

Inhalt

1	Grundlagen und Begriffe der Gaschromatographie	1
1.1	Der gaschromatographische Prozeß	3
1.2	Die gaschromatographische Instrumentation	5
1.3	Die gaschromatographische Retention	5
1.4	Komponentenidentifizierung durch Retentionsdaten	13
2	Die gaschromatographische Trennsäule	19
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
3	Die Trennbarkeit von Stoffen durch Gas-Flüssig-Chromatographie	43
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
4	Trennungen durch Gas-Fest-Chromatographie	71
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
5	Kriterien zur Auswahl von Trennsäulen	83
5.1	Filmdicke und Phasenverhältnis	85
5.2	Probenkapazität	87
5.3	Säulenlänge	93
5.4	Zusammenfassung	93

6	Betriebsbedingungen der Gaschromatographie	99
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
7	Instrumentation und Techniken zur Probenaufgabe	121
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
8	Detektoren der Gaschromatographie	175
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

9	Quantitative Analyse	219
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
10	Ausgewähltes Schrifttum zur Gaschromatographie	239
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
11	Sachregister	244