

به نام خدا

مقدمه‌ای بر کوپلاژ

کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی

مؤلف

استفان بوشنه

مترجمین:

دکتر افسانه ملاحسینی

سعید ملتجی‌حق

کلیه حقوق مادی و معنوی این کتاب برای انتشارات پژوهشی نوآوران شریف محفوظ است و هیچ شخص حقیقی یا حقوقی حق چاپ و نشر تمام یا بخشی از این اثر را بدون موافقت کتبی ناشر به هر صورت اعم از فتوکپی، پلّی کپی، جزوه و ... ندارد و متخلفین به موجب بند ۵ ماده ۲ قانون حمایت از ناشرین مصوب مجلس محترم شورای اسلامی تحت پیگرد قانونی قرار می‌گیرند.

(انتشارات پژوهشی نوآوران شریف)

حقوق مترجمین محفوظ است

سرشناسه: بوشونه، استفان / Bouchonnet, Stéphane

عنوان و نام پدیدآورندگان: مقدمه‌ای بر کوپلاژ کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی / مؤلف استفان بوشونه؛

ترجمین سعید ملتجی‌حق، افسانه ملاحسینی.

مشخصات نشر: تهران: پژوهشی نوآوران شریف، ۱۴۰۰.

مشخصات ظاهری: ۲۸۰ص: مصور، جدول، نمودار.

شابک: 978-622-6937-20-7

وضعیت فهرست نویسی: فیبا

یادداشت: عنوان اصلی: Introduction to GC-MS spectrometry, c2013

موضوع: کروماتوگرافی گازی / Gas chromatography

موضوع: طیف‌سنجی جرمی / Mass spectrometry

شناسه افزودن: ملتجی حق، سعید، ۱۳۶۱-، مترجم

شناسه افزودن: ملاحسینی، افسانه، ۱۳۵۰-، مترجم

رده‌بندی کنگرد: QD۷۹

رده‌بندی دیویی: ۵۴۳/۶۵

شماره کتابشناسی ملی: ۸۵۳۸۰۷۵

تهران- انقلاب - خیابان جمال‌زاده جنوبی - بعد از جمهوری - خیابان چنگیزی - خیابان زرین قدم -

بن بست مهربان - پلاک ۲۱ - واحد ۱

تلفن: ۰۲۱۶۶۹۱۶۷۹۶ - ۰۲۱۶۶۹۱۶۷۳۴ - ۰۹۱۲۳۰۱۷۶۱۶ - ۰۹۱۹۲۵۷۳۰



عنوان کتاب: مقدمه‌ای بر کوپلاژ کروماتوگرافی گازی - طیف‌سنجی جرمی

ترجمین: دکتر افسانه ملاحسینی - سعید ملتجی‌حق

ناشر: پژوهشی نوآوران شریف

نوبت چاپ: اول ۱۴۰۱

تیراژ: ۵۰۰ نسخه

صفحه‌آرایی: سحر ابراهیمی

قیمت: ۱۱۰۰۰۰۰ ریال

برای کسب اطلاعات بیشتر از این مجموعه به آدرس تلگرامی زیر مراجعه فرمایید.

https://t.me/khf_sharif

کانال‌های تلگرامی بخش شیمی:

https://t.me/chemistry_sharif

https://t.me/chemistry1_sharif

فهرست مطالب

صفحه

عنوان

۱۱.....	مقدمه مولف
۱۵.....	مقدمه مترجمین

فصل ۱: مفاهیم کروماتوگرافی گازی

۱۷.....	۱-۱- نکات عمومی
۱۷.....	۱-۱-۱- اصول عمومی
۱۸.....	۲-۱-۱- مولکول‌های مناسب برای آنالیز با GC
۱۹.....	۳-۱-۱- GC-MS در مقابل LC-MS
۲۰.....	۴-۱-۱- مشتق سازی شیمیایی
۲۰.....	۱-۴-۱-۱- سیلیله کردن
۲۱.....	۲-۴-۱-۱- متیلاسیون
۲۱.....	۳-۴-۱-۱- ایزوپروپیل اسیل
۲۲.....	۴-۴-۱-۱- استیلاسیون
۲۲.....	۲-۲- دستگاهوری
۲۳.....	۱-۲-۱- دریچه تزریق
۲۳.....	۱-۱-۲-۱- گاز حامل
۲۳.....	۲-۱-۲-۱- جریان گاز
۲۴.....	۳-۱-۲-۱- تزریق در حالت تقسیمی (Split)
۲۴.....	۴-۱-۲-۱- تزریق به حالت غیر تقسیمی (Splitless mode)
۲۵.....	۵-۱-۲-۱- on-column تزریق
۲۶.....	۶-۱-۲-۱- Ross دریچه تزریق
۲۶.....	۲-۲-۱- آون و ستون موئینه
۲۷.....	۱-۲-۲-۱- ساختار یک ستون موئینه
۲۸.....	۲-۲-۲-۱- آماده سازی ستون موئینه
۲۹.....	۳-۲-۲-۱- پارامترهای هندسی ستون موئینه
۲۹.....	۴-۲-۲-۱- برنامه ریزی دمایی ستون
۳۰.....	۳-۲-۲-۱- خط انتقال
۳۱.....	۳-۱- کروماتوگرافی سریع
۳۱.....	۱-۳-۱- تعاریف
۳۲.....	۲-۳-۱- تنظیمات عملیاتی

