

Inhaltsverzeichnis

Vorwort zur englischen Ausgabe	V
Vorwort zur deutschen Ausgabe	VII
Inhaltsverzeichnis	IX

1 Einführung in die Theorie der chromatographischen Trennung mit speziellem Bezug zur Gaschromatographie	1
1.1 Einleitung und Geschichte der Gaschromatographie	1
1.2 Das GC-Chromatogramm	4
1.3 Auflösung in der GC	6
1.4 Bandenverbreiterung in der GC	8
1.5 GC-Säulen	11
1.6 Geschwindigkeit der GC-Analyse	11
1.7 Retention in der GC	12
1.7.1 Der Einfluß der Temperatur	12
1.7.2 Temperaturprogrammierung	13
1.7.3 Abhängigkeit der Retention von den Eigenschaften des Analyten	15
1.7.4 Retentionsindices	16
2 Instrumentierung, Bedienung und experimentelle Betrachtungen	18
2.1 Einleitung	18
2.2 Bauteile und Funktion	18
2.2.1 Wesentliche Teile	18
2.2.2 Der Säulenofen	19
2.2.3 Pneumatiken	20
2.2.4 Probeneinführung	23
2.2.5 Gaschromatographische Detektoren	33
2.3 Bedienung und experimentelle Überlegungen	41
2.3.1 Wo sollte man beginnen?	41
2.3.2 Installation und Vorbereitung des Gaschromatographen	42
2.3.3 Chromatographische Methodenentwicklung	52
2.4 Datenerfassung	64
2.4.1 Einleitung	64
2.4.2 Mögliche Informationen aus der chromatographischen Analyse	64
2.4.3 Verarbeitung des Detektorsignals	64
2.4.4 Das Herangehen an die Datenerfassung	65
2.4.5 Auf Mikroprozessoren basierende Datenerfassungssysteme	66

3 Entwicklung, Herstellung, Eigenschaften und Anwendung von Kapillarsäulen.....	74
3.1 Einleitung.....	74
3.2 Typen von Kapillarsäulen	75
3.3 Die Entwicklung der modernen Kapillarsäulen	76
3.3.1 Säulenmaterialien	76
3.3.2 Entwicklung und Kriterien stationärer Phasen	77
3.3.3 Typen stationärer Phasen für die Gaschromatographie	79
3.3.4 Herstellungsmethoden	83
3.4 Beurteilung der Säulenqualität.....	84
3.4.1 Trennvermögen und Peakkapazität	85
3.4.2 Bestimmung der Effizienz und weiterer Leistungsparameter	86
3.4.3 Retentionsindices nach Kováts.....	91
3.4.4 Analysenzeit	92
3.4.5 Probenkapazität.....	92
3.4.6 Inertheit	94
3.4.7 Säulenbluten	98
3.4.8 Messung des Säulenblutens.....	100
3.5 Säulenauswahl.....	101
3.5.1 Stationäre Phase	101
3.5.2 Innendurchmesser.....	103
3.5.3 Filmdicke.....	106
3.5.4 Säulenlänge	107
3.6 Umgang mit Kapillarsäulen	107
3.6.1 Schutz des Fused-silica-Materials und Installationshinweise	107
3.6.2 Kontamination von Säulen	108
3.6.3 Arbeiten mit Kapillarsäulen	110
4 Anwendungen der GC mit gepackten Säulen und mit Kapillarsäulen	112
4.1 Einleitung.....	112
4.2 Experimentelle Überlegungen.....	113
4.2.1 Säulenanforderungen.....	113
4.3 Multidimensionale Gaschromatographie	116
4.3.1 Kopplung zweier Kapillarsäulen mit unterschiedlichen Filmdicken der stationären Phase	116
4.3.2 Kopplung zweier aufeinanderfolgender Kapillarsäulen mit polarer und mit unpolarer stationärer Phase	117
4.3.3 Eine Kapillarsäule und zwei Detektoren (FID/ECD)	117
4.3.4 Kopplung einer gepackten Säule mit einer Kapillarsäule.....	118
4.4 Anwendungen von gepackten Säulen und Kapillarsäulen.....	119
4.4.1 Spezielle Anwendungen für gepackte Säulen.....	119
4.4.2 Vergleich von Anwendungen an gepackten Säulen und Kapillarsäulen.....	121
4.4.3 Anwendung von Wide-bore-Kapillarsäulen	124

