سرعة سريان مناسبة U_{op} . وذلك لأن u يتاسب طردياً مع العامل C وعكسياً مع العامل B بينما لا يعتمد العامل A على سرعة السريان.

ii) كفاءة المذيب (الطور الساكن) للفصل والتفرق الكامل:

يتعلق هذا بفصل قمم الأسنان لمكونات خليط ما. ويعتمد على طبيعة المذيب (الطور الساكن) ودرجة الحرارة. ويمكن التعبير عن درجة الفصل R من معادلة برونيل كالتالي:

$$R = \frac{2(t_2 - t_1)}{W_1 + W_2}$$

والذي يتم إيجاده من الكروماتوجرام كما في الشكل رقم (٢٤).



شكل رقم (٢٤) يوضح كيفية إيجاد R

ويكون الفصل كاملاً عندما يكون قيمة $R \geq 1.5$

ونشاهد في الشكل رقم (٢٥) قمم متداخلة تم تحسين الفصل (i) بزيادة الطبقات النظرية n . (ii)

بتغيير الطور الساكن.

قمم متداخلة

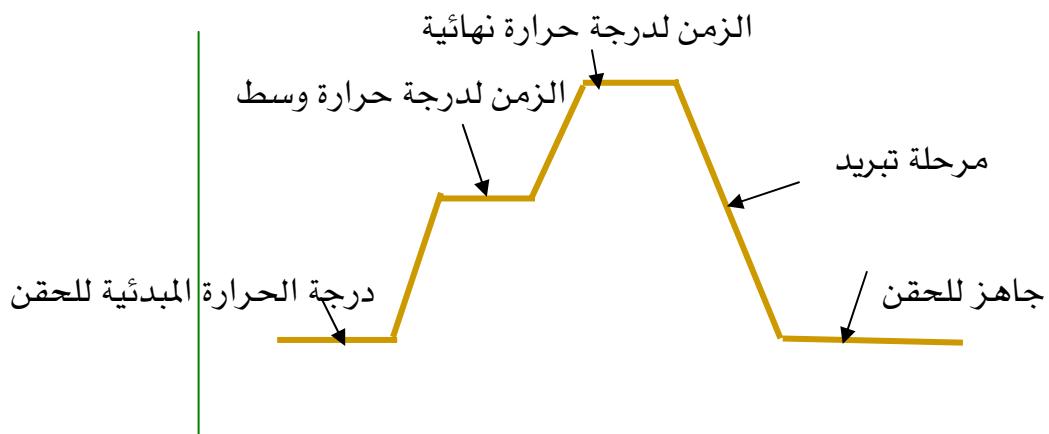
زيادة الطبقات النظرية n
(تم الفصل)

تغيير الطور الساكن
(تحسين الفصل كثيراً)

شكل رقم (٢٥) يوضح كيفية تحسين الفصل

التحكم في درجة حرارة الجهاز:

يتم التحكم في درجة حرارة محطة الحقن والكافش والعمود، فمثلاً درجة حرارة محطة الحقن يكون في حدود درجة غليان المادة $50^{\circ}\text{C} +$ تقربياً. ويتم ضبط درجة حرارة الكافش في حدود 250°C وذلك لمنع تكثف المواد المفصولة من العمود عند دخولها للكافش. أما درجة حرارة العمود يمكن أن تتفاوت من $100 - 450^{\circ}\text{C}$. وعادةً ما يتم ضبط درجة حرارة العمود في درجة ثابتة لفصل المواد المتقاربة في درجة تطايرها. في حالة تفاوت درجة التطابير بين مكونات العينات المعقدة (يحدث تداخل في السن وتفاوت كبير في زمن الاستبقاء للمكونات المختلفة) يلجأ إلى طريقة برمجة درجة حرارة العمود بحيث تزداد بشكل خطى مع الزمن (هذه التقنية تشبه نظام التصفية التتابعية التدريجية في كروماتوجرافيا السائل ذو الكفاءة العالية والذي سوف يأتي ذكره لاحقاً) كما في الشكل رقم (٢٦).

