

Bruno Kolb

# **Gaschromatographie in Bildern**

2., überarbeitete und erweiterte Auflage

 **WILEY-VCH**

Bruno Kolb  
Im Weingärtle  
D-88696 Owingen



2006 014

Das vorliegende Werk wurde sorgfältig erarbeitet. Dennoch übernehmen Autor und Verlag für die Richtigkeit von Angaben, Hinweisen und Ratschlägen sowie für eventuelle Druckfehler keine Haftung.

1. Auflage 2003  
1. Nachdruck 2005

Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek  
Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

© 2003 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

ISBN 3-527-30687-0

Gedruckt auf säurefreiem Papier.

Alle Rechte, insbesondere die der Übersetzung in andere Sprachen, vorbehalten. Kein Teil dieses Buches darf ohne schriftliche Genehmigung des Verlages in irgendeiner Form – durch Photokopie, Mikroverfilmung oder irgendein anderes Verfahren – reproduziert oder in eine von Maschinen, insbesondere von Datenverarbeitungsmaschinen, verwendbare Sprache übertragen oder übersetzt werden. Die Wiedergabe von Warenbezeichnungen, Handelsnamen oder sonstigen Kennzeichen in diesem Buch berechtigt nicht zu der Annahme, daß diese von jedermann frei benutzt werden dürfen. Vielmehr kann es sich auch dann um eingetragene Warenzeichen oder sonstige gesetzlich geschützte Kennzeichen handeln, wenn sie nicht eigens als solche markiert sind.

All rights reserved (including those of translation in other languages). No part of this book may be reproduced in any form – by photoprinting, microfilm, or any other means – nor transmitted or translated into machine language without written permission from the publishers. Registered names, trademarks, etc. used in this book, even when not specifically marked as such, are not to be considered unprotected by law.

Druck: Strauss Offsetdruck, Mörlenbach  
Bindung: Buchbinderei Litges & Dopf, Heppenheim

Printed in the Federal Republic of Germany.

# 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>99</b>	<b>9 Quantitative Analyse</b>	<b>219</b>
	101	9.1 Grundlagen der quantitativen Analyse	221
	101	9.2 Die Hundert-%-Methode	223
	107	9.3 Externer Standard	227
	111	9.4 Interner Standard	229
	113	9.5 Der Normierungsstandard	231
	115	9.6 Die Additionsmethode	233
	115	9.7 Mehrpunkt-Kalibration	237
	117		
	117	<b>10 Ausgewähltes Schrifttum zur Gaschromatographie</b>	<b>239</b>
	119	10.1 Allgemeines Schrifttum zur Gaschromatographie	239
		10.2 Trennsäulen und stationäre Phasen	240
	<b>121</b>	10.3 Injektionstechniken	241
	123	10.4 Detektoren	241
	123	10.5 Verschiedenes	242
	125		
	129	<b>11 Sachregister</b>	<b>244</b>
	129		
	133		
	143		
	155		
	159		
ographie	163		
	163		
	165		
	167		
	169		
	169		
	171		
SPME)	173		
	<b>175</b>		
	177		
	183		
	185		
	189		
' (ECD)	195		
	195		
	199		
	205		
ometrie	207		
	209		
	213		
	215		