

Splitless injektoren

Af Jens Glastrup, Danmarks Nationalmuseum

I sidste nummer fortalte vi om split/splitless injektoren anvendt i split mode. Denne gang er det så splitless som vil blive gennemgået nærmere.

Som nævnt i artiklen i det foregående nummer, er split og splitless injektoren den samme. I split blev prøven injiceret i injektoren, og i løbet af få sekunder var gasskyen "spulet" ud af injektoren - hvad der ikke var kommet på kolonnen var skyllet ud af injektoren igen.

Analyse med stor følsomhed

Splitless anvendes når man skal have det yderste ud af systemets følsomhed. Det er en situation hvor - i modsætning til split - vi ønsker at hele den injicerede prøve overføres til kolonnen, og så lidt som muligt af analytterne går til spildev.

I figur 1 ses injektoren, med en injiceret prøve, hvor, på grund af den høje temperatur, alt er fordampet og der er nu en gassky inde i injektoren. Denne består af såvel solvent og de komponenter som vi vil analysere. Det ventilerende exit er nu lukket (figur 1, se krydset), og gasskyen kan derfor kun overføres til kolonnen. Dette tager typisk 30 - 90 sek., afhængig af gasskyens størrelse samt det flow der er gennem kolonnen.

Forberedelse

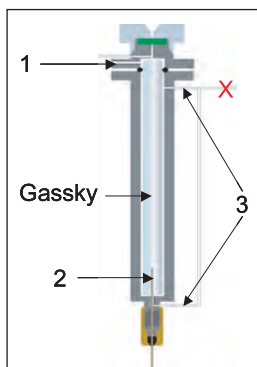
Før man starter en analyseserie skal man være opmærksom på voluminet i injektoren. Da der er tale om en gas vil størrelsen af gasskyen være proportional med molvægten. Vand (Mw. 18) vil fylde ca. 5 gange så meget som toluen (Mw. 92).

Det er derfor vigtigt at man forbereder sine injektioner, kender sit solvent og rumfanget af sin glasliner i injektoren, brug helst et solvent med så høj molvægt som muligt. De fleste fabrikater kan fås med en indre diameter på 0,8; 1,0; 2,0 og 4,0 mm.

Eventuelt kan autosampleren anvende langsom injektion. I alle tilfælde, en for stor gassky vil være katastrofal og vil ofte medføre en rensning af injektoren idet solventen og restanalytterne vil blive blæst opstrøms i injektoren og forurene systemet. Man bruger derfor helst ikke splitless til injektion af ukendte prøver.

Hvad sker der?

Som nævnt tidligere er gaskromatografen et system hvor eluenten (gassen) passerer kontinuerligt over den stationære fase, og alt andet lige burde det føre til brede toppe (tænk på en TLC plade hvor solventen passerer



Figur 1: Tværnsnit af en split/splitless injektor. 1. Bæregassens inlet, 2. Kolonnens placering i injektoren, 3. Exit for den overskydende gasmængde, men lukket under splitless prøvepåsætning. Gassky: Den injicerede prøve som er forgasset. Desuden er en split/splitless injektor altid monteret med en deaktiveret glasliner. Denne kan, og bør, udskiftes jævnligt for at undgå uønskede reaktioner ved injektionen. Grafik: Varian.

forbi en prøvepåsætning som tager 1½ min). Imidlertid kan man udnytte at, hvis kolonnetemperaturen er lav, de fleste analytter har en meget høj fordelingskoefficient i forhold til den stationære fase i kolonnen. Dette betyder, at de fleste analytter ikke bevæger sig nedstrøms i kolonnen, og at der derfor ikke kommer nogen bred top selv ved en prøvepåsætning på 1 - 1½ minut. Der er dog begrænsninger, små molekyler med et højt damptryk, og generelt molekyler hvor fordelingskoefficienten i forhold til den stationære fase ikke er stor, vil begynde at kromatografere og toppen vil derfor blive uacceptabelt bred. På en upolær kolonne er benzen det mindste molekyle som kan analyseres med splitless. Generelt kan man sige at analytter som kommer foran solventtoppen vil ikke kunne analyseres med splitless analyse. Dette til forskel fra split eller on-column hvor analytter som eluerer tidligere end solventtoppen kan fokuseres og analyseres.

Når man er sikker på at det meste er overført til kolonnen åbnes igen for splittet. Dette fordi prøveoverførslen fra injektor til kolonne ikke er perfekt. Der er tale om en overførsel af rigtig meget solvent, og det vil ikke kunne overføres 100% i løbet af "splitless" tiden, idet der er tale om en kontinuerlig fortynding inde i injektoren. Når splittet genåbnes sker der en betydelig udrensning af de sidste rester af solvent og analytter fra injektoren, basislinjen falder til grundniveauet og den egentlige kromatografi kan begynde.

Begrænsninger

Generelt er det en meget alsidig metode til højfølsom analyse. Som med split analysen er der en begrænsning for store molekylvægte idet disse har en tendens til ikke at blive overført til kolonnen. Endvidere kan det være vanskeligt at analysere temperaturfølsomme komponenter med denne injektor.

KOLONNEN

 **Elmo Rietschle**
A Gardner Denver Product

**Vakuumpumper
Lavtrykskompressorer
Sidekanalblæsere**

www.gd-elmoietschle.com
e-mail: info@dk.gardnerdenver.com
+45 59 44 40 50

**Repræsentativ
Formaling og Sigtning**

SKANLAB 

Vind en Mercedes sportsvogn med RETSCH, læs mere på www.retsch.com/grandprix

www.skanlab.com
rets@skanlab.com