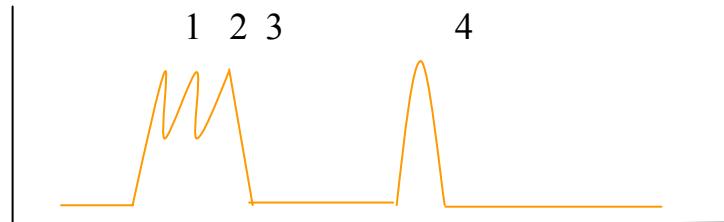


شكل رقم (٢٦) يوضح كيفية برمجة درجة حرارة العمود

يوضح المثال التالي شكل رقم (٢٧) أهمية درجة الحرارة المبرمجة:

فمثلاً خليط يحتوي على 6 مكونات ومختلفة بدرجة كبيرة في درجة تطايرها نجد الآتي:

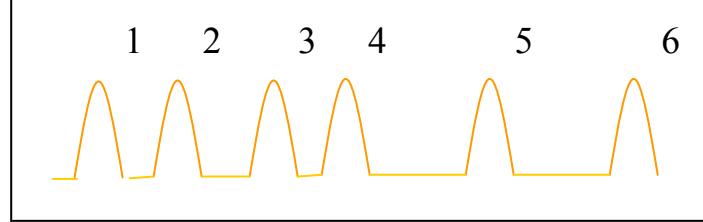
عند درجة حرارة 60°C :



عند درجة حرارة 140°C :



عند درجة حرارة مبرمجة:



شكل رقم (٢٧) يوضح أهمية درجة الحرارة المبرمجة

الكافش (المقدر) : Detector

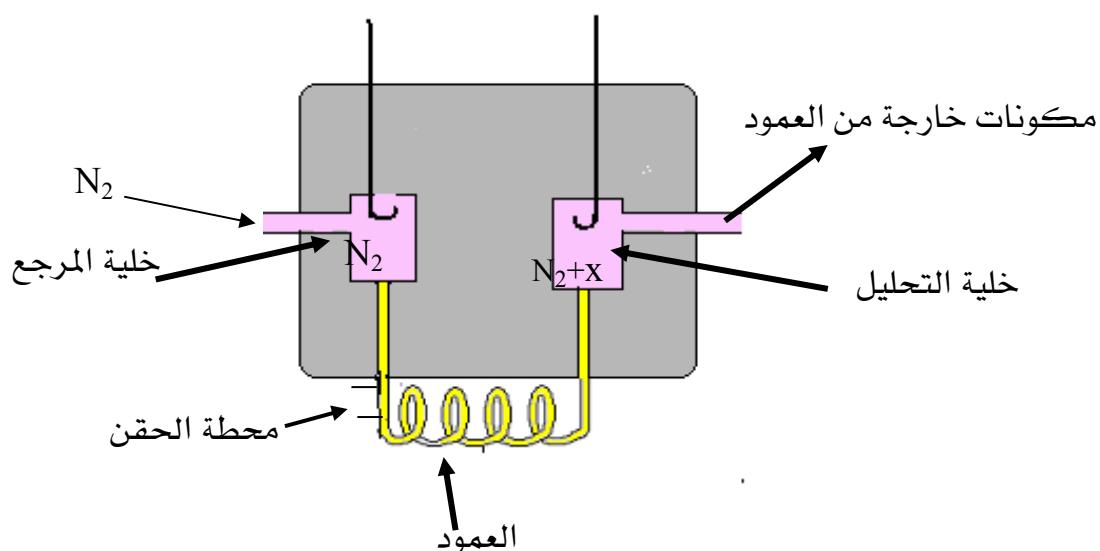
الغرض من الكافش هو إعطاء استجابة تتاسب طردياً مع تركيز المادة المفصولة الخارجة من العمود والتي تمر من خلاله. هذه الاستجابة والتي تكون في صورة إشارة كهربائية تسجل مقابل الزمن في شكل كروماتوجرام. ويجب أن يتتوفر في الكافش المثالى:

- الانقائة العالية .
 - الاستجابة والثباتية العالية .
 - غير حساس للتغيرات في ظروف التجربة مثل سريان الطور المتحرك الخ.
- هناك العديد من الكواشف والتي تختلف عن بعضها في التطبيق وطريقة العمل ومن هذه الكواشف التوصيل الحراري والتأين باللهم والأسر الإلكتروني ومطياف الكتلة.

