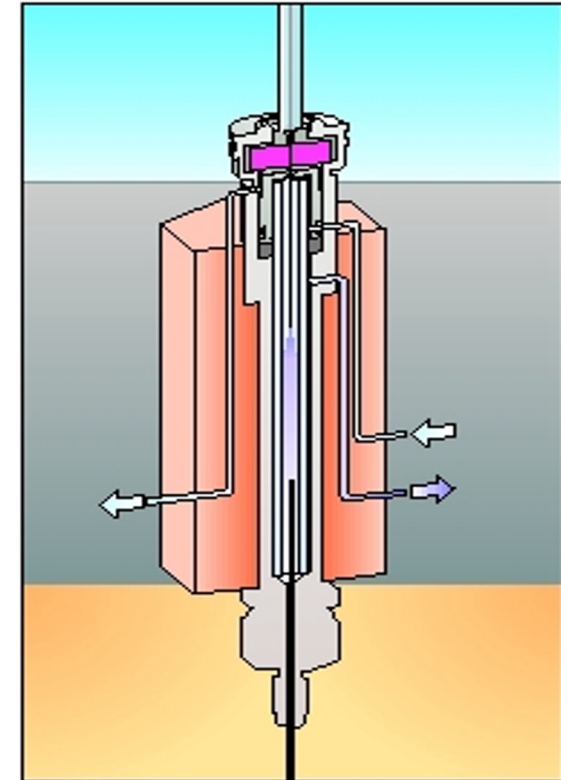


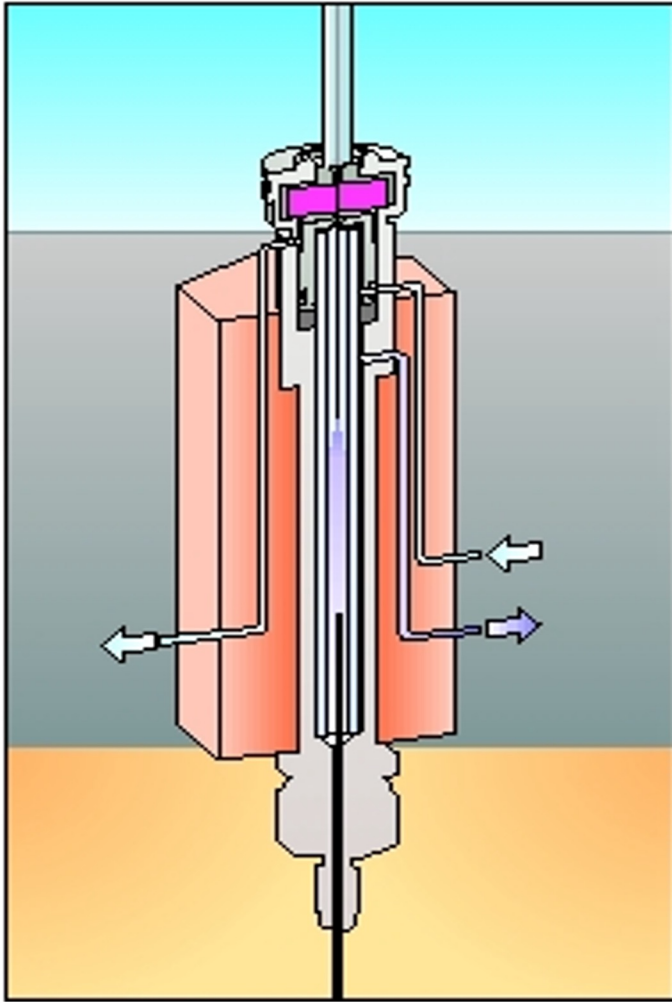
● Iniettore SSL

dott. Davide Facciabene

GC & GC-MS Product Specialist at Thermo Fisher Scientific



SSL - SPLIT / SPLITLESS



Iniettore a temperatura costante, prende il nome dalla valvola che pilota la sua modalità operativa, SPLIT o SPLITLESS, particolarmente diffuso, relativamente semplice nell'utilizzo e nello sviluppo del metodo strumentale, ma poco versatile.

