

Inhalt

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	7
2.1	Probenvorbereitung	7
2.1.1	Probenvorbereitung durch Festphasenextraktion	10
2.1.2	Probenvorbereitung durch SFE	14
2.1.3	Headspace-Arbeitstechniken	26
2.1.3.1	Statische Headspace-Technik	27
2.1.3.2	Dynamische Headspace-Technik (Purge & Trap)	35
2.1.3.3	Headspace versus Purge & Trap	45
2.1.4	Adsorptive Anreicherung und Thermodesorption	51
2.1.5	Pyrolyse	60
2.2	Gaschromatographie	67
2.2.1	Probenaufgabesysteme in der GC/MS	67
2.2.1.1	Heiße Probenaufgabe	69
2.2.1.2	Kaltaufgabesysteme	73
2.2.1.3	Injektionsvolumina	82
2.2.1.4	Die On-Column-Injektion	84
2.2.1.5	Kryofokussierung	88
2.2.2	Kapillar-Trennsäulen	90
2.2.2.1	Probenkapazität	95
2.2.2.2	Innendurchmesser	95
2.2.2.3	Filmdicke	97
2.2.2.4	Säulenlänge	98
2.2.2.5	Einstellung des Trägergas-Flusses	99
2.2.2.6	Eigenschaften von stationären Phasen	100
2.2.3	Kenngrößen der Chromatographie	104
2.2.3.1	Das Chromatogramm und seine Aussage	106
2.2.3.2	Kapazitätsfaktor k'	107
2.2.3.3	Die chromatographische Auflösung	108
2.2.3.4	Beeinflussung der Auflösung	111
2.2.3.5	Belastbarkeit	113
2.2.3.6	Peaksymmetrie	114
2.2.3.7	Strömungsoptimierung	114
2.2.4	Klassische Detektoren in GC/MS-Systemen	118
2.2.4.1	FID	118
2.2.4.2	NPD	120

2.2.4.3	ECD	122
2.2.4.4	PID	124
2.2.4.5	ELD	126
2.2.4.6	FPD	127
2.2.4.7	Parallelschaltung klassischer Detektoren zum Massenspektrometer ..	128
2.3	Massenspektroskopie	130
2.3.1	Auflösung in der Massenspektroskopie	130
2.3.1.1	Hochauflösung	130
2.3.1.2	Einheitsmassen-Auflösung	134
2.3.1.3	Hoch- und Niedrigauflösung am Beispiel der Dioxinanalytik	137
2.3.2	Ionisierungsverfahren	139
2.3.2.1	Elektronenstoß-Ionisierung	139
2.3.2.2	Chemische Ionisierung	145
2.3.3	Meßtechniken in der GC/MS	164
2.3.3.1	Detektion der vollständigen Spektren	164
2.3.3.2	Einzelmassen-Registrierung (SIM/MID)	166
2.3.3.3	MS/MS-Tandem-Massenspektroskopie	178
2.3.4	Massenkalibrierung	186
2.4	Spezielle Aspekte der GC/MS-Kopplung	193
2.4.1	Vakuumsysteme	193
2.4.2	GC/MS-Interface-Lösungen	198
2.4.2.1	Die offene Kopplung	198
2.4.2.2	Die direkte Kopplung	200
2.4.2.3	Separatortechniken	201
3	Auswertung von GC/MS-Analysen	213
3.1	Darstellung von Chromatogrammen	213
3.1.1	Totalionenstrom-Chromatogramme	214
3.1.2	Massenchromatogramme	215
3.2	Substanzidentifizierung	218
3.2.1	Extraktion von Massenspektren	218
3.2.2	Der Retentionsindex	226
3.2.3	Massenspektren-Bibliotheken	230
3.2.3.1	Universelle Massenspektren-Bibliotheken	231
3.2.3.2	Anwendungsbezogene Massenspektren-Bibliotheken	233
3.2.4	Verfahren zur Bibliothekssuche	236
3.2.4.1	Das INCOS-Suchverfahren	237
3.2.4.2	Das PBM-Suchverfahren	244
3.2.4.3	Das SISCOP-Verfahren	248
3.2.5	Interpretation von Massenspektren	252
3.2.5.1	Isotopenmuster	254
3.2.5.2	Fragmentierungs- und Umlagerungsreaktionen	260
3.2.6	Massenspektroskopische Merkmale ausgewählter Substanzklassen ...	268
3.2.6.1	Leichtflüchtige halogenierte Kohlenwasserstoffe (LHKW's)	268

