

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