

GC für Neueinsteiger

Autoren:
Dr. Christine Mladek und Rainer Voemel

Zum Dokument

Dieses Dokument ist für Anwender konzipiert, die das erste Mal mit einer GC-Anlage „konfrontiert“ werden. Sie sollen durch dieses Dokument die Scheu vor dem neuen Gerät verlieren.

Bei dem ersten Kontakt mit einer solchen Anlage hat man in der Regel die Hilfe einiger netter Kollegen und/oder die Möglichkeit, in einem Buch das Prinzip des chromatographischen Prozesses zu studieren. Schließlich stehen die Handbücher des Herstellers zur Verfügung. Es gibt auch einige hilfreiche Bücher zur Fehlerbeseitigung, viele Applikationsbeispiele, aber leider immer noch keinen Leitfaden für den „blutigen“ Anfänger.

Auf den folgenden Seiten finden Sie nun einen solchen einfachen Leitfaden für Ihre ersten Schritte mit der GC. Er soll nicht das Studium der Theorie in Lehrbüchern ersetzen, vor allem kann er nicht die Handhabung der Geräte einzelner Hersteller erläutern. Er soll Ihnen einfach nur einen ersten Überblick über die Arbeit mit einer GC-Anlage geben.

Inhaltsangabe

Abschnitt	Thema	Seite
01	Was ist überhaupt GC	4
02	Aus welchen Teilen besteht eine GC-Anlage	5
03	Wie funktionieren die einzelnen Teile einer GC	6
04	Stationäre Phase/Trennsäule	7
05	Detektor	11
06	Typische Einsatzgebiete des GC	13
07	Checkliste für die GC	15
08	Fließschema: Wie fange ich die Arbeit mit einem GC Gerät an?	16
09	Randtechniken	18
10	Von IUPAC empfohlene Symbole für die Chromatographie (Auswahl)	19
11	Gebräuchliche Abkürzungen	20
12	Marktübersicht, Herstelleradressen	21
14	Literatur	22

Allgemeiner Leitfaden für Anfänger

Was ist überhaupt GC?

GC	1950 wurde die GC von Erika Cremer als Gas-Adsorptionschromatographie vorgestellt. Die Entwicklung ging dann Schlag auf Schlag. Schon 1952 wurde die Gas-Verteilungschromatographie entdeckt und 1961 gab es schon 40 kommerzielle GC-Hersteller. In den 80'ern hat die GC durch die rasant fortschreitende Computertechnologie noch mal einen riesigen Schub erlebt.
Voraussetzung	Die Gaschromatographie beruht, wie andere chromatographische Verfahren, auf Verteilung und/oder Adsorption. Voraussetzung ist, dass die zu untersuchenden Substanzen gasförmig vorliegen oder sich durch Verdampfen möglichst unzersetzt in den gasförmigen Zustand überführen lassen.
mobile Phase Trennsäule Ofen	Die gasförmigen oder verdampften Substanzen werden mit dem Trägergasstrom (=mobile Phase) durch eine Trennsäule transportiert. Diese befindet sich in einem Ofen und kann auf Temperaturen bis zu ca. 450°C beheizt werden.
Trägergase	Typische Trägergase für die Gaschromatographie sind Helium, Stickstoff und Wasserstoff. Die Wahl der Trägergase richtet sich nach dem Detektor, der Trennleistung und den Kosten.
stationäre Phase	Die stationäre Phase kann entweder eine so genannte gepackte Säule sein (Glasrohr gefüllt mit Säulenmaterial) oder eine Kapillarsäule . Diese Kapillarsäulen (Kapillare = fused silica (Quarz), Mantel = Polyimid, braun) können unterschiedliche Trennmaterialien enthalten. Moderne Kapillarsäulen sind innen häufig mit einem hoch vernetzten Film unterschiedlicher Dicke beschichtet.
GLC/GSC	Je nach Aggregatzustand der stationären Phase unterscheidet man die Gas-Flüssig-Chromatographie (GLC) und die Gas-Fest-Chromatographie (GSC).
Proben-aufgabe	Bei der Gaschromatographie verwendet man, abhängig von der Art der Probe, der Dimension der Säule und Probenmenge, die unterschiedlichsten Probeaufgabetechniken. Um eine Probe auf die Trennsäule zu bringen, muss die Substanz, falls sie nicht schon gasförmig vorliegt, im Injektor verdampft werden.
Injektor	Prinzipiell wird hier zwischen Injektoren für gepackte Säulen und Injektoren für Kapillarsäulen unterschieden.
Splitting	Bei den Injektoren für Kapillarsäulen werden, wegen der geringen Belastbarkeit dieses Säulentyps, meist eine Probenaufgabe unter Stromteilung (splitting) eingesetzt, die so genannte Splitaufgabetechnik. Das Splitverhältnis ist definiert als Quotient des Trägergasstromes durch die Säule und dem Trägergasfluss durch das Splitventil.
Split	
Auswertung	Die einzelnen Probekomponenten werden dann am Ende der Trennsäule von einem Detektor registriert, er gibt diese Informationen an die Auswerteeinheit weiter, das Ergebnis ist ein Chromatogramm. Die Anzahl der Peaks entspricht der Anzahl der aufgetrennten

Probekomponenten, die Fläche ist deren Menge oder Masse proportional.

