

Bruno Kolb

Gaschromatographie in Bildern

romatography

2., überarbeitete und erweiterte Auflage

adrupolen

ic Systems

 WILEY-VCH

C 8 d / 64

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 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 photostat, 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 & Döpf, Heppenheim

Printed in the Federal Republic of Germany.

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

Bruno Kolb

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

Inhalt	Inhalt	IX
99	9 Quantitative Analyse	219
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	10 Ausgewähltes Schrifttum zur Gaschromatographie	239
119	10.1 Allgemeines Schrifttum zur Gaschromatographie	239
	10.2 Trennsäulen und stationäre Phasen	240
121	10.3 Injektionstechniken	241
123	10.4 Detektoren	241
123	10.5 Verschiedenes	242
125		
129	11 Sachregister	244
129		
133		
143		
155		
159		
163		
163		
165		
167		
169		
169		
171		
171		
SPME)	173	
	175	
	177	
	183	
	185	
	189	
‘ (ECD)	195	
	195	
	199	
	205	
ometrie	207	
	209	
	213	
	215	