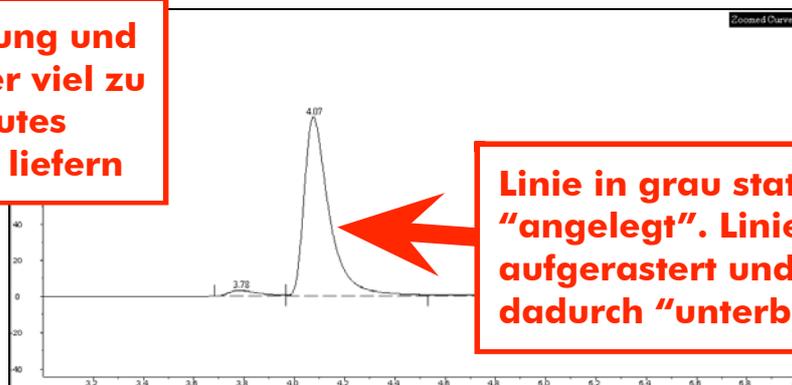


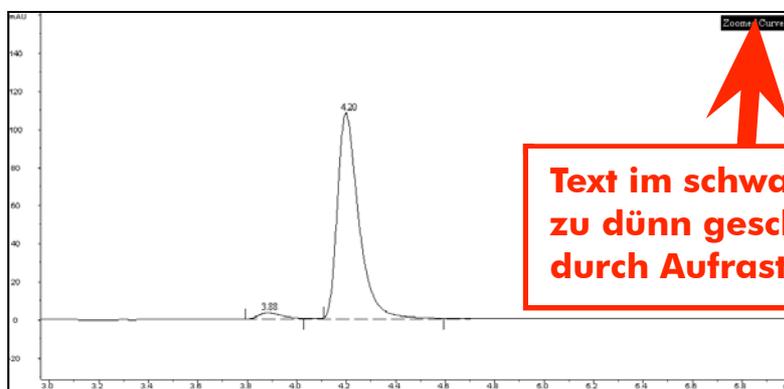
c)

Insgesamt Auflösung und Qualität der Bilder viel zu schlecht um ein gutes Druckergebnis zu liefern



Linie in grau statt schwarz "angelegt". Linie wird aufgerastert und erscheint dadurch "unterbrochen"

d)



Text im schwarzen Viereck zu dünn geschrieben, wird durch Aufrastern unleserlich

Abbildung D.1.1 a)-d):

Gezeigt sind hier die Effekte der Erhöhung der Ammoniumformiat-Konzentration im Fließmittel am Beispiel der Trennung von syn-anti- (zuerst eluierender Peak) und syn-syn-Obidoxim über eine einfache Gradientenmethode. Eluent A bestand aus Ammoniumformiat in Wasser, Eluent B aus der gleichen Konzentration Ammoniumformiat in Methanol 50%. Bei Chromatogramm a) betrug die Konzentration an Ammoniumformiat 10 mM, bei b) 20 mM, bei c) 50 mM und bei d) 100 mM in Wasser. Die Konzentration des Obidoxims betrug 10 μ M. Die Peaks werden schmaler und höher und die Trennung besser, bis eine Basislinientrennung bei einer Konzentration von 100 mM Ammoniumformiat erreicht wird.

In der LC-MS-Analyse ergab das AF keine Störsignale, allerdings war aufgrund der hohen Ionenkonzentration ein erhöhtes Grundrauschen im Full-Scan-Modus zu beobachten.

Die an der HPLC auf einer Säule mit dem Durchmesser 4,6 mm entwickelte Trennmethode konnte unter Verwendung einer Säule kleineren Durchmessers (2,1 mm) und im gleichen Verhältnis reduzierter Flussrate auf eine LC-MS-Anlage übertragen werden. Hier offenbarten sich noch eine Fülle weiterer Peaks, die über UV-Detektion nicht sichtbar und deshalb wohl der Abbaukaskade von VX zuzuordnen waren. Die besten Ergebnisse lieferte eine Analyse mit positiver Ionisierungsspannung (s. Kapitel E.2).

Aufgrund der vielen Substanzen im Gemisch führte die Entwicklung der Trennung zu relativ langen Läufen mit mehrstufigen Gradienten.