۳۳	 ۳-۳-۱- دستگاه‌های GC سریع
۳۴	 ۴-۱- کروماتوگرافی چندبعدی
۳۴	 ۱-۴-۱- کروماتوگرافی گازی جامع (GC×GC)
۳۶	 ۲-۴-۱- کروماتوگرافی دوبعدی (GC-GC)
۳۷	 ۳-۴-۱- کاربردهای کروماتوگرافی چندبعدی
۳۹	 مراجع

فصل ۲: مقدمه‌ای بر طیف‌سنجی جرمی

۴۳	 ۱-۲- اجزاء دستگاه طیف‌سنج جرمی
۴۴	 ۲-۲- خلاصه
۴۴	 ۱-۲-۲- کار کردن تحت شرایط خلاصه
۴۵	 ۲-۲-۲- سیستم پمپاژ
۴۷	 ۳-۲-۲- اثرات فشار پایین
۴۸	 ۴-۲-۲- تأخیر قبل از کسب داده‌ها
۴۹	 ۳-۲- آشکارسازها
۴۹	 ۱-۳-۲- تقویت‌کننده‌ی الکترون
۵۰	 ۲-۳-۲- صفحات میکروکانالی
۵۲	 ۳-۳-۲- آشکارسازهای خارج از محور
۵۳	 ۴-۳-۲- پردازش سیگنال
۵۵	 مراجع

فصل ۳: تولید یون در GC-MS

۵۷	 ۱-۳- تعاریف و نکات عمومی
۵۸	 ۲-۳- یونیزاسیون الکترونی
۵۸	 ۱-۲-۳- اصول
۶۰	 ۲-۲-۳- انرژی درونی یون
۶۰	 ۱-۲-۲-۳- مفهوم
۶۲	 ۲-۲-۲-۳- توزیع انرژی درونی
۶۳	 ۳-۲-۳- بازده یونیزاسیون
۶۴	 ۴-۲-۳- محدودیت‌های EI
۶۵	 ۳-۳- یونیزاسیون شیمیایی
۶۷	 ۱-۳-۳- یونیزاسیون شیمیایی مثبت
۶۷	 ۱-۱-۳-۳- اصول

۷۱	۳-۱-۲-۲- روش کار
۷۱	۳-۱-۳- یونیزاسیون شیمیایی مثبت با استفاده از آنالایزر تله یون با منبع یونیزاسیون داخلی
۷۳	۳-۲-۳- CI منفی: الحاق الکترون
۷۵	۳-۳-۳- حد تشخیص و CI
۷۷	مراجع

فصل ۴: جداسازی یون

۷۹	۴-۱- نکات عمومی
۷۹	۴-۱-۱- بار یون‌ها
۸۰	۴-۱-۲- انواع آنالایزرها
۸۱	۴-۲- جنبه‌های تکنیکی
۸۱	۴-۲-۱- محدوده روبش جرم به بار (m/z)
۸۱	۴-۲-۲- عبوردهی
۸۲	۴-۲-۳- سرعت روبش
۸۲	۴-۲-۴- قدرت تفکیک
۸۲	۴-۲-۴-۱- قدرت تفکیک پایین
۸۳	۴-۲-۴-۲- قدرت تفکیک بالا
۸۳	۴-۲-۴-۳- کاربردهای قدرت تفکیک بالا
۸۵	۴-۳- چهار قطبی‌ها
۸۵	۴-۳-۱- اپتیک انتقال یون
۸۶	۴-۳-۲- اصول عملکرد
۸۸	۴-۳-۳- نگرش تئوری به جداسازی یون
۹۳	۴-۳-۴- کالیبراسیون چهار قطبی
۹۴	۴-۴- آنالایزرهای تله یون
۹۵	۴-۴-۱- تله یون‌های با یونیزاسیون داخلی
۹۷	۴-۴-۱-۱- اثر خنک‌سازی هلیوم
۹۸	۴-۴-۱-۲- مدولاسیون محوری
۹۹	۴-۴-۱-۳- تنظیم خودکار پر شدن تله یون
۱۰۲	۴-۴-۲- نگرش تئوری به جداسازی یون در تله یونی
۱۰۳	۴-۴-۳- تله یون‌های با یونیزاسیون خارجی
۱۰۵	۴-۴-۴- تله یون‌های با یونش ترکیبی
۱۰۷	۴-۵- آنالایزرهای زمان پرواز