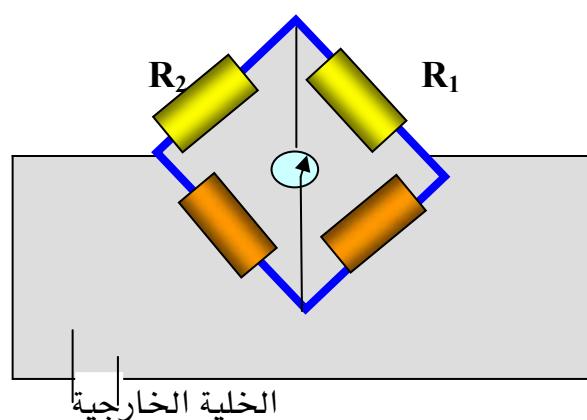
i) كاشف التوصيل الحراري (كاثاروميتر) :Katharometer

التكوين:

يتكون من ممرين يحتوي كلٌّ منها على سلك ملفوف من البلاتين يُسخن كهربائياً ويُكونان جزءاً من قنطرة ويستون. (R₂, R₁). كما في الشكلين رقم (٢٨) و (٢٩). إلى دائرة ويستون



شكل رقم (٢٨) يوضح كاشف التوصيل الحراري



شكل رقم (٢٩) يوضح قنطرة ويستون

المبدأ :

يعتمد فكرة هذا الكاشف على أن السلك الساخن يفقد حرارته بمعدل يعتمد على التوصيل الحراري للغاز المحيط به، ويعتمد التوصيل الحراري للغاز على تركيبه.

في هذا الكاشف يقاس مقاومة السلك والتي تتاسب طردياً مع درجة حرارته.

طريقة العمل:

تمر المادة المفصولة من خلال خلية التحليل فقط. بينما يمر الغاز الحامل خلال خلية التحليل والمراجع. عندما يمر الغاز الحامل فقط خلال خلية التحليل والمراجع نجد أن $R_f_1 = R_f_2$ وتكون قنطرة ويستون موزونة ولا يمر تيار في الدائرة الكهربائية.

و عند خروج المادة x من العمود والوصول إلى خلية التحليل (أي أن F_1 يحتوي على N_2^+ و F_2 على N_2 فقط). نجد أن $R_f_1 \neq R_f_2$.: الدائرة غير موزونة وينتج عن ذلك جهد يمكن قياسه وهذا يعمل على حركة القلم أعلى وأسفل ورق الرسم البياني.

من مزايا هذا الكاشف أن المادة المفصولة لا تفقد خواصها الفيزيائية أو الكيميائية.

