

# Inhalt

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| <b>1</b> | <b>Grundlagen und Begriffe der Gaschromatographie</b>                 | <b>1</b>  |
| 1.1      | Der gaschromatographische Prozeß                                      | 3         |
| 1.2      | Die gaschromatographische Instrumentation                             | 5         |
| 1.3      | Die gaschromatographische Retention                                   | 5         |
| 1.4      | Komponentenidentifizierung durch Retentionsdaten                      | 13        |
| <b>2</b> | <b>Die gaschromatographische Trennsäule</b>                           | <b>19</b> |
| 2.1      | Gepackte Säulen   | 21        |
| 2.2      | Kapillarsäulen  | 23        |
| 2.3      | Das Trennvermögen von gaschromatographischen Trennsäulen              | 27        |
| 2.4      | Peakverbreiterung durch Diffusion                                     | 35        |
| 2.4.1    | Peakverbreiterung durch axiale Diffusion in der Gasphase: B-Term      | 35        |
| 2.4.2    | Peakverbreiterung beim Phasenwechsel: C-Term                          | 37        |
| 2.4.3    | Peakverbreiterung durch Streudiffusion bei gepackten Säulen: A-Term   | 41        |
| 2.4.4    | Einfluß des Trägergases auf das Trennvermögen von Kapillarsäulen      | 41        |
| <b>3</b> | <b>Die Trennbarkeit von Stoffen durch Gas-Flüssig-Chromatographie</b> | <b>43</b> |
| 3.1      | Physikalisch-chemische Grundlagen                                     | 45        |
| 3.2      | Einfluß der Polarität auf die Trennbarkeit                            | 51        |
| 3.2.1    | Dispersionskräfte   | 51        |
| 3.2.2    | Dipol/Dipol-Wechselwirkung  | 53        |
| 3.2.3    | Wechselwirkung Dipol/induzierter Dipol                                | 55        |
| 3.2.4    | Wasserstoffbrückenbindungen   | 61        |
| 3.2.5    | Gruppentrennung Polar/Unpolar   | 65        |
| 3.3      | Charakterisierung der Polarität von stationären Phasen                | 67        |
| <b>4</b> | <b>Trennungen durch Gas-Fest-Chromatographie</b>                      | <b>71</b> |
| 4.1      | Allgemeines zur Adsorptions-Gaschromatographie                        | 73        |
| 4.2      | Kohlenstoff als Adsorbens   | 75        |
| 4.3      | Anorganische Adsorbentien   | 77        |
| 4.4      | Poröse organische Polymere als Adsorbentien                           | 81        |
| <b>5</b> | <b>Kriterien zur Auswahl von Trennsäulen</b>                          | <b>83</b> |
| 5.1      | Filmdicke und Phasenverhältnis  | 85        |
| 5.2      | Probenkapazität   | 87        |
| 5.3      | Säulenlänge   | 93        |
| 5.4      | Zusammenfassung   | 93        |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| <b>6</b> | <b>Betriebsbedingungen der Gaschromatographie</b>                     | <b>99</b>  |
| 6.1      | Das Trägergas   | 101        |
| 6.1.1    | Trägergasregelung   | 101        |
| 6.1.2    | Pneumatische Eigenschaften des Trägergases und der Trennsäule         | 107        |
| 6.1.3    | Hinweise zur Wahl der Trägergasströmung                               | 111        |
| 6.2      | Der Einfluß der Temperatur auf die Retention                          | 113        |
| 6.2.1    | Isotherme Arbeitsweise  | 115        |
| 6.2.2    | Arbeitsweise mit Temperaturprogramm                                   | 115        |
| 6.2.3    | Temperaturprogramm und Trennvermögen                                  | 117        |
| 6.2.4    | Instrumentation zum Temperaturprogramm                                | 117        |
| 6.2.5    | Simulierte Destillation   | 119        |
| <b>7</b> | <b>Instrumentation und Techniken zur Probenaufgabe</b>                | <b>121</b> |
| 7.1      | Dosierung von Gasen und Dämpfen                                       | 123        |
