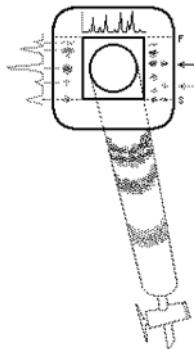


# KJ2050 Analytisk kjemi, GK

(Analyse ved kromatografisk separasjon)

1. Innledning (og noe terminologi)
2. Noe generell teori
  - A. Retensjonsparametere
  - B. Sonespredning
  - C. Sonespredningsmekanismer (*fysiske årsaker til sonespredning*)
- 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker**
  - A. Væskekromatografi (*Liquid Chromatography, LC*)
    - a) Innledning
    - b) Instrumentering
  - B. Gasskromatografi (*Gas Chromatography, GC*)**
    - a) GSC vs. GLC
    - b) Instrumentering
4. Kromatografi i analyser



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (Gas Chromatography, GC)

Den mobile fasen, MF, er en gass.

Den stasjonære fasen, SF, er  
en væske – fordelt utover overflaten av et fast bærematerial (GLC),  
eller  
et fast (porøst) adsorpsjonsmiddel (GSC);

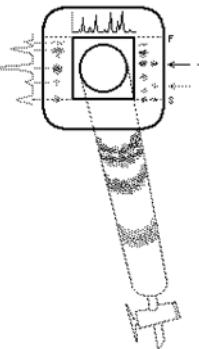


1950-tallet (?)



Google pictures (Nov. 2013)

2010-tallet (?)



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (Gas Chromatography, GC)

Den mobile fasen, MF, er en gass.

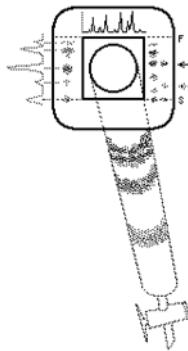
Den stasjonære fasen, SF, er  
en væske – fordelt utover overflaten av et fast bærematerial (GLC),  
eller  
et fast (porøst) adsorpsjonsmiddel (GSC).

Viktig forskjell i forhold til væskekromatografi (LC) :

MF'en i GC ("bæregassen"):

... er ut av stand til å solvatisere analytter – kan ikke "hjelpe" dem  
med å være i MF'en / i gassfasen !

... kan ikke gi intermolekylære stabiliserende vekselvirkninger,  
(i motsetning til væsker, f.eks. i SF'en (i GC eller LC) , eller i MF ved LC).



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (Gas Chromatography, GC)

##### 3. B. a) Gass-faststoff- og Gass-væske-kromatografi (hhv. GSC & GLC):

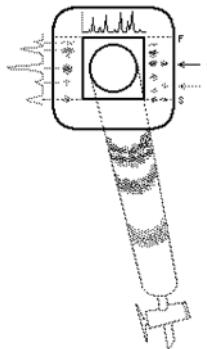
I **GSC** (Gass-faststoff kromatografi) er retensjonen vanligvis sterkt!

Dette p.g.a. sterke intermolekulære krefter / vekselvirkninger mellom analytter og SF'en (og ingen tilsvarende mellom analyttene og MF).

Analyttene blir ikke, som i LSC, utsatt for sterkt konkurransen om adsorpsjonssetene fra MF-molekyler, og blir heller ikke, ved "overflytting" til MF, "kompensert" ved energi-gevinsten fra solvatiseringen med MF-molekylene (som det skjer ved LSC, i motsetning til GSC).

**GSC** er derfor bare anvendbar på stoffer som har et **høyt damptrykk i utgangspunktet**, har dermed et begrenset, men viktig anvendelsesområde der:  
for permanente gasser, løsningsmidler og VOC's (Volatile Organic Compounds).

GSC er komplementær til GLC, som har i minste laget med retensjon for akkurat disse typer analytter.



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (Gas Chromatography, GC)

##### 3. B. a) Gass-faststoff- og Gass-væske-kromatografi (hhv. GSC & GLC):

Prinsipp for **gass(-væske-)kromatografi**, GC (GLC) (GC "by default"):

Fordeling av prøvekomponentene mellom to homogene faser.

SF = væske - MF = gass.

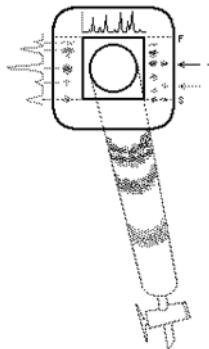
**Retensjonen** er avhengig av analyttenes "løselighet" i *gassfasen*, som er bestemt :

- primært damptrykket av prøvekomponentene ("kokepunkt" av prøven) over SF;
- litt mindre av adsorpsjon (i GSC)
- enda litt mindre av løseligheten i SF-væskefilmen (i GLC)  
= damptrykk fin-justert av interaksjoner med SF - "likt løser likt" for SF
- ± uavhengig av bæregassens natur (MF).

Hovedfaktoren ved praktisk gasskromatografi:

**TEMPERATUREN**

da den bestemmer damptrykket av prøven .



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (Gas Chromatography, GC)

##### 3.B. a). Gass-faststoff- og Gass-væske-kromatografi (hhv. GSC & GLC):

Hovedfaktoren ved praktisk gasskromatografi:

### TEMPERATUREN

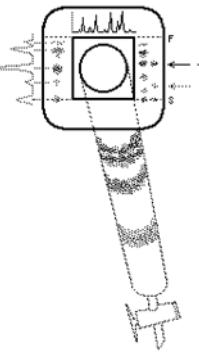
da den bestemmer damptrykket av prøven :

Forutsetninger for vellykket GLC: **prøven** må ...

- være (relativt) **flyktig**,
- være (relativt) **stabil**  
(=overleve injektor- og/eller kolonnetemperaturer opp til 200-300C i noen sekunder og/eller minutter)
- ha en viss **løselighet** i stasjonær-fase-væsken.
- Helst ikke inneholde ikke-flyktige komponenter.

**NB.1** : Bærematerialet, som trengs for å "immobilisere" SF'en (holde på plass), bør ikke alt for "være aktivt" selv (ikke adsorbere analyttene).

