

ZAGADNIENIA DOTYCZĄCE PORTU DOZOWNIKA W TECHNICIE GC

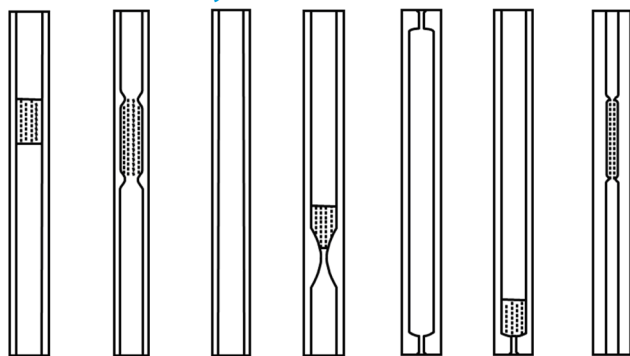
Port dozownika w chromatografii gazowej to miejsce, gdzie analizowana próbka cieczy odparowuje i zostaje przeniesiona na kolumnę w strumieniu gazu nośnego. Najistotniejszym elementem portu dozownika jest szklana wkładka, czyli tzw. liner – jego zadaniem jest zapewnienie, aby cała próbka została odparowana i przeniesiona na kolumnę. Liner, w najprostszej wersji, to odcinek szklanej rurki, ale na ogół elementy te mają bardziej skomplikowane kształty. Wybór nieodpowiedniego lineru może być powodem wielu błędów w analizie. Rola lineru w całym procesie analizy chromatograficznej jest na tyle istotna, że warto poświęcić nieco uwagi temu zagadnieniu.

Czynniki, jakie należy wziąć pod uwagę to: temperatura dozownika, przepływ gazu nośnego, technika dozowania, objętość próbki, stosunek podziału oraz konstrukcja lineru. Nieprawidłowy dobór lineru może doprowadzić do błędów w analizie ilościowej, zwrotnego przetrwania próbki i ogonowania pików.

PIĘĆ CECH IDEALNEGO LINERA

1. Kształt lineru powinien zapewnić pełne odparowanie całej próbki przed jej dojściem na kolumnę.
2. Objętość lineru musi być większa niż objętość odparowywanej próbki i rozpuszczalnika.
3. Liner nie może reagować z próbka; jest to szczególnie ważne w przypadku polarnych składników próbki, w takim przypadku liner powinien być dezaktywowany.
4. Dodatek waty kwarcowej zwiększa powierzchnię, z której próbka odparowuje i przyczynia się do lepszego wymieszania próbki z gazem nośnym.
5. Pozycja waty kwarcowej w linerze powinna być zoptymalizowana, odpowiednio do długości igły.

Różne kształty linerów:



Z watą kwarcową czy bez???

Wata kwarcowa w linerze jest tematem wielu dyskusji i można tu podać wiele zalet jej używania. Wata kwarcowa działa jak filtr dla kolumny analitycznej zatrzymując pyły i substancje nietlotne. Jeżeli końcówka igły trafia w centralną część waty kwarcowej, duża powierzchnia waty znacznie ułatwia odparowanie próbki. Wata kwarcowa sprzyja również dobremu wymieszaniu odparowanej próbki z gazem nośnym. W celu uniknięcia strat, wata w linerze musi być dezaktywowana.

Wata kwarcowa, którą SGE stosuje w swoich linerach, jest w pełni dezaktywowana *in situ*; w przypadku analiz niskich stężeń pestycydów takich jak: DDT czy Endrin stosowanie waty kwarcowej nie jest zalecane.

Zwężenie u dołu

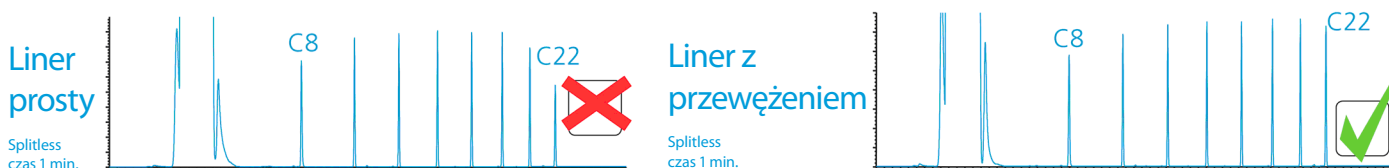
Zwężenie w dolnej części lineru zmniejsza ilość próbki uderzającej w dół dozownika. W przypadku, gdy wata kwarcowa jest umieszczona luźno, zwężenie zapobiega również wysuwaniu się waty z lineru. Jest to szczególnie istotne w technikach o podwyższonym ciśnieniu, np. 'pulsujący splitless'.



Ograniczenia, zwężenia, poszerzenia, rozbudowane formy itp. w linerach bez waty kwarcowej

Wszystkie te skomplikowane formy linerów ułatwiają odparowanie i wymieszanie wszystkich substancji, co minimalizuje dyskryminację masy. Jedną z głównych funkcji linerów jest transport próbki ze strzykawki na kolumnę kapilarną. Efekt dyskryminacji masy polega na tym, że w obszarze strzykawka-włot kolumny zaburzony jest (ograniczony) transport składników o wysokich masach cząsteczkowych. Kształt lineru i obecność waty kwarcowej ułatwia wymieszanie składników i minimalizuje dyskryminację.

