Zur Bestimmung der Totzeit

H. Pauschmann

Lehrstuhl für organische Chemie der Universität Tübingen, 74 Tübingen, Nauklerstr. 37a

Die experimentellen Schwierigkeiten bei der Bestimmung der Totzeit t_m wurden bereits in dieser Zeitschrift ausgeführt [1]. Vor allem treffen sie den Benutzer von Gas-Chromatographen, welche einen Flammenionisations-detektor an die Trennsäule anschließen. Hier kann eine Einspeisung von Helium auch bei Verwendung von Stickstoff als Trägergas nicht viel nützen, da der Inertpeak nicht sichtbar gemacht werden kann.

Unter Benutzung von Vorbildern [2] hat der Verf. ein Zubehör erprobt, welches diese Schwierigkeit umgeht. Zunächst wird der Inertpeak dem Trägergas angepaßt: Hat man Stickstoff als Trägergas, wobei in der Düse noch Wasserstoff hinzukommt, so wählt man als Gasprobe Helium, wird hingegen Helium als Trägergas verwendet, so nimmt man Stickstoff für die Inertgasprobe. In jedem Fall ist — auch bei der Beimengung von Wasserstoff (zum Spülen nach der Kapillar ebenso wichtig wie für die Flamme selbst) — mit einem hinreichend großen Unterschied an Wärmeleitfähigkeit zu rechnen, um den Inertpeak mittels einer Mikro-Wärmeleitfähigkeitszelle zu detektieren. Die Konstruktion der Meßzelle — eine Vergleichszelle ist überflüssig — ist unten wiedergegeben. Nach Löschen der Flamme wird die Muffe aus engem Silikongummischlauch über die Flammendüse gezogen, so daß Trägergas und Wasserstoff direkt durch ein Kapillarrohr auf die Thermistorperle geleitet werden. Ein transparentes Gehäuse erleichtert den Zusammenbau und schirmt gegen äußere Luftströmungen ab.

Die Schaltung ist einfach, siehe unten. Bei der Bedienung wird zunächst der Kompensationsschreiber des Gas-Chromatographen mit den Anschlüssen X und Y der Schaltung verbunden. Danach wird der Schalter S_1 geschlossen und durch Verändern von P_1 die Null-Linie auf den Nullwert des Schreibers gesetzt. An P_2 kann die Empfindlichkeit eingestellt werden. P_3 regelt die Größe des Startsignals. Man speist nun mittels eines Gasproben-Einlaßteils oder mit einer 1 ml-Spritze etwa 0,2–0,5 ml Inertgas ein, wobei man mittels des Fußkontaktes S_2 eine Startmarkierung anbringt. Dann wird der Durchgang des Inertgaspeaks abgewartet (vgl. Fig. 3).

Benutzt man Kapillar, so sollte man besonderen Wert auf ein kleines Volumen der geschilderten Anordnung legen.

Literatur

- [1] R. Kaiser: *Chromatographia* 2 (1969) 219.
- [2] R. Kaiser: *Chromatographie in der Gasphase* Bd. II, S. 201, Bibliograph. Institut Mannheim, 2. Aufl. 1966.

Fig.

- a) Mikrowärmeleitfähigkeitszelle zum Anschluß an eine FID-Düse.
- b) Schaltung der Mikro-WL-Zelle; B_1 : Batterie 4,5 V; B_2 : Batterie 1,5 V; S_1 : Schalter für die Brückenspannung; S_2 : Fußkontakt für das Startsignal; T : Thermistor 4 ... 8 kOhm; P_1 : Potentiometer 10 kOhm; P_2 : Potentiometer 10 kOhm; P_3 : Potentiometer 50 Ohm; R_1, R_2 : Widerstand 400 Ohm; R_3, R_4 : Widerstand 100 kOhm; R_5 : Widerstand 20 Ohm;
- c) Startsignal (a) und Inertgaspeak (b).