**Detektor
WLD**

Für die Detektion der getrennten Substanzen können verschiedene Detektoren eingesetzt werden. Der älteste Detektor ist der Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD), der den Unterschied der Wärmeleitfähigkeit von Trägergas zu Trägergas mit Probe durch Widerstandsmessung (Wheatstonesche Brücke) misst. Heute wird am häufigsten der Flammenionisationsdetektor (FID) eingesetzt. Der FID verbrennt und ionisiert organische Kohlenwasserstoffe in einer Flamme und die Erhöhung des Stromflusses beim Ankommen der organischen Verbindungen werden registriert.

FID

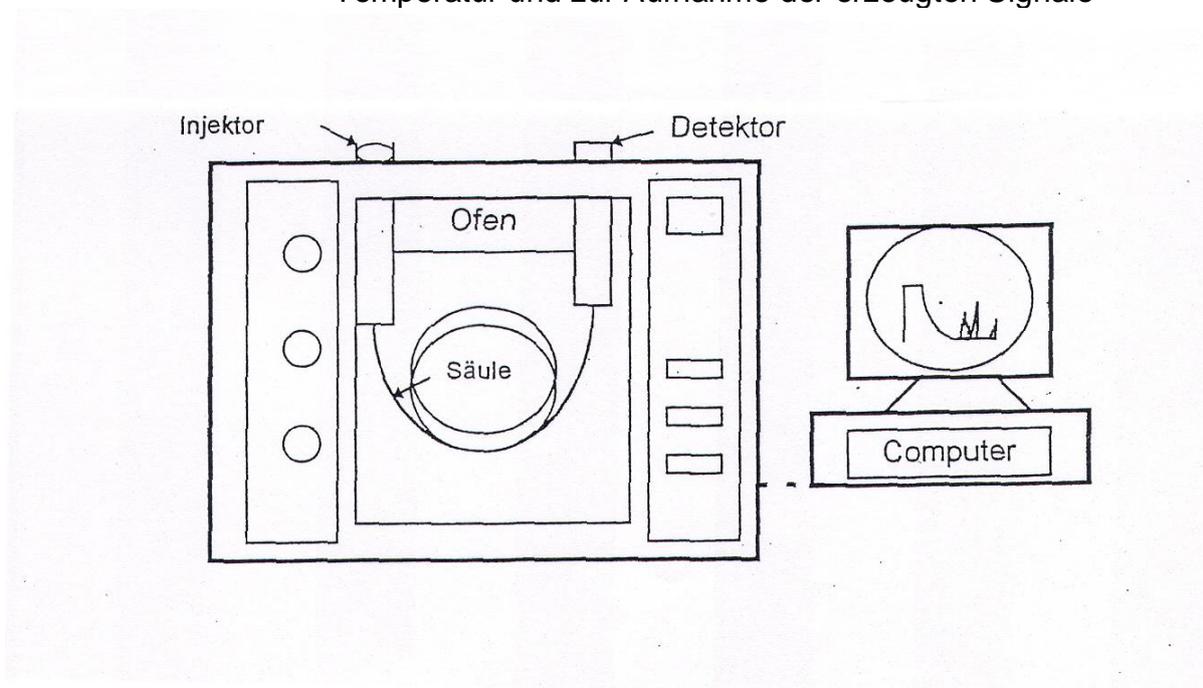
Die Auswertung der Detektorsignale und die Einstellung der Gasflüsse, Ventile und Temperaturen im Injektor, Säulenofen Detektor werden heute meist in einer Software vorgenommen, die die Methoden an den GC weitergeben.

Aus welchen Teilen besteht ein GC?

Aufbau

Um es ganz kurz zu sagen:

- Einer oder mehrerer Gasflaschen mit Reduzierventilen für Trägergase und Brenngase (Detektor)
- einem Probenaufgabesystem (evtl. inkl. Autosampler)
- einer Säule, die sich in einem temperierbaren Ofenraum befindet,
- einem Detektor, zur Registrierung der Probenkomponenten,
- und zumeist einem Rechner zum Steuern der Ventile, Temperatur und zur Aufnahme der erzeugten Signale



Wie funktionieren die einzelnen Teile einer GC?

Gasversorgung:

Gase	<p>Gasversorgung</p> <p>Für den Transport der Probenkomponenten wird ein Trägergas benötigt. Dieses Trägergas wird entweder durch eine Druckgasflasche (mit 100 – 200 bar) oder einen Gasgenerator dem GC zugeführt. Vor dem GC müssen noch Reduzierventile und Druckregler angebracht sein um den Gasdruck auf ca. 2 – 3 atm (5 bar herunterzuregeln).</p>
Reinheit	<p>Die Gase sollten über größtmögliche Reinheit verfügen. Bei der Analytik im Spurenbereich sollte man auf alle Fälle die Reinheit 5,5 wählen (=99,9995% rein).</p>
Gasreinigung	<p>Bei schlechterer Reinheit sollte man so genannte Gasreinigungssysteme (z. B. Kartuschen mit Aktivkohle) in die Gasversorgung vor dem GC einbauen. Der eingestellte Gasfluss sollte bei gepackten Säulen zwischen 15 u. 60 ml/min liegen.</p>