۱۰۷.....	۴-۱-۵-جداسازی یون
۱۰۸.....	۴-۲-۵-آینه‌های الکترواستاتیک*.....
۱۱۱.....	۴-۳-۵-مزایا و محدودیت‌ها
۱۱۲.....	۴-۶-آنالیزهای مغناطیسی
۱۱۳.....	۴-۱-۶-جداسازی یون در میدان مغناطیسی
۱۱۴.....	۴-۲-۶-طیف‌سنج جرمی تمرکز دوگانه
۱۱۴.....	۴-۱-۲-۶-قطاع الکتریکی
۱۱۵.....	۴-۲-۲-۶-اصول تمرکز دوگانه
۱۱۶.....	۴-۳-۶-مزایا و کاربردهای عمده طیف‌سنج‌های جرمی مغناطیسی
۱۱۷.....	مراجع

فصل ۵: حالت‌های اکتساب در GC-MS

۱۱۹.....	۵-۱-تعاریف
۱۱۹.....	۵-۱-۱-مقدمه
۱۲۰.....	۵-۱-۲-قاعده s_z
۱۲۱.....	۵-۱-۳-نسبت سیگنال به نوفه
۱۲۳.....	۵-۲-آنالیز روبش یا اسکن کامل
۱۲۳.....	۵-۱-۲-تعریف ثبت اسکن کامل
۱۲۳.....	۵-۲-۲-جریان یونی کل
۱۲۴.....	۵-۳-۲-روبش فرکانس برای اکتساب داده‌ها
۱۲۶.....	۵-۴-۲-اهداف
۱۲۷.....	۵-۵-۲-محدودیت‌ها
۱۲۹.....	۵-۳-حالت‌های SIM SIR و SIS
۱۳۲.....	۵-۱-۳-انتخاب یون‌ها
۱۳۲.....	۵-۲-۳-محدودیت‌ها
۱۳۴.....	۵-۴-طیف‌سنجی جرمی متوالی (MS/MS)
۱۳۵.....	۵-۱-۴-اصل کلی
۱۳۶.....	۵-۲-۴-MS/MS با چهار قطبی سه‌گانه یا سه‌تایی
۱۳۸.....	۵-۱-۲-۴-تعیین یون‌های دختر
۱۳۹.....	۵-۲-۲-۴-تعیین یون‌های پیشرو
۱۴۰.....	۵-۳-۲-۴-روبش کم‌گشت خنثی
۱۴۱.....	۵-۴-۲-۴-پایش چندباره واکنش یا پایش انتخابی واکنش

مقدمه مولف

امروزه بیشتر آزمایشگاه‌های شیمی تجزیه با کروماتوگراف گازی کوپل شده با طیف‌سنج جرمی تجهیز شده‌اند. این تکنیک عموماً تحت عنوان GC-MS (کروماتوگراف گازی-طیف‌سنج جرمی) نامیده می‌شود. به منظور تولید طیف‌سنج جرمی، سازندگان دستگاه دچار رشد بزرگی طی ۲۰ سال اخیر شده‌اند و فروش دستگاه GC-MS هنوز هم در جهان در حال رشد می‌باشد. GC-MS کاربردهای متنوعی را در زمینه صنعت فرآوری غذا، پزشکی، داروسازی و آنالیز زیست‌محیطی پیدا کرده است. این دستگاه هر کاربر کوپلاژ GC-MS از تازه‌کار تا باتجربه را مورد خطاب قرار می‌دهد. انگیزه نوشتن این کتاب از گزارشی که بیان می‌نمود تعداد کارهای اندکی به کاربرد طیف‌سنج جرمی به عنوان آشکارساز کروماتوگراف گازی اختصاص دارد، نشأت گرفت. در کنار انتقاد وارده به این کتاب‌ها به دلیل پیچیدگی عموماً بالا، ارائه رویکرد کاملاً تئوری برای طیف‌سنج جرمی که درک آن برای کاربران تازه‌کار سخت و دلسردکننده می‌باشد، از دیگر انتقادات وارده به این کتاب‌ها می‌باشد. جنبه‌های عملی نظیر توسعه و اجرای یک روش سنجش و یا استفاده از پایگاه داده‌های طیفی اغلب به صورت سیستماتیک در این کتاب‌های اختصاص یافته به طیف‌سنج جرمی علی‌رغم این که این‌ها موضوعاتی هستند که کاربران تازه‌کار به صورت روزانه در مورد آن‌ها تفکر می‌نمایند، نادیده گرفته شده است.

