



dandelion.com

R. J. Gritter J. M. Boscov
A. E. Schwarting

© 2008 AGI-Information Management Consultants
May be used for personal purposes only or by
libraries associated to dandelion.com network.

Einführung in die Chromatographie

Übersetzt aus dem Amerikanischen von
A. Groß und M. Czok

Mit 101 Abbildungen

Springer-Verlag
Berlin Heidelberg New York
London Paris Tokyo

Inhaltsverzeichnis

<i>Kapitel 1: Einleitung und theoretische Grundlagen</i>	1
1 Einführung	1
2 Erläuterung der verwendeten Begriffe	5
3 Flüssigkeits-Chromatographie	5
3.1 Dünnschicht- (DC) und Papier-Chromatographie (PC)	6
3.2 Säulen-Chromatographie	9
3.3 Hochleistungs-Flüssigkeits-Chromatographie (HPLC)	11
4 Gas-Chromatographie (GC)	14
5 Zielsetzung der Chromatographie	15
5.1 Qualitative Anwendungen	15
5.2 Quantitative Anwendungen	18
5.3 Präparative Anwendungen	19
6 Theoretische Grundlagen	20
6.1 Die statische Verteilung	20
6.2 Modell der diskontinuierlichen Verteilung	21
6.3 Theoretisches Modell der Chromatogramme	26
6.4 Die Gleichgewichtseinstellung und das Problem der Diffusion	34

VIII Inhaltsverzeichnis

<i>Kapitel 2: Gas-Chromatographie</i>	37
1 Einführung	37
2 Hinweise zur Bedienung	39
3 Auswahl des Trennsystems	45
3.1 Das Trägergas	47
3.2 Der Detektor	49
3.3 Die flüssige stationäre Phase	50
4 Das System	52
4.1 Die Säulentemperatur	52
4.2 Das Trägergas	56
4.3 Probenaufgabe und Gasstromteilung (Splitdosierung)	59
4.4 Probenvorbereitung und Injektion	62
4.5 Säulen	65
4.6 Detektoren	72
4.7 Signalverarbeitung	75
5 Spezielle Verfahren	79
5.1 Fraktionensammler	79
5.2 Präparative GC	80
5.3 Mehrdimensionale GC	81
5.4 Recycle GC	81
5.5 Pyrolyse GC	81
5.6 Gas-Chromatographie/Massenspektrometrie	82
5.7 Gas-Chromatographie/Infrarotspektroskopie	84
6 Optimierung der Trennung	84
6.1 Hauptparameter	84
6.2 Meßgrößen einer Trennung	85
6.3 Optimierung einer gaschromatographischen Trennung	86

<i>Kapitel 3: Die Wahl des Phasensystems in der Flüssigkeits-Chromatographie</i>	87
1 Einführung	87
2 Polarität	88
3 Flüssig-Fest oder Flüssig-Flüssig?	91
4 Flüssig-Fest-Chromatographie	94
4.1 Trennprinzip	94
4.2 Praktische Durchführung - LSC	96
5 Flüssig-Flüssig-Chromatographie	98
5.1 Trennprinzip	98
5.2 Praktische Durchführung - LLC	99
6 Andere Gesichtspunkte bei der Auswahl eines LC-Systems	100
7 Die Wahl der speziellen Trennbedingungen	100
7.1 Vorversuche für die Adsorptions-Chromatographie .	102
7.2 Vorversuche für die Verteilungs-Chromatographie .	107
 <i>Kapitel 4: Dünnschicht- und Papier-Chromatographie . .</i>	111
1 Einführung	111
2 Chromatographie auf Objektträgern	113
2.1 Sorptionsmittel und Zusätze	114
2.2 Herstellung der Beschichtung	116
2.3 Auftragen der Probe	119
2.4 Die Wahl des Laufmittels	120
2.5 Entwicklung von Objektträger-Platten	120
2.6 Sichtbarmachen der Proben auf Objektträger-Platten	121
2.7 Dokumentation	121

X Inhaltsverzeichnis

3	DC auf Standardplatten	122
3.1	Sorptionsmittel	123
3.2	Beschichten von Dünnschichtplatten	125
3.3	Probenvorbereitung und Auftragen	129
3.4	Die Wahl des Laufmittels	131
3.5	Entwicklungstechniken	131
3.6	Mehrfachentwicklung	134
3.7	Nachweisreaktionen	140
3.8	Dokumentation dünn-schichtchromatographischer Ergebnisse	142
4	Präparative Methoden	143
4.1	Ausrüstung	143
4.2	Entwicklung	150
4.3	Nachweis der Probekomponenten	151
4.4	Isolierung der Probe	151
4.5	Ein wichtiges Wort der Warnung	152
5	Quantitative DC	152
5.1	Quantitative Bestimmung auf der Schicht	155
5.2	Quantitative Bestimmung nach Elution	158
5.3	Andere Methoden	161
6	Fehlersuche in der DC	161
7	Hochleistungs-Dünnschicht-Chromatographie	161
8	Papier-Chromatographie	163
 <i>Kapitel 5: Säulen-Chromatographie</i>		 167
1	Einführung	167
2	Klassische Flüssig-Fest-Säulen-Chromatographie	170
2.1	Säulen	170
2.2	Probegröße	172
2.3	Das Sorptionsmittel	172
2.4	Die Wahl des Elutionsmittels	177

2.5 Packen der Säule	181
2.6 Aufgeben der Probe	182
2.7 Entwicklung des Chromatogramms	183
2.8 Detektion der getrennten Substanzen	185
2.9 Isolierung der Produkte	187
 3 Kombinationen Säulen-Chromatographie - HPLC .	188
3.1 Trockensäulen-Chromatographie	188
3.2 Flash-Chromatographie	189
3.3 Mitteldruck-Flüssigkeits-Chromatographie	191
 <i>Kapitel 6: Hochleistungs-Flüssigkeits-Chromatographie (HPLC)</i>	195
1 Einführung	195
2 Bedienungshinweise	198
3 Auswahl des Trennsystems	203
3.1 Der Detektor	204
3.2 Auswahl der stationären Phase	206
3.3 Wahl der mobilen Phase	214
4 Das System	229
4.1 Das Eluentenversorgungssystem	230
4.2 Probenvorbereitung	233
4.3 Injektionssysteme	234
4.4 Säulen und Packungsmaterialien	236
4.5 Detektoren	238
4.6 Datenverarbeitung	238
4.7 Fraktionensammler	239
5 Spezielle Arbeitstechniken	240
5.1 Recycle Chromatographie	240
5.2 Fraktionierung und Schnitttechniken	240
5.3 Mehrdimensionale HPLC	240
5.4 HPLC/Massenspektrometrie	241
5.5 HPLC/Infrarotspektroskopie	242

XII Inhaltsverzeichnis

5.6 Quantitative HPLC	242
5.7 Präparative HPLC	243
6 Polymercharakterisierung	244
<i>Verzeichnis der verwendeten Symbole</i>	251
<i>Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen</i>	253
<i>Verzeichnis der Fachausdrücke</i>	255
<i>Anschriftenverzeichnis der Hersteller- und Vertriebsfirmen</i>	