Probenaufgabe/Injektoren:

Injektor	<p>Probenaufgabe</p> <p>Prinzipiell wird hier zwischen Injektoren für gepackte Säulen und Injektoren für Kapillarsäulen unterschieden. Bei den Injektoren für Kapillarsäulen werden wegen der geringen Belastbarkeit dieses Säulentyps meist eine Probenaufgabe unter Stromteilung (splitting) eingesetzt, die so genannte Splitaufgabetechnik. Das Splitverhältnis ist definiert als Quotient des Trägergasstromes durch das Splitventil und dem Trägergasfluss durch die Säule, z. B. Splitverhältnis 1:100 bedeutet, dass 1 ml/min durch die Säule strömt und 100 ml/min aus dem Splitventil herausgeleitet wird. Die Bestimmung dieses Gasflusses kann z. B. manuell mit Blaszähler oder automatisch über eine elektronische Pneumatik (Gasflussregulierung) erfolgen. Diese Systeme können die Flusskonstanz in der Säule sehr genau regulieren.</p>
-----------------	---

In der folgenden Tabelle sind die z. Zt. am häufigsten eingesetzten Injektionstechniken aufgeführt:

Injektortyp:	Säulentyp:	Einspritzmenge:	Proben:
Split/Splitlos	Kapillarsäulen	0,1 – 2 µl	flüssig
On-Column	Kapillarsäulen	0,1 – 10 µl	flüssig

Die Probenaufgabe erfolgt mit folgenden Systemen:

Gasproben- oder Dosierstreifen	gasförmig	0,1 – 10 ml	Gasförmige Proben können gezielt gesammelt und aufgegeben werden.
PTV Programmed Temperatur Vaporizer (Kaltaufgabe)	flüssig	0,1 - > 10 µl	Man erreicht gezielte Verdampfung und hohe Anreicherung, grosse Injektionsmengen möglich

Stationäre Phasen/Trennsäulen

Trennsäulen gibt es von vielen Herstellern und gerade als Neuling muss man sich durch einen Dschungel von unterschiedlichen Bezeichnungen hindurcharbeiten. In den folgenden Tabellen sind einige Grundbegriffe erklärt und auch Beispiele einiger wichtiger Säulen gegeben.

Trennsäulen	Es sind zwei prinzipiell unterschiedliche Typen von gaschromatographischen Trennsäulen im Einsatz: <ul style="list-style-type: none"> ▪ gepackte Trennsäule ▪ Kapillartrennsäulen
gepackte Säulen	Gepackte Trennsäulen haben in der Regel eine Länge von ca. 0,5 – 3 m, einen Innendurchmesser von ca. 2 – 4 mm und bestehen aus einem Glas- oder Metallrohr. Sie sind mit einem festen Adsorbens oder Trägermaterial gefüllt (gepackt).
Kapillarsäulen Trennleistung	Kapillartrennsäulen haben Längen von ca. 10 bis über 100 m. Ihr Durchmesser beträgt nur ca. 0,05 bis 0,75 mm. Ihre Trennleistung ist durchschnittlich ca. 100 mal größer als die von gepackten Säulen. Die Kapillaren werden im Allgemeinen aus „synthetischem Quarz“ (engl.: fused silica) hergestellt. Die sehr dünnwandigen Kapillaren sind zur Stabilitätsverbesserung außen mit einem Polyimid-Film überzogen, dadurch werden die Kapillaren sehr flexibel, was einen großen Vorteil in der Handhabung bedeutet.
Polyimid-Film	
Strömungsverhältnisse	Die Strömungsverhältnisse bei der Anwendung von Kapillarsäulen sind um ein mindestens 10-faches niedriger als mit gepackten Säulen und die Einspritzmenge ist max. 1/10 so groß. Im Gegensatz zu den gepackten Säulen ist der Verdampferraum nicht schon in der Säule, sondern in einem inerten Glasliner („Verdampferrohrchen“ aus Spezialglas) vor der Kapillare. Ein großer Teil der injizierten Substanzen, die eine Kapillarsäule überladen könnten, wird über ein Split direkt hinter dem Injektor mit Trägergas aus dem GC herausgeleitet.
Glasliner	
Split	

Gepackte Säulen sind heute seltener im Einsatz, da durch die viel höheren Bodenzahlen (bis zu 10-fach höher) mit den Kapillarsäulen viel bessere Trennungen erreicht werden können.

Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Unterschiede zwischen gepackten Säulen und Kapillarsäulen:

	Gepackte Säulen	Kapillarsäulen
Material	Glas, Stahl	Quarz (fused –silica mit Polyimidüberzug)
Länge	0,5 – 3 m	10 – 100 m
Innendurchmesser	2 – 5 mm	0,05 – 0,75 mm
Belastbarkeit	bis ca. 20 µg/Peak	bis ca. 50 ng/Peak
Trennleistung/ Bodenzahl	N = max. 5000	N > 100.000
Stationäre Phase	Inertes Trägermaterial (evtl. mit aufgezogener fl. stationärer Phase)	SCOT * = Dünnschichtsäulen WCOT * = Dünnschichtsäulen PLOT * = mikrogepackte Säulen

*Diese Abkürzung werden in der folgenden Tabelle erklärt

Die folgende Tabelle gibt eine Übersicht über die gebräuchlichen Abkürzungen bei Kapillarsäulen und einige wichtige Eigenschaften.