Dyskryminacja – Typ Linera



Zwężenie u góry

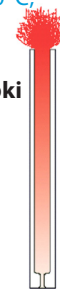
Zwężenie w górnej części linera ma na celu zminimalizowanie efektu 'flashback'. Występuje on po zadozowaniu nadmiernej objętości próbki - objętość odparowanej próbki jest wówczas większa niż objętość linera. Gaz może się ulotnić z linera poprzez otwór wlotowy. Zwężenie u góry zmniejsza ten efekt.

Objętość w formie gazowej dla chlorku metylenu w 250°C, przy ciśnieniu wejściowym 10psi (0.7bar)

1 µl
ciekłej próbki



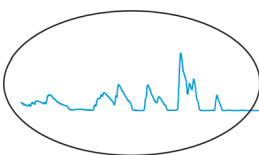
3 µl
ciekłej próbki



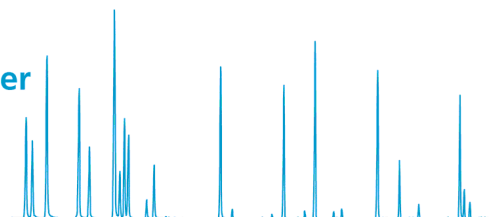
Średnica wewnętrzna (ID)

ID linera decyduje o jego objętości. Dla nastrzyków o objętościach powyżej 2 µl, średnica wewnętrzna (ID) linera powinna być tak duża, jak to tylko możliwe. Pamiętajmy, że gdy średnica wewnętrzna linera zmniejszy się o połowę, to objętość linera zmniejszy się aż czterokrotnie. Inną, bardzo istotną sprawą powiązaną ze średnicą wewnętrzną (ID) linera jest szybkość przyptywu gazu nośnego. Mniejsze ID powoduje większą szybkość przepływu gazu, a co za tym idzie, szybsze przenoszenie analitu oraz węższe piki, szczególnie dotyczy to składników o krótkich czasach retencji. Szybkość przepływu jest bardzo istotna w przypadku dozowania typu 'splitless', ponieważ przepływ w linerze jest taki sam jak w kolumnie (tak samo niski). Mniejsze ID może mieć dramatyczny wpływ na kształty pików jak pokazano poniżej na rys.

4mm ID liner



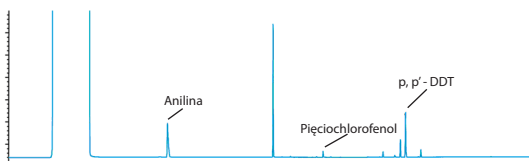
2mm ID liner



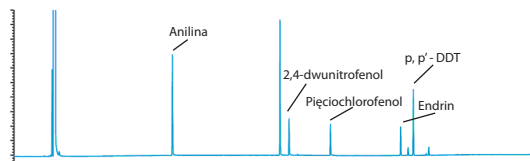
Dezaktywacja

Dezaktywacja może być parametrem krytycznym, szczególnie przy stosowaniu techniki 'splitless'. W dozowaniu 'splitless', przepływ gazu w linerze jest powolny, co przedłuża czas przebywania składników próbki w obrębie linera. Dla składników termicznie nietrwałych, czas oddziaływania z powierzchniami linera będzie dłuższy, a to wzmocni proces rozpadu. Dla dozowania typu 'split' efekt ten jest znacznie mniejszy z powodu krótkiego czasu kontaktu analitu z linerem.

Splitless
Czas przebywania
w linerze
= 1 min.



Split
Czas przebywania
w linerze
= 3 sekundy

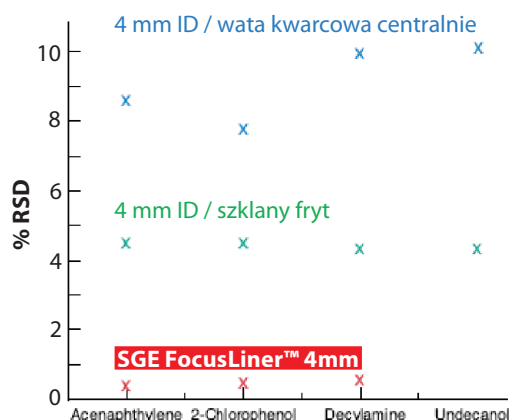


EFEKTYWNOŚĆ LINERÓW SGE



FocusLiner™ firmy SGE posiada wszystkie cechy idealnego linera. Wata kwarcowa znajduje się pomiędzy dwoma zwężeniami umiejscowionymi są tak, aby zapewnić końcówce igły zagłębienie się w wata kwarcową na optymalną głębokość.

Wykres obok pokazuje wartości RSD dla wybranych składników próbki podczas dozowań w obecności linerów z wata kwarcową umiejscowioną w różnych pozycjach. FocusLiner™ zapewnia najbardziej powtarzalne wyniki w porównaniu do linera ze szklanym frytem oraz linera z wata kwarcową umiejscowioną centralnie.



Jeśli chcą się Państwo więcej dowiedzieć o linerach Focusliner™ firmy SGE, prosimy o kontakt.