



Oberflächenveredlung von Probengefäßen aus Glas

Vermeidung von Adsorption für eine gute Analyse

CS – Chromatographie Service GmbH

Flüssigkeiten und Gase haben die Tendenz, sich an festen Oberflächen anzureichern. Diese Eigenschaften werden zwar bei manchen chromatographischen Verfahren zur Trennung genutzt, in vielen anderen Fällen sind Adsorptionseffekte allerdings unerwünscht.

Adsorption kann die Qualität eines Chromatogramms verschlechtern. Die Peakform und Peakbreite kann verändert und somit die Trennleistung des chromatographischen Systems herabgesetzt werden. Noch unangenehmer ist es, wenn ein Teil der Probe tatsächlich „kleben“ bleibt. Dadurch kommt es zu einer mangelhaften Reproduzierbarkeit, zu gravierenden Fehlern bei der Quantifizierung und im schlimmsten Fall werden Analyten vollständig „verschluckt“ und sind im Chromatogramm nicht mehr auffindbar.

Adsorption kann überall dort auftreten, wo die Probe mit einer festen Oberfläche in Berührung kommt. Dies gilt besonders für Glasoberflächen. Polare Gruppen der Analyten können mit freien OH-Gruppen an der Glasoberfläche in Wechselwirkung treten, wenn diese nicht durch spezielle Verfahren deaktiviert ist.

Abhilfe

Zur Vermeidung von Adsorptionseffekten existieren unterschiedliche Arten der Silanisierung und Silikonisierung für unterschiedliche Anwendungen. Solche Veredlungsverfahren – zum Beispiel silanisierte Liner – sind im Injektionssystem von Gaschromatographen schon seit langem unverzichtbar und halten nun auch Einzug in die Arbeitsbereiche Probenvorbereitung und -lagerung. Durch die so erzielte „Versiegelung“ der Glasoberfläche wird die Adsorption selbst empfindlicher Substanzklassen

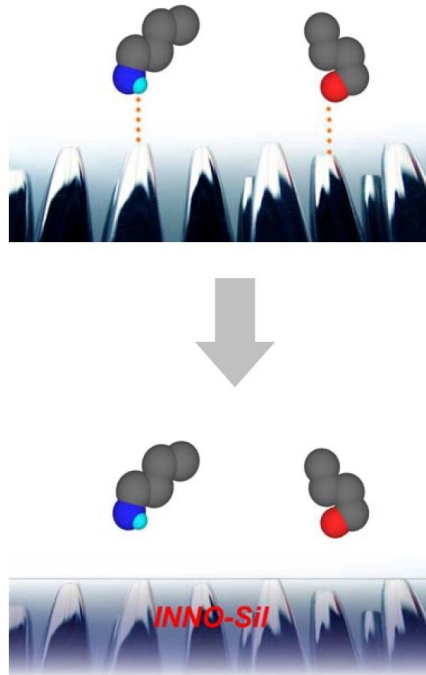


Abb. 1: Adsorptionsverhalten der Probe in unbehandelten (oben) und mit INNO-Sil® desaktivierten (unten) Probengefäßen

wie beispielsweise von Pestiziden, Aminen, Phenolen, Steroiden, Proteinen und weiteren stark reduziert oder sogar ganz verhindert.

Auch die Denaturierung von Proteinen an der Glasoberfläche kann durch diese Verfahren vermieden werden. Schließlich wird auch die Benetzung der Oberfläche erschwert und so eine vollständigere Entleerung behandelter Probengefäße erzielt. So leisten diese Verfahren einen wichtigen Beitrag zu präzisen, zuverlässigen und reproduzierbaren Analyseergebnissen.

Desaktivierungsverfahren

Silanisierung

Glasoberflächen von Linern und Glaswolle für die GC sind im Neuzustand



Abb. 2: Silanisierung von Glas

grundsätzlich mit einem Standardverfahren deaktiviert. Diese Desaktivierung (Silanisierung) ist für viele Anwendungen ausreichend.