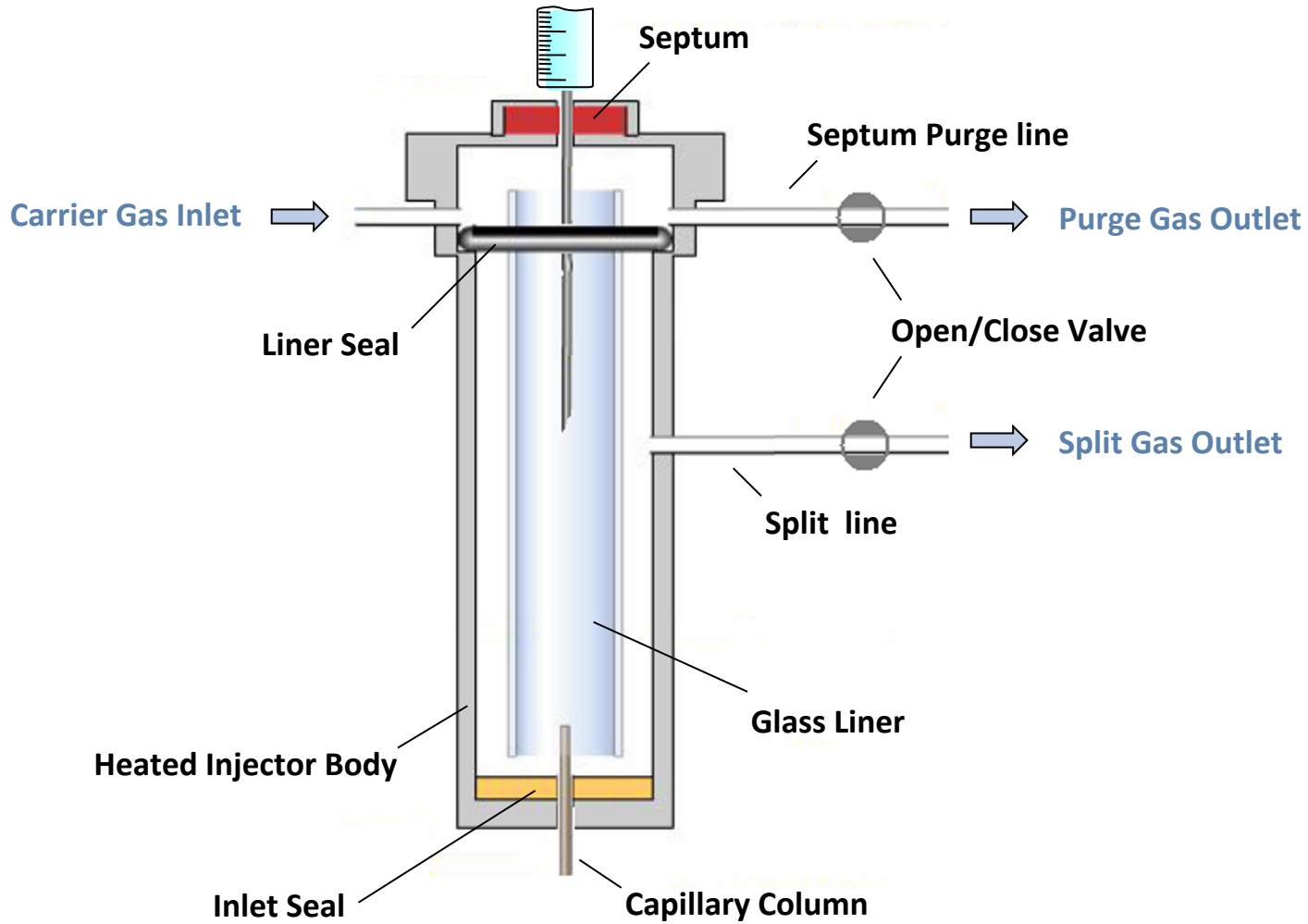
Modalità di iniezione split e splitless
(con o senza impulso di pressione)

Temperatura di lavoro costante – iniettore discriminante

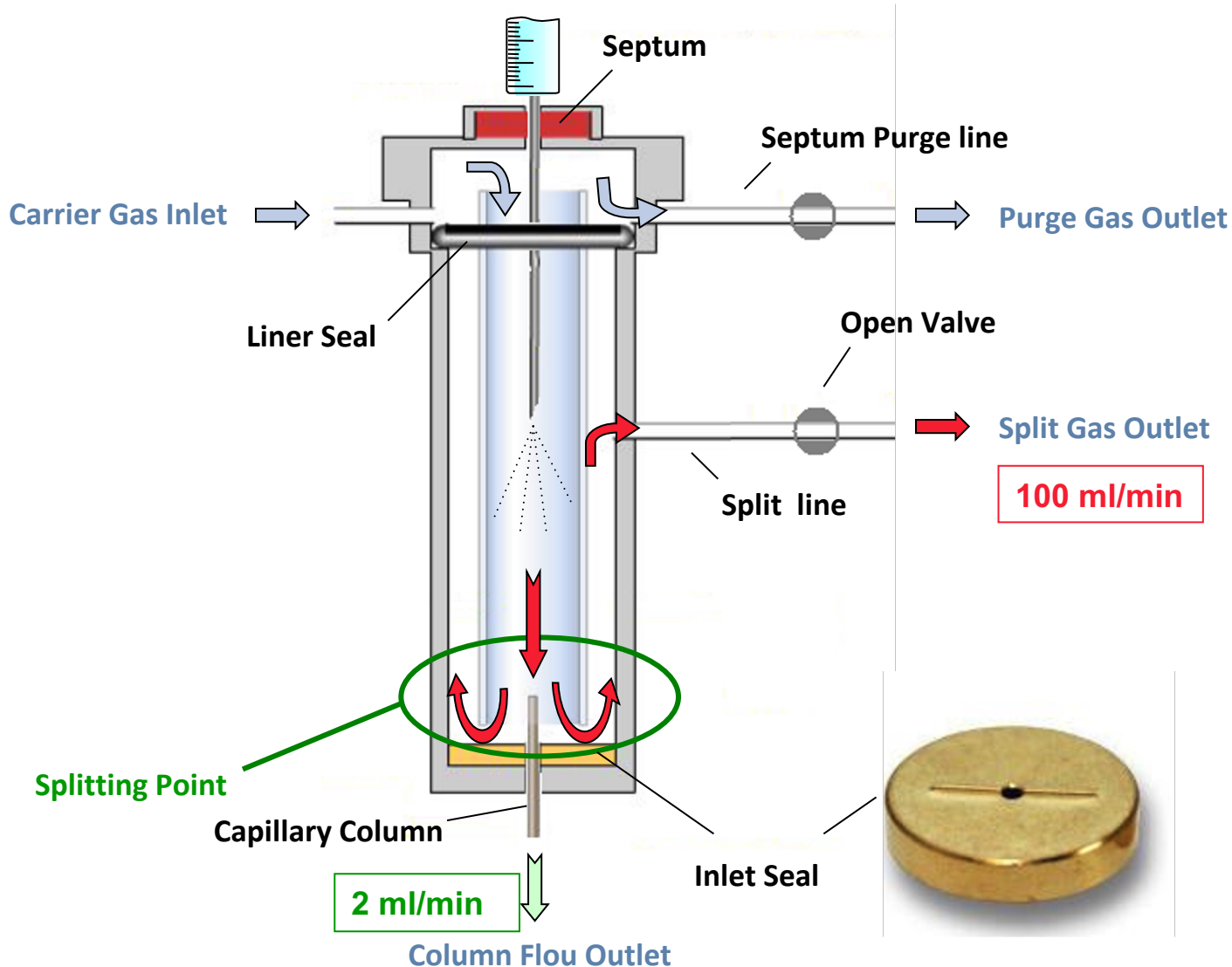
Piccoli volumi di iniezione :