Abk.:	engl. Bezeichnung:	Bedeutung:	I.D. [mm]	Filmdicke
WCOT	Wall coated open tubular	Dünnschichtsäulen	0,1 – 0,53	0,1 – 1,0 µm
SCOT	Support coated open tubular	Dünnschichtsäulen	ca. 0,5	20 – 30 µm
PLOT	Porous layer open tubular	mikrogepackte S.	0,3 – 0,5	8 – 15 µm

Wichtige Stationäre Phasen zur Kapillar-GC:

Die Auswahl der entsprechenden stationären Phasen erfolgt nach Polarität der zu trennenden Komponenten, Beispiele hierfür sind im nächsten Absatz zu finden.

Wichtige Stationäre Phasen (Kapillarsäulen) mit Anwendungsbeispielen:

Handelsbez.:	Trägermaterial	Temp.-bereich	Polarität der Phase	Anwendungen:
SE-30, DB-1 ³ , IV-1, HP-1 ⁵ , CP-SIL 5 C ⁴ , RTX-1 ⁶ , SPB-1 ⁷	100% Polydimethylsiloxan	-60 bis 300/325°C	unpolar	PCB's, Phenole, Pestizide, unpolare KW's (Petrochemische Anwendungen)
DB-5 ³ , SE-54, CP-Sil 8 C ⁴ , OV-5, HP-5 ⁵ , RTX-5 ⁶ , SPB-5 ⁷	(5%)-Diphenyl-(95%)-Dimethylpoly-siloxan Copolymer	-60 bis 300/325°C	unpolar	Alkaloide, FS-Methylester, halogenierte Verb.
HP-17 ⁵ , SP-2250 ⁷	(50%)-Phenyl-(50%)-Methylsiloxan	0 bis 280° C	mittel-polar	Drogen, Steroide, Pestizide, Glykole
HP-50 ⁵ , DB 17 ³ , CP-WAX 52 C ⁴ , OV-17, RTX-50 ⁶ , SPB-50 ⁷	(50%)-Diphenyl-(50%) dimethylsiloxan Copolymer	30 bis 260/280°C	mittel-polar	Steroide, Pestizide, Glykole
DB-1301 ³ , HP-1301 ⁵ , RTX-1301 ⁶ (DB-624 ³ , RTXVolatiles ⁶ , RTX-6246 etc.) ²	(6%)-Cyanopropylphenyl-(94%)-dimethylsiloxan Copolymer	-20 bis 260° C	mittel-polar	flüchtige halogenierte Verbindungen (EPA Methode 501, 503.1, 524.2, 601, 602, 603, etc.)
FFAP ⁵ (Free Fatty Acid Phase), DB-FFAP ³ , CP-WAX 58 CB ⁴ , STABILWAX-DA ⁶ , NUKOL	Polyethylenglykol verestert mit 2-Nitroterephthalsäure (Free Fatty Acid Phase)	60 – 220/240°C	polar	Alkohole, Aldehyde, Carbonsäuren (FS)
HP PLOT MOLESIEVE ⁵ , RT-MISIEVE 13X ⁶ , SUPELCO MOLSIEVE 5A PLOT ⁷	Molekularsieb	bis 350° C		Gase, Permanentgase
DB-502.2 ³ , RTX-502.26, RTX-Volatiles ⁵ , HP-VOC5		-60 bis 280° C		“purgable” organische Verbindungen (EPA Method 502.2) 524.2, 601, 602, 8024,

				8260)
DB-608 ³ , HP-608 ⁵ , SPB-608 ⁷		-30 bis 310° C		„Umweltanalyse“, chlorierte KW's, EPA 608, 508, 8080, 8081, 8150

¹ auch als MS-Version (=niedrigeres Bluten) erhältlich

² in dieser Version empfohlen für die EPA-Methoden

³ Agilent Technologies (ehemals J&W)

⁴ Varian (ehemals Chrompack)

⁵ Agilent Technologies (ehemals Hewlett-Packard)

⁶ Restek

⁷ SUPLECO

Detektoren

Für die Detektion der getrennten Substanzen können folgende Detektoren eingesetzt werden:

Abk.	Prinzip	engl. Bez.	Anwendung	Bereich [g]
FID	Flammenionisation	flame ionization	selektiv für alle org. Substanzen	bis ca. 10^{-9}
WLD/ TCD	Wärmeleitfähigkeit	thermal conductivity	universell	bis ca. 10^{-6}
TID / NPD	Thermoionisation	thermoionization	selektiv alle P- u. N-haltige Verb. (Heteroatome)	bis ca. 10^{-10}
ECD	Elektroneneinfang	electron capture	Halogene u. Nitrogr. -haltige Verb.	bis ca. 10^{-12}
MS(D)	Massenspektrometer	mass spectrometer	universell oder spezifisch	je nach Einstellung

FID **Flammenionisationsdetektor**

Der am häufigsten in der GC eingesetzte Detektor ist der FID. Die Einsatzgebiete reichen von Applikationen in der Lebensmittelchemie, Umweltanalytik bis hin zur Pharmazeutischen Chemie.

