

Gaskromatograf : Split/splitless injektoren

Af Jens Glastrup

Da vi for nogle numre siden startede denne kromatografiske klumme, var det med en mere uddybende artikel om On-column injektoren. Dette er muligvis lidt bagvendt al den stund mindst 90% af alle gaskromatografiske injektioner udføres med en split/splitless injektor.

I dette nummer vil vi derfor beskæftige os mere uddybende med denne injektor, og gå lidt tættere på split injektionen.

Prøvepåsætning på en stationær fase

Split/splitless injektoren er den samme injektor, men anvendelsen som split eller splitless følger to forskellige principper. Det er derfor vigtigt at vide, hvad der foregår inde i injektoren.

Hvis man analogiserer til tyndtlagskromatografi (TLC), hvor man kan se hvad der foregår, er det fælles princip, at der er en eluent som passerer forbi en stationær fase. På denne fase skal prøven påsættes, og som mange nok har prøvet, jo bedre og mere præcist prøven påsættes, jo bedre ser det færdige kromatogram ud. I en gaskromatograf er der yderligere den komplikation at eluenten (gassen) passerer forbi prøven under prøvepåsætningen. Man kan ikke stoppe et gasflow. Det ville altså svare til at TLC pladen var nedsat i eluenten (solventen) under prøvepåsætningen. Det er muligvis ikke umuligt, men det ville kræve at prøvepåsætningen foregik meget hurtigt, samt at prøven er meget lille. Hvis ikke, vil prøven begynde at kromatografere, og pletten vil i alle tilfælde brede sig ud.

Hvad kan en split injektor

Her er det, at split-injektionen er en stor hjælp. I en gaskromatograf er det en forudsætning at den analyserede prøve er lille, optimum for den analyserede mængde er omkring 10^{-8} – 10^{-11} g. Hvis man injicerer større mængder får man grimme, brede toppe som kan være svære at kvantisere, og retentionstiden kan være svær at fastlægge præcist.

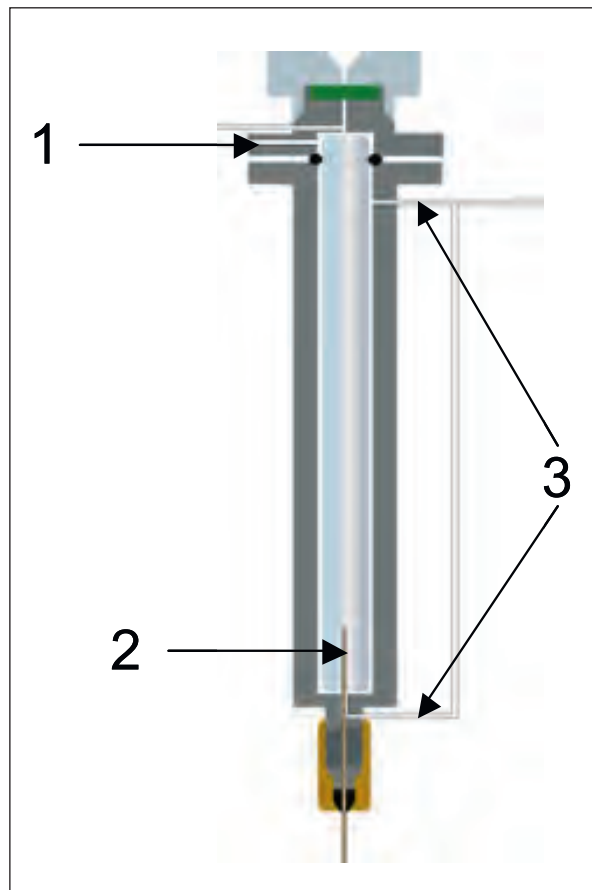
Hvordan gør man

Man starter med at sætte injektorens temperatur relativt højt ofte 250 – 300°C. Derved sikres, at alt det injicerede forgasses øjeblikkeligt, i løbet af få millisekunder. Eventuelt kan man anvende en glasliner hvori der er indlagt glasuld eller en glasfritte. Inde i injektoren, se figuren, laver man nu en automatisk fortynding af prøven. Ideen er, at der er et temmelig stort flow gennem injektoren (1), typisk mellem 10 og 200 mL bæregas/min. Kolonnen (2) har sine egne begrænsninger idet den ved et givet tryk, typisk 10 – 12 psi., kun tillader ca. 1 mL/min at passere gennem kolonnen. Det overskydende bliver derfor ledt videre, forbi kolonnemunden og ud til exit (3).

Ved en sådan injektion har vi nu opnået at:

1. Fortynde prøven passende, således at den passer til kolonnens og detektorens kapacitet.

2. På grund af fortyndingen bliver injektoren hurtigt skyllet ren. Dvs. at der kun i ganske få sekunder bliver overført prøvemateriale til kolonnen. Herefter er det igen ren bæregas (eluent). For at analogisere: Der er blevet udført en hurtig og præcis prøvepåsætning på



den stationære fase mens eluenten passerer forbi.

I praksis er det lettest at have med at gøre jo større split man anvender. Specielt solventtoppen kan godt drille lidt, og give lidt »tailing« i begyndelsen af kromatogrammet.

Fordele ved split injektion

Injektionstypen har derfor følgende fordele:

Det er langt den letteste injektionsform. Den kan også anvendes af brugere med et yderst begrænset kendskab til kromatografi.

Kolonnen er relativt beskyttet mod forurening. Det er hovedsagelig komponenter som forgasser, som bliver overført til kolonnen. En split injektion er altså medvirkende til et robust system, så længe man husker regelmæssigt at skifte glaslineren i injektoren.

Ulemper ved split injektion

Der er naturligvis også ulemper:

Injektionen har en reduceret følsomhed. Dette kan ofte løses med en splitless injektion (se næste nummer).

På grund af kravet til øjeblikkelig forgasning udviser injektionen »diskrimination«. Det vil sige at komponenter fra C30 og opefter bliver påsat med stadig ringere effektivitet.

I sjældne tilfælde kan der ske nedbrydning af labile komponenter i injektoren.