

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Problemstellung	1
1.1	Stand der Wissenschaft	1
1.1.1	Transport durch oberflächenmodifizierte Materialien	2
1.1.2	Enantioselektive Oberflächen.....	4
1.2	Zielstellung und Chronologie der Arbeit	6
2	Theoretische Grundlagen.....	15
2.1	Trennung von Gasgemischen an porösen Festkörpern	15
2.1.1	Adsorption.....	15
2.1.2	Stofftransport.....	18
2.1.2.1	Molekulare Diffusion	20
2.1.2.2	Knudsen-Diffusion.....	21
2.1.2.3	Viskoser Fluss	22
2.1.2.4	Oberflächendiffusion	23
2.1.2.5	Diffusion in Mikroporen	25
2.1.2.6	Stofftransportmodelle durch Kombination mehrerer Mechanismen.....	27
2.1.2.7	Selektivitäten	29
2.1.3	Fazit	30
2.2	Poröse Gläser.....	35
2.2.1	Herstellung und strukturelle Eigenschaften.....	36
2.2.2	Modifikation der Oberflächeneigenschaften	40
2.2.2.1	Thermische Behandlung.....	41
2.2.2.2	Modifikation mit siliziumorganischen Verbindungen	43
2.2.2.3	Weitere Arten der Oberflächenmodifikation.....	45
2.2.3	Verwendung.....	46
2.2.4	Fazit	47

3	Übersicht der gewählten Modellsysteme	55
3.1	Membrangestützte Trennung zweier Gase gleichen Molekulargewichtes (Modellsystem 1)	55
3.2	Chromatographische Trennung eines Racemates enantiomerer Anästhetika (Modellsystem 2).....	57
3.3	Fazit	61
4	Membrangestützte Trennung zweier Gase gleichen Molekulargewichtes..	65
4.1	Herstellung und Charakterisierung der verwendeten porösen Glasmembranen.....	65
4.1.1	Herstellung und Oberflächenmodifikation	65
4.1.2	Charakterisierung	66
4.1.2.1	Stickstoff-Tieftemperatur-Adsorption.....	66
4.1.2.2	Thermogravimetrie / Differenzkalorimetrie	68
4.1.2.3	Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS).....	71
4.1.2.4	Elementaranalyse	72
4.1.3	Adsorptionsmessungen.....	73
4.1.4	Stofftransportmessungen.....	73
4.1.4.1	Einzelgasdiffusion.....	74
4.1.4.2	Diffusion binärer Gasmischungen	75
4.1.5	Fazit	76
4.2	Einfluss der Oberflächenmodifikationen auf die Stofftransporteigenschaften der porösen Glasmembranen	78
4.2.1	Charakterisierung der Membranen	78
4.2.1.1	Stickstoff-Tieftemperatur-Adsorption.....	78
4.2.1.2	Thermogravimetrie / Differenzkalorimetrie	83
4.2.1.3	Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS).....	84
4.2.1.4	Elementaranalyse	86
4.2.2	Adsorptionsgleichgewichtsmessungen.....	88
4.2.3	Stofftransportmessungen.....	98
4.2.4	Fazit	110

5	Chromatographische Trennung eines Racemates.....	117
5.1	Herstellung und Charakterisierung oberflächenmodifizierter poröser Gläser zur Trennung eines Racemates	117
5.1.1	Herstellung der Glaspartikel.....	117
5.1.2	Synthese und Immobilisierung des Cyclodextrin-Selektors.....	118
5.1.3	Packung der Säulen.....	119
5.1.4	Charakterisierung	120
5.1.4.1	Stickstoff-Tieftemperatur-Adsorption.....	120
5.1.4.2	Thermogravimetrie / Differenzkalorimetrie	121
5.1.4.3	Elementaranalyse	121
5.1.4.4	Partikelgrößenverteilung.....	122
5.1.5	Chromatographische Trennung.....	123
5.1.6	Fazit	123
5.2	Einfluss der Oberflächenmodifikationen auf die enantioselektiven Trenneigenschaften der porösen Gläser	125
5.2.1	Charakterisierung der Glaspartikel	125
5.2.1.1	Stickstoff-Tieftemperatur-Adsorption.....	125
5.2.1.2	Thermogravimetrie / Differenzkalorimetrie	127
5.2.1.3	Elementaranalyse	128
5.2.1.4	Partikelgrößenverteilung.....	129
5.2.2	Chromatographische Trennung von Desfluran	130
5.2.3	Fazit	133
6	Zusammenfassung und Perspektiven.....	137
6.1	Übersicht der Ergebnisse	138
6.1.1	Membrangestützte Trennung zweier Gase gleichen Molekulargewichtes (Modellsystem 1).....	139
6.1.2	Chromatographische Trennung eines Racemates (Modellsystem 2)	140
6.2	Beantwortung der Ausgangsfragen.....	141
6.3	Ausblick	144

7 Anhang	147
7.1 Methoden der Charakterisierung.....	147
7.1.1 Stickstoff-Tieftemperatur-Adsorption.....	147
7.1.2 Adsorptionsmessungen.....	148
7.2 Darstellung und Immobilisierung der Cyclodextrinderivate	152
7.2.1 Mono(6-Toluolsulfonyl)- γ -Cyclodextrin	152
7.2.2 Mono(6-azido-6-deoxy)- γ -Cyclodextrin.....	153
7.2.3 Heptakis(2,6-di-O-pentyl)mono(6-azido-6-deoxy-2-O-n-pentyl)- γ -Cyclodextrin	153
7.2.4 Heptakis(3-O-butyryl-2,6-di-O-pentyl)mono(6-azido-6-deoxy-3-O-butyryl-2-O-n-pentyl)- γ -Cyclodextrin	154
7.2.5 Immobilisierung von Heptakis(3-O-butyryl-2,6-di-O-pentyl)mono(6-azido-6-deoxy-3-O-butyryl-2-O-n-pentyl)- γ -Cyclodextrin auf porösem Glas.....	155