
Kolumny chromatograficzne i ich wypełnienia

Właściwy proces chromatograficzny, mający na celu rozdzielenie mieszaniny na poszczególne składniki, zachodzi w kolumnie chromatograficznej. Z tego względu kolumna chromatograficzna czasem jest nazywana sercem chromatografu. Porównanie to jest w pełni uzasadnione, ponieważ wybór rodzaju kolumny, a zwłaszcza jej wypełnienia, oraz dobór warunków jej pracy ma decydujący wpływ na jakość rozdzielania składników mieszaniny, czyli na końcowy wynik analizy chromatograficznej.

8.1. Rodzaje kolumn chromatograficznych

Kolumny stosowane w chromatografii gazowej dzieli się ze względu na ich sposób napełnienia fazą stacjonarną, długość i średnicę. Wśród dwóch głównych rodzajów kolumn, czyli pakowanych i kapilarnych wyróżnia się następujące rodzaje kolumn:

1. pakowane, analityczne, o średnicy wewnętrznej 2–6 mm i długości kilku metrów (zwykle 1–3 m);
2. mikropakowane, o średnicy 0,8–1,2 mm i długości do kilkunastu metrów;
3. kapilarne o średnicy 0,2–0,6 mm i długości do kilkudziesięciu metrów, rzadko ok. 100 m;
4. mikrokapilarne o średnicach poniżej 0,2 mm i długości do kilkudziesięciu metrów;
5. preparatywne (pakowane) o średnicy ponad 6 mm i długości kilku metrów;
6. wielokapilarne, składające się z wielu kapilar, o długości do 1 m.

Najczęściej stosowane są kolumny analityczne – pakowane i kapilarne. Pakowane kolumny analityczne, kolumny mikropakowane i preparatywne są napełnione fazą stacjonarną w całej objętości, natomiast kolumny kapilarne są kapilarami z fazą stacjonarną osadzoną tylko na ich wewnętrznej ścianie. Kolumny preparatywne służą do otrzymywania niewielkich ilości bardzo czystych związków chemicznych.

Kolumny pakowane wypełnia się ziarnami adsorbenta albo cieczą osadzoną na nośniku w postaci ziaren. Ziarna adsorbenta i nośnika powinny

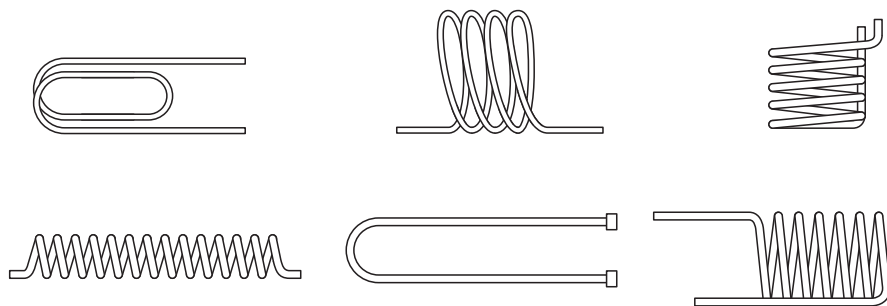
mieć niewielkie rozmiary (części milimetra) i wąski zakres frakcji sitowej (np. 0,20–0,25 mm) oraz kształt zbliżony do kulistego. W ten sposób zapewnia się małe opory przepływu gazu nośnego przez kolumnę i małe rozmycie dyfuzyjne pasm chromatograficznych rozdzielanych składników. W wyniku tego piki są wąskie, a uzyskane rozdzielanie jest dobre. Rozmiary cząstek są czasem podawane w meshach (jednostkach pochodzących od cala), czyli liczbie oczek sita na długości 1 cala. Rozmiar cząstek umieszczonych w kolumnie powinien być dobrany do jej rozmiarów. W tabeli 8.1 zestawiono zalecane wielkości cząstek wypełnienia w zależności od rozmiarów kolumn.

Tabela 8.1. Zalecane rozmiary cząstek wypełnień kolumnowych w zależności od rozmiarów kolumn

Średnica kolumny mm	Rozmiar cząstek wypełnienia (mesh) dla kolumn o długości		Przewidywane natężenie przepływu gazu nośnego, ml/min	
	do 3 m	od 3 m	N ₂	He lub H ₂
2	100–120	80–100	8–15	15–30
3	100–120	80–100	15–30	30–60
4	80–100	60–80	30–60	60–100

8.1.1. Kolumny pakowane

Kolumny pakowane sporządza się z materiałów nieaktywnych chemicznie i katalitycznie, zarówno w stosunku do wypełnień kolumn i chromatografowanych substancji, najczęściej ze stali nierdzewnej lub szkła, rzadziej z miedzi, aluminium lub tworzywa sztucznego – np. teflonu. Kształt kolumn może być różny (rys. 8.1), ale zwykle ma postać zwoju, co pozwala zmniejszyć wymiary termostatu, w którym umieszcza się kolumnę. Do niedawna prawie wszystkie analizy gazów wykonywano przy użyciu kolumn pakowanych, obecnie jest to rzadkość i zdecydowaną większość analiz wykonuje się przy użyciu kolumn kapilarnych.



Rys. 8.1. Schemat pakowanych kolumn chromatograficznych