4.5 Hochtemperatur-GC und Analytik hochmolekularer, gering flüchtiger Analyten	130
4.5.1 Analyse von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen	131
4.5.2 Analyse von Triglyceriden	132
4.5.3 Analyse von Porphyrinen	134
4.5.4 Rohöl und Wachs	135
4.5.5 Fettsäuremethylester	135
4.6 GSC und GLC für die Analyse leichtflüchtiger Verbindungen	136
4.6.1 GSC mit gepackten Säulen	136
4.6.2 Kapillarsäulen für die GSC	136
4.6.3 GLC mit Dickfilm-Kapillarsäulen	138
4.7 Schlußfolgerungen	138
5 Chemische Derivatisierung in der GC	140
5.1 Einleitung	140
5.2 Apparatur	141
5.2.1 Proben- und Reaktionsgefäße	141
5.2.2 Erwärmen und Verdampfen	142
5.2.3 Umgang mit Proben und Reagentien	142
5.2.4 Entfernung von Derivatisierungsreagentien	143
5.3 Standardverfahren der Derivatisierung	143
5.4 Derivatisierungsreaktionen mit einem Reagens	144
5.4.1 Silylierungsreaktionen	144
5.4.2 Acylierungsreaktionen	147
5.4.3 Alkylierungsreaktionen	152
5.4.4 Kondensationsreaktionen	157
5.4.5 Derivate verschiedener Typen	159
5.5. Gemischte Derivate	161
5.5.1. Silyl-Acyl- und Silyl-Carbamat-Derivate	161
5.5.2 Acyl/Acylderivate	163
5.5.3 Acyl/Alkylderivate	164
5.5.4 Acyl/Amid-Derivate	166
5.5.5 Silyl/Alkyloxim- und Acyl/Oximderivate	167
5.5.6 Derivatisierungsverfahren für Prostaglandine	169
5.6 Bifunktionelle und gemischte mono- und bifunktionelle Derivate	170
5.6.1 Bifunktionelle Silylierungsagentien	170
5.6.2 Aldehyde und Ketone als bifunktionelle Derivatisierungsagentien	171
5.6.3 Alkylborate als bifunktionelle Derivatisierungsagentien	172
5.7. Derivate für die Enantiomerentrennung	173
5.7.1 Acylierung mit chiralen Reagentien	173
5.7.2 Chirale Alkylierungsreagentien	175
5.7.3 Bildung von diastereomeren Amidin	176

6 Gaschromatographie in der analytischen Toxikologie:	
Prinzipien und Praxis	178
6.1 Einleitung.....	178
6.2 Die Anwendung der GC in der analytischen Toxikologie.....	179
6.2.1 Probenahme und -aufbewahrung	179
6.2.2 Probenvorbereitung	180
6.2.3 Säulen und Säulenpackungen	188
6.2.4 Detektoren	194
6.2.5 Generelle Überlegungen.....	196
6.3 Anwendungsbeispiele der Gaschromatographie in der analytischen Toxikologie	200
6.3.1 Screening auf unbekannte Verbindungen	200
6.3.2 Wirkstoffe	201
6.3.3 Pestizide	208
6.3.4 Gase, Lösungsmittel und andere Gifte.....	209
6.4 Zusammenfassung.....	215
7 Gaschromatographie in der klinischen Chemie	220
7.1 Einleitung.....	220
7.2 Anwendungen der Gaschromatographie	221
7.2.1 Flüchtige organische Verbindungen	221
7.2.2 Organische Säuren.....	226
7.2.3 Cholesterin und verwandte Verbindungen	231
7.2.4 Amine und verwandte Verbindungen	236
7.2.5 Polyole und Zucker	239
7.3 Zusammenfassung.....	241
8 Chirale Trennungen mittels Gaschromatographie	243
8.1 Einleitung.....	243
8.1.1 Terminologie und Definitionen	244
8.2 Die Rolle der Derivatisierung bei chiralen Trennungen.....	245
8.2.1 Typische Verfahren für die Derivatisierung von Diastereomeren	247
8.3 GC an chiralen stationären Phasen.....	250
8.3.1 Auf monomeren Peptiden basierende Phasen.....	252
8.3.2 Auf polymeren Amiden basierende Phasen	257
8.3.3 Chirale GC an Metallkomplexen	264
8.3.4 Inclusionsphasen für die chirale Gaschromatographie	271
8.4 Anwendung chiraler stationärer Phasen in der GC	278
8.5 Schlußfolgerungen und Ausblick	279