0,1 – 3 μ l liquidi o 0,1 a 2,5 ml in spazio di testa

SSL - SPLIT / SPLITLESS



SSL - SPLIT MODE



SPLIT RATIO =
Flusso in colonna / Flusso di split

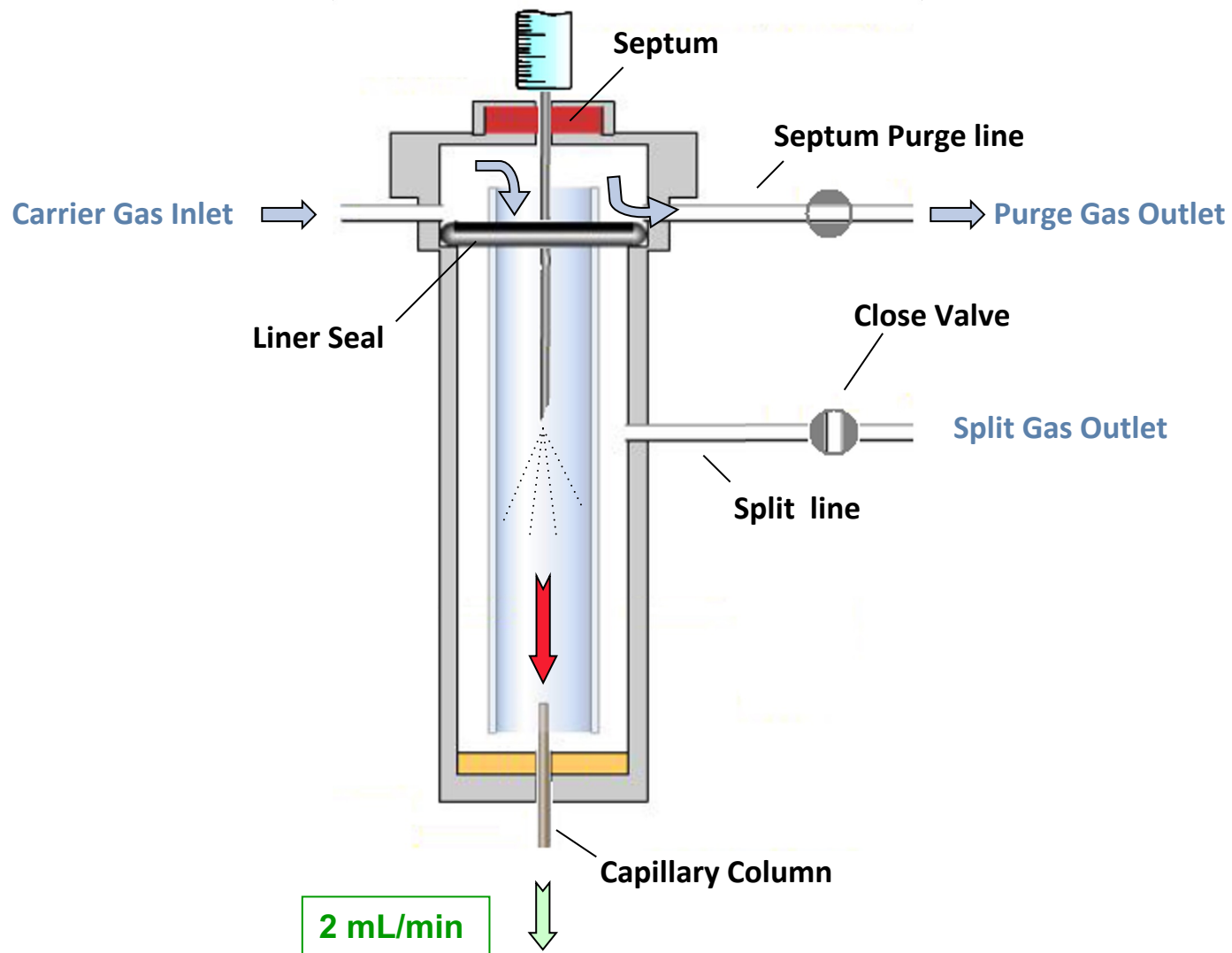
$$\text{SPLIT RATIO} = \text{FLOW (colonna)} / \text{FLOW (split)}$$
$$= 2 / 100 = 1/50$$

