

## Notes

### Eine einfache Vorrichtung zum Aufbrechen von abgeschmolzenen Glasampullen im Gaschromatographen

Bei Versuchen über die Radiolyse kleiner Substanzmengen im hiesigen Laboratorium begegneten wir dem Problem, abgeschmolzene Glasampullen mit dem zu analysierenden Inhalt (1–100 mg) an festen oder flüssigen Verbindungen im Verdampferteil eines Gaschromatographen zu öffnen. Über Vorrichtungen zur Zertrümmerung abgeschmolzener Ampullen ist bereits berichtet worden<sup>1, 2</sup>. Die nachstehend beschriebene Anordnung besitzt gegenüber den bisher verwendeten den Vorteil, dass die Abdichtung nur an einer einzigen Stelle geschieht und dass nur ein bewegliches Teil vorhanden ist. Sie erwies sich als sicher im Betrieb und gestattete es, die Reste der zertrümmerten Ampullen einfach und rasch zu entfernen. Die erhaltenen Gaschromatogramme besaßen einwandfreie Auflösung und gewährleisteten die quantitative Analyse der Substanzgemische.

Die Vorrichtung besteht aus den in der Fig. 1 gezeigten metallischen Teilen, nämlich aus dem Kolonnenaufsatz A und dem Zertrümmerer B. Der Aufsatz wird durch eine Metallverschraubung\* an die Säule des Gaschromatographen angeschlossen. Er dient zur Aufnahme des Zertrümmerers und besitzt hierzu eine Bohrung, deren

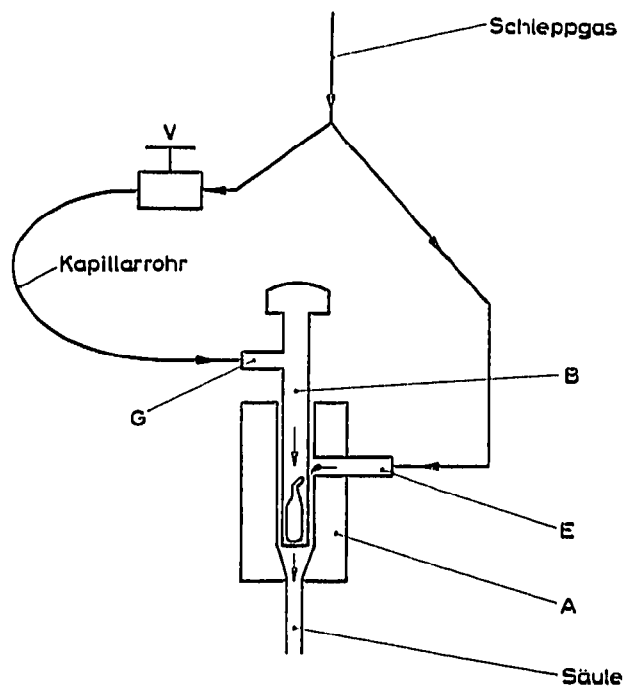


Fig. 1. Schema der Zertrümmerungsapparatur und des Gasstroms.

\* Hersteller: J. Walterscheid KG, Siegburg-Lohmar.

Durchmesser knapp den äusseren Durchmesser des Zertrümmers übertrifft. Wie Fig. 2 zeigt, sorgt beim Einschieben des Teils B die stopfbuchsenartige Kombination aus Gummiring O, Metallring M und Lochschraube LS für die Dichtung zwischen den beiden Teilen. Eine Heizwicklung W hält den unteren Teil des Aufsatzes auf hoher Temperatur, um das sofortige Verdampfen des Ampulleninhalts zu gewährleisten. Die Dichtung am oberen Teil wird durch die Wasserkühlung K geschützt. Der Aufsatz besitzt einen seitlichen Ansatz E, durch den das Schleppegas in die Bohrung Z einströmt.

Das Prinzip der Zertrümmerung lässt Fig. 2 erkennen: Die Ampulle U wird zunächst in die Metallhülse H gesteckt und diese anschliessend über das Gewinde SG mit dem Metallstab S verbunden. Dieser besitzt eine Bohrung, durch die das bei G eintretende Schleppegas die Ampulle umspült. Der Gasstrom tritt durch die Bohrungen