هدف این کتاب، تاکید بر جنبه‌های عملی این تکنیک بدون نادیده گرفتن جنبه‌های مبانی تئوری می‌باشد. اکثریت کاربران آنالایزر چهار قطبی هیچ‌گاه معادلات ماترو را مورد مطالعه قرار نداده‌اند. این امر خوشبختانه، مانع از به‌کارگیری موثر دستگاه طیف‌سنج جرمی توسط اغلب آن‌ها نمی‌شود. در این جا، هدف ما خیلی به محاسبه مسیر حرکت یک یون اختصاص نداشته، ولی

هدفمان به یادگیری برای انتخاب موفق‌ترین وسیله برای کاربر داده شده و درک این‌که چرا پرهیز از اندازه‌گیری کمی مولکول‌ها به وسیله کالبراسیون خارجی ضرورت دارد، اختصاص دارد.

چهارچوب این کتاب شامل یک‌سری از دوره‌های طیف‌سنج جرمی می‌باشد که برای بیش از ۱۲ سال برای صنایع خصوصی و در دانشگاه‌های پاریس یازده (فرانسه) اجرا شده است. اثبات‌های تئوری به وسیله مثال‌های متعدد پشتیبانی می‌شوند، زیرا تجربه نشان داده است که استفاده از مثال‌ها به درک موضوع کمک می‌نماید. این کتاب هم‌چنین درباره مشکلات و «دام‌هایی» که کاربران تازه‌کار با آن‌ها مواجه می‌شوند بحث نموده و سعی می‌نماید تا رایج‌ترین غلط‌ها را پیش‌بینی نموده و راه‌حلی برای آن‌ها ارائه نماید.

این کتاب مشتمل بر نه فصل می‌باشد. اصول اصلی و عمده کروماتوگرافی گازی و خصوصیات و ویژگی‌های آن به هنگام استفاده با آشکارسازهای MS در فصل اول ارائه می‌شود. کروماتوگرافی گازی یک تکنیک فیزیکو شیمیایی جداسازی می‌باشد که به طور گسترده مورد استفاده قرار می‌گیرد. این تکنیک برای دهه‌ها در دانشگاه‌ها و مدارس مهندسی مورد مطالعه قرار گرفته و برای شیمی‌دان‌ها و به خصوص برای متخصصان شیمی تجزیه به خوبی شناخته شده می‌باشد. این تکنیک و کاربردهای فراوان آن، موضوع کتاب‌های زیادی می‌باشد. اگر وسیله‌ای در طی یک دهه گذشته هدف برخی پیشرفت‌های فنی بوده باشد، این تکنیک به سرعت قابل توجهی توسعه نیافته است. با این حال دو مفهوم نوآورانه اخیراً ظهور پیدا کرده‌اند: کروماتوگرافی سریع و کروماتوگرافی چندبعدی. بدون شک این تکنیک‌ها در آینده هرچه بیشتر مورد استفاده قرار خواهند گرفت. اما به صورت روزمره در زمان حال مورد استفاده قرار نمی‌گیرند؛ آن‌ها به اختصار در این فصل توضیح داده می‌شوند.

این کتاب در ابتدا با طیف‌سنجی جرمی سروکار دارد؛ در نتیجه، فصل اختصاص یافته به کروماتوگرافی گازی مطلب باقی‌مانده را به صورت پژوهشی ارائه می‌نماید اما حالت جامع ندارد. هدف آن، تکرار برخی مفاهیم اساسی ضروری برای درک نحوه انجام جداسازی کروماتوگرافی می‌باشد. این فصل علی‌رغم این‌که در معرض اتهام بیش از حد محبوب بودن متخصصین این رشته قرار می‌گیرد، اما سعی می‌نماید بدون استفاده از معادلات و ملاحظات تئوری، تا حد امکان واضح و ساده باشد. جنبه‌های عملی در کنار خصوصیات کروماتوگرافی گازی هنگام کوپل شدن آن با طیف‌سنج جرمی مورد تاکید قرار می‌گیرند.