2% of the sample is entering the column

In colonna entrerà 1/50esimo del volume di campione iniettato, il resto uscirà dalla linea di split

All'aumentare del rapporto di splittaggio, corrisponde una diminuzione lineare della sensibilità

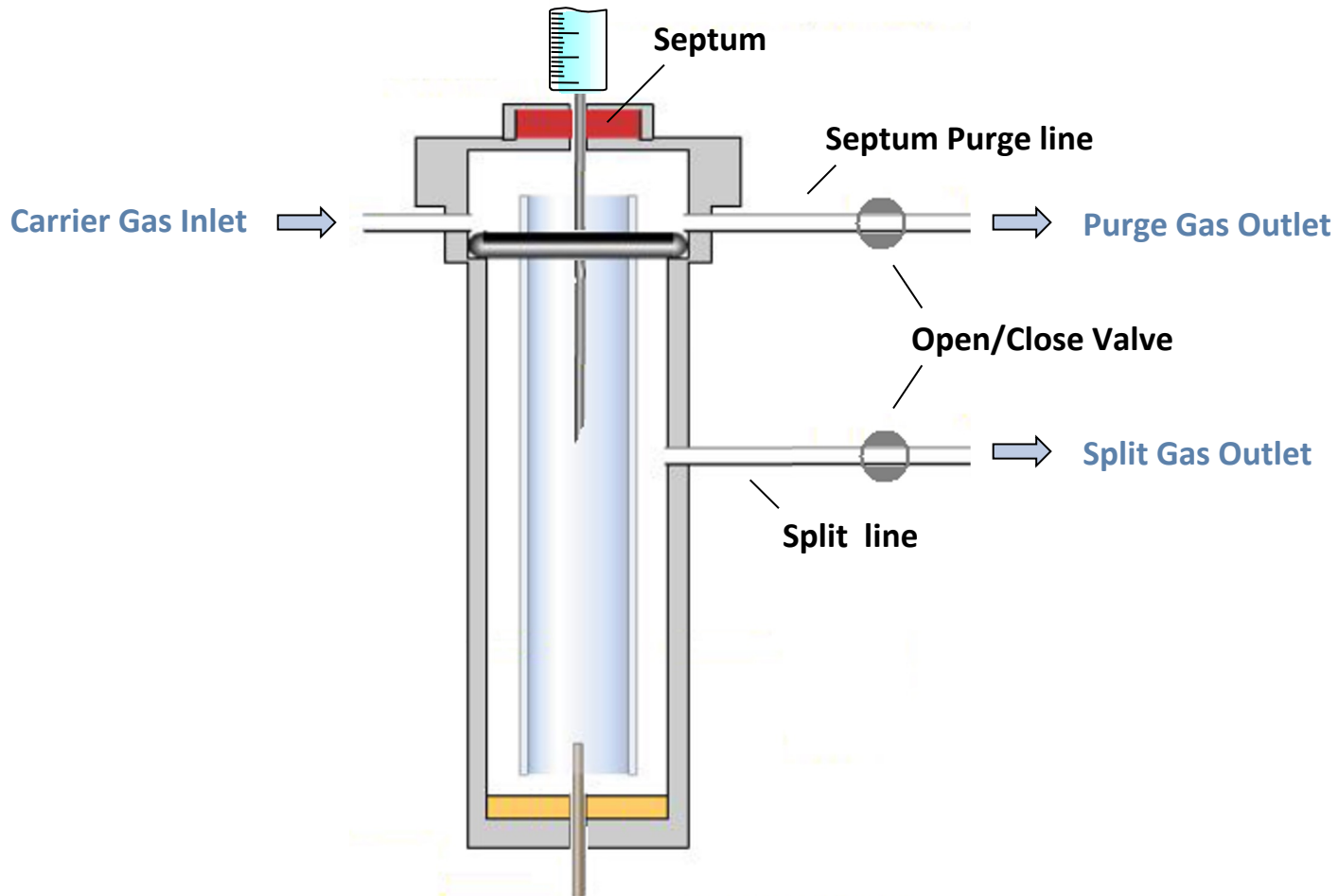
SSL - SPLITLESS MODE



**Il Gas Carrier flussa
attraverso il liner e da qui
direttamente in colonna
senza interruzione**

Tipici splitless time 0.5-1 min

SSL – SEPTUM PURGE

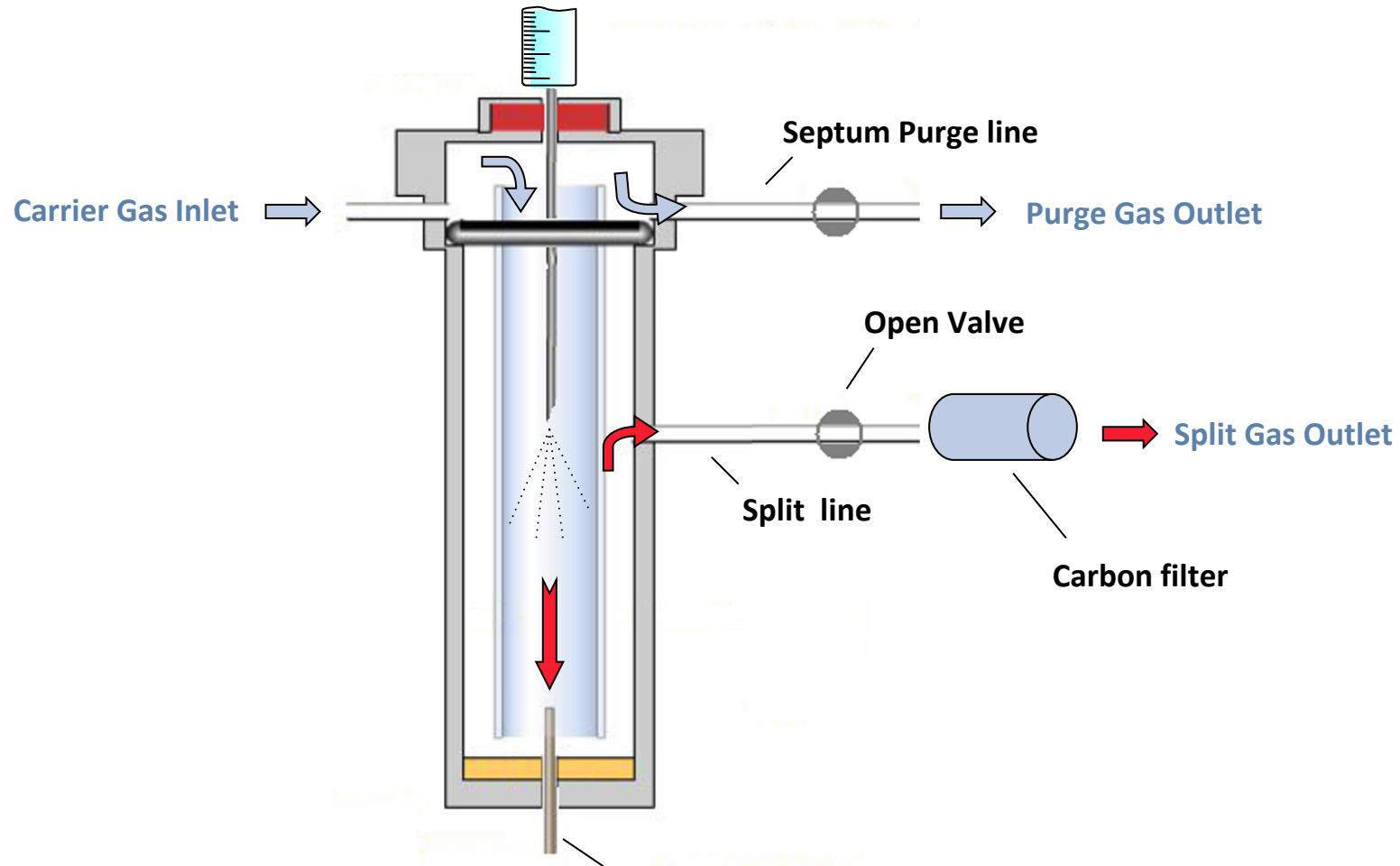


Parte del gas di trasporto che lambisce il setto dal lato inferiore, quello più caldo e direttamente esposto al liner.

