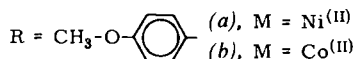
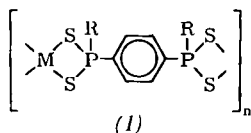


Koordinationspolymere Metallkomplexe als stationäre Phase in der Gaschromatographie

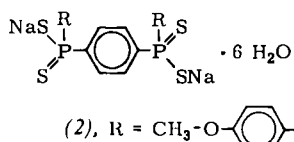
Von Jürgen Delventhal, Helmut Keck und Wilhelm Kuchen^[*]

Kürzlich berichteten wir über die Darstellung und die selektiven Adsorptionseigenschaften koordinationspolymere Metallkomplexe^[1] bifunktionaler Dithiophosphinsäuren des Typs (1) und über ihre Verwendung bei säulen-



chromatographischen Trennungen. Die Ergebnisse legten es nahe, die Anwendbarkeit von (1) als stationäre Phase in der Gaschromatographie zu untersuchen.

Hierzu belegten wir Chromosorb (WAWDMCS 80 bis 100 mesh) mit den Komplexen (1a) und (1b) nach folgendem Verfahren: Das Chromosorb wird in einer wässrigen Lösung von Dinatrium-*p*-phenyl-bis(*p*-methoxyphenyl-dithiophosphinat) (2) suspendiert und die Suspension im



Rotationsverdampfer bei ca. 40°C im Wasserstrahlvakuum langsam zur Trockne eingedampft. Den Rückstand versetzt man mit einer wässrig-methanolischen (1:1)

Lösung von NiCl₂·6H₂O oder CoSO₄·7H₂O und dampft wiederum wie beschrieben ein. Das Mengenverhältnis der Komponenten ist so zu wählen, daß unter Annahme quantitativer Komplexbildung ein mit 4 Gew.-% Metallkomplex beladenes Chromosorb resultiert. Dieses wird gründlich mit Wasser gewaschen und 12 Std. bei 100°C getrocknet. Man füllt die zartgrüne pulvrige Substanz in Glassäulen, die während weiterer 12 Std. bei 100°C im Heliumstrom ausgeheizt werden.

Mit diesen Säulen wurden für verschiedene Lewis-Basen die in Tabelle 1 wiedergegebenen relativen Retentionsvolumina ermittelt.

Tabelle 1. Relative Retentionsvolumina einiger Lewis-Basen bei der Gaschromatographie an Chromosorb mit (1a) oder (1b). Gaschromatograph: 5750 D Hewlett-Packard. Säulenlänge: 1500 mm, lichte Weite: 1.5 mm. Trägergasstrom: 42 ml He/min, Temperatur: 100°C isotherm. Detektor: WLD (320°C). Injektionsblock: 250°C; Papiervorschub: 2.5 cm/min. Brückenstrom: 150 mA. Standard: [a] Diäthylamin; [b] *N,N*-Dimethylbenzylamin.

Lewis-Base	Chromosorb mit 4 Gew.-% von (1a)	(1b)
Pyridin	1.57 [a]	1.36 [a]
Tributylamin	3.02 [a]	2.66 [a]
<i>N,N</i> -Dimethylbenzylamin	2.77 [a]	1.94 [a]
<i>N,N</i> -Dimethyl-2-äthylhexylamin	2.07 [a]	1.69 [a]
2-Dimethylaminoäthanol	1.62 [a]	1.41 [a]
Dimethylanilin	4.85 [a]	2.11 [a]
Dimethylcyclohexylamin	1.84 [a]	1.72 [a]
Triäthylamin	0.54 [b]	0.46 [b]
Thiophen	0.49 [b]	0.54 [b]

Als Vorteil der beschriebenen Säulenfüllungen betrachten wir ihre thermische und chemische Stabilität. Die relativen Retentionsvolumina der Lewis-Basen und die Gasdurchflußmenge blieben auch bei vielstündiger Benutzung einer Säule gleich.

Eingegangen am 28. Juni 1972 [Z 674]

[*] Dipl.-Chem. J. Delventhal, Dipl.-Chem. H. Keck und Prof. W. Kuchen
Institut für Anorganische Chemie der Universität
4 Düsseldorf, Ulenbergstr. 127/129

[1] W. Kuchen, J. Delventhal u. H. Keck, Angew. Chem. 84, 485 (1972); Angew. Chem. internat. Edit. 11, 435 (1972).