فصل دوم به برخی کلیات مربوط به تکنیک طیف‌سنج جرمی می‌پردازد. این فصل به خصوص درک عمیقی از خلاء ضروری برای اطمینان از عملکرد موثر طیف‌سنج‌های جرمی را فراهم می‌سازد. انواع مختلف آشکارسازهای MS که امکان قرارگیری و تنظیم بر روی دستگاه‌های GC-MS را دارا می‌باشند نیز در این فصل ارائه می‌شوند. فصل سوم به حالت‌های یونیزاسیون که می‌توانند در GC-MS عملکرد داشته باشند، اختصاص دارد. یونیزاسیون

الکترونی به علاوه یونیزاسیون شیمیایی مثبت و منفی. ما اصول عملکردی منابع یونیزاسیون داخلی و خارجی را توضیح داده و کارایی به دست آمده توسط هر حالت یونیزاسیون را مقایسه می‌نماییم. انواع مختلف آنالایزهای مورد استفاده در GC-MS و اصول کارکردی آن‌ها در فصل چهارم ارائه می‌شود. چون فیلترهای چهار قطبی و تله‌های یونی قسمت اعظم دستگاه‌های GC-MS را تجهیز می‌نمایند، در نتیجه قسمت اصلی این فصل به آنالایزهای چهار قطبی اختصاص می‌یابد.

فصل ۵ به حالت‌های مختلف اکتساب اختصاص دارد: پایش انتخابی یون (SIM)، طیف‌سنج جرمی متوالی (MS/MS) و سایر موارد نحوه انجام آن‌ها، مزایا و محدودیت‌های هر کدامیک به تفصیل مورد بررسی قرار می‌گیرد.

مقایسه مابین عملکرد و محدودیت آنالایزهای چهار قطبی در فصل ششم ارائه می‌شود، زیرا تجربه نشان داده است که انتخاب نمودن مابین دستگاه‌ها برای کاربران تازه‌کار اغلب دشوار می‌باشد. این فصل قصد آن را ندارد که دستگاه خاصی را ترویج دهد، اما به دنبال کنار زدن برخی نظرات عموماً پذیرفته شده و ارائه کامل‌ترین و جامع‌ترین دید از آنالایزهای موجود در بازار می‌باشد.

فصل ۷ به اندازه‌گیری کمی با استفاده از کوپلاژ GC-MS اختصاص دارد. تکنیک‌های سنجش عموماً در کتاب‌های اختصاص یافته به طیف‌سنج جرمی نادیده گرفته شده و لذا اندازه‌گیری کمی توسط GC-MS به عنوان معمولی بزرگ برای شیمیدان‌ها باقی می‌ماند. ممیزی آزمایشگاه‌ها نشان داده است که هنگام تلاش برای اجرای اندازه‌گیری کمی، شیمی‌دان‌ها با مشکلات عمده‌ای مواجه شده و اغلب دچار خطا می‌شوند. مثالی از توسعه یک روش اندازه‌گیری کمی در این فصل ارائه شده است.

فصل هشتم با استفاده از پایگاه داده‌ها در طیف‌سنج جرمی سروکار دارد. مقایسه مابین عملکردها و محدودیت‌های پایگاه داده‌های دست‌ساز و تجاری طیف‌های جرمی در این فصل انجام می‌پذیرد؛ هم‌چنین الگوریتم جستجوی یک پایگاه داده‌ها در این فصل مورد بررسی قرار می‌گیرد. هدف این فصل به پیش بردن یک رویکرد شاخص نسبت به پایگاه داده‌ها جهت استفاده واقعی و مرتبط می‌باشد.

و در نهایت، فصل نهم به تفسیر طیف‌های جرمی اختصاص دارد. مفاهیم پایه‌ای شیمی نظیر اثرهای القایی و مزومری که برای درک مسیرهای تفکیک مورد نیاز می‌باشند، در این فصل پوشش داده شده‌اند. مکانیزم‌های اصلی قطعه قطعه شدن، گسست‌های ساده و نوآرایی‌ها به همراه توزیع‌های ایزوتوپی، قاعده نیتروژن و یک استراتژی سراسری برای تفسیر طیف‌های جرمی در این فصل ارائه می‌شوند.