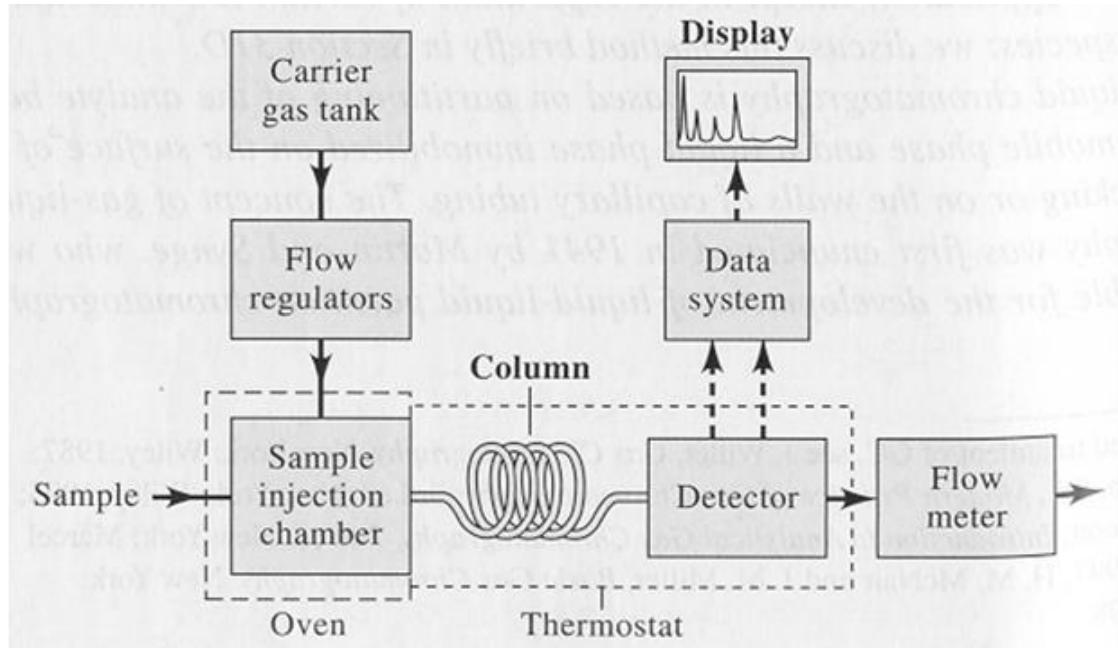
**NB.2** : Forskjell i løselighet som ulike analytter har i ulike SF'er kan utnyttes til å "finpusse" på selektiviteten/ separasjonen (/oppløsningen) .



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (Gas Chromatography, GC)

#### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi : Gasskromatografen - oversikt



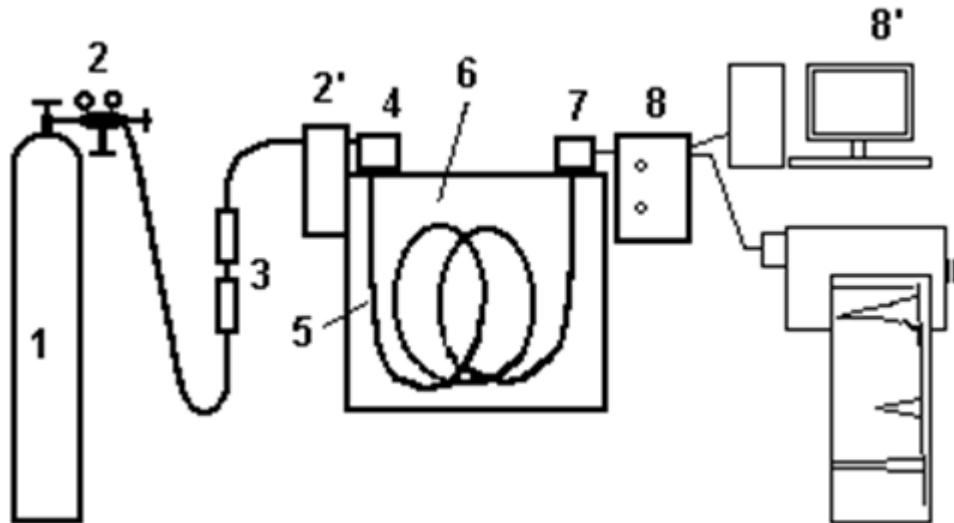
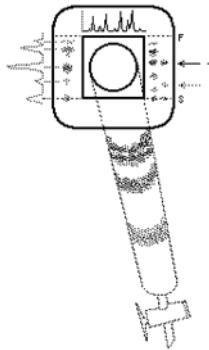
**Figure 31-1** Block diagram of a typical gas chromatograph.

A. Douglas C. Skoog, Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch: *Fundamentals of Analytical Chemistry*, 8th Ed., 2004.  
Sider 920 - 1003 -- Kapitler 30E, 31, 32 , 33B.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (Gas Chromatography, GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :



- |                           |  |
|---------------------------|--|
| <b>1 Bæregass</b>         | <b>6 GC-ovn, kolonne-<br/>termostatering</b> |
| <b>2 Gassregulering</b>   | <b>7 Detektor</b>                            |
| <b>3 Evt. Gassrensing</b> | <b>8 Data-lagring/<br/>analyse/utskrift</b>  |
| <b>4 Injektor</b>         |  |
| <b>5 Kolonnen</b>         |  |

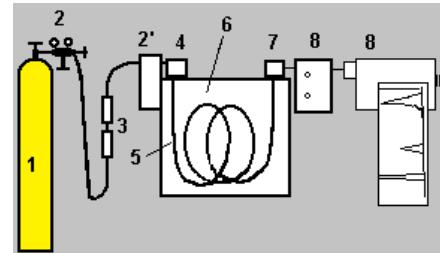
Detektor ↓                      Injektor ↓



Kolonneovn ↑ med "kapillær-  
GC kolonne"

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)



#### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

##### 3. B. b. 1 Bæregass - den mobile fasen

- Bæregassen transporterer analyttene gjennom kolonnen, forbi SF'en.
- Ingen kjemiske vekselvirkninger mellom prøver og MF (ingen solvatisering el.l.).
- Valg av bæregass har ingen innflytelse på analytt-selektivitetene ( $k$ ,  $\alpha$ ) i GC.

Vanligste bæregass :

H<sub>2</sub>, He, N<sub>2</sub>;

(sjeldent: Ar, CH<sub>4</sub>, (CO<sub>2</sub> SFC))

Valg av gass bestemmer :

- Størst effektivitet (lavest H): N<sub>2</sub>
- Høyere effektivitet ved høyere gasshastigheter (raskere analyser): He og H<sub>2</sub>

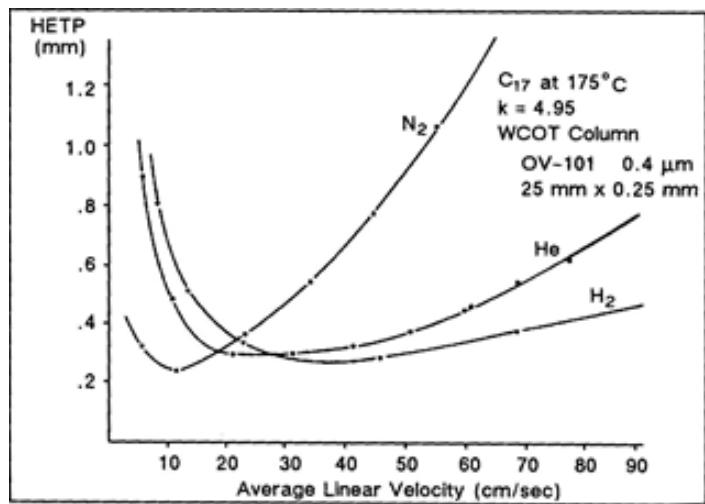


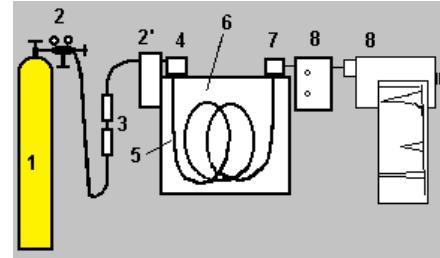
Figure 1-7. Efficiency curves for a 25 m x 0.25 mm id WCOT column with 0.4  $\mu\text{m}$  of OV-101.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3. B. b.1. Bæregass - den mobile fasen



For å gjøre  $t_R$  reproducerebare).