Arbeitsweise:

Es wird die elektrische Leitfähigkeit einer Wasserstoffflamme im elektrischen Feld gemessen und wenn eine organ. Substanz in die Flamme gelangt so wird diese verbrannt (=ionisiert) und verändert den Stromfluss proportional zur Probenmenge.

Der FID ist relativ nachweisempfindlich und universell einsetzbar. Da die beider Signalerzeugung benötigten Ionen hauptsächlich bei der Verbrennung von organischen Kohlenwasserstoffgruppen entstehen zeigt der FID nicht alle Verbindungen an, z. B.:

(O₂, N₂, CO₂, H₂S, COS, H₂O)

WLD/TCD **Wärmeleitfähigkeitsdetektor** (engl.: thermal conductivity det.)

Universeller Detektor erfasst alle Substanzen, relativ nachweisunempfindlich. Die Nachweisempfindlichkeit hängt vom eingesetzten Trägergas ab.

Arbeitsweise:

Der von der Säule kommende Gasstrom wird an einem Heizdraht vorbeigeführt. Dieser wird durch das vorbeiströmende Trägergas ständig leicht abgekühlt. Die zu untersuchenden Substanzen haben eine geringere Wärmeleitfähigkeit als das reine Trägergas, so dass das Messelement in ihrer Gegenwart weniger abgekühlt wird. Die daraus erfolgte Temperaturerhöhung wird als Änderung eines elektrischen Widerstandes gegenüber einem Referenzelement gemessen.

ECD **Elektroneneinfangdetektor** (engl.: electron capture detector)

Spezifischer Detektor für Halogene und andere Substanzen mit hoher Elektronenaffinität. Sehr nachweisempfindlich.

Arbeitsweise:

Der Trägergasstrom wird durch eine Ionisationskammer geleitet, in

der sich ein β -Strahler (z. B: ^{63}Ni) befindet. Um einfangbare thermische Elektronen zu erzeugen wird dieses Trägergas mit β -Teilchen ionisiert. Der entstehende Elektronenfluss produziert einen kleinen Strom, der dann gemessen wird. Wenn Substanzen mit hoher Elektronenaffinität die Zelle erreichen, fangen sie die freien Elektronen ein, die sonst vom Kollektor gesammelt und einen Strom ergeben würden. Der reduzierte Strom wird dann als Signaländerung (=Peak) registriert.

MS(D)**Massenselektiver Detektor**

Je nach Aufnahmemodus universell oder selektiv einsetzbar und nachweisempfindlich.

Arbeitsweise:

Die Substanzen werden in einem Ionisationsraum mit Elektronen beschossen und zerfallen auf eine für jede Substanz typische Weise (Massenspektrum). Die entstandenen Fragmente werden in einem Analysatorraum nach dem Verhältnis Masse/Ladung sortiert und durch einen Sekundärelektronenvervielfacher gezählt.

Make-up-Gase **Achtung** einige Detektoren benötigen so genannte Make-up-Gase, z. B. FID oder manche WLD's.

Das ist dann der Fall wenn der Detektor eigentlich für gepackte Säulen konstruiert wurde aber jetzt mit Kapillarsäulen eingesetzt wird. Die Nachweisempfindlichkeit wird dann meist nicht bei diesen kleinen Gasflüssen aus der Säule erreicht und man muss dem Detektor noch Gase zuführen. Der Anschluss des Gases ist meist direkt in den Detektor.

Erkundigen Sie sich ob Ihr Detektor ein Make-up-Gas benötigt.

Typische Einsatzgebiete der GC

- Effizienz** Der GC ist eine sehr effiziente Trennmethode, die für die Substanzen geeignet ist, die sich möglichst unzersetzt in den gasförmigen Zustand überführen lassen. Viele Substanzen, die nicht genügend flüchtig sind, können durch eine geeignete Derivatisierung flüchtig gemacht werden. Es gibt eine Vielzahl von Derivatisierungsreagenzien und alle haben unterschiedliche Einsatzgebiete. Aber einige haben sich durchgesetzt, weil sie einfach zu handhaben oder universell einsetzbar sind.
- Derivatisierung**

Die folgende Tabelle zeigt nur einige wichtige Derivatisierungsreagenzien und ihre Einsatzgebiete:

Derivatisierungsreagenz:	Derivatisierung von:	Prinzip
Diazomethan, Methyljodid oder –bromid	-OH, -COOH, R-NH ₂	Alkylierung
Acetanhydrid	-OH, R-NH ₂	Acylierung
Silylierungsmittel (z. B. Trimethylchlorsilan)	-OH, *COOH	Silanisierung

Auswahlkriterien Für die richtige Auswahl von stationärer Phase, Detektor und Injektor müssen mehrere Faktoren berücksichtigt werden: Die Polarität der Probe ist wichtig für die richtige Auswahl der stationären Phase. Die Substanzmenge ist wichtig für die Dimension der Säule und die Art der Detektion, der Aggregatzustand der Probe ist ausschlaggebend für die Auswahl des Probenaufgabesystems und evtl. der stationären Phase.

