جداسازی:

ثابت توزیع (ضریب تقسیم):

اثر pH:

مثال: ثابت توزیع اسید HA بین یک حلال آلی و آبی ۵۰ است. در صورتی که مقدار ۲۰ درصد از اسید در pH=5 توسط حلال آلی استخراج گردد ثابت توزیع اسید HA کدام است؟

مقدار باقیمانده:

مقدار استخراج شده:

مثال: ۲۰ میلی لیتر از یک نمونه آبی ۱۰ میلی گرم از یک حشره کش هالوژن دار و ۱۰ میلی گرم از یک آفت کش یونی است. اگر نسبت توزیع حشره کش در متیل بنزن به فاز آبی برابر ۵۰ باشد. بازده استخراج حشره کش توسط ۱۰ میلی لیتر از متیل بنزن چقدر است.

طبقه بندی کروماتوگرافی:

بر اساس ثابت توزیع روش های کروماتوگرافی به دو دسته خطی و غیر خطی طبقه بندی می شوند.

۱) کروماتوگرافی خطی:

۲) کروماتوگرافی غیر خطی:

ضریب گزینش پذیری:

راندمان جداسازی:

علت گوسی بودن پیک ها چیست؟

تئوری کروماتوگرافی:

تئوری بشقابک:

مثال: اگر زمان بازداری یک ماده در ستون A (با $N = ۱۶۰۰$ ، $N =$ تعداد بشقابکهای فرضی) دو برابر زمان بازداری در ستون B و عرض پیک در هـر دو مورد یکسان باشد، تعداد بشقابک‌های فرضی (N) ستون B کدام است؟ (سراسری ۷۸)

۱) ۶۴۰۰ ۲) ۳۲۰۰ ۳) ۸۰۰ ۴) ۴۰۰

مثال: از یک ستون به طول L و تعداد بشقابک‌های N برای تفکیک دو ماده A و B استفاده می‌شود. اگر طول ستون نصف شود و ۲N بشقابک گرفته شود، k' و α به ترتیب چگونه تغییر می‌کنند؟ (سراسری ۹۰)

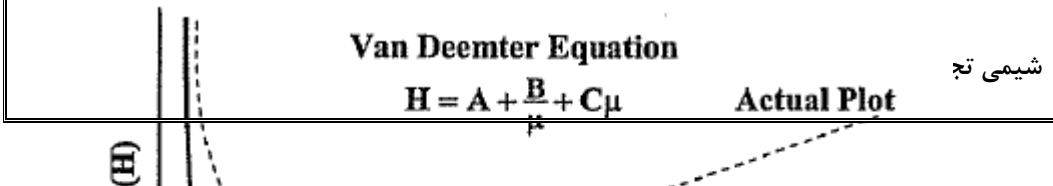
۱) کاهش می‌یابند. ۲) افزایش می‌یابند. ۳) k' کاهش و α افزایش می‌یابد. ۴) هر دو ثابت می‌مانند.

نظریه سینتیکی:

A (مسیر چند گانه یا نفوذ گردابی):

B (نفوذ طولی):

انتقال جرم تعادلی (Cs, Cm):



شیمی تج

بهینه سازی راندمان جداسازی ستون:

پارامترهای موثر بر قدرت تفکیک (Resolution):

مثال: زمان بازداری (t_R) دو ترکیب **A** و **B** در یک ستون کروماتوگرافی به ترتیب برابر با ۱۷/۵ و ۱۸/۳ دقیقه و عرض آنها در قاعده به ترتیب ۱/۱ و ۱/۲ دقیقه می‌باشد. ابتدا R_s را محاسبه کنید و سپس معین کنید تعداد تشتک‌های تئوری (N) را چند برابر افزایش دهیم تا $R_s = 1/5$ گردد؟ (سراسری ۸۰)