→ Gass-trykk og mengde må reguleres / kontrolleres -  
reproducerebart og nøyaktig

N.B. 1: Gass er et kompressibelt fluid :

ved "steady state": masse-strøm inn = masse-strøm ut (i g/min el. Mol/min),  
men : volumetrisk strøm inn er ulik (er mindre enn) volumetrisk strøm ut ,  
fordi trykket er lavere, og gassvolumet større, ved utgangen enn ved inngangen  
--> volumøkning fra injektor til detektor.

N.B. 2: Bæregass inn i kromatografen skal være "renest mulig".

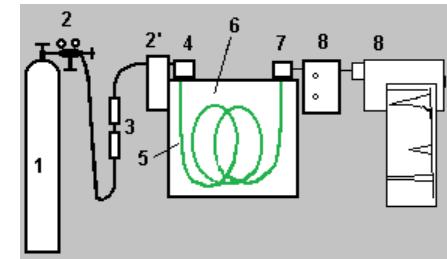
- unngå SF-dekomponering (kjemisk reaksjon med forurensing i gassen i varmen, særlig O<sub>2</sub>),
- unngå forurensinger, som gir spøkelsestopper, eller ekstra detektor-støy.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 5. Kolonnen (omtaler her bare GLC, ikke GSC)



(i) Den stasjonære fasen):

Må ha væske(-lignende) egenskaper, bl.a.,

- være amorf,
- tillate høye diffusjonskonstanter,
- kunne oppløse analyttene.

Må i tillegg ha:

- ekstremt lavt damptrykk – høyt kokepunkt,  
For å 'holde seg fysisk på plass' - ikke tørkes opp ('fordampes/blåses bort'),
- høy termisk stabilitet.  
for å overleve kjemisk uendret de ganske høye temperaturene, i lengre perioder.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

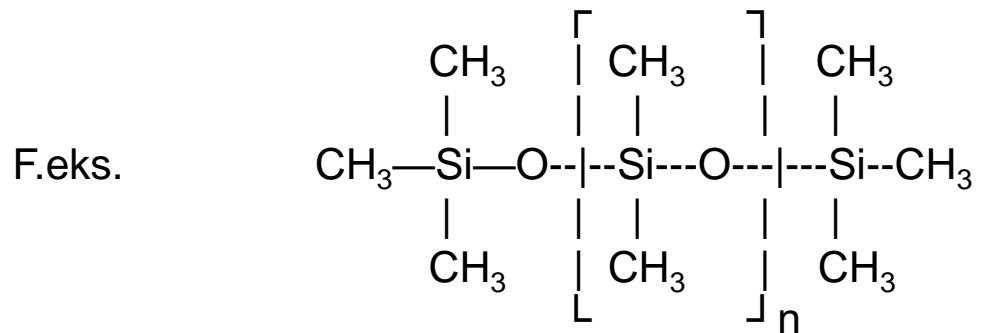
##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 5. Kolonnen (omtaler her bare GLC, ikke GSC)

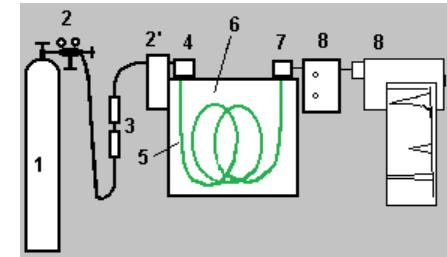
(i) *Den stasjonære fasen:*

Et begrenset antall spesialfremstilte stoffer brukes i dag.

Som regel polymerer, hovedsakelig av typen **polysilosaner ("silikon-polymerer")**:

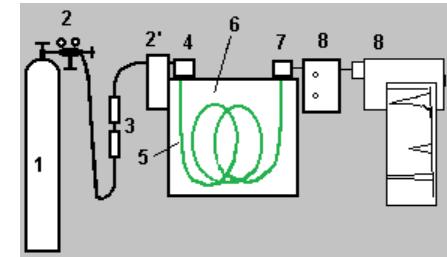


Eksempelet her er en methyl-silikon: **PDMS, poly(dimethylsiloxan)**



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

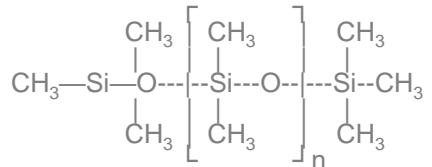


#### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

##### 3.B.b. 5. Kolonnen (omtaler her bare GLC, ikke GSC)

(i) Den stasjonære fasen):

Polysiloksaner ("silikon-polymerer") :



PDMS, poly(dimethylsiloxane).

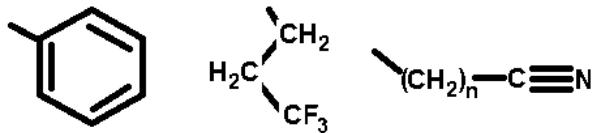
"Silikoner" er populære i GLC: Store variasjons- og tilpasnings-muligheter for GC:  
ved å variere

- typer substituenter på silikon-atomene, og
- deres mengde-messige fordeling.

$\text{CH}_3$  (som vist i PDMS ovenfor) kan (delvis eller helt) erstattes med andre substituenter.

Typiske "erstattere" er:

fenyl, trifluorpropyl, cyanopropyl (etter økende polaritet).



én klassisk, meget populær u-polar silikon SF in GLC er :

**95%metyl-5%fenyl-siloksan**

(bare marginalt mer polar enn PDMS): kjent som bl.a. DB-5ms, FV-5ms, etc. eller SE52, HP-5, etc.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 5. Kolonnen (omtaler her bare GLC, ikke GSC)

(i) Den stasjonære fasen):

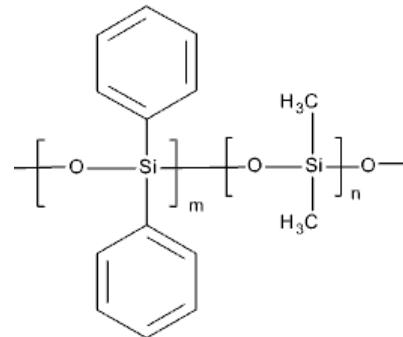
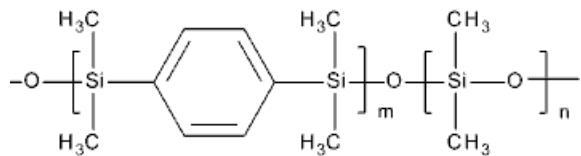
én klassisk, meget populær u-polar silikon SF in GLC er :

95%metyl-5%fenyl-silosane (bare marginalt mer polar enn PDMS):

kjent som DB-5ms, FV-5ms, etc.