Serve per mantenere pulito il setto, che a causa degli stress termici a cui è sottoposto, può cedere parte dei materiali di cui è composto e farli arrivare al detector, solitamente si tratta di ftalati, comunque composti che rendono il polimero più elastico.

Tipici flussi di septum purge 1-3 ml/min

SSL - SPLIT VALVE



Carbon Filter

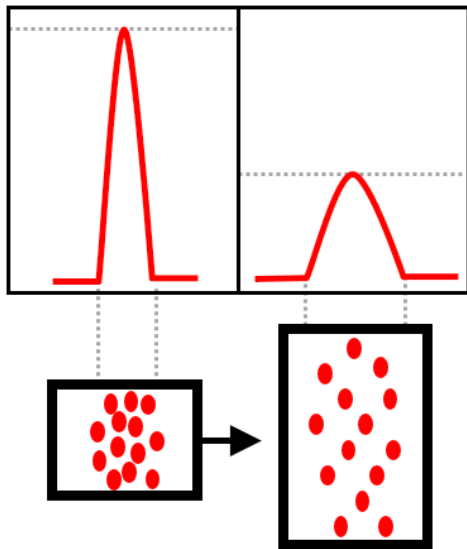


SSL – PULSED/SURGED SPLITLESS

E' una modalit  di iniezione, dove durante la fase di splitless time, viene incrementata rapidamente la pressione all'interno dell'iniettore, di almeno 2 o 3 volte rispetto allo stato di partenza.