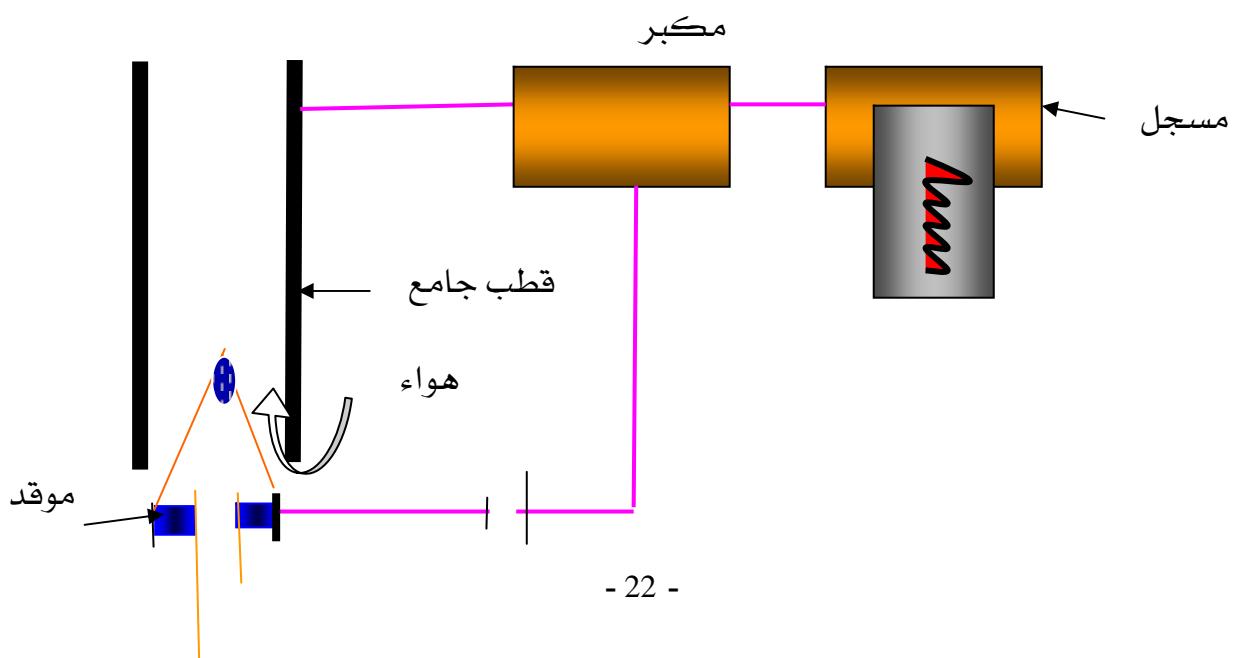
ii) كاشف التأين باللهمب : Flame Ionisation Detector

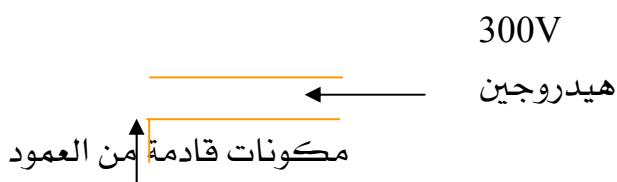
المبدأ :

يعتمد مبدأ عمل هذا الكاشف على أن المواد العضوية تنتج أيونات في لهب مكون من الهواء والهيدروجين.

التكوين:

يتكون من موقد صغير جداً ويُمد إليه غاز الهيدروجين والهواء ويحيط باللهب قطبان مختلفان الشحنة بجهد في حدود 200 فولت كما في الشكل رقم (٣٠).





شكل رقم (٣٠) يوضح كاشف التأين باللهب

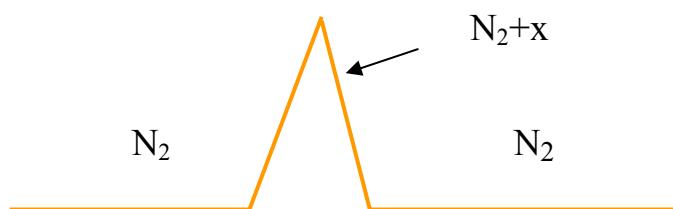
طريقة العمل:

عند مرور الطور المتحرك N_2 فقط داخل الكاشف لا يحدث تأين وبالتالي لا يمر تيار.

عند خروج المادة x مثلاً من العمود مع N_2 ودخوله للكاشف يحدث الآتي :

المادة العضوية (x) + هيدروجين + أكسجين \leftarrow ثاني أكسيد الكربون + ماء + أيونات موجبة + أيونات سالبة + إلكترونات.