۱) ۰/۷۵ ۲) ۲/۲۵ ۳) ۳/۲۵ ۴) ۴/۵

مثال: کروماتوگرام حاصل از دو ترکیب **A** و **B** دارای عامل ظرفیت متوسط $K' = 5/5$ (capacity Factor) و ضریب گزینش پذیری $\alpha = 1/1$ می‌باشد. اگر قدرت تفکیک (R_s) برابر با ۱/۲ باشد، ارتفاع بشقابک تئوری (Theoretical Plate) برابر است با: (طول ستون = ۲۰ سانتی‌متر)
(سراسری ۷۷)

۱) ۰/۰۲۵ میلی‌متر ۲) ۰/۱۲ میلی‌متر ۳) ۱/۰ میکرون ۴) ۵۱/۳ میکرون

نکته:

مثال: کدام یک از پارامترهای معادله وان دیمتر $H = A + B/u + Cu$,(Van Deemter) در زمان استفاده از ستون موئینه باز حذف خواهد شد؟
(سراسری ۸۴)

۱) A ۲) B ۳) C ۴) هیچ‌کدام

روش تجزیه کمی:

ارتفاع پیک تحت تاثیر چه عواملی است؟

استاندارد خارجی:

افزایش استاندارد:

استاندارد داخلی:

استاندارد داخلی به دو دسته تقسیم می-شوند؟

مشکل روش استاندارد داخلی:

تکنیک Area Normalization:

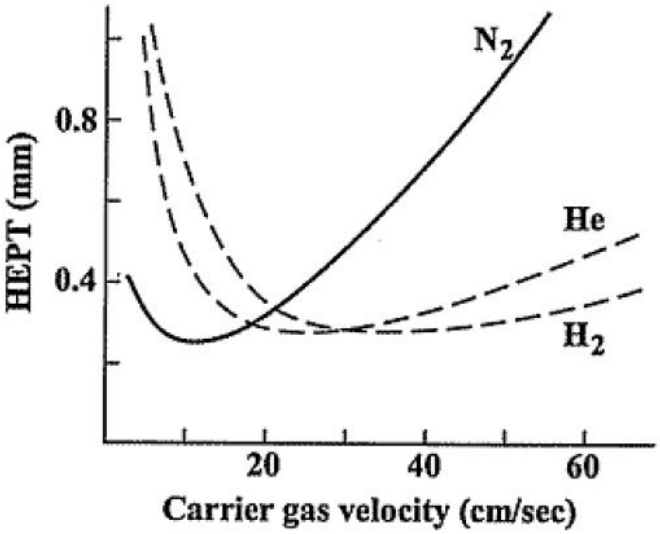
مثال: آیا روش زیر درست است؟

مثال: آیا می توان گفت که غلظت C12 بیشتر از C6 است؟

مثال: آیا اگر ارتفاع یا مساحت دو برابر شد می توان گفت که غلظت هم دو برابر شد؟

مثال: روش بهنجارش مساحت برای تعیین الکل n- نوع دوم و ایزو و نوع سوم به کار رفته است. برای تعیین ضریب جواب نسبی الکل ها، محلول استانداردی از الکل تهیه و کروماتوگرام گازی آن مشاهده شد نتایج به صورت زیر بود.

گاز حامل در GC:


HEPT (mm)
0.8
0.4
N2
He
H2
20
40
60
Carrier gas velocity (cm/sec)

مثال: در کروماتوگرافی گازی، فاز متحرک (گاز حامل) با توجه به ..... انتخاب می‌شود. (سراسری ۸۱)

۱) نوع نمونه ۲) نوع آشکارساز ۳) نوع فاز ساکن ۴) دمای ستون

سیستم تزریق نمونه:

ستون در GC:

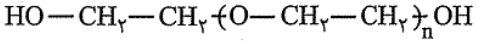
ستون های پر شده (Packed):

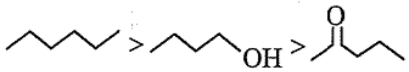
ستون های مویین (Capillary or Open Tubular):

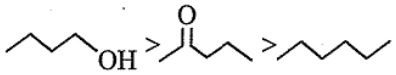
مقایسه ستون ها:

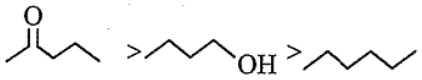
مثال: ترتیب زمان شویش ترکیبات زیر در یک ستون کروماتوگرافی گازی با فاز ساکن پلی‌اتیلن گلیکول چگونه می‌باشد؟

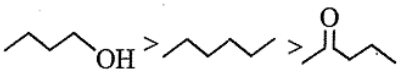
پلی اتیلن گلیکول:



۱) 

۲) 

۳) 

۴) 

مثال: برای بهبود جداسازی در کروماتوگرافی گازی، معمولاً از کدام روش زیر استفاده می‌شود؟

۱) برنامه‌ریزی دمایی (temperature programming)

۲) برنامه‌ریزی فشاری (pressure programming) و تغییر فاز ساکن

۳) تغییر حلال (solvent programming) و تغییر فاز ساکن

۴) تغییر حلال (solvent programming) و تغییر فلوی گاز حامل

مثال: مزیت اصلی برنامه‌ریزی حرارتی در کروماتوگرافی گازی کدام است؟ (سراسری ۹۰)

۱) امکان جداسازی مواد با فشار بخار یکسان

۲) افزایش تعداد صفحات فرضی

۳) امکان جداسازی مواد با تفاوت گسترده فشار بخار

۴) امکان استفاده از آشکارساز رایش الکترون

مثال: برای جداسازی الکلهای متانول، اتانول، پروپانول، هگزانول، هپتانول و اوکتانول با نقاط جوش ۶۵، ۷۸/۵ ، ۹۷/۵ ، ۱۱۷، ۱۳۷، ۱۵۸، ۱۷۶ ، ۱۹۵ درجه سانتی‌گراد کدامیک از روشهای کروماتوگرافی مناسب‌تر است؟ (سراسری ۸۰)

۱) کروماتوگرافی با دمای برنامه‌ریزی شده Programmed Temperature Gas Chromatography

۲) کروماتوگرافی گازی با دمای ثابت Isothermal Gas Chromatography

۳) HPLC از نوع کروماتوگرافی یون Ion Chromatography HPLC

۴) کروماتوگرافی گازی از نوع الک ملکولی Molecular Sieve Gas Chromatography

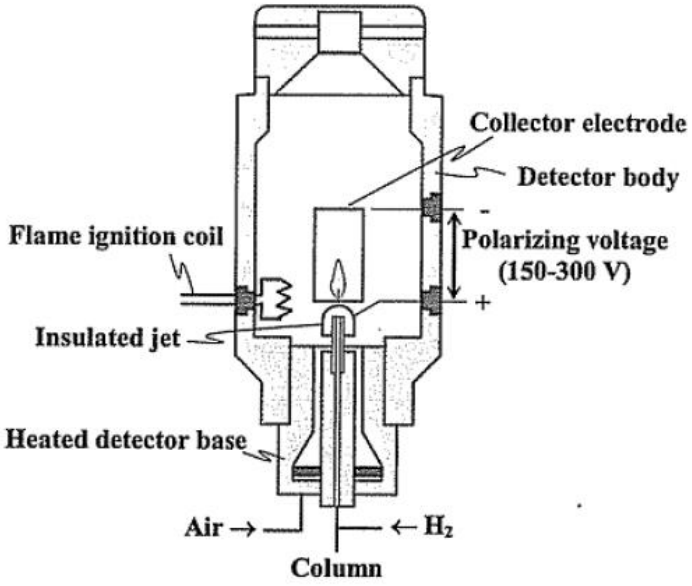
ویژگی آشکارسازی GC:

آشکارسازها به دو دسته تقسیم بندی می شوند:

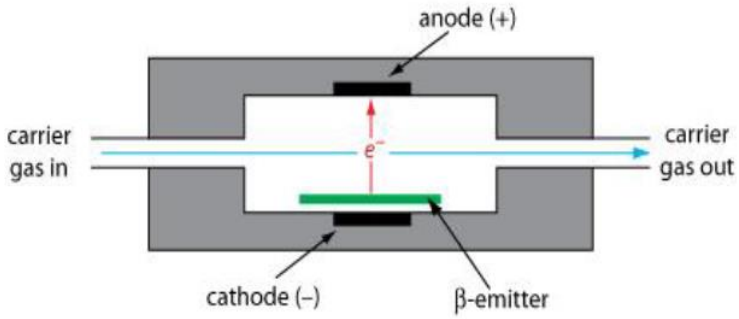
۱) حساس به جرم:

۲) حساس به غلظت:

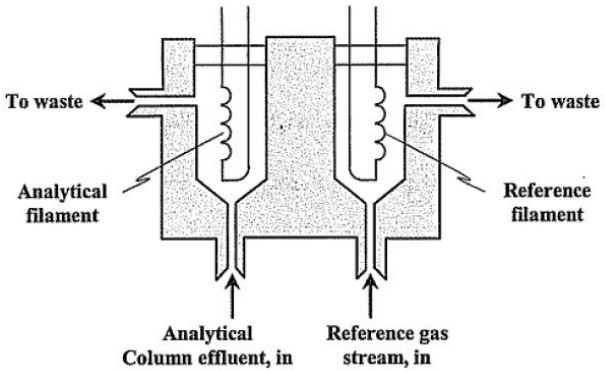
FID:


Collector electrode
Detector body
Flame ignition coil
Polarizing voltage
(150-300 V)
-
+
Insulated jet
Heated detector base
Air →
← H₂
Column

:ECD


anode (+)
carrier
gas in
e⁻
carrier
gas out
cathode (–)
β-emitter

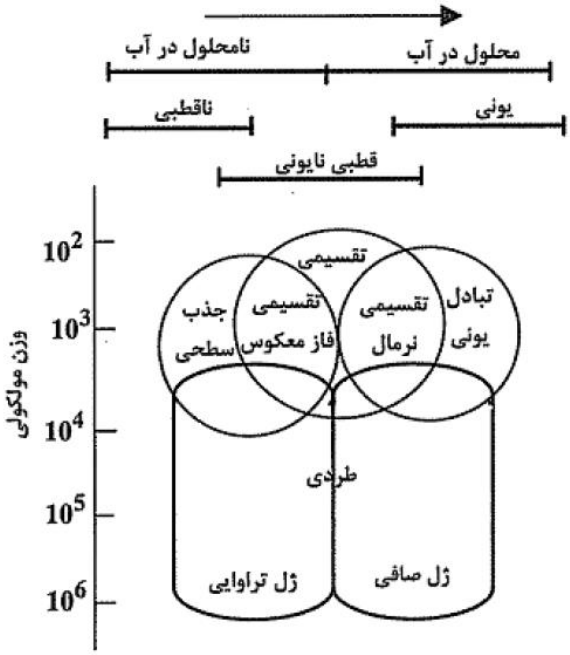
:TCD


To waste
To waste
Analytical filament
Reference filament
Analytical Column effluent, in
Reference gas stream, in

:NPD

پهن شدگی نوار:

میدان عمل HPLC:



کروماتوگرافی تقسیمی:

مثال: اگر گروه هیدورکسیل آن پوشیده نشود چه می شود؟

مثال: چرا R های بزرگ ترجیح داده می شود؟

مثال: R در روش معکوس با نرمال چه تفاوتی می کند؟

فاز متحرک و ساکن در کروماتوگرافی تقسیمی:

اثر فاز متحرک بر ضرایب بازداری:

مثال: در یک ستون فاز معکوس چنانچه ۳۰ درصد متانول و ۷۰ درصد آب است یک زمان بازداری ۳۱/۳ دقیقه است، در حالی که یک گونه نگهداری نشده به ۰/۴۸ دقیقه برای شویش نیاز دارد. الف) K

ب) درصد آب و متانول را برای مقدار K برابربا ۵ محاسبه کنید.