Questa modalit  ha un duplice effetto positivo:

1) Picchi pi  stretti ed alti



Il principio attivo viene concentrato in una banda pi  stretta, grazie all'alta pressione che ne incrementa notevolmente la velocit  di trasferimento dall'iniettore alla colonna.

Inlet Parameters

Operating mode	SplitlessWithSurge	<i>i</i>
<input type="checkbox"/> Split flow control		<i>i</i>
Split flow	5.0	<i>i</i> [5.0...1250.0 ml/min]
Split ratio	0	
Splitless time	1	<i>i</i> [0.00...999.99 min]
<input checked="" type="checkbox"/> Purge flow control		<i>i</i>
Purge flow	3.000	<i>i</i> [0.500...50.000 ml/min]
<input checked="" type="checkbox"/> Constant septum purge		<i>i</i>
Stop purge for	0.00	<i>i</i> [0.00...999.99 min]
Surge pressure	150	<i>i</i> [5.00...1000.00 kPa]
Surge duration	0.5	<i>i</i> [0.00...999.99 min]

SSL – PULSED/SURGED SPLITLESS

2) Possibilità di aumentare il volume di iniezione

Inlet

Injection volume: µL

Temperature: °C

Pressure (gauge): kPa

Solvent

Solvent type:

Boiling point: °C

Density: g/mL

Molecular weight: Da

Volumes

Liner:

Liner part number:

Liner volume: mL

Vapor volume: mL

Inlet

Injection volume: µL

Temperature: °C

Pressure (gauge): kPa

Solvent

Solvent type:

Boiling point: °C

Density: g/mL

Molecular weight: Da

Volumes

Liner:

Liner part number:

Liner volume: mL

Vapor volume: mL

KO !

Incremento del volume di iniezione da 1 a 2 µL, non è possibile attuarlo a causa dell'aumento del volume di vapore del solvente, che eccede il volume fisico del liner !!

Iniettando in queste condizioni i picchi verranno codati.

SSL – PULSED/SURGED SPLITLESS

2) Possibilità di aumentare il volume di iniezione

Inlet

Injection volume: 1.0 μL

Temperature: 250 $^{\circ}\text{C}$

Pressure (gauge): 60.0 kPa

Solvent

Solvent type: Acetonitrile

Boiling point: 81.6 $^{\circ}\text{C}$

Density: 0.7857 g/mL

Molecular weight: 41.05 Da

Volumes

Liner: SSL 4 mm ID splitless

Liner part number: n/a

Liner volume: 0.860 mL

Vapor volume: 0.516 mL

Inlet

Injection volume: 2.0 μL

Temperature: 250 $^{\circ}\text{C}$

Pressure (gauge): 200.0 kPa

Solvent

Solvent type: Acetonitrile

Boiling point: 81.6 $^{\circ}\text{C}$

Density: 0.7857 g/mL

Molecular weight: 41.05 Da

Volumes

Liner: SSL 4 mm ID splitless

Liner part number: n/a

Liner volume: 0.860 mL

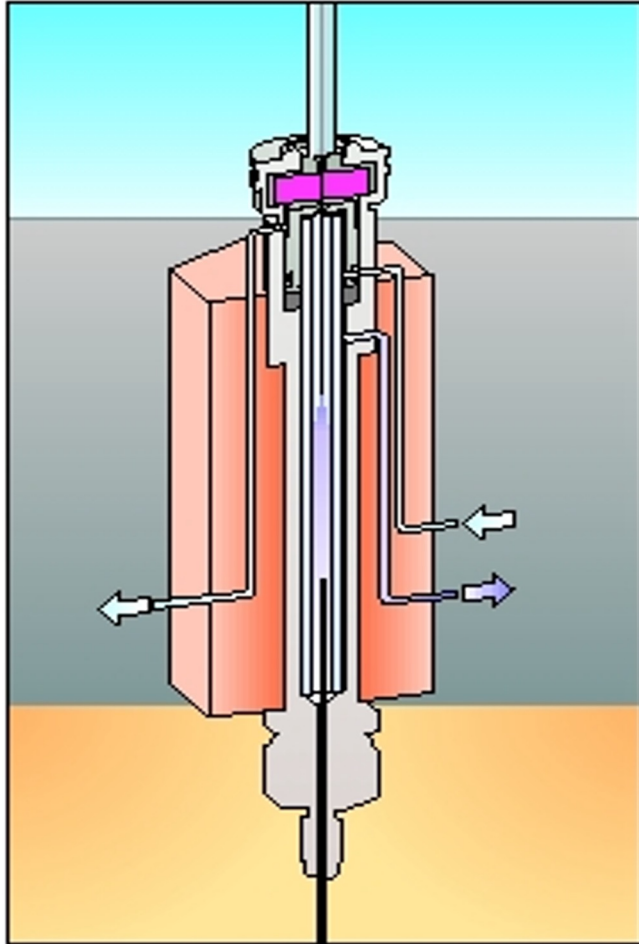
Vapor volume: 0.553 mL

OK!

