

Eine neue Methode zum Auffangen gas-chromatographischer Mikrofraktionen

Wertvolle Strukturinformationen lassen sich durch die spektroskopische Untersuchung von Mikrofraktionen gewinnen, wie sie von üblichen analytischen gas-chromatographischen Trennsäulen eluiert werden können. Die Hauptschwierigkeit bei dieser Arbeitsweise besteht darin, die relativ geringen Substanzmengen, die mit Trägergas stark verdünnt aus der Säule austreten, quantitativ aufzufangen, d.h. innerhalb eines möglichst kleinen Volumens zu konzentrieren.

Für diesen Prozess des Aufkonzentrierens und Niederschlagens sind zahlreiche Methoden beschrieben worden, die sich hinsichtlich des benötigten Aufwandes und der erreichbaren Wirkung stark voneinander unterscheiden¹⁻³⁵. Ohne den Versuch einer kritischen Würdigung der verschiedenen Verfahren an dieser Stelle unternehmen zu wollen, kann festgestellt werden, dass bisher eine Methode fehlte, die die Vorzüge der Einfachheit, Wirksamkeit und vielseitigen Anwendbarkeit in sich vereinigt.

In unserem Laboratorium hat sich bei Strukturuntersuchungen an sehr verschiedenartigen Mehrkomponentengemischen eine Methode bewährt, die die o.g. Vorzüge sehr weitgehend für sich in Anspruch nehmen darf.

Als Auffanggefäß dient ein gewöhnliches U-Rohr aus Glas, dessen Innendurchmesser zwischen 1.5 und 2.5 mm liegen sollte. In dieses U-Rohr werden 2 bis 50 μ l des Lösungsmittels gegeben, das für die anschliessende spektroskopische Untersuchung am besten geeignet ist. Das U-Rohr wird nunmehr in flüssiges Argon* (-185.7°) eingetaucht. Dabei erstarrt das Lösungsmittel in einer Form, die den Durchgang von Trägergas nicht verhindert.

Diese abgescheckte und vermutlich mikrokristalline Lösungsmittelzone dient nunmehr als Filter, das leichtflüchtige Kohlenwasserstoffe (z.B. Propan) ebenso wie starke Nebelbildner (z.B. Hexandiol) mit überraschend hoher Ausbeute zurückzuhalten in der Lage ist.

Folgende Lösungsmittel wurden bisher eingesetzt: Tetrachlorkohlenstoff; Schwefelkohlenstoff; Chloroform; Deuteriochloroform und Tetrachloräthylen.

Es ist anzunehmen, dass hinsichtlich der Wahl des Lösungsmittels weitgehend Freiheit besteht.

Der durch das Absorptionsrohr verursachte Strömungswiderstand ist abhängig von der Lösungsmittelmenge und vom Innendurchmesser der Kapillare. Bei der Auswahl geeigneter Bedingungen wird der Gasmengenstrom durch die Trennsäule nach Zuschalten des Absorptionsrohres nur unwesentlich vermindert. Eine Beeinträchtigung des Trennverhaltens wurde nicht beobachtet.

Folgende Dimensionen haben sich im routinemässigen Einsatz bewährt:

Gesamtlänge des Absorptionsrohres	180 mm
Aussendurchmesser des Absorptionsrohres	7.5 mm
Innendurchmesser des Absorptionsrohres	2.5 mm
Lösungsmittelmenge	20 μ l

Auf die beschriebene Weise gelingt es, kleinste Substratmengen in geringen

* Flüssiger Stickstoff dürfte ebenso geeignet sein.

Lösungsmittelvolumina aufzufangen und mit den erhaltenen relativ konzentrierten Lösungen spektroskopische Untersuchungen durchzuführen.

*Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG,
Ludwigshafen am Rhein (Deutschland)*

K. WITTE
O. DISSINGER

- 1 D. M. W. ANDERSON, *Analyst*, 84 (1959) 50.
- 2 M. BEROZA, *J. Gas Chromatog.*, 2 (1964) 330.
- 3 E. G. BRAME, *Anal. Chem.*, 37 (1965) 1183.
- 4 S. C. BROOKS UND V. C. GODEFROI, *Anal. Biochem.*, 7 (1964) 135.
- 5 M. CARTWRIGHT UND A. HEYWOOD, *Analyst*, 91 (1966) 337.
- 6 S. S. CHANG, K. M. BROBST, C. E. IRELAND UND H. TAI, *Appl. Spectroscopy*, 16 (1962) 106.
- 7 S. S. CHANG, C. E. IRELAND UND H. TAI, *Anal. Chem.*, 33 (1961) 479.
- 8 D. H. DESTY UND B. H. F. WHYMAN, *Anal. Chem.*, 29 (1957) 320.
- 9 K. DORFNER, *Brennstoff-Chem.*, 44 (1963) 309.
- 10 CH. M. DREW UND J. H. JOHNSON, *J. Chromatog.*, 9 (1962) 264.
- 11 R. A. EDWARDS UND J. S. FAGERSON, *Anal. Chem.*, 37 (1965) 1630.
- 12 H. M. FALES, E. O. A. HAAHTI, T. LUUKAINEN, W. J. A. VANDENHEUVEL UND E. C. HORNING, *Anal. Biochem.*, 4 (1962) 296.
- 13 L. GIUFFRIDA, *J. Assoc. Offic. Agr. Chemists*, 48 (1965) 354.
- 14 J. G. GRASSELLI UND M. K. SNAVELI, *Appl. Spectroscopy*, 16 (1962) 190.
- 15 J. HASLAM, A. R. JEFFS UND H. A. WILLIS, *Analyst*, 86 (1961) 44.
- 16 R. L. HOFFMANN UND A. SILVEIRA, *J. Gas Chromatog.*, 2 (1965) 107.
- 17 J. HORNSTEIN UND P. CROWE, *Anal. Chem.*, 37 (1965) 170.
- 18 M. D. D. HOWLETT UND D. WELTI, *Analyst*, 91 (1966) 291.
- 19 W. KEMP UND O. ROGNE, *Chem. Ind. (London)*, 6 (1965) 418.
- 20 P. KRATZ, M. JAKOBS UND B. M. MITZNER, *Analyst*, 84 (1959) 671.
- 21 H. S. KROMAN UND R. S. BENDER, *J. Chromatog.*, 13 (1964) 242.
- 22 K. H. KUBECZKA, *Naturwiss.*, 52 (1965) 429.
- 23 H. W. LEGGON, *Anal. Chem.*, 33 (1961) 1295.
- 24 R. E. LUNDIN, R. H. ELSKEN, R. A. FLATH, N. HENDERSON, T. R. MON UND R. TERANISHI, *Anal. Chem.*, 38 (1966) 291.
- 25 F. L. SNELSON, *Chem. Ind. (London)*, 4 (1964) 575.
- 26 R. K. STEVENS UND J. D. MOLD, *J. Chromatog.*, 10 (1963) 398.
- 27 P. A. T. SWOBODA, in M. v. SWAAY (Herausgeber), *Gas Chromatography*, 1962, Butterworth, London, 1962, S. 273.
- 28 P. A. T. SWOBODA, *Nature*, 199 (1963) 31.
- 29 R. TERANISHI, R. A. FLATH, T. R. MON UND K. L. STEVENS, *J. Gas Chromatog.*, 3 (1965) 206.
- 30 R. TERANISHI, J. W. CORSE, J. C. DAY UND W. G. JENNINGS, *J. Chromatog.*, 9 (1962) 244.
- 31 P. J. THOMAS UND J. L. DWYER, *J. Chromatog.*, 13 (1964) 366.
- 32 A. E. THOMPSON, *J. Chromatog.*, 6 (1961) 454.
- 33 D. H. VOLMAN, *J. Chem. Phys.*, 14 (1946) 707.
- 34 A. WEINSTEIN, *Anal. Chem.*, 29 (1957) 1899.
- 35 H. WIDMARK UND G. WIDMARK, *Acta Chem. Scand.*, 16 (1962) 575.

Eingegangen den 17. November 1966

J. Chromatog., 28 (1967) 413-414