

Buchbesprechungen · Book Reviews

Dean Rood: A Practical Guide to the Care, Maintenance, and Troubleshooting of Capillary Gas Chromatographic Systems, 2nd enlarged and revised edition 1995, XX, 323 pages, Hardcover, DM 98,-, ÖS 765,-, sFr 98,-, Hüthig GmbH, Heidelberg, ISBN 3-7785-2319-8

Dieses Arbeitsbuch wendet sich vorwiegend an die Vielzahl der "einfachen" oder gelegentlichen Anwender der Kapillar-GC, die nicht über Spezialkenntnisse oder langjährige Erfahrungen in dieser weitverbreiteten instrumentellen Technik verfügen. Ohne ein Lehrbuch zu ersetzen, will der Autor dem Praktiker das notwendige Rüstzeug vermitteln, damit er in die Lage versetzt wird, die richtige Säule zu wählen und diese sowie sein GC-Gerät möglichst effektiv und schonend, d.h. mit langer Lebensdauer anzuwenden und andererseits auftretende Fehler und Störungen zu erkennen und zu beheben.

Die Tatsache, daß bereits 4 Jahre nach der 1. Auflage (vgl. Rezension in: J. Prakt. Chem. 334 (1992) 98) eine zweite Auflage erschienen ist, spricht für die Konzeption des Autors. Die 2. Auflage wurde nicht nur um 70% erweitert, sondern auch völlig umgestaltet. Sie umfaßt nun 12 Kapitel und einen Anhang. Nach einer allgemeinen Einführung (Kapitel 1) werden wichtige grundlegende Gleichungen und Beziehungen (Kap. 2), die Säule (Kap. 3) und die stationären Phasen (Kap. 4) behandelt. Im Kapitel 5 wird erläutert, welche Gesichtspunkte für die Wahl der Säulendimensionen (Länge, Innendurchmesser, Filmdicke) ausschlaggebend sind. Dem Trägergas ist ebenfalls ein eigenes Kapitel gewidmet. Die beiden folgenden Kapitel 7 und 8 sind die umfangreichsten des Buches und beinhalten die Injektion und Detektion. In den Kapiteln 9–11 werden Säuleninstallation, Säulentestung sowie Ursachen und Vermeidung von Säulenbeschädigungen behandelt. Im letzten Kapitel wird schließlich gezeigt, wie eine systematische Fehlersuche aus dem Chromatogrammbild betrieben werden kann. Der Anhang rundet das Buch mit einigen nützlichen Tabellen und Abbildungen (wie z. B. Phasenverhältnis in Abhängigkeit von Innendurchmesser und Filmdicke sowie Massenspektren des Säulenuntergrundes für gebräuchliche stationäre Phasen) ab.

Der Stoff wird in einer leicht lesbaren und verständlichen Form geboten. Dazu tragen starke Vereinfachungen und Verallgemeinerungen ebenso bei wie entsprechend gewählte und gestaltete Abbildungen und Tabellen.

Das Arbeitsbuch vermittelt dem Praktiker eine Reihe nützlicher Informationen, die für eine erfolgreiche Chromatographie wesentlich sind. So umfassen z.B. die zahlreichen Details, die bei der Anwendung der einzelnen Injektionstechniken zu beachten sind, auch Vorschriften zur Reinigung und Silylierung der Insert liner.

Die Auswahl geeigneter Säulendimensionen und Arbeitspa-

rameter wird anhand der eingangs knapp behandelten grundlegenden Beziehungen und Zusammenhänge erläutert und damit der gründliche Leser in die Lage versetzt, sich eine logische und systematische Arbeitsweise anzueignen sowie Fehler zu vermeiden.

Leider ist das Buch nicht frei von Fehlern und einigen Unzulänglichkeiten. So ist z. B. die Veranschaulichung des Verteilungskoeffizienten in Fig. 2–4 prinzipiell sehr gelungen, aber der Zahlenwert 12/12 als Beispiel für einen hohen K_D -Wert unglücklich gewählt.

Kurz gekommen sind die temperaturprogrammierte GC (PTGC) sowie die temperaturprogrammierte Verdampfung. Ebenso wäre ein Abschnitt zur Überprüfung der Inertheit des Injektors eine sinnvolle Ergänzung zu den behandelten Säulen-Testmischungen. Dies könnte in der nächsten Auflage berücksichtigt werden.