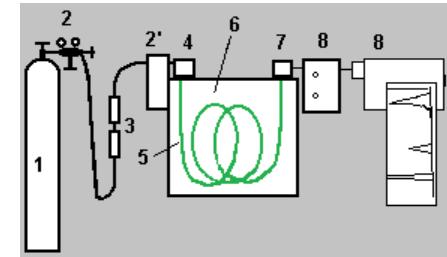
eller

SE52, HP-5, etc.



Andre kjemisk forskjellige stasjonære faser finnes også, bl.a. (mest kjent/brukt):

- **Polyetylenglykoler (PEG, "Carbowax").**



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

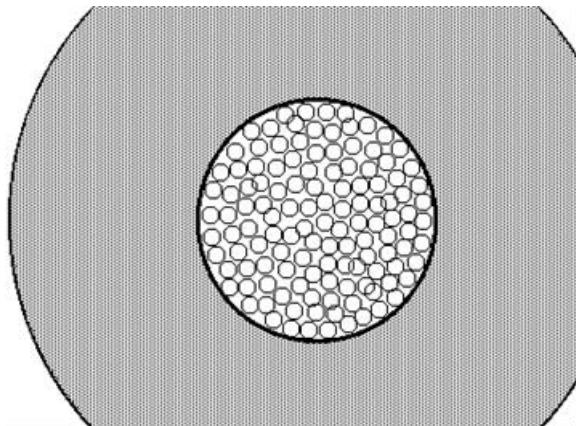
#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 5. Kolonnen (omtaler her bare GLC, ikke GSC)

(ii) Kolonnetyper (de viktigste 2):

###### - pakkede kolonner

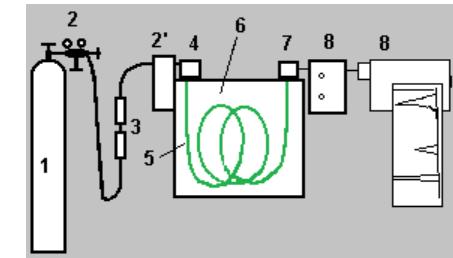
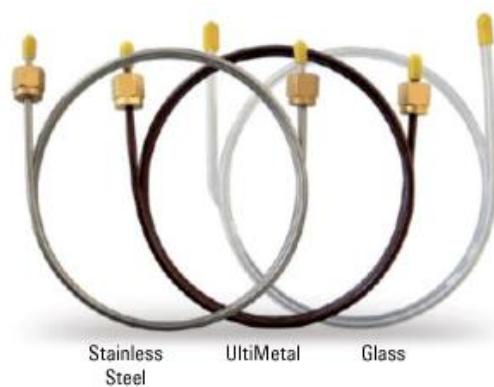


(NB.: Skjematiske tegning,  
ikke helt riktig rel. størrelsesforhold !)

SF-væske er påført porøse bærematerial-partikler: (0,1 - 0,25 mm dia.), som er pakket i et (kveilet) rør (glass, metall; 1 - 5 m lang, 2 - 6 mm i.d.)

Rel. mye stasjonær fase fordelt på hele partikkeloverflaten (typisk 1- 15 % w/w i forhold til bærematerial)  
→ rel. stor prøve-mengde-kapasitet (opptil  $\mu\text{g}$ )

Brukbar effektivitet ( $N \approx 2000-5000$ )



### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

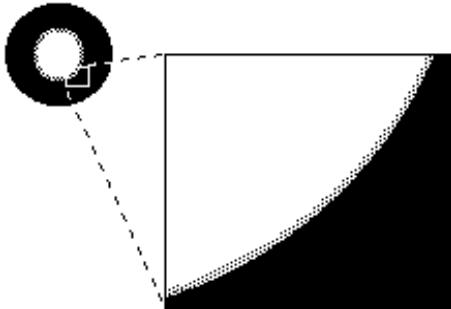
#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

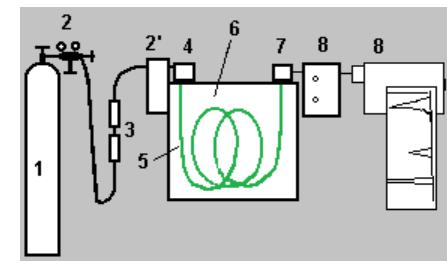
###### 3.B.b. 5. Kolonnen (omtaler her bare GLC, ikke GSC)

(ii) Kolonnetyper (de viktigste 2):

- **Vegg-belagte kapillærkolonner – (eng.: WCOT columns = Wall-Coated Open-Tubular columns, "capillary GC columns")**



(NB.: Skjematiske tegninger,  
ikke helt riktige rel. størrelsesforhold !)



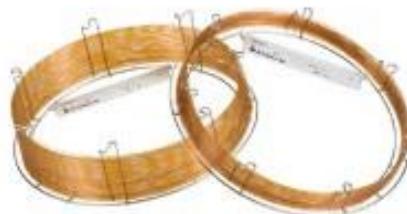
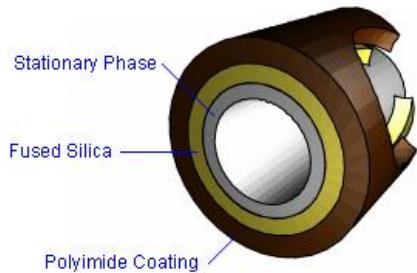
Åpne kapillærrør

(0,1 - 0,5 mm i.d., 10 - 60 m lang, rør av "fused silica" (silika))

... innvendig belagt med tynn **SF-film** direkte på kolonneveggen.  
(typisk ca. 0,1 - 1 µm)

Små dimensjoner (særlig SF-mengden)  
→ tåler bare meget små prøvemengder (ng).

Men: meget bra effektivitet (50000-150 000.)



IUPAC: En Kolonne med (normalt) liten diameter, ... der SF-væsken er lagt på den sort sett uforandrede glatte (eng.: "essentially unmodified, smooth") indre kolonneveggen, ...og der det finnes en åpen uhindret vei for den mobile fasen.

(en kombinasjon av IUPACs definisjoner for "Open-Tubular Column" og "Wall-Coated Open-Tubular Column".)

