

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 Retentionsindizes | 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 Retentionsindizes 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-AcyI- 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 Alkyborate 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 Amiden | 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 Auf trennung von Extrakten mit Hilfe von Aluminiumoxid- und Silicagelsäulen | 297 |
| 9.5.2 Modifizierte Methode für Clean-up und Auf trennung mit Aluminiumoxid/Silbernitrat und Silicagel | 300 |
| 9.5.3 Clean-up und Auf trennung 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 leichflüchtigen Verbindungen | 319 |
| 9.9.1 Probenahme | 319 |
| 9.9.2 Desorption der Komponenten..... | 321 |
| 9.10 Bestimmung der Ölart in öbelasteten 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 |