W. Engewald (Leipzig)

W. Gottwald: GC für Anwender, 1. Aufl., 284 S., 95 Abb., 43 Tab., VCH Verlagsgemeinschaft mbH Weinheim · New York · Basel · Cambridge · Tokyo, 1995, DM 58,-, ÖS 530,-, sFr 66,-, ISBN 3-527-28681-0

Dieses praxisorientierte Buch soll vor allem Auszubildenden, Laborpersonal und Studenten an Fachhochschulen und Universitäten einen praktischen Einstieg in die Gaschromatographie (GC) ermöglichen und das dazu erforderliche Hintergrundwissen vermitteln.

In den ersten Kapiteln werden die notwendigen Grundlagen der GC, die gaschromatographische Apparatur, Methoden- und Parameterwahl (mit "Optimierungen in der GC" überschrieben) sowie die qualitative und quantitative Analyse in gedrängter Form erläutert. Unter der Überschrift "Erweiterte GC-Maßnahmen" werden die Headspace-Probenaufbereitung, Festphasenextraktion sowie die Kopplung der GC mit der FTIR-Spektroskopie und der Massenspektrometrie behandelt. Das Kapitel über "Angewandte Statistik in der GC" stellt eine allgemeine Einführung in die Statistik dar. Im Kapitel "Systematische Fehlersuche in der GC" beschäftigt sich der Autor mit der Anwendung der statistischen Prozeßführung (SPC) unter Verwendung von Regelkarten zur Erkennung von Fehlern, die nicht aus dem Chromatogrammbild deutlich werden, sowie mit Strategien zur Fehlerfindung. Es folgen Kapitel über "Fehlererkennung anhand des Chromatogramms" sowie über "Qualität und Qualitätssicherung". Dabei werden Tests zur Geräteüberprüfung und -optimierung ebenso einbezogen wie notwendige Wartungsarbeiten an den GC-Geräten.

Im letzten Teil des Buches werden 17 Versuche beschrie-

ben, die im Ausbildungszentrum der HOECHST AG entstanden sind. Neben einigen einführenden Versuchen (gaschromatographische Parameter, Retentionszeiten, Retentionsindex, Isomerentrennung, Temperaturprogrammierung) steht vor allem die Praxis des analytischen Alltags im Vordergrund (Split-Diskriminierung, Reproduzierbarkeitstest, Detektorlinearität, Ermittlung von Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze, quantitative Analyse mittels Normung, innerem Standard oder der Aufstockmethode). Die Versuche lassen sich mit einfacher Gerätetechnik durchführen; sie sind so detailliert beschrieben, daß sie sich leicht auf die beim jeweiligen Anwender verfügbaren Gaschromatographen übertragen lassen.

Im Anhang finden sich schließlich Tabellen mit statistischen Faktoren sowie eine Auflistung von weiterführender Literatur.

Das Buch ist größtenteils leicht lesbar und flüssig beschrieben, zuweilen jedoch auf Kosten von zu starken Vereinfachungen und Verallgemeinerungen. So wird z.B. behauptet, daß der russische Biochemiker Zwet die Blattfarbstoffe mit Hilfe der Papierchromatographie getrennt hat. Die Nomenklatur entspricht teilweise nicht den IUPAC-Nomenklaturvorschlägen (z.B. t_T für Totzeit, N_{th} für Bodenzahl usw.).

Es enthält ferner einige Fehler, unübliche Ausdrücke und Unzulänglichkeiten: Die Festphasenextraktion wird beispielsweise mit SEC statt mit SPE abgekürzt; es wird zwischen Halbwertsbreite ($b_{1/2}$) in Minuten und Breite des Peaks in halber Höhe (b) in mm unterschieden.

Das Kapitel 6 "Qualitative GC" bringt wenig Information zur Identifizierung der getrennten Substanzen.

Im Kapitel 7 "Quantifizierende GC" wird die heutzutage übliche "Peakflächenbestimmung mit elektronischen Systemen" kaum erläutert. Hier wäre ein Beispiel, wie sich falsch eingestellte Integrationsparameter auf das Ergebnis auswirken können, sehr angebracht gewesen. Auch ein Versuch zur Headspace-GC wird vermißt.

Wenn auch die rein chromatographischen Aspekte manche Wünsche offen lassen, so ist die Betonung der quantitativen Analyse einschließlich der Qualitätssicherung die Stärke des Buches. In dieser Hinsicht stellt das Buch eine gute Ergänzung zu der bisher auf dem Markt befindlichen GC-Literatur dar, weil diese Seite der instrumentellen Analytik in den Lehrplänen der Universitäten meist stiefmütterlich wekommt. Die Qualitätssicherung hatte eben schon vor GLP und ISO in den Labors der deutschen chemischen Industrie einen hohen Stellenwert!

W. Engewald (Leipzig)