

Gefüllte Kapillarsäulen in der Gaschromatographie

Gefüllte Trennsäulen im Durchmesserbereich von 8–2 mm sind in der Gas Chromatographie hinreichend bekannt. Seit MARTIN¹ 1956 die Notwendigkeit kapillarer Säulenquerschnitte für Mikroanalysen beschrieben hat, wurden von GOLAY² die Kapillarsäulen, deren Innenwand direkt mit der Trennflüssigkeit imprägniert wird, verwendet. Um hierbei hohe Trennstufenzahlen zu erreichen sind Längen von einigen 10 Metern und mehr erforderlich. Gepackte Glaskapillaren wurden von HALÁSZ UND HEINE³) für die Trennung von Äthylen und Butan verwendet. Diese haben allerdings den Nachteil, dass die Herstellung sehr zeitraubend ist.

Wir verwenden seit einiger Zeit gepackte Stahl- bzw. Messingkapillaren mit Durchmessern von 0.5–1 mm. Die Füllung erfolgt mit unbelegtem Trägermaterial ((Chromosorb W oder Kieselgur, Körnung 0.1–0.01 mm und 0.09–0.063 mm) mittels eines Vibrators, durch ein auf 2 mm Tiefe konisch erweitertes Ende der Kapillare. Auf diese Weise erzielt man eine gleichmässiger Packung als mit vorher imprägniertem Trägermaterial. Die Füllung wird zweckmässigerweise mit Kapillarstücken von 2–3 m vorgenommen, die sich zum Gebrauch durch Ermetroverschraubungen mit Kapillareinsatz auf beliebige Längen kombinieren lassen. Die Füllung längerer Abschnitte ist jedoch auch möglich.

Die Imprägnierung des Trägers erfolgt nach der Füllung des Rohres am besten auf folgende Weise: am das Reduzierventil einer Stickstoff-Bombe wird ein druckdichter Behälter angeschlossen, der die Trennflüssigkeit in Methylenchlorid gelöst enthält. Mit einem Druck von ca. 2 kg/cm² wird die Lösung langsam durch die Kapillare gedrückt. Nach beendeter Imprägnierung erfolgt wie üblich die Trocknung der Säule im Gasstrom und die Alterung unter Temperatureinwirkung.

Die Dosierung der zu analysierenden Proben erfolgt bei Verwendung derartiger Säulen nach dem Splittling-Verfahren über einen Teiler, die Detektion über einen Mikroflammen-Ionisationsdetektor. Die zu dosierende Menge ist bei den gefüllten Kapillarsäulen nicht so kritisch wie bei belegten Kapillaren, da die zur Verfügung

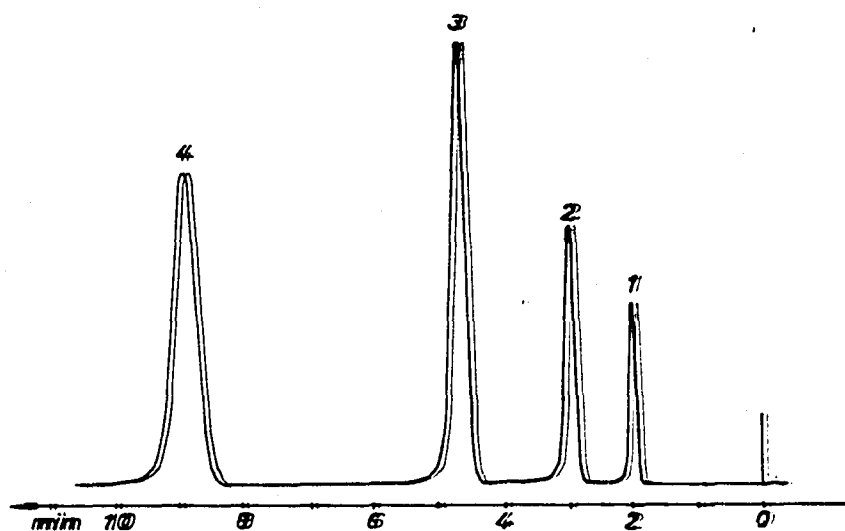


Fig. 1. Gas Chromatogramm vom (1) Hexan, (2) Benzol, (3) Toluol, (4) *o*-Xylol. Säule 3 m, I.D. 1 mm, 20% Dioctylsebacinat auf Chromosorb W, Körnung 0.09–0.06 mm; 125°, 0.65 kg/cm² N₂, 20 ml/min; Probenmenge 2 µl, Teilung 1:20; Mikroflammen-Ionisationsdetektor.