3.2.6.2	Benzol/Toluol/Ethylbenzol/Xylol (BTEX, Alkylaromate)	268
3.2.6.3	Polykondensierte Aromaten (PAK's)	275
3.2.6.4	Phenole	275
3.2.6.5	Pflanzenschutzmittel (PSM)	281
3.2.6.6	Polychlorierte Biphenyle (PCB)	295
3.2.6.7	Polychlorierte Dioxine/Furane (PCDD/PCDF)	299
3.2.6.8	Betäubungsmittel (BTM)	300
3.2.6.9	Sprengstoffe	303
3.2.6.10	Chemische Kampfstoffe	308
3.2.6.11	Flammschutzmittel	311
3.3	Quantifizierung	312
3.3.1	Entscheidungsgrenze	313
3.3.2	Nachweisgrenze	314
3.3.3	Bestimmungsgrenze	314
3.3.4	Empfindlichkeit	316
3.3.5	Die Kalibrierfunktion	317
3.3.6	Quantifizierung und Standardisierung	318
3.3.7	Das Additionsverfahren	323
3.4	Häufig auftretende Verunreinigungen	325
4	Applikationen	335
4.1	Luftanalyse nach EPA-Methode TO-14	335
4.2	BTEX mittels Headspace-GC/MS	343
4.3	Simultane Bestimmung von LHKW's und BTEX	347
4.4	Altlasten-Untersuchung mittels Headspace-GC/MS	351
4.5	MAGIC 60 – Analyse flüchtiger organischer Verbindungen	358
4.6	Vinylchlorid in Trinkwasser	366
4.7	Chloralhydrat in Oberflächenwässern	369
4.8	Vor-Ort-Analyse von Bodenluft	372
4.9	Vor-Ort-Analyse von Lösemittelbelastungen in Böden	376
4.10	Restmonomere und Polymerisations-Hilfsstoffe	380
4.11	Vor-Ort-Analyse von Geruchsemissionen	383
4.12	Geosmin und Methylisoborneol in Trinkwasser	388
4.13	Substituierte Phenole in Trinkwasser	392
4.14	Pestizide in Tee	397
4.15	Keimhemmungsmittel auf Kartoffeln	406
4.16	Triazin-Herbizide in Trink- und Rohwasser	408
4.17	Nitrophenol-Herbizide in Wässern	415
4.18	Dinitrophenol-Herbizide in Wässern	418
4.19	Hydroxybenzonnitril-Herbizide in Trinkwasser	423
4.20	Phenoxy-Alkylcarbonsäure-Herbizide in Trinkwasser	430
4.21	Pentachlorphenol in Lederwaren	437
4.22	Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe	439
4.23	PAK's in Stadtluft	449

4.24	Routineanalyse von 24 PAK's in Wasser und Boden	454
4.25	Polychlorierte Biphenyle in Milch und Milchprodukten	458
4.26	Polychlorierte Biphenyle in Innenraumluft	465
4.27	Abgestuftes Screening auf Dioxine und Furane	468
4.28	Analytik von Rüstungsalzlasten	478
4.29	SFE-Extraktion und Bestimmung von Nitroaromaten	488
4.30	Drogennachweis in Haaren	492
4.31	Nachweis von Morphinderivaten	495
4.32	Nachweis des Cannabis-Konsums	499
4.33	Bestimmung von Phencyclidin	503
4.34	Analyse von Steroidhormonen mittels MS/MS	505
4.35	Bestimmung von Prostaglandinen mittels MS/MS	509
4.36	Amphetamine – Differenzierung durch CI	513
4.37	Identifizierung und Quantifizierung von Barbituraten	519
4.38	Nachweis von Clenbuterol durch CI	525
4.39	Systematische toxikologisch-chemische Analyse	529
4.40	Clofibrinsäure im aquatischen System	534
4.41	Polycyclische Moschusverbindungen in Abwässern	538
5	Glossar	551
	Substanzregister	569
	Sachregister	577