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

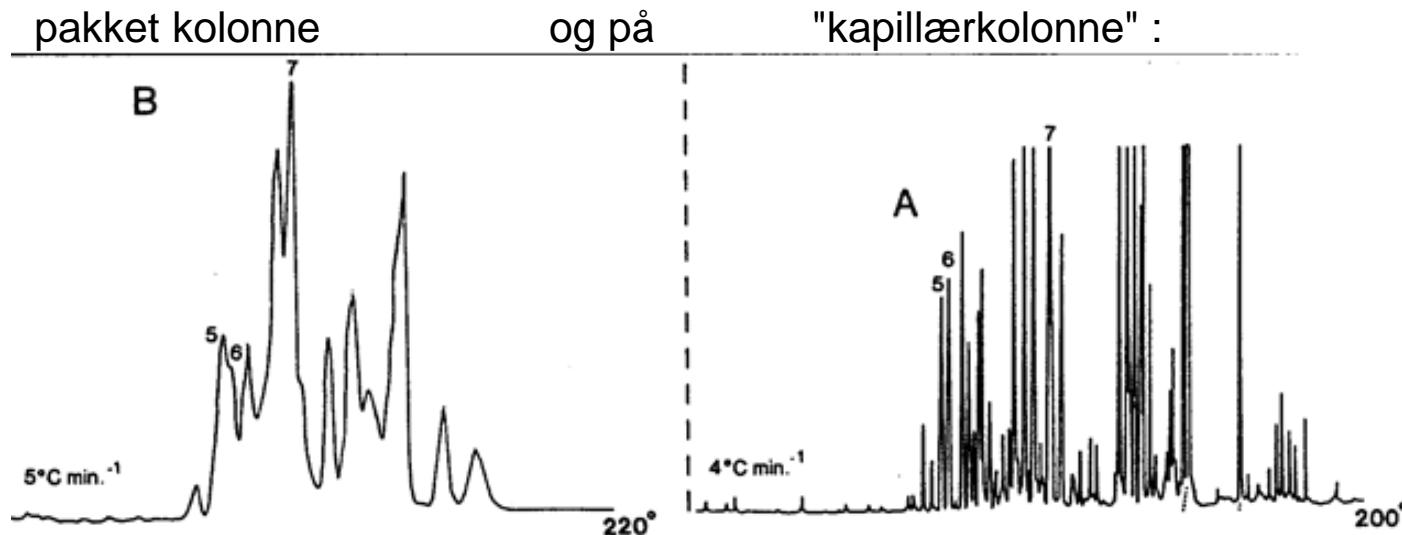
#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 5. Kolonnen (omtaler her bare GLC, ikke GSC)

(ii) Kolonnetyper (de viktigste 2):

Sammenligning av GLC på

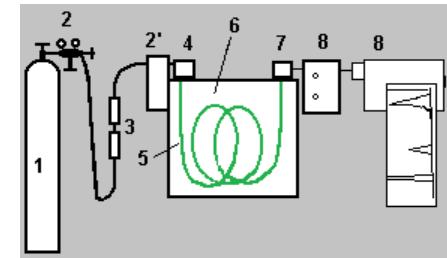


**FIGURE 1.3.** Chromatograms of Calmus oil on (A) a 50 m × 0.3 mm i.d. OV-1 glass open tubular column and (B) a 4 m × 3 mm i.d. column packed with 5% OV-1 on 60/80 mesh Gaschrom Q. Both runs were independently optimized. (Reproduced with permission from ref. 6. Copyright Dr. Alfred Huethig Publishers.)

For begge kolonnetyper

samme prøve (en eterisk olje: 'Calamus'-olje) og samme stasjonær fase (upolar polydimetylksiloksan).

**I dag brukes mest kapillærkolonner av typen WCOT-kolonne ved GLC**

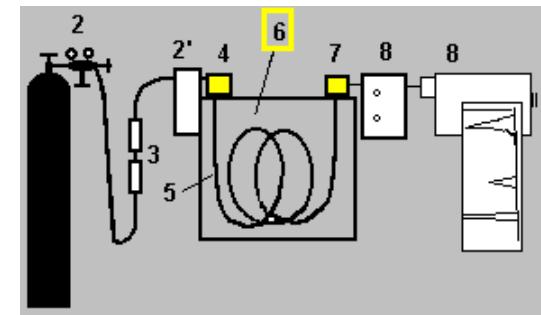


### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 6. Kolonne-temperatur (-kontroll)



...Er den viktigste faktoren som bestemmer retensjonstiden :

gjennom Analyttens damptrykk ('kokepunkt') - i forhold til kolonnens temperatur:

Dette kontrolleres v.h.a.

#### Kolonneovn-temperaturen:

***Må kontrolleres og reguleres nøyaktig og presis !!  
for å få reproducerte (retensjons-) resultater.***

Generelt :

**Økt kolonnetemperatur - redusert retensjonstid**

"Tommelfingeren påstår": for  $30^{\circ}\text{C}$  økning i  $T_{\text{kol}}$  : ca. halvering av  $k$  (og  $t_R'$ )

Temperaturkontroll av GC-kolonner - vanligvis :

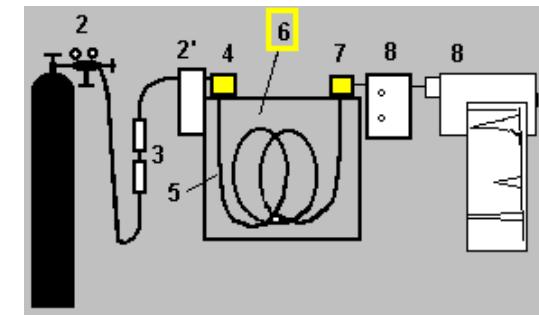
Ved spesial-"**varmluftovn**", med kraftig vifte og varmetråder;  
nøyaktig kontrollerbar temperatur / temperatur-programmering.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 6. Kolonne-temperatur (-kontroll)



Kontrollere retensjonen ved å kontrollere/regulere temperaturen:

#### To driftsmåter

- *isotermisk* :

Analyse ved **konstant** kolonnetemperatur.

- Enkelt i drift
- Høyest mulig effektivitet for enkle prøver, enkelt-komponenter
- Toppbredder i kromatogrammet øker (~lineært) med retensjonstiden
- Erfaring :  $t_R$  for homologer øker ~eksponensielt (eks. n-alkaner).

- *Temperatur-programmert* :

Starter analysen ved rel. lav temperatur, som så økes etter hvert.

Fordel og anvendelse:

- Prøvekomponenter med sterkt forskjellig flyktighet (retensjon) kan separeres i én analyse.
- Først elueres de lettest-flyktige analyttene, deretter de mer og mer tungtflyktige – etter som tempraturen øker.
- Toppbredder (innenfor et lineært temp-program) holder seg ca. konstant.
- Erfaring :  $t_R$  for homologer øker ~ lineært med C-antall (eks. n-alkaner).