stehende Oberfläche, bedingt durch den Träger, grösser ist als bei ungefüllten Kapillaren und daher die Menge der flüssigen Phase erhöht werden kann. Substanzmengen zwischen 0.02 und 0.01 μ l werden gut getrennt.

Es wurden für die Trennung von Hexan, Benzol, Toluol und *o*-Xylol gefüllte Kapillarsäulen mit 20% Dioctylsebacinat auf Chromosorb W und für Fettsäuremethylester 20% LAC-728 auf Kieselgur in Längen von 3 m verwendet. Die flüssige Phase wurde zur Imprägnierung in Methylenchlorid gelöst. Die erreichten Trennstufenzahlen lagen zwischen 2600 bis 2800. Die Analysen wurden mit dem Gasofract 300 B durchgeführt (siehe Fig. 1 und 2).

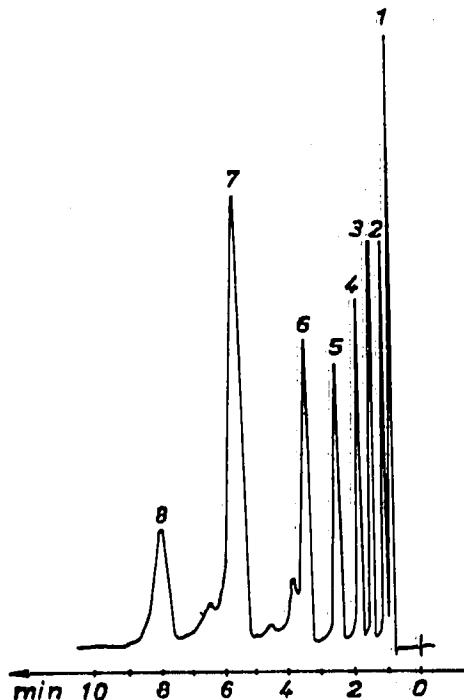


Fig. 2. Gas Chromatogramm von Fettsäuremethylestern in (1) Hexan, (2) Capronsäure, (3) Caprinsäure, (4) Laurinsäure, (5) Myristinsäure, (6) Palmitinsäure, (7) Ölsäure, (8) Linolsäure. Säule 3 mm, I.D. 1 mm, 20% LAC-728 auf Kieselgur, Körnung 0.09–0.06 mm; 225°, 1.5 kg/cm² N₂, 1.5 ml/min.; Probenmenge 2 μ l, Teilung 1:20; Mikroflammen-Ionisationsdetektor.

Es ist ersichtlich, dass man bei gefüllten Kapillarsäulen schon mit erheblich kürzeren Längen, als bei den belegten Kapillaren, auf hohe Trennstufenzahlen kommt. Die Analysenzeit ist kürzer als bei normalen, gefüllten Säulen mit Durchmessern von 6–4 mm. Der Druckabfall bleibt in normalen Grenzen.

Laboratorium für Gasanalyse, Dr. Virus KG.,
Bonn (Deutschland)

W. VIRUS

¹ A. J. P. MARTIN, in D. H. DESTY (Herausgeber), *Vapour Phase Chromatography*, Butterworths, London, 1957, p. 2.

² M. J. E. GOLAY, in D. H. DESTY (Herausgeber), *Gas Chromatography*, Butterworths, London, 1958, p. 46.

³ J. HALÁSZ UND E. HEINE, *Nature*, 194 (1962) 971.

Eingegangen den 1. April 1963