9 Umweltanalytik mit der Gaschromatographie.....	282
9.1 Einleitung.....	282
9.1.1 Eintragswege in die Umwelt.....	282
9.1.2 Instrumentarium	282
9.2 Die Notwendigkeit der GC-Analytik bei der Untersuchung von Umweltproben	284
9.2.1 Probleme der Umweltverschmutzung	284
9.2.2 Gesetzliche Bestimmungen	284
9.3 Analytische Qualitätskontrolle der GC-Daten.....	286
9.4 Isolation interessierender Verbindungen aus der Probenmatrix	288
9.4.1 Kontaminationen	289
9.4.2 Methode zur Extraktion von Organochlorverbindungen und PCB's aus Wasser	290
9.4.3 Methode zur Extraktion von Organochlorverbindungen aus Abwasserproben	293
9.4.4 Extraktion von Organochlorverbindungen aus Sedimentproben	293
9.4.5 Extraktion von Organochlorverbindungen aus Gewebeproben	294
9.5 Clean-up Methoden.....	296
9.5.1 Clean-up und Auftrennung von Extrakten mit Hilfe von Aluminiumoxid- und Silicagelsäulen	297
9.5.2 Modifizierte Methode für Clean-up und Auftrennung mit Aluminiumoxid/Silbernitrat und Silicagel	300
9.5.3 Clean-up und Auftrennung von Extrakten mittels Kartuschen für die Festphasenextraktion (SPE).....	302
9.5.4 Extraktion mittelflüchtiger organischer Verbindungen aus Wasserproben mit Hilfe von Extraction Discs.....	303
9.6 Bestimmung von Pentachlorphenol.....	305
9.7 Bestimmung nichtstabiler Pestizide in Wasser.....	305
9.7.1 Extraktion und Bestimmung von Organophosphor- und Organostickstoffverbindungen in Wasser	307
9.7.2 Extraktion von Permethrin aus Wasserproben und Clean-up	308
9.7.3 Extraktion und Bestimmung von Herbiziden auf der Basis von Phenoxyessigsäure	310
9.8 Gaschromatographische Trennung und Quantifizierung	311
9.8.1 Säulenauswahl	311
9.8.2 Berechnung des Gehaltes in der Probe mittels internem Standard	313
9.8.3 Typische Gaschromatogramme unterschiedlicher Verbindungsgruppen	314
9.9 Probenahme und Analytik von Gasen und leichtflüchtigen Verbindungen	319
9.9.1 Probenahme.....	319
9.9.2 Desorption der Komponenten.....	321
9.10 Bestimmung der Ölart in ölbelasteten Proben.....	322
9.10.1 Fingerprint-Untersuchungen von Öl.....	322
9.10.2 Fingerprint-Untersuchungen von Öl-GC-Bedingungen.....	325

10 Die Rolle der Gaschromatographie in der Erdölforschung	328
10.1 Einleitung.....	328
10.2 Zusammensetzung von Rohölen und Quellmineral-Extrakten	329
10.3 Gaschromatographische Untersuchung von Vollöl.....	330
10.4 GC-Analyse isolierter Fraktionen aus Rohölen und Quellmineralextrakten	334
10.5 GC-MS-Analyse isolierter Fraktionen aus Rohölen und Quellmineralextrakten	340
10.6 Zusammenfassung.....	352
11 Gaschromatographie-Massenspektrometrie-Kopplung.....	354
11.1 Allgemeines	354
11.2 GC-MS-Instrumentierung	355
11.2.1 Verwendung von gepackten Säulen.....	355
11.2.2 Verwendung von Kapillarsäulen	356
11.2.3 Ionenquellen.....	357
11.2.4 Verwendung verschiedener Massenanalysatoren	359
11.2.5 Ionennachweis.....	362
11.2.6 Datensammlung und Interpretation	362
11.3 GC-MS-Anwendungen.....	363
11.3.1 Analyse von Gemischen	363
11.3.2 Spurenanalyse.....	377
12 Die Gaschromatographie-Fourier-Transform- Infrarotspektroskopie-Kopplung	387
12.1 Einleitung.....	387
12.2 Beschreibung der Techniken.....	389
12.2.1 Lightpipe-GC-FTIR	389
12.2.2 Niedrigtemperatur-Matrixisolations-GC-FTIR	389
12.2.3 GC-FTIR mit Niedrigtemperatur-Abscheidung fester Probe.....	391
12.3 Empfindlichkeit der GC-FTIR-Kopplung	392
12.4 Auflösung der GC-FTIR-Kopplung	393
12.5 GC-FTIR-Spektren	396
12.6 Quantifizierung mittels GC-FTIR	398
12.7 Multiple Detektorsysteme	400
12.8 GC-FTIR Anwendungen.....	401
12.8.1 Anwendungen in der Industrie: Technische Alkohole.....	401
12.8.2 Spezielle Probenaufgabetechniken	402
12.8.3 Pestizid-Analytik	404
12.9 Zusammenfassung.....	405
Symbole und Akronyme.....	408
Sachwortverzeichnis.....	413