Temperatur-programmering krever nøyaktig (!) temperatur-styring og –kontroll.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 6. Kolonne-temperatur (-kontroll)

Kontrollere retensjonen ved å kontrollere/regulere temperaturen:

To driftsmåter

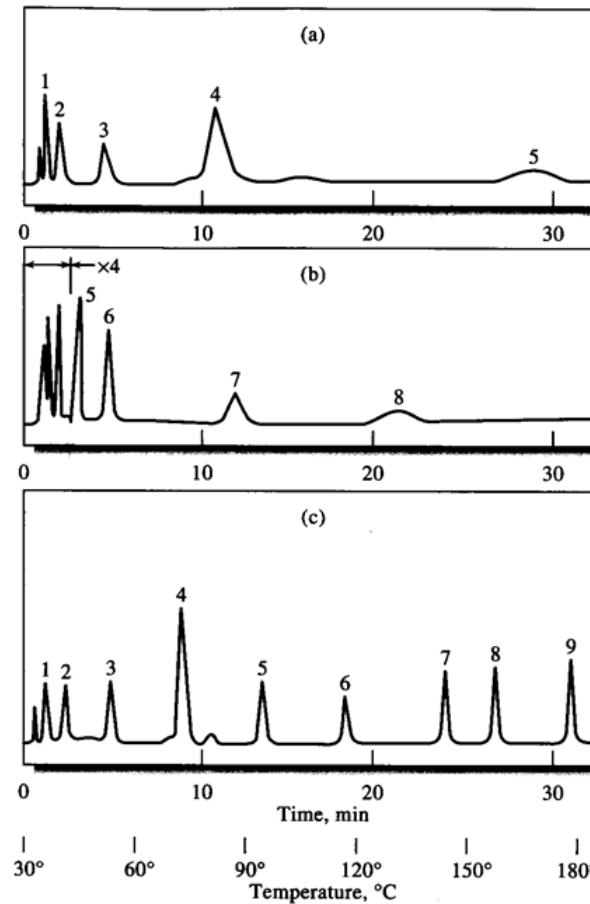
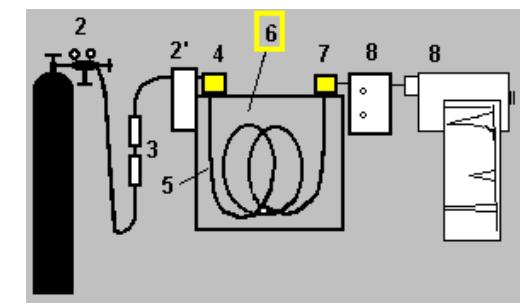
*Sammenligning: isothermisk og temperaturprogrammert analyse*

- isothermisk : ved  $45^{\circ}\text{C}$

ved  $145^{\circ}\text{C}$

- Temperatur-programmert :

ved  $30^{\circ}\text{ C} \rightarrow 180^{\circ}\text{ C}$



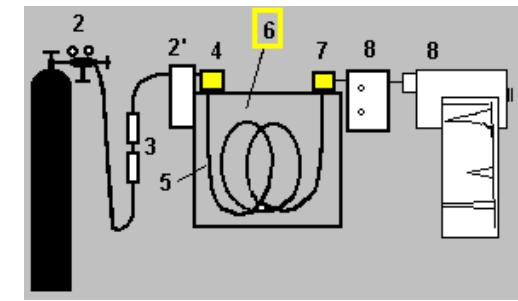
**Figure 31-7** Effect of temperature on gas chromatograms. (a) Isothermal at  $45^{\circ}\text{C}$ ; (b) isothermal at  $145^{\circ}\text{C}$ ; (c) programmed at  $30^{\circ}\text{C}$  to  $180^{\circ}\text{C}$ . (From W. E. Harris and H. W. Habgood, *Programmed Temperature Gas Chromatography*, p. 10. New York: Wiley, 1966. Reprinted with permission of the author.)

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

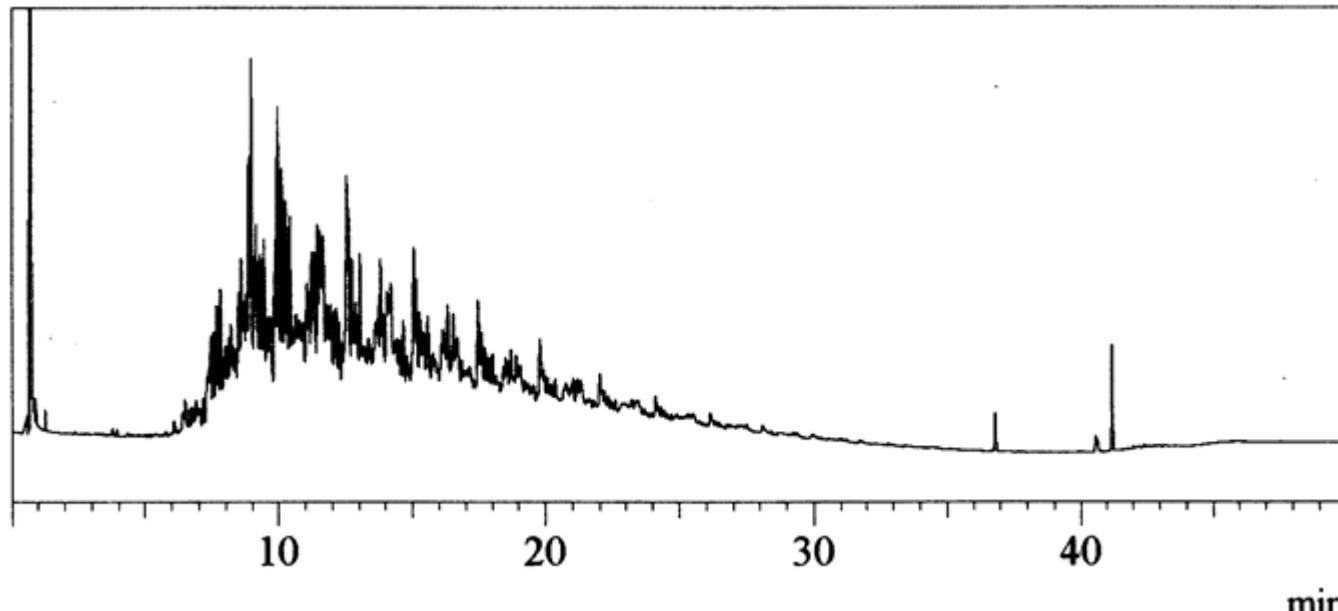
##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 6. Kolonne-temperatur (-kontroll)



*Eksempel for en GLC-analyse : "Standard-analyse" :*

**Diesel-olje**



**Md. Nurun Nabi<sup>†</sup>, Rudolf Schmid<sup>†1</sup>, Johan Einar Hustad<sup>†2</sup> (2010)**

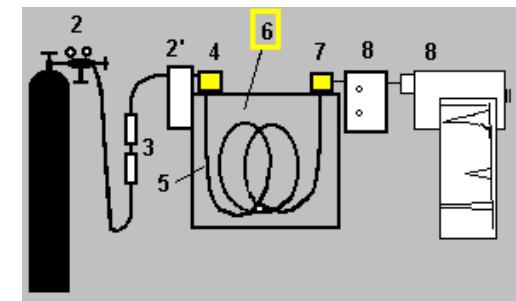
Kolonne: 0,25 µm DB-5 liquid phase, 30m length, 0,32 mm i.d. WCOT column (J&W Scientific),  
ovn: start at 50°C (for 0 min), increasing at 5°C/min to 275°C and was held there for 5 min,  
injektor: split/splitless injector (280°C) used,  
detektor: FID at 300°C,  
bæregass: hydrogen, at 0,7 bar (constant pressure)  
injeksjon: 1 µL, auto-sampler injection, fast, in split mode (1:20 split),  
prøve: "European Diesel fuel", diesel olje, 0,1 % i diklormetan.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 6. Kolonne-temperatur (-kontroll)