مجموعية الأيونات السالبة والإلكترونات تحدث تياراً كهربائياً في الدائرة والذي يتاسب بدوره مع تركيز (كمية) المادة المفصولة (x) والذي يسجل في شكل الكروماتوجرام كما في الشكل رقم (٣١)



شكل رقم (٣١) يوضح الكروماتوجرام الناتج

من مزايا هذا الكاشف:

- الكاشف الأكثر استخداماً للمركبات العضوية.

- لا يعطي إشارة كهربائية للماء لذلك يمكن استخدام الماء لتخفيض المركبات العضوية قبل التحليل.

العيوب :

- المادة المفصولة تفقد جميع خواصها.

- استخدام ثلاثة غازات (الطور المتحرك والهواء والهيدروجين).

- غير حساس للمركبات الغير عضوية.

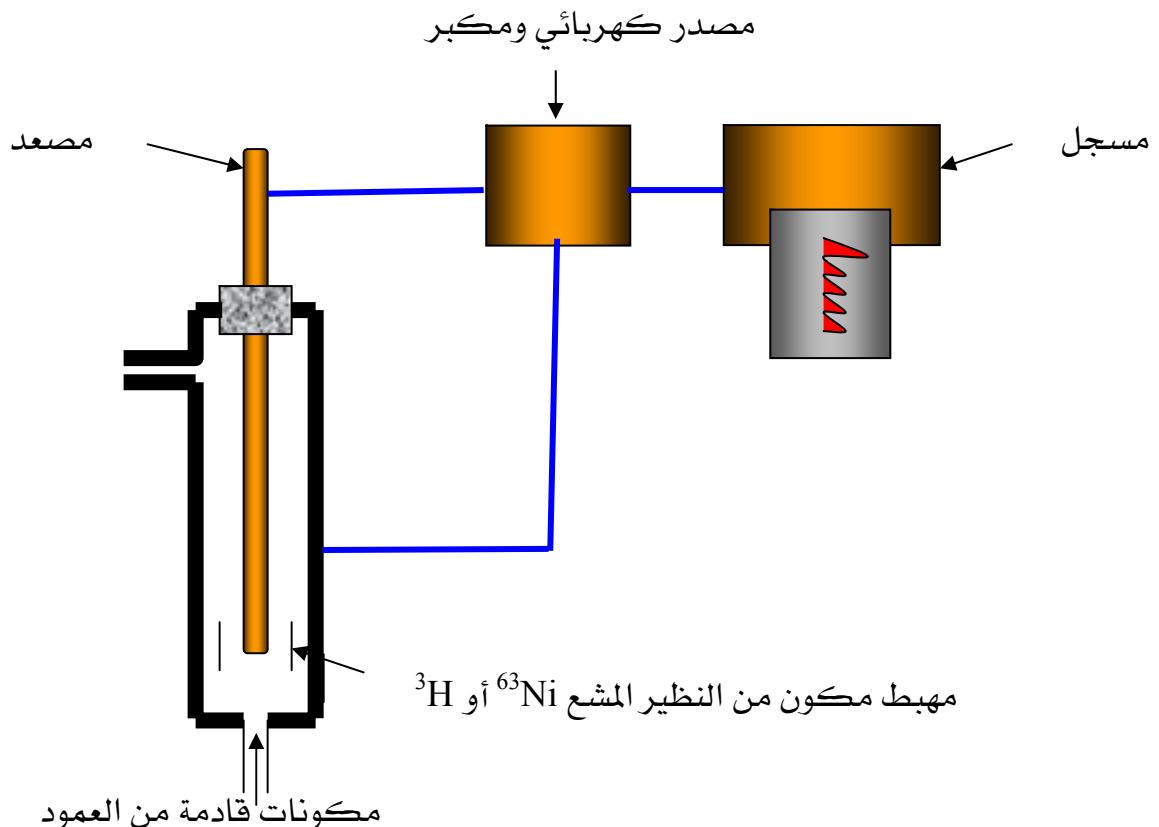
iii) كاشف الأسر الإلكتروني : Electron Capture Detector

يعتبر هذا الكاشف من أكثر الكواشف حساسية في التحليل البيئي وبالأخص المركبات العضو

halogenes .