هدف از مشتق سازی:

Ion Pair Chromatography:

Chiral Separation:

Adsorption Chromatography:

Ion Exchange Chromatography:

Ion Chromatography:

Size Exclusion Chromatography:

کروماتوگرافی مسطح:

مثال: برای جداسازی پلیمرهای باجرم مولکولی بالا کدام روش کروماتوگرافی مناسب تر است؟ (سراسری ۸۹)

۱) کروماتوگرافی تقسیمی ۲) یون کروماتوگرافی ۳) کروماتوگرافی میل ترکیبی ۴) کروماتوگرافی اندازه طردی

مثال: حساسیت آشکار ساز هدایت گرمایی (TCD) به طور کلی به کدام عامل (ها) وابسته است؟ (سراسری ۸۹)

۱) به نوع فاز ساکن ۲) به نوع گاز حامل

۳) به نوع فاز ساکن و ضخامت آن ۴) به نوع فاز ساکن، ضخامت آن و دمای ستون

مثال: فرایند تغییر ترکیب فاز متحرک در حین جداسازی با کروماتوگرافی مایع، شویش ..... نامیده می‌شود. (سراسری ۸۸)

۱) ایزوکراتیک (Isocratic) ۲) فاز نرمال(Normal phase)

۳) فاز معکوس (Reversed phase) ۴) گرادیانی (Gradient)

مثال: کدام روش برای جداسازی و اندازه‌گیری مخلوطی از هیدروکربن‌های آلیفاتیک دارای ۱۲ تا ۱۸ کربن مناسب است؟ (سراسری ۸۸)

۱) کروماتوگرافی مایع با فاز نرمال ۲) کروماتوگرافی مایع با فاز معکوس

۳) کروماتوگرافی گازی با فاز معکوس ۴) کروماتوگرافی گازی با فاز نرمال

مثال: کدام روش برای جداسازی و اندازه‌گیری مخلوطی از قندها مناسب‌تر است؟ (سراسری ۸۷)

۱) HPLC با آشکارساز جذبی ۲) HPLC با آشکار ساز هدایتی ۳) GC با آشکارساز هدایت گرمایی ۴) GC با آشکارسازی یونش شعله

مثال: در صورتی که فاز ساکن در کروماتوگرافی به صورت **باشد، کدام ترتیب زمان ماند برای الکل‌ها صحیح است؟** (سراسری ۸۶)

۱) $CH_3OH > CH_3CH_2OH > H_3C-\underset{\displaystyle CH_3}{\overset{\displaystyle |}{CH}}-OH > CH_3CH_2CH_2OH$

۲) $CH_3OH < CH_3CH_2OH < H_3C-\underset{\displaystyle CH_3}{\overset{\displaystyle |}{CH}}-OH < CH_3CH_2CH_2OH$

۳) $CH_3OH < H_3C-\underset{\displaystyle CH_3}{\overset{\displaystyle |}{CH}}-OH < CH_3CH_2OH < CH_3CH_2CH_2OH$

۴) $CH_3OH > H_3C-\underset{\displaystyle CH_3}{\overset{\displaystyle |}{CH}}-OH > CH_3CH_2OH > CH_3CH_2CH_2OH$

مثال: **ترتیب شویش (Elution) ترکیبات n-هگزانول، ۱ و ۲-هگزان دیول و بنزن در کروماتوگرافی مایع تقسیمی با فاز معکوس (reverse-phase partition liquid chromatography) کدام است؟** (سراسری ۹۹)

۱) ۱ و ۲-هگزان دیول، ۱-هگزانول، n-هگزان و بنزن
۲) بنزن، n-هگزان، ۱-هگزانول، ۱ و ۲-هگزان دیول
۳) n هگزان، بنزن، ۱ هگزانول، ۱ و ۲ هگزان دیول
۴) ۱ و ۲ هگزان دیول، ۱ هگزانول، بنزن و n هگزان

مثال: **جداسازی مواد باردار به‌وسیلهٔ مهاجرت افتراقی آن‌ها از عرض یک صفحه یا از میان یک ستون در گرادیان پتانسیل اعمالی، ..... نامیده می‌شود.** (سراسری ۹۸)

۱) الکتروفورز
۲) کروماتوگرافی یون
۳) کروماتوگرافی لایه نازک
۴) کروماتوگرافی سیال فوق بحرانی