Se viene aumentata ANCHE la pressione iniziale, da 60 a 200 kPa, il volume del vapore rientra nel volume fisico del liner !!

L'iniezione può essere eseguita senza cadere in problemi di picchi codati

SSL - SPLIT vs SPLITLESS MODE



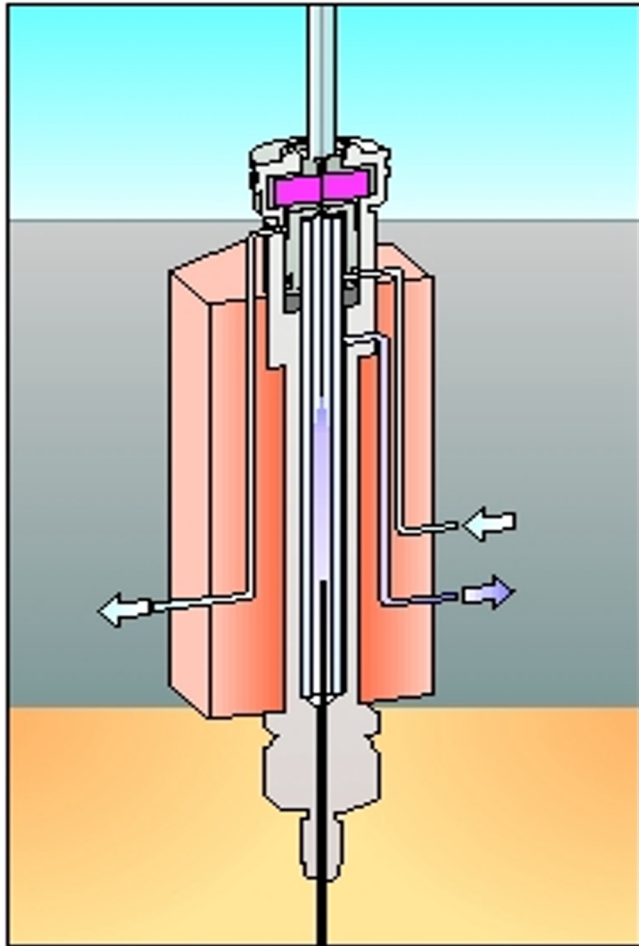
Modalità di iniezione SPLIT:

In linea generale, da utilizzare con campioni liquidi a concentrazioni elevate, dell'ordine del ppm o quando si iniettano grandi volumi di campione, 0,1 – 2 ml tipico delle tecniche di iniezione a Spazio di Testa o con Purge & Trap.

Modalità di iniezione SPLITLESS:

Da utilizzare quando si cerca la massima sensibilità, molto utilizzata in ambito SVOC (semivolatili), quindi PCB, IPA DIOX, Pesticidi...

SSL – TEMPERATURA DI LAVORO



E' strettamente correlata all'applicazione, al tipo di analiti da analizzare, di seguito alcuni esempi del tutto generali:

Idrocarburi: 300-350 °C

Pesticidi: 250-270°C

IPA, PCB DIOX: 280-320°C

VOC: 180-220°C



SSL – LINER

I liner per SSL possono essere suddivisi in due tipologie, che si differenziano per la modalità di utilizzo

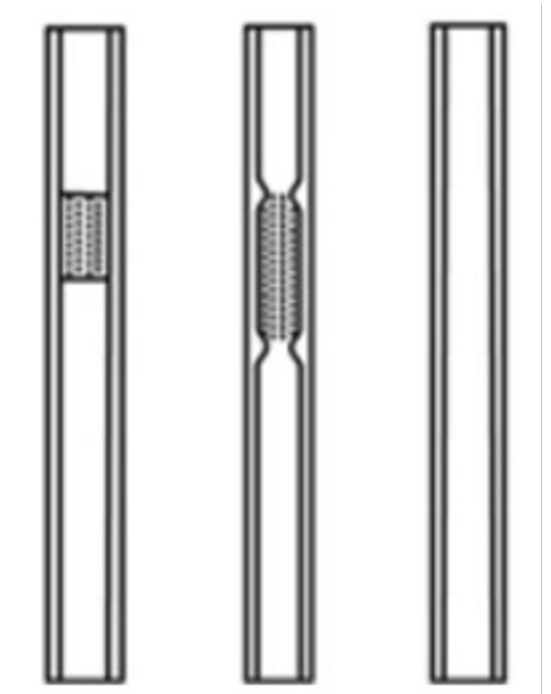
Liner di tipo SPLIT o di tipo SPLITLESS

La lana di vetro inerte, è un particolare in più che può essere presente o meno

LINER di tipo SPLIT

E' concepito per facilitare il passaggio del campione vaporizzato, normalmente presenta un diametro interno regolare, senza strozzature.