التكوين:

يتكون المهبط من سلك فلزي به مصدر لأنشعة β (إلكترونات) مثل النظير المشع ^{63}Ni أو ^3H كما في الشكل رقم (٣٢).



شكل رقم (٣٢) يوضح كاشف الاسر الالكترونى

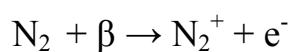
: المبدأ

هذا الكاشف والذي يكون في شكل غرفة تأين يعمل على مبدأ أن التوصيل لغازات في هذه الغرفة يتغير بشكل ملحوظ عند تلوث الغاز الذي بداخله.

طريقة العمل:

الخطوات التي تحدث داخل هذا الكاشف يمكن تلخيصه في الآتي :

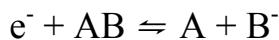
▪ يتأين النيتروجين (طور متحرك) عند دخوله للكاشف بواسطة أشعة β ذات الطاقة العالية :



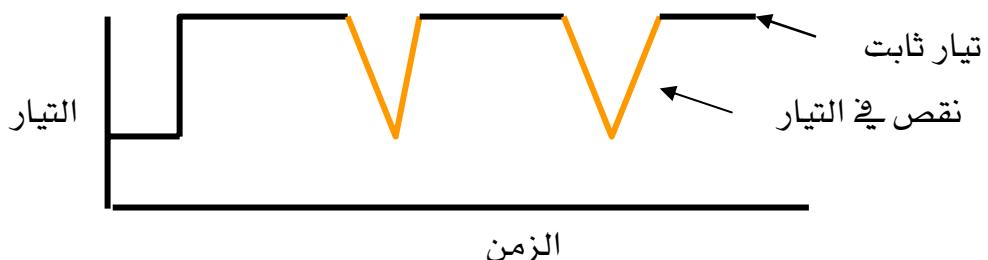
وبالتالي تتولد إلكترونات نتيجة الاصطدام.

▪ بتطبيق فرق جهد في حدود 20-50 فولت بين المصدر (مهبط) والمصدع تتطلق هذه الإلكترونات نحو المصدر (جامع) وينتج عن هذا تياراً ثابتاً.

- عند دخول مادة لها ألفة إلكترونية (مركبات تحتوي على الكلور أو الفلور) داخل الكاشف يحدث تفاعل مع الإلكترونات حسب التفاعل أو التفاعلين التاليين وينتج عن ذلك أسر لالكترونات



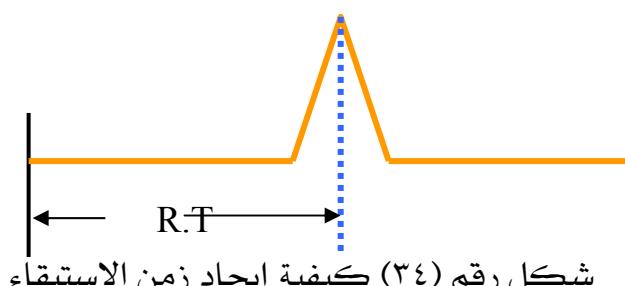
- الأيون السالب أعلاه ذو حركة أقل بحوالي 100,000 مرة من الإلكترون (e^-) ولهذا ينتج نقص في التيار الكهربائي والذي يسجل في شكل كروماتوغرام كما في الشكل رقم (٣٣).



شكل رقم (٣٣) يوضح الكروماتوغرام الناتج لكاشف الأسر الإلكتروني

التحليل النوعي :

بعد فصل مكونات خليط ما يمكن التعرف على هذه المكونات وذلك بمقارنة زمن الاستبقاء لكل مكون مع مواد قياسية معلومة كما في الشكل رقم (٣٤). حيث تم المقارنة تحت نفس ظروف التجربة.



