

Beitrag zur analytischen Anwendung der Curiepunkt- Pyrolyse/Gaschromatographie unter Einsatz hochauflösender Glaskapillartrennsäulen

Doctoral Thesis

Author(s):

Schmid, Joachim Peter

Publication date:

1976

Permanent link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000087646>

Rights / license:

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#)

Diss. ETH 5781

**Beitrag zur analytischen Anwendung der
Curiepunkt-Pyrolyse/Gaschromatographie unter Einsatz
hochauflösender Glaskapillartrennsäulen**

ABHANDLUNG

zur Erlangung
des Titels eines Doktors der Naturwissenschaften
der
EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE
ZÜRICH

vorgelegt von

JOACHIM PETER SCHMID
dipl. Natw. ETH
geboren am 9. August 1947
von St. Gallen

Angenommen auf Antrag von
Prof. Dr. W. Simon, Referent
PD Dr. J.T. Clerc, Korreferent

Juris Druck + Verlag Zürich
1976

7. ZUSAMMENFASSUNG

- Obschon Glaskapillartrennsäulen in der Analytik mittels Gaschromatographie verbreitet Eingang gefunden haben, sind sie in der Pyrolyse-Gaschromatographie (PGC) bisher kaum eingesetzt worden. Diese hochauflösenden Trennsysteme können nunmehr in einer im Rahmen der vorliegenden Arbeit neu entwickelten Pyrolyseeinheit mit einem Curiepunkt-Pyrolsator gekoppelt und unter Erhaltung der vollen Trennleistung benützt werden. Das Kopplungssystem ermöglicht es, dass der Fluss des Trägergases durch die Pyrolysezone unabhängig vom Fluss des Trägergases in der Trennsäule reguliert werden kann.
- Die Wahl des Trägergases und das Temperatur/Zeit-Profil des Probenträgers können die Pyrolysegaschromatogramme von organischen Verbindungen entscheidend beeinflussen. Die Verwendung von Wasserstoff als Trägergas scheint in einigen Fällen grosse Vorteile im Vergleich zur Verwendung von Inertgasen (z. B. Helium) zu bieten. Bei der Verwendung von Eisenröhrchen als Probenträger (Curiepunkt bei 770°C) erwies es sich als zweckmässig, die Probe relativ langsam aufzuheizen, obwohl die gängige Theorie vernachlässigbar kurze Aufheizzeiten fordert.
- Die Pyrolysegaschromatogramme sind quantitativ auch unter Einsatz von hochauflösenden Glaskapillartrennsäulen relativ schlecht reproduzierbar. Die quantitative Reproduzierbarkeit von Pyrolysegaschromatogrammen ist im allgemeinen jedoch nicht schlechter als die quantitative Reproduzierbarkeit von Massenspektren niedriger Auflösung (einfach fokussierende Geräte).
- Die analytische Schlagkraft der PGC unter Einsatz von Glaskapillartrennsäulen wird durch Pyrolysegaschromatogramme von Pigmentfarbstoffen, Oligopeptiden und Polystyrol unterstrichen. Oligopeptide können zum Beispiel in wässrigen Lösungen noch in Probemengen von

etwa 100 ng nachgewiesen und unterschieden werden, auch wenn Puffersubstanzen und Stabilisatoren in hundertfachen Mengen vorhanden sind.