Molto utilizzato con tecniche di iniezione HS e Purge & Trap, con diametri interni stretti, pari ad 1, massimo 2 mm ID.



LINER di tipo SPLIT vs LANA di VETRO

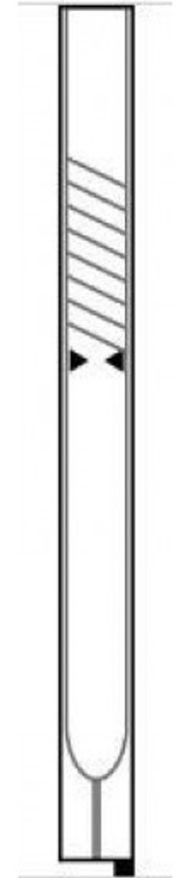
La presenza di lana di vetro, normalmente posizionata al centro per questa tipologia di liner, ha il doppio compito di facilitare la vaporizzazione del campione nel caso di iniezioni di campione liquido, ed al contempo, trattenere eventuali impurezze ivi presenti.

A causa della presenza della lana di vetro, alcuni modelli di liner split, possono presentare una o due strozzature, il cui scopo è quello di bloccare la lana stessa, evitando che si sposti dalla sua posizione.

LINER di tipo SPLIT LPD (Low Pressure Drop)

Una particolare menzione va fatta a questo tipo di liner split, apparentemente può sembrare un liner di tipo SPLITLESS, per via della strozzatura alla base, in realtà, la presenza di un piccolo piedino (notch), che lo distacca dalla base dell'iniettore di oltre 1 mm, garantisce un elevato flusso di splittaggio.

La strozzatura in basso fa sì che la caduta di pressione si inferiore alla norma.



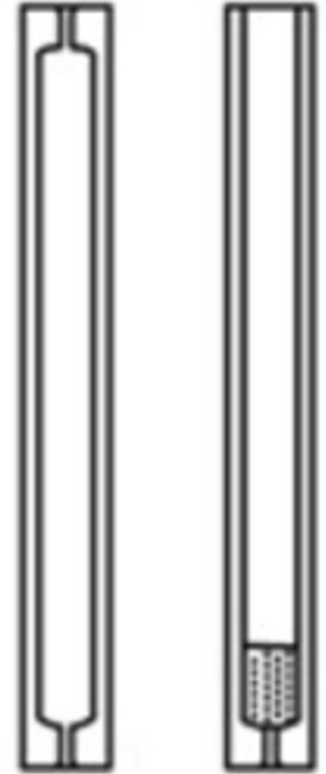
LINER di tipo **SPLITLESS**

E' un liner pensato per le iniezioni in pressione e supporta piccoli volumi di campione, dell'ordine di qualche ul.

Presenta sempre una strozzatura alla base, che ne facilita l'incremento di pressione, oppure ad entrambe le estremità, che oltre all'incremento di pressione evita o riduce il fenomeno di flashback del solvente.

Largamente utilizzato per analisi che necessitano di elevata sensibilità, per la maggiore semivolatili.

Al solito, la presenza di lana di vetro ha il duplice effetto di migliorare la vaporizzazione e contenere eventuali residui del campione, di contro dovrà essere sostituito più sovente a causa della maggiore formazione di siti attivi rispetto ad un liner senza lana di vetro



SSL – SETTI

Fondamentalmente esistono due tipi di setto, fra loro complementari

BTO o altro nome, normalmente di colore rosso



Fisicamente molto robusto, resiste ad un elevato numero di iniezioni prima che inizi a sfaldarsi e ad alte temperature, anche 400°C e oltre, ma è più fragile dal punto di vista chimico, tende a spurgare dopo qualche mese di utilizzo e di conseguenza rilascia ftalati in maniera sensibile nel liner e quindi in colonna. Indicato per chi fa un elevato numero di iniezioni o utilizza siringhe con aghi grandi (HS, SPME o siringhe di grande volume per LVI)



Septa Green o altro nome, normalmente di colore verde



Fisicamente meno robusto dei BTO, si sfalda prima, ma è molto stabile dal punto di vista chimico, basso spurgo anche dopo parecchi mesi dall'installazione, indicato a chi non fa un elevato numero di iniezioni giornaliere e non ha bisogno di lavorare a temperature elevatissime, sopra i 350°C.

Non adatto per tecniche di iniezioni con aghi di diametro generoso, pena la frequente sostituzione.

SSL – SETTO MERLIN

Setto con struttura complessa e meccanizzata

E' un setto di tipo Long Life, sostiene oltre 2000 iniezione, è inerte e quindi a basso spurgo.

La sua particolarità è la presenza di una sorta di clip metallica alla base, che sta a guardia del foro, garantendone sempre la tenuta.

Per questo è particolarmente indicato con tecniche di iniezione che fanno uso di aghi larghi, almeno 23 gauge (0,63 mm), quali SPME, HS o LVI



Grazie per l'attenzione



dfchimica.it