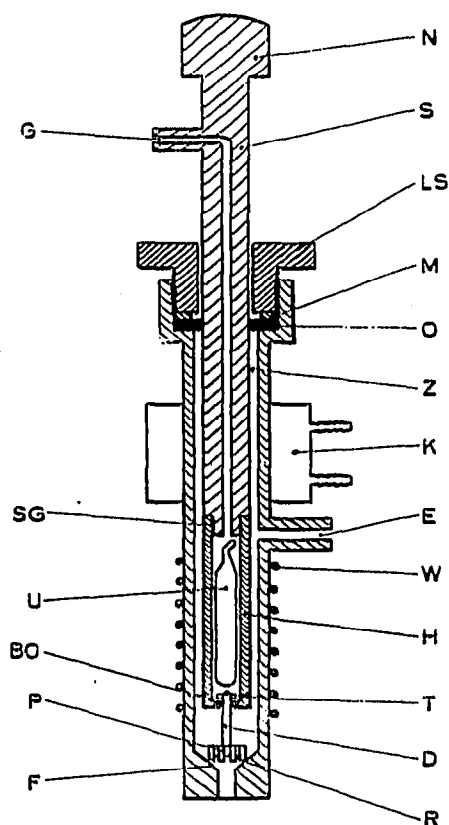


Fig. 2. Querschnitt durch die Zertrümmerungsapparatur in schematischer Darstellung.

BO am unteren Boden der Hülse aus. Durch die zentrale Bohrung der Hülse ragt der Dorn D, der durch den Stift T in der Hülse gehalten wird. Am unteren Ende des Dorns sitzt die Platte P, die eine Reihe senkrecht und radial verlaufender Rillen R besitzt.

Der Zertrümmerer wird zunächst in den Aufsatz geschoben, bis die Platte am Konus F aufsitzt, was sich durch den eintretenden Widerstand bemerkbar macht. Nun wird durch Anziehen der Lochschraube LS für eine gute Dichtung gesorgt. Dann wird der Hahn V in Fig. 1 geöffnet, das Schleppegas strömt durch die flexible Kapillare, tritt bei G in den Stab S ein und umströmt die Ampulle U in der Hülse. Nach

kurzer Zeit hat sich konstanter Druck eingestellt, und die Ampulle ist gleichzeitig erwärmt worden. Durch Druck oder leichten Schlag auf den Kopf N des Stabes S wird die Ampulle zertrümmert. Der verdampfte Inhalt wird von dem von oben eintretenden Gasstrom erfasst und durch die Bohrungen der Hülse und die Rillen auf die Säule gespült. Eine Rückdiffusion nach oben wird durch den bei E eintretenden Gasstrom verhindert. Nach Beendigung des Versuchs wird der Hahn V geschlossen und dann der Stab herausgezogen. Um ein Ausströmen des bei E eintretenden Schleppegases zu vermeiden, wird die Vorrichtung mit einem Blindstab verschlossen.

*Hahn-Meitner Institut für Kernforschung Berlin,  
Berlin-Wannsee (Deutschland)*

J. WENDENBURG  
K. JURISCHKA

<sup>1</sup> W. HERR, F. SCHMIDT UND G. STÖCKLIN, *Z. Anal. Chem.*, 170 (1959) 301.

<sup>2</sup> H. CHERDON, L. HÖHR UND W. KERN, *Angew. Chem.*, 73 (1961) 215.

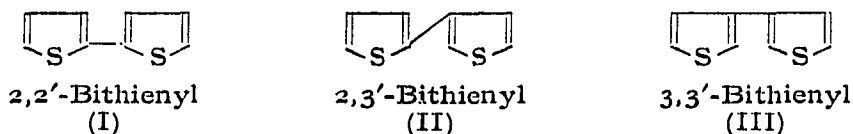
Eingegangen den 9. März 1964

*J. Chromatog.*, 15 (1964) 538-540

## Gas chromatography in the separation and identification of isomeric bithienyls

The reported methods for the separation and identification of isomeric bithienyls and polythienyls are lengthy and are not sensitive to low concentrations. SEASE AND ZECHMEISTER<sup>1</sup> separated bithienyl from terthienyl and other polythienyls by chromatographing on alumina from solvent solutions. WYNBERG AND BANTJES<sup>2</sup> used chromatography on basic alumina together with U.V. and I.R. absorption bands and mass spectral analysis for the separation and identification of the isomeric bithienyls.

In the radiation chemistry of thiophene a rapid, direct and highly sensitive method for the detection and analysis of radiation induced isomeric bithienyls was needed. Preliminary work with gas chromatography using thermistor and thermal conductivity detectors did not separate the three isomeric bithienyls (I, II, III).



A flame ionization detector employing a 6 ft. ¼ in. O.D. stainless steel column packed with 15 % silicone gum rubber (SE-30) coated on Chromosorb W (60-80 mesh) also did not separate the three isomers. However, a Carbowax 20 M column described below gave good separation of the three bithienyls.

### *Experimental*

The bithienyls were separated using an FM Model 720 Chromatograph with a Model 1609 flame ionization detector. The 6 ft. ¼ in. O.D. stainless steel column was packed with 15 % by weight of Carbowax 20 M on Chromosorb W (80-100 mesh).