

Bernardus Baars
Hansgeorg Schaller

Fehlersuche in der Gaschromatographie

Diagnose aus dem Chromatogramm

Weinheim · New York
Basel · Cambridge · Tokyo



Inhaltsverzeichnis

Kapitel 1 Systematische Fehlersuche 1

- 1.1 Einleitung 1
- 1.2 Fehlererkennung 2
- 1.3 Fehlersuche 6
- 1.4 Erste Prüfung 13
- 1.5 Elektrische Anlage 14
- 1.6 Gasversorgung 16
- 1.7 Temperaturregelung 17
- 1.8 Chromatogramm 18
- 1.9 Der Analytiker 23
- 1.10 Zubehör 24
- 1.11 Standards 29
- 1.12 Quantitative Analytik 31

Kapitel 2 Das Gassystem 37

- 2.1 Einleitung 37
- 2.2 Viskosität 38
- 2.3 Wirkungsgrad und Analysenzeit 40
- 2.4 Reinheit 43
- 2.5 Reaktionsfähigkeit 47
- 2.6 Trägergas und Detektionsmethoden 47
- 2.7 Sicherheit 48
- 2.8 Das Gassystem 49
- 2.9 Gasversorgung aus Druckgasflaschen 50
- 2.10 Gasversorgung durch einen Generator 52
- 2.11 Manometer 53
- 2.12 Strömungs- und Druckregelung 56
- 2.13 Strömungsmessung 59

- 2.14 Rohrmaterial 62
- 2.15 Leckdetektoren 64
- 2.16 Lecks 64
- 2.17 Anschluß einer Säule 67

Kapitel 3 Die Säule 71

- 3.1 Einleitung 71
- 3.2 Wirkungsgrad der Säule 72
- 3.3 Kompressibilität 74
- 3.4 Säulenwirkungsgrad und Temperatur 80
- 3.5 Minimale und maximale Säulentemperatur 82
- 3.6 Bluten 84
- 3.7 Überladung 87
- 3.8 Desaktivierung 88
- 3.9 Einbau einer gepackten Säule 90
- 3.10 Einbau einer Mediumbore- oder einer Engbore-Kapillarsäule am Injektor 91
- 3.11 Einbau einer Weitbore-Kapillarsäule am Injektor 93
- 3.12 Blockierungen und Säulenbruch 94
- 3.13 Einbau einer Säule am Detektor 97
- 3.14 Anfahren, Säulenkonditionierung und Lagerung 100
- 3.15 Verlängerung der Lebenszeit 101

Kapitel 4 Die Mikrospritze 103

- 4.1 Einleitung 103
- 4.2 Die Mikrospritze 103
- 4.3 Diskriminierung 108
- 4.4 Die Einspritzung 110
- 4.5 Handhabung der Spritze 112

Kapitel 5 Der Injektor 117

- 5.1 Einleitung 117
- 5.2 Der Aufbau 119
- 5.3 Vergleich verschiedener Liner 121

- 5.4 Der Verdampfungsprozeß 123
- 5.5 Die Einspritzgeschwindigkeit 124
- 5.6 Die Temperatur des Injektors 124
- 5.7 Die Wärmekapazität des Injektors 125
- 5.8 Die Geometrie des Liners 128
- 5.9 Zentrieren der Säule 128
- 5.10 Einbau des Inserts und des Septums 129
- 5.11 Septen 130
- 5.12 Die Direktinjektion 132
- 5.13 Die Split-Injektion 134
- 5.14 Sicherheit und Wartung der Spliteinheit 137
- 5.15 Diskriminierung 138
- 5.16 Die splitlose Injektion 140
- 5.17 Injektionsgeschwindigkeit 142
- 5.18 Die splitlose Zeit 144
- 5.19 Fluß- oder Druckregelung 144
- 5.20 On-Column 145
- 5.21 Einbau der Säule 146
- 5.22 Injektorkriterien 147
- 5.23 Einspritzgeschwindigkeit und Injektionsbandenbreite 150
- 5.24 Das Retention Gap 151
- 5.25 Vergleich von Injektoren 154

Kapitel 6 Der Detektor 155

- 6.1 Einleitung 155
- 6.2 Definitionen 157
- 6.3 Nullpunkteinstellung 164
- 6.4 Quantitative Auswertung 165
- 6.5 Der Flammenionisationsdetektor 167
- 6.6 Einstellung des Flammenionisationsdetektors 169
- 6.7 Kontamination 172
- 6.8 Wärmeleitfähigkeitsdetektor 173
- 6.9 Das Trägergas und die Temperatur 175
- 6.10 Der Elektroneneinfangdetektor 176
- 6.11 Der Stickstoff-Phosphor-Detektor 182
- 6.12 Vergleich der Detektoren 184

Kapitel 7 Diagnose aus dem Chromatogramm 187**Anhang 213**

Sicherheit im GC-Labor 213

Symbole 217

Register 219