In einigen Fällen, z. B. in der Pestizid-Analytik, werden aber höhere Ansprüche gestellt. Für die optimale Desaktivierung gibt es für die verschiedenen Methoden unterschiedliche Möglichkeiten:

1. Standardsilanisierung, unpolar (Sil)

Dieser Hochtemperatur-Silanisierungsprozess erzeugt chemisch und thermisch stabile, unpolare Oberflächen, bei denen die meisten freien OH-Gruppen abgedeckt werden.

2. Phenyl-Methyl-Silanisierung, mittelpolar (PM-Sil)

Analog dem Sil-Verfahren, jedoch mit mittelpolarer Ausprägung.

3. Hochwertige Silanisierung für höchste Ansprüche an Inaktivität (INNO-Sil®)

Ein neues, bei CS entwickeltes Desaktivierungsverfahren für hoch-inerte Glasoberflächen, verhindert Adsorption auch bei empfindlichen Substanzen wie beispielsweise Pestiziden, Aminen, Steroiden und Phenolen.

Sil-, PM-Sil- und INNO-Sil®- Desaktivierungen können für alle Glasoberflächen angewandt werden. CS bietet alle Verfahren für GC-Liner, Glaswolle, Glasflaschen und Glasoberflächen im Allgemeinen an.

Silikonisierung

Die (Einbrenn-)Silikonisierung schafft eine haltbare und inerte Silikon-Schutzschicht auf der Oberfläche eines Glases. Dies schützt den Inhalt einer silikonisierten Flasche wirksam vor Veränderungen, die einerseits durch Adsorption von Inhaltsstoffen am Glas, andererseits durch Abgabe von Glasbestandteilen (basische Stoffe, Metallionen) an den Flascheninhalt auftreten können.

Weiterhin erschwert die Silikonschicht die Benetzung des Glases durch Flüssigkeiten und Feststoffe und erleichtert so die vollständige Entleerung der Flasche. Entsprechend sind silikonisierte Flaschen schon lange beispielsweise als Verpackung für flüssige Arzneimittel unverzichtbar.

Dieses Verfahren wurde in Anlehnung an die im Jahr 1983 von Dow Corning Corp., Midland, USA, veröffentlichte Applikationsschrift „Siliconization with Dow Corning Medical Materials“ entwickelt.



Abb. 4: Silikonisierung von Glas



Abb. 3: Silanierungen können für alle Glasoberflächen angewandt werden. CS bietet alle Verfahren für GC-Liner, Glaswolle, Glasflaschen und Glasoberflächen im Allgemeinen an.

Saure Oberflächenbehandlung – HCl-Behandlung

Glasoberflächen sind amphoter, das heißt, dass Silanolgruppen an der Oberfläche sowohl protoniert als auch deprotoniert vorliegen können, wobei der Alkaligehalt des betreffenden Glases eine wichtige Rolle spielt. Abhängig von ihren pKs-Werten können verschiedene Analyten unterschiedlich stark an solchen geladenen Glasoberflächen adsorbiert werden.

Spuren basischer Substanzen und Metallionen können vom Glas in die Probe abgegeben werden und diese dadurch verunreinigen. Durch Säurebehandlung des Glases kann die Anzahl basischer Gruppen auf der Glasoberfläche erheblich reduziert werden, was insbesondere für die chromatographische Spurenanalytik saurer Analyten vorteilhaft ist.

So wird auch der Eintrag von Metallionen in die Chromatographiesäule und deren Einfluss auf Analysen bei der Ionenchromatographie vermieden oder verringert.

Ein weiterer Vorteil einer der Analyse vorgeschalteten Säurebehandlung der Flaschen ist, dass die Menge säurelöslicher basischer Substanzen und Metallionen an der Glasoberfläche deutlich verringert wird. So werden Verfälschungen der Probenzusammensetzung beispielsweise bei der Metall-Spurenanalyse per Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) oder Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) minimiert.



Abb. 5: HCl-Behandlung von Glas