| 7.1.1    | Dosierung von Gasen   | 123        |
| 7.1.2    | Dosierung von Dämpfen für die Headspace-Analyse                       | 125        |
| 7.2      | Dosierung von flüssigen Proben  | 129        |
| 7.2.1    | Dosierung von flüssigen Proben bei gepackten Säulen                   | 129        |
| 7.2.2    | Dosierung von flüssigen Proben bei Kapillarsäulen mit Split           | 133        |
| 7.2.3    | Splitlose Dosierung von flüssigen Proben bei Kapillarsäulen           | 143        |
| 7.2.4    | Probenaufgabe in einen temperaturprogrammierbaren Injektor            | 155        |
| 7.2.5    | Die kalte On-Column-Injektion   | 159        |
| 7.3      | Probenaufgabe von Feststoffen mittels der Pyrolyse-Gaschromatographie | 163        |
| 7.3.1    | Instrumentation zur Pyrolyse – Gaschromatographie                     | 163        |
| 7.3.2    | Abbaumechanismen bei der Pyrolyse-Gaschromatographie                  | 165        |
| 7.3.3    | Praktische Hinweise zur Pyrolyse – Gaschromatographie                 | 167        |
| 7.4      | Probenaufgabe mit Zwischenspeicherung                                 | 169        |
| 7.4.1    | Verdünnte Stoffe in Gasen durch Adsorption/Thermodesorption           | 169        |
| 7.4.2    | Verfahren zur dynamischen Headspace-Analyse                           | 171        |
| 7.4.3    | Festphasenmikroextraktion – „Solid Phase Microextraction“ (SPME)      | 173        |
| <b>8</b> | <b>Detektoren der Gaschromatographie</b>                              | <b>175</b> |
| 8.1      | Allgemeine Eigenschaften von Detektoren                               | 177        |
| 8.2      | Der Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD)                                 | 183        |
| 8.3      | Der Flammenionisationsdetektor (FID)                                  | 185        |
| 8.4      | Der Stickstoff-Phosphor-Detektor (NPD)                                | 189        |
| 8.5      | Der Elektroneneinfang-Detektor – „Electron Capture Detector“ (ECD)    | 195        |
| 8.5.1    | Grundreaktionen im ECD  | 195        |
| 8.5.2    | Molekülstruktur und Empfindlichkeit im ECD                            | 199        |
| 8.6      | Massenspektrometer als GC-Detektor                                    | 205        |
| 8.6.1    | Aufbau einer GC/MS Apparatur und Begriffe der Massenspektrometrie     | 207        |
| 8.6.2    | Ionisierungsmethoden  | 209        |
| 8.6.3    | Quadrupol Massenspektrometer  | 213        |
| 8.6.4    | Ion-Trap Massenspektrometer   | 215        |

|           |   |            |
|-----------|---|------------|
| <b>9</b>  | <b>Quantitative Analyse</b>                           | <b>219</b> |
| 9.1       | Grundlagen der quantitativen Analyse                  | 221        |
| 9.2       | Die Hundert-%-Methode                                 | 223        |
| 9.3       | Externer Standard                                     | 227        |
| 9.4       | Interner Standard                                     | 229        |
| 9.5       | Der Normierungsstandard                               | 231        |
| 9.6       | Die Additionsmethode                                  | 233        |
| 9.7       | Mehrpunkt-Kalibration                                 | 237        |
| <b>10</b> | <b>Ausgewähltes Schrifttum zur Gaschromatographie</b> | <b>239</b> |
| 10.1      | Allgemeines Schrifttum zur Gaschromatographie         | 239        |
| 10.2      | Trennsäulen und stationäre Phasen                     | 240        |
| 10.3      | Injektionstechniken                                   | 241        |
| 10.4      | Detektoren  | 241        |
| 10.5      | Verschiedenes   | 242        |
| <b>11</b> | <b>Sachregister</b>                                   | <b>244</b> |