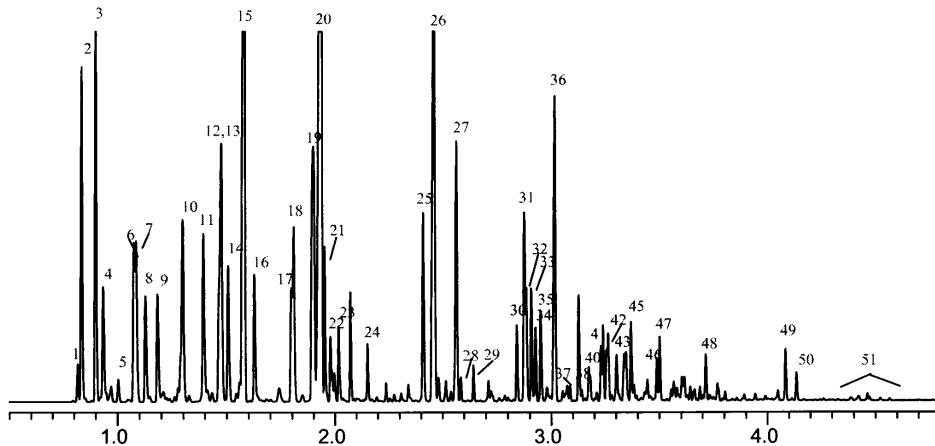


*Eksempel for en GLC-analyse :*

*Moderat versjon av  
"Fast GC"-analyse :*

*Temperaturprogrammert på  
upolar SF i WCOT-kolonne*

## Unleaded Gasoline Equity-1



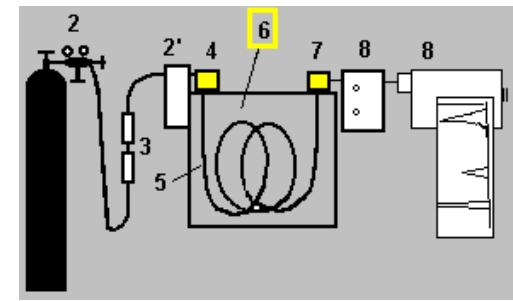
column: Equity-1, 15 m x 0.10 mm I.D., 0.1  $\mu$ m (28039-U)  
oven: 40 °C (1 min.), 45 °C/min. to 150 °C (2 min.)  
inj.: 175 °C  
det.: FID, 175 °C  
carrier gas: hydrogen, 45 cm/sec, constant  
injection: 0.1  $\mu$ L, 300:1 split  
liner: 2 mm I.D., straight  
sample: unleaded gasoline (refinery standard), neat

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 6. Kolonne-temperatur (-kontroll)



Temperatur-kontroll *utenom* kolonnen: :

I hovedsak ...

Injektor-temperatur (4) og detektortemperatur (7)

velges som regel

- uavhengig av kolonne-temperaturen og
- noe *høyere* enn i kolonna

for

- å få raskest mulig fordampning av prøven i *injektoren* (4)
- å unngå kondensering /"utfrysing" av prøven på vei gjennom *detektoren* (7) (forsinkelser, tap av effektivitet, tap av signal (stoff)).

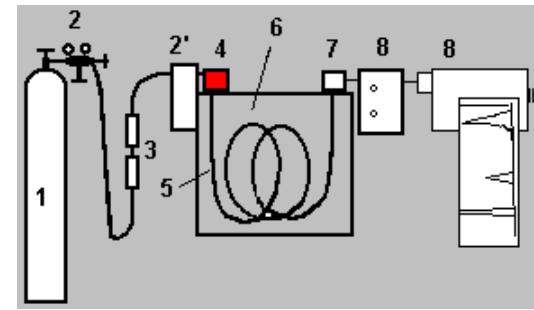
### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 4. Prøveapplisering / GC-injektor

(...som blander prøven inn i MF før kolonna)



Mest brukt: fordampningsinjektoren :

- Tar imot prøven (oppløsning, væske, (spesialdesign for faststoff))
- overfører den til dampform (hvis nødvendig)
- blander den med bæregass
- overfører den til kolonna.

Viktig:

- Nøyaktig og/eller repeterbar dosering
  - I praksis problemer med nøyaktighet av prøvemengden (p.g.a. diskriminering)
    - det satses derfor på god repeterbarhet ("Autosampler"), og individuell kalibrering av analyttene.
- Rask overføring som gir smale konsentrerte analytt-soner i starten.
  - Krever normalt rask fordampning og overføring til kolonnen (begrenset fortynning).
  - Rask fordampning krever høy temperatur (dilemma: hurtighet mot skånsomhet).
- Kvantitativ overføring (uten dekomponering, diskriminering).

*Injeksjon er ofte den største feilkilden/usikkerhet ved GC-analyser.*

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 4. Prøveapplisering / GC-injektor

(...som blander prøven inn i MF før kolonna)

Applisering ved mikrolitersprøyter,

- typisk 0,2 – 2  $\mu\text{L}$  væske,
- som regel som en oppløsning (fortynnet).

Obs.: **Kapillærkolonner** overbelastes hvis mer enn 0,1-1  $\mu\text{g}$  analytter påføres.

→ krever spesielle injeksjonsteknikker

(f.eks. sterkt prøvefortynning og/eller splitt-injeksjon).

Jfr.: Pakkede kolonner tåler derimot gjerne 1-100  $\mu\text{g}$  analytt.)

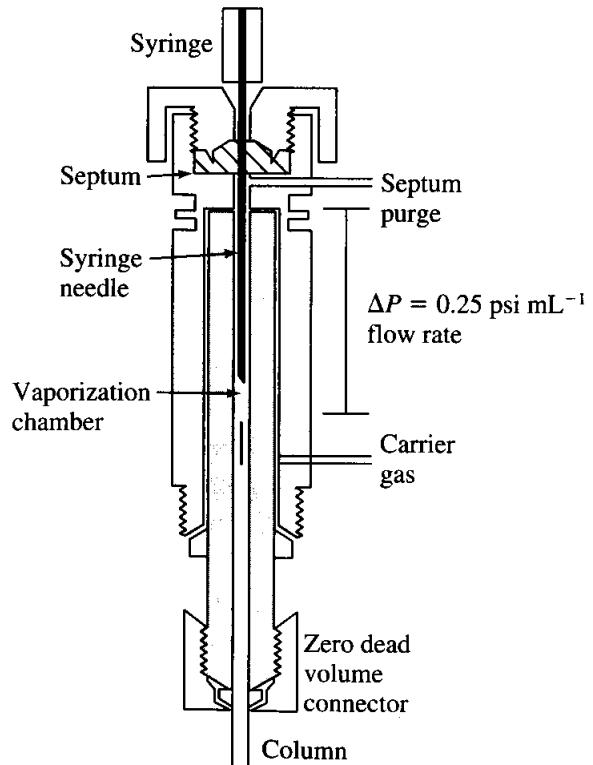
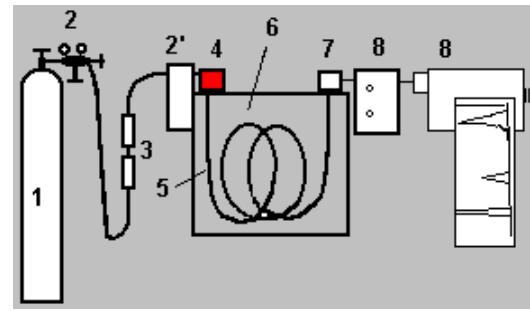