شكل رقم (٣٤) كيفية إيجاد زمن الاستبقاء

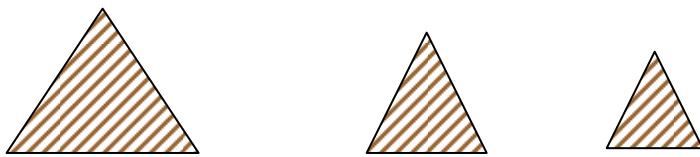
كما ذكر سابقاً يمثل الزمن المستغرق من لحظة الحقن حتى خروج قمة السن. في الأجهزة المتقدمة يمكن توصيل جهاز كروماتوغرافيا الغاز بمطياف الكتلة (GC/MS interface).

حيث يتم الكشف للمكونات الخارجية من جهاز كروماتوجرافيا الغاز بواسطة جهاز مطياف الكتلة والحصول على معلومات كمية ونوعية لخاليط العينات المعقدة.

التحليل الكمي :

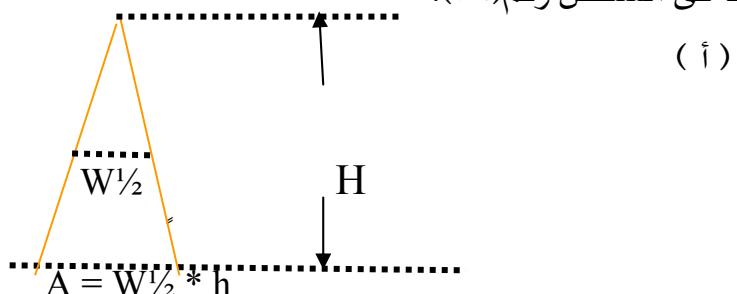
ذكرنا من قبل أيضاً أن مساحة السن تتناسب طردياً مع تركيز المادة.
وهناك عدة طرق لإيجاد المساحة نذكر منها:

- عن طريق الوزن (في حالة المسجل فقط).
مثلاً يتم حقن عدة محاليل قياسية

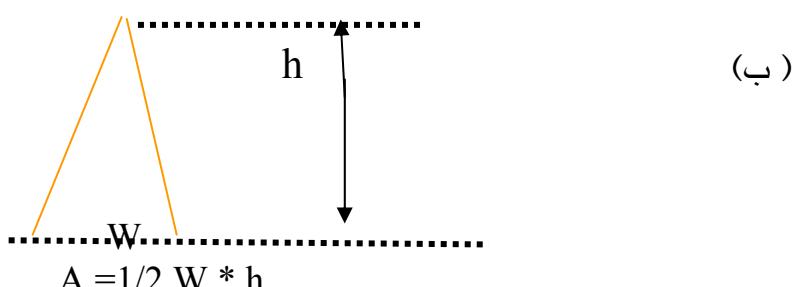


شكل رقم (٣٥) يوضح كيفية إيجاد المساحة عن طريق القص والوزن
ثم يقص كل سن كما في الشكل رقم (٣٥) ويتم وزنه، علماً بأن وزن السن يتتناسب طردياً مع التركيز.
(ii) عن طريق إيجاد مساحة السن في شكل مثلث (في حالة استخدام المسجل)

كما في الشكل رقم (٣٦).



$$\text{المساحة} = \text{الارتفاع} \times \text{العرض عند نصف الارتفاع}$$



$$\text{المساحة} = \text{الارتفاع} \times \text{نصف العرض (نصف القاعدة)}$$

شكل رقم (٣٦، أ و ب). يوضح كيفية إيجاد المساحة عن طريق المثلث

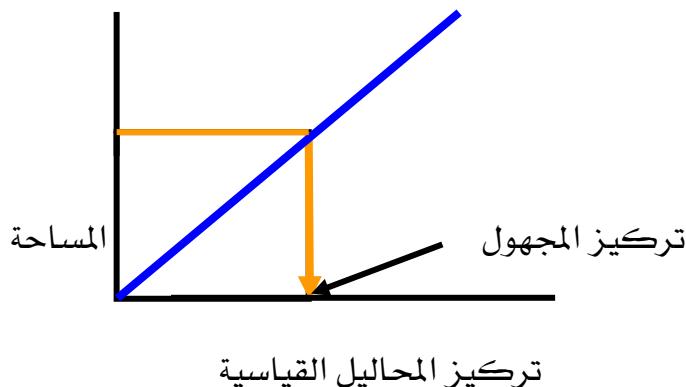
iii) استخدام الكمبيوتر أو الحاسوب الآلي التكاملي:

في هذه الحالة يقوم الكمبيوتر مثلاً بطباعة المساحة لحظة رسم الكروماتوجرام (السن) . ∴ لا حاجة للرجوع الى الخطوة (i) و (ii).

