

CHROM. 8895

## Note

### Eine einfache Apparaturvorrichtung für Reaktionsgaschromatographie

JAROSLAV CHURÁČEK, KAREL KOMÁREK und HANA KOMÁRKOVÁ

*Lehrstuhl für analytische Chemie, Chemisch-Technologische Hochschule, Pardubice (Tschechoslowakei)*

(Eingegangen am 20. Oktober 1975)

Die Reaktionsgaschromatographie beschäftigt sich mit der Verbindung der Gaschromatographie mit chemischen Methoden. Eins der Verfahren der Reaktionsgaschromatographie ist die Verwendung der Spaltungsreaktionen mit passenden Reagenzien<sup>1</sup>. Die chemischen Reaktionen werden in der dem Gaschromatograph angeschlossenen Apparatur durchgeführt; nach Beendigung werden die gasförmigen Produkte in die chromatographische Säule dosiert, in der sie getrennt, identifiziert und bestimmt werden können. So kann z.B. die qualitative und quantitative Analyse der funktionellen Gruppen durchgeführt werden.

#### EXPERIMENTELLES

In unserem Labor erfolgte die Bestimmung einiger stickstoffhaltigen funktionellen Gruppen für die Reaktionsgaschromatographie<sup>2,3</sup>. Der zu analysierende Stoff wurde im geschlossenen System durch passendes Reagens im CO<sub>2</sub>-Strom unter günstigen Bedingungen gespalten. Die gasförmigen Produkte wurden in einem zu diesem Zweck bestimmten Behälter gesammelt. Zwecks CO<sub>2</sub>-Absorption wurde der Behälter mit KOH-Lösung aufgefüllt. Nach Beendigung der Reaktion wurden die gasförmigen Produkte durch Trägergas in die chromatographische Säule geführt und bestimmt.

Das Schema der angewandten Apparatur ist in Fig. 1 dargestellt. Hauptbestandteile der Apparatur bilden: CO<sub>2</sub>-Quelle als Hilfsträgergas (Q), Reaktor (R), Behälter gasförmiger Produkte (P) und Heizblock (L). Die CO<sub>2</sub>-Quelle bildete ein ein wenig abgewandelter Hochenneger-Apparat<sup>4</sup>. Die Konstruktion des Reaktors sowie des Behälters für gasförmige Produkte ist aus Fig. 1 ersichtlich. Der Behälter für gasförmige Reaktionsprodukte bildet eine Verbindung zwischen der chemischen Apparatur und dem Gaschromatographen. Der untere Behälterteil ist der nicht geeichte Azometer (N), an dessen oberem Teil der Umlauf-Gasdosierer angeschlossen ist. Das Umlaufsystem besteht aus einem gleich breiten Rohr wie der schmal zulaufende Azometerteil, der als Behälter für gasförmige Produkte (P) dient, zwei Zweiweghähnen (H<sub>8</sub>, H<sub>9</sub>) und zwei Kapillaren, die zum Hahn des Gasdosierers führen. Der freie Aufbau des oberen Zweiweghahnes (H<sub>8</sub>) ist mit einem Fülltrichter versehen, in dem die Gesamtmenge der Absorptionslösung gelassen wird; dadurch wird der Behälter gegen das Luft eindringen gesichert. Vor dem Behälter befindet sich der Dreiweghahn (H<sub>6</sub>) mit Zuführung von Trägergas (Wasserstoff). Nach Beendigung



## ERGEBNISSE

Die beschriebene Methode der Reaktionsgaschromatographie eignet sich zur qualitativen und quantitativen Analyse funktioneller Gruppen. Diese Methode macht es möglich, auch relativ langsame Reaktionen in der Reaktionsgaschromatographie auszunutzen, da gasförmige Produkte erst nach Beendigung der Reaktion chromatographiert werden. Der Hauptvorteil der beschriebenen Methode besteht darin, dass unter Anwendung einer wirksamen chromatographischen Säule gasförmige Produkte getrennt, identifiziert und bestimmt werden können. Dadurch kann eine genauere Vorstellung über die Struktur und Zusammensetzung des analysierten Stoffes gewonnen werden.

## LITERATUR

- 1 M. Beroza und M. N. Inscoc, in L. S. Ettre und W. H. McFadden (Herausgeber), *Ancillary Techniques of Gas Chromatography* (russ.: *Metody-sputniki v gazovoj chromatografii*), Mir, Moskau, 1972, S. 153.
- 2 J. Churáček, H. Komárková, K. Komárek und L. Krajčiková, *Wiss. Z. Tech. Hochsch. Chem., Leuna-Merseburg*, im Druck.
- 3 H. Komárková, J. Churáček, K. Komárek und F. Křížek, *J. Chromatogr.*, 119 (1976) 243.
- 4 P. Kozák, V. Novák, L. Boháčková und M. Jureček, *Mikrochim. Acta*, (1963) 643.