Fig. fra læreboken (SWHC8 (2004))

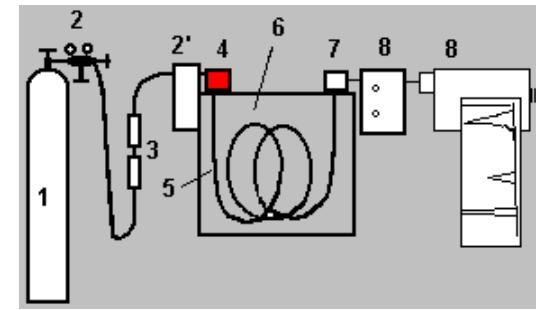
### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 4. Prøveapplisering / GC-injektor

(Blander prøven inn i MF før kolonna)



Injeksjon kan skje manuelt,  
men Automat-injektorer ("autosamplers") av i dag  
er bedre:

- mer presis,
- mer pålitelig og
- har "lengre driftstid".



Autosampler er roboter som velger og håndterer prøve og appliserer med sprøyte - gjør det samme som man ellers gjør manuelt

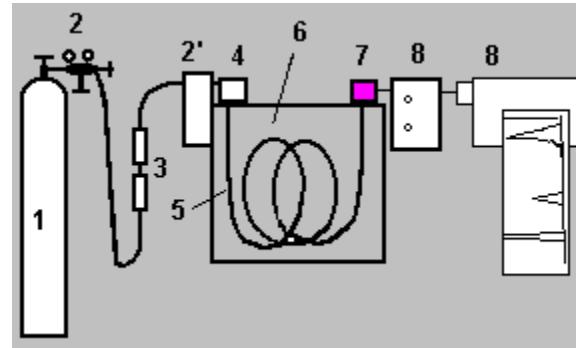
- bare under computer-kontroll
- og
- bedre.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 7. Detektor



Skal måle konsentrasjonen (eller masse-strømmen) av analytter i mobilfasen ved kolonneutgangen

→ registrerer detektorsignal som funksjon av tid = kromatogrammet.

Det måles en fysisk egenskap som har sammenheng (helst kvantitativ) med analyttens konsentrasjon.

Mest brukt i GC :

Flammeioniseringsdetektor, **FID**

Måler (endringer i) ledningsevne i en hydrogen-flamme, når organiske analytter forbrennes etter at de ble eluert fra GC-kolonna.

Flere andre detektorer brukes en god del ved GC : bl.a.

- varmetråds-detektoren (TCD, universell),
  - elektronaffinitets-detektoren (ECD, selektiv),
  - massespektrometeret (MS, for GC/MS, universell eller selektiv, avh. av bruksmåten).
- etc.

### 3. Korte innføringer til spesifikke teknikker

#### 3. B. Gasskromatografi (GC)

##### 3.B. b) Instrumentering for gasskromatografi :

###### 3.B.b. 7. Detektor

Mest brukt i GC :

Flammeioniseringsdetektor, **FID**

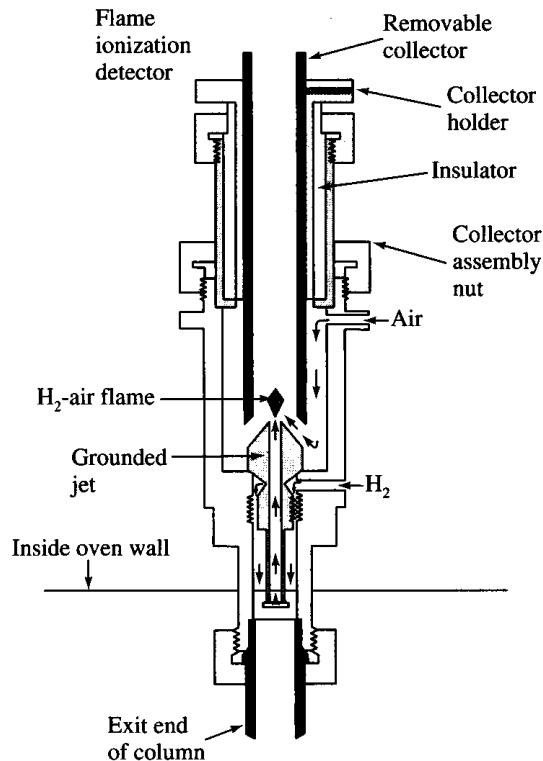
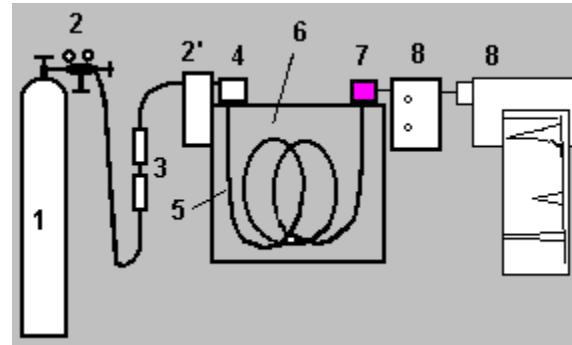


Fig. fra læreboken (SWHC8 (2004))



I flammeioniseringsdetektor FID: Eluentene sendes inn i en hydrogenflamme, Flammen brenner normalt uten dannelse av ioner/elektroner (ikke elektrisk ledende). Organiske stoffer derimot danner (litt) ladede mellomprodukter ved forbrenning . Disse detekteres som en svak strøm (pA) i et elektrisk felt (flammespiss - kollektor).

**TABLE 31-1**  
**Gas Chromatographic Detectors**

Type	Applicable Samples	Typical Detection Limit
Flame ionization	Hydrocarbons	0.2 pg/s
Thermal conductivity	Universal detector	500 pg/mL
Electron capture	Halogenated compounds	5 fg/s
Mass spectrometer	Tunable for any species	0.25–100 pg
Thermionic	Nitrogen and phosphorous compounds	0.1 pg/s (P) 1 pg/s (N)
Electrolytic conductivity (Hall)	Compounds containing halogens, sulfur, or nitrogen	0.5 pg Cl/s 2 pg S/s 4 pg N/s
Photoionization	Compounds ionized by UV radiation	2 pg C/s
Fourier transform IR	Organic compounds	0.2 to 40 ng

Fra læreboken (SWHC8 (2004))