بعد إيجاد المساحة يمكن تعين تركيز المجهول بإحدى الطرق التالية:

- طريقة منحنى التدريج القياسي :

في هذه الطريقة بعد إيجاد مساحة ٥ محاليل قياسية وكذلك مساحة المجهول يتم إيجاد التركيز من المنحنى كما في الشكل رقم (٣٧).

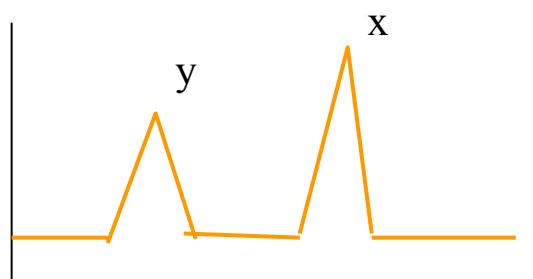


شكل رقم (٣٧) يوضح العلاقة بين المساحة والتركيز

٢. الإضافة الداخلية **Internal addition**:

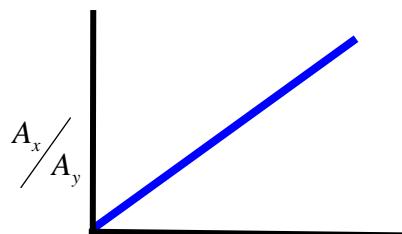
يمكن إجراء طريقة الإضافة الداخلية باستخدام عدة محاليل قياسية للمادة x مثلاً والمجهول ويضاف إلى كل محلول (القياسية والمجهول) أحجام ثابتة ويتراكز معين من المادة y مثلاً.

ثم يتم حقن المحاليل ويتم الحصول على الكروماتوجرام الناتج كما في الشكل رقم (٣٨) لكل محلول.



شكل رقم (٣٨) يوضح الكروماتوجرام الناتج لكل محلول

ثم يتم رسم العلاقة بين نسبة مساحة المادة X إلى مساحة المادة Y (A_x/A_y) مقابل تركيز المادة X ومن ثم يتم إيجاد تركيز المجهول من المنحنى كما في الشكل رقم (٣٩).



تركيز X

شكل رقم (٣٩) يوضح المنحنى الناتج من طريقة الإضافه الداخلية

تطبيقات كروماتوجرافيا الغاز:

- كروماتوجرافيا الغاز يمكن استخدامه لفصل المواد المتطايرة في درجة حرارة العمود.
- وبما أن درجة حرارة العمود تصل إلى حوالي 200°C لذا نجد أن الكثير من المواد العضوية وغير العضوية يمكن فصلها بهذه التقنية.
- في حالة المواد غير المتطايرة يمكن تحويلها إلى مشتقات متطايرة. وفيما يلي سوف نستعرض بعض التطبيقات المهمة في هذا المجال :
- تفصل الببتيدات بواسطة طور ساكن سائل غير قطبي في عمود شعري ذات درجة حرارة مبرمجة، بعد تحويلها إلى مشتقات أستيريه.
- تفصل الاستيروئيدات باستخدام طور ساكن معبأً ذا درجة حرارة مبرمجة من $140-250^{\circ}\text{C}$ ويفضل استخدام كاشف التوصيل الحراري.
- المبيدات: يجب استخلاص المبيد من العينة وتنظيفه من المواد الدهنية والصبغات ثم فصله بأعمدة معبأة ويفضل استخدام كاشف الأسر الإلكتروني.