Checkliste für die GC

Was muss ich vor Beginn der Messung beachten?

- | | |
|--|--|
| Elektrische Verkabelung:
Gasversorgung: | <ul style="list-style-type: none"> • Hat sich nichts gelockert? • Ist alles dicht? Überprüfen mit einem „leakfinder“ • Sind die installierten Sauerstoff-, Feuchtigkeits- und Kohlenwasserstofffallen O.K. (evtl. austauschen!)? |
| Gase: | <ul style="list-style-type: none"> • Haben die Gase die erforderliche Reinheit (mind. 99,9995% = 5.5)? • Ist noch genügend Gas in der Flasche (Druck)? • Ist das Trägergas richtig eingestellt? Die Brenngase überprüfen. • Muss ein Make-up-Gas zudosiert werden? • Wie ist das Splitverhältnis? • Wie ist der Septumpurge? |
| Probe: | <ul style="list-style-type: none"> • Muss die Probe derivatisiert werden? Wie ist sie gelöst? |
| Injektor: | <ul style="list-style-type: none"> • Beim manuellen Injektor sicherstellen, dass die Injektionsspritzen sauber sind, um Kontaminationen zu vermeiden, ggf. mit Aceton spülen. • Beim automatischen Probengeber nachprüfen, ob die Waschflüssigkeiten reichen. • Evtl. Probeneinlass säubern. Bei Problemen mit Kontaminationen auch an den Liner oder die Septen denken. Liner säubern? • Septen hochtemperaturtauglich? |
| Säule: | <ul style="list-style-type: none"> • Ist die Säule richtig eingebaut und nicht beschädigt (Lecks?) Überprüfen! • Stimmen die vom Hersteller vorgegebenen Abstände im Injektor und Detektor? • Sind die Enden der Säule richtig gekürzt worden? Gerade? • Wurden die richtigen Schneidringe (Ferruls) eingesetzt (temperaturstabil u. dicht? Graphit oder Vespel?) |
| Detektor | <ul style="list-style-type: none"> • Brenngase und Make-up-Gase eingestellt? • Einige Detektoren messen nicht nachweisempfindlich weil sie entweder verschmutzt sind oder keine Make-up-Gaszufuhr haben. Nachprüfen und evtl. Detektor säubern (Düsen u. Dichtungen erneuern?) |

Der richtige Säulenaufbau:

1. Das richtige Installationswerkzeug besorgen: GC-Handbuch, Säulenschneider, (z. B. aus Keramik), Säulenverschraubungen und Schneidringe, Lupe und „Tipp-Ex“.
2. Für Installation im Injektor und Detektor sollten von der Säule etwa 50 cm auf jeder Seite abgewickelt werden.
3. Säule auf jeder Seite etwa 4 – 5 cm abschneiden (z. B. mit Keramikschnaider). Auf geraden „Abbruch“ achten. Nachdem man mit dem Keramikschnaider die Säule angeritzt hat legt man die Säule so zwischen Daumen und Zeigefinger, dass die Schnittstelle genau zwischen Daumen und Zeigefinger liegt und man beide Finger sehr nahe zusammenbringt und dann versucht zu ziehen und zu biegen. Sollte die Säule dann nicht auseinander brechen muss man eine andere Stelle anschneiden und es noch einmal versuchen. Keine Gewalt anwenden, da dann die Säulen unkontrolliert brechen.
4. Säulenenden mit einer Lupe betrachten und darauf achten, dass die Kanten ganz gerade sind. Keine Glas- oder Polyimidstücke sollten an den Enden hängen.
5. Säule in den Kapillarsäulenhalter im Ofen hängen.
6. Die Verschraubung und die Schneidringe sollten etwa 5 – 10 cm auf die Säule geschoben werden (Richtung beachten).
7. Die Säule zuerst in den Einlass installieren. Im Handbuch nachsehen um die richtige Länge in den Einlass einzuführen. Die Säule dementsprechend in den Einlass einführen und die Stelle mit Tipp-Ex markieren. Die Verschraubung und den Schneidring nach oben schieben und an der markierten Stelle mit der Hand eindrehen. Dann mit dem Schraubenschlüssel noch $\frac{1}{4}$ bis eine $\frac{1}{2}$ Umdrehung festziehen. **Achtung: Keine Gewalt!**
8. Trägergas anstellen und einen genügend hohen Fluss einstellen (0,5 – 2 ml). Am Ende ein Gläschen mit Aceton stellen, die Säule hineinhalten und schauen ob Bläschen entstehen.
9. Die Säule in den Detektor installieren. Wieder im Handbuch nach den richtigen Abständen nachsehen.
10. Nach Lecks checken. **Nie** eine Säule hochheizen ohne vorher nach Lecks überprüft zu haben. Die Säule eine Weile nur mit Trägergas spülen lassen.
11. Erst jetzt die Temperaturen vom Injektor und Detektor einstellen.
12. MAKE UP und Detektorgase einstellen.

Fließschema:

Wie fange ich die Arbeit mit einem GC-Gerät an?

Zuerst checken, in welchem Zustand das System ist.
(Siehe Checkliste)



Falls noch nicht vorhanden die Säule einbauen. Wichtig sind hier nicht nur die richtigen Abstände (Herstellervorgaben befolgen), sondern auch die richtige Technik beim Kürzen. (Siehe Säuleninstallation)



Wie sind die eingestellten Trägergasflüsse? An dieser Stelle sollte man mit einem Blasenflussmesser die Gasflüsse kontrollieren. Wenn die Säule eingebaut ist, sorgen Sie dafür, dass genügend Fluss über die Säule geht. Kapillarsäulen ca. 1 ml/min.



Wenn Sie eine Säule eingebaut haben, dann erkundigen Sie sich erst über die Temperaturlimits und das Packungsmaterial und stellen erst dann die Temperaturen am Injektor und Detektor ein.

Cave: Nie Säulen heizen, wenn kein Fluss über die Säule geht!
Um die Säule zu reinigen sollten Sie diese erst einmal ausheizen.



Die Gase für den Detektor einstellen (MAKE UP-Gas, Brenngase etc.). Der FID braucht Wasserstoff und synthetische Luft. Richtige Einstellung der Gase hängt von der Bauart ab. Im Handbuch nachlesen.



Die Säule sollte ca. 20° C über der maximalen Temperatur der Proben eingestellt und ca. 2 Stunden vorkonditioniert werden. Sollte die Basislinie nicht ein bisschen abfallen kann man die Säule bis zur maximalen Temperatur der Säule ausheizen. Wenn die Basislinie immer noch nicht nach 10 min. abfällt muss man noch mal auf Lecks überprüfen.



Die Temperaturen für die Analytik einstellen. Der Detektor sollte immer über 100° C betrieben werden (besser ca. 180° C), der Injektor sollte die richtige Temperatur für die Proben haben (niedrig oder hoch siedende Verbindungen), aber auch möglichst weit über 100° C eingestellt werden, damit die Proben gleichmäßig verdampfen könnten.



Sich Zeit lassen, damit die Säule, Injektor und die Detektoren warm werden. In der Zwischenzeit die Proben vorbereiten.



Wenn Sie keine Vergleichsproben in Ihrem Labor haben, können Sie folgende nicht retendierende Substanzen injizieren: Butan und/oder Methan für den FID und Splitinjektor. Headspace Gase von Acetonitril (NPD), Methylenchlorid (ECD), Luft (TCD/WLD), Argon (MSD). Eine gute Installation ist durch symmetrische Peaks zu erkennen.



Ist alles in Ordnung, können Sie jetzt einen Standard injizieren. Stimmt das sich ergebende Chromatogramm mit einem Vergleichschromatogramm überein, stimmen Peakhöhe und Retentionszeit, so ist Ihr System in Ordnung und Sie können mit Ihren Messungen beginnen.



Möchten Sie Ihre Arbeit für heute beenden, am nächsten Tag aber weiterarbeiten, lassen Sie das Trägergas bei niedrigem Fluss, ca. 0,2 - 0,5 ml/min, über die Säule laufen. Wenn Sie sicher sind, dass über Nacht nicht das Trägergas ausgeht, dann können Sie auch den Ofen noch heizen lassen ansonsten den Ofen ausstellen. Die Brenngase oder Make-up-Gase können Sie über Nacht auch ausstellen ist aber bei manchen Detektoren besser sie anzulassen (z. B. NPD).



Möchten Sie das System längere Zeit nicht verwenden, heizen Sie die Säule erst aus und bauen sie nach dem Abkühlen aus. Dann erst sollten Sie das gesamte Gerät abkühlen und wenn es abgekühlt ist ausstellen.

Randtechniken

Viele neuere Entwicklungen zeigen, dass man vor allem bei der Probenaufgabe in der GC viele Variationsmöglichkeiten hat. Davon sind in der folgenden Tabelle einige vorgestellt (diese Tabelle stellt nur einen Auszug dar):

Probenaufgabetechnik:	Probe:	Ziel:
Head-Space	Flüssig/Fest	Bestimmung von leicht flüchtigen Komponenten in Lösung z. B. Ätherische Öle in Bädern oder Alkohol in Blut oder Arzneimittel
Pyrolyse	fest	thermische Zersetzung u. GC von Zersetzungsprodukten (z. B. bei Polymeren)
Thermo-Desorption oder Trap-Technik	flüssig oder gasförmig	Organ. Komponenten werden auf Trägern gebunden zur Vorreinigung und/oder Probenaufkonzentration und dann thermisch desorbiert (z. B. bei Raumluftmessungen, Restlösungsmittel in Lebensmittel etc.)

Die so genannte **EPC** (electronic pressure control) ist meist Standardausstattung eines GC's und wird besonders im Hinblick auf genaue Gasflussdosierung (bessere Reproduzierbarkeit der Retentionszeiten) und Einsparung von Trägergasen auch immer mehr Verbreitung finden.

Von IUPAC empfohlene Symbole für die Chromatographie (Auswahl)

Im Jahre 1993 erschienen in Pure & Appl. Chem., Vol 65, No. 4, pp. 819-872 Empfehlungen von der IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) zur „Nomenklatur für die Chromatographie“. Der Artikel über 53 Seiten ist ebenfalls im „ChromBook“ der Fa. Merck, Darmstadt, nachzulesen. Dieser enthält Definitionen, Symbole, Begriffe und Erläuterungen zur Chromatographie. Nachfolgend sind die wichtigsten Größen mit dem entsprechenden Symbol zusammengestellt.

Größe	englische Bezeichnung	Symbol
Trennfaktor	separation factor	α
(Bis 1993: Selektivitätsfaktor)	selectivity factor	α)
Fläche	area	A
Durchmesser	diameter	d
Diffusionskoeffizient	diffusion coefficient	D
Flussrate	flow rate (volumetric)	F
Bodenhöhe	plate height	H
Viskosität	viscosity	η
Gleichgewichts (Verteilungs-) konstante (Koeffizient)	equilibrium (distribution) constant	K
Retentionsfaktor	retention factor	k
(Bis 1993: Kapazitätsfaktor)	capacity factor	k')
Länge	length	L
Bodenzahl	plate number	N
Dichte	density	ρ
Druck	pressure	p
relativer Druck	pressure, relative	P
Radius	radius	r
Temperatur	temperature (absolute)	T
Zeit	time	t
lineare Geschwindigkeit	velocity (linear)	u
(Retentions) Volumen	volume	V
Masse (Gewicht)	mass (weight)	W
Peakbreite	peak width	w

Gebräuchliche Abkürzungen

Abkürzung:	Engl. Bezeichnung	Deutsche Übersetzung
ECD	electron capture detector	Elektroneneinfangdetektor
EPC	electronic pressure control	Elektronische Druckkontrolle
FID	flame ionisation detector	Flammenionisationsdetektor
GC	gas chromatography	Gaschromatographie
GC-MS	gas chromatography / mass spectrometry	Gaschromatographie-Massenspektroskopie
GLC	gas liquid chromatography	Gasflüssigkeitschromatographie
GSC	gas-solid-chromatography	Gasfestchromatographie
HETP	height equivalent to a theoretical plate	Theoretische Trennstufenhöhe
MS	mass spectrometry	Massenspektrometrie
NPD	nitrogen phosphorous detector	Stickstoff-Phosphor-Detektor
PLOT	Porous layer open tubular	mikrogepackte Säule
PTV	programmed temperature vaporizer	Temperaturprogrammierte Verdampfung
RT	retention time	Retentionszeit
SCOT	Support coated open tubular	Dünnschichtsäulen
SFC	supercritical fluid extraction	Überkritische Flüssigkeitsextraktion
TCD	thermal conductivity detector	Wärmeleitfähigkeitsdetektor
WCOT	Wall coated open tubular	Dünnschichtsäulen
WLD	thermal conductivity detector	Wärmeleitfähigkeitsdetektor

Webadressen

Firma	URL	Bemerkungen
Agilent Technologies	www.agilent.de/chem	Ehemals Hewlett-Packard
Thermo Fisher Scientific	www.thermo.com	Ehemals Carlo Erba
Varian	www.varian.de	Ehemals auch Chrompack
Perkin Elmer	www.perkinelmer.de	
Shimadzu	www.shimadzu.de	
Siemens	www.automation.siemens.com	Nur Prozessüberwachung
Supelco	www.sigmaaldrich.com	Nur Zubehör (u.a. Säulen)
Restek	www.restek.com	Nur Zubehör (u.a. Säulen)
Phenomenex	www.phenomenex.de	Nur Zubehör (u.a. Säulen)
Gerstel	www.gerstel.de	Sonderanfertigungen

Literatur

Bücher:

- Baars b., Schaller H., Fehlersuche in der Gaschromatographie. Weinheim: VCH (1994)
- Ettre L. S., Hinshaw J. V., Rohrschneider L., Grundbegriffe und Gleichungen der Gaschromatographie, Heidelberg: Hüthig Verlag (1996)
- Grob K., Marking and Manipulating Capillary Columns for Gas Chromatography, Heidelberg: Hüthig Verlag (1986)
- Knapp D. R., Handbook of Analytical Derivatization Reactions, New York: John Wiley & Sons (1979)
- Nikelly J. G., Advances in Capillary Chromatography. Heidelberg: Hüthig Verlag (1985)
- Oehme M. Praktische Einführung in die GC/MS-Analytik mit Quadrupolen. Heidelberg: Hüthig Verlag (1996)
- Schomburg G., Gaschromatographie, Weinheim: VCH (1987)
- Schwedt G., Chromatographische Trennmethode. Stuttgart: Georg-Thieme Verlag (1979)

Zeitschriften:

neben den üblichen Kennzifferzeitschriften (GIT, LABO, Laborpraxis etc.) werden neue Entwicklungen in der LC/GC International veröffentlicht.

Adresse LC-GC International, Advantstar House, Park West, Sealand Road, Chester CH1 4RN, UK

Viele Applikationsbeispiele finden sie bei den Herstellern im Internet:

Allein unter www.agilent.com/chem finden Sie mehr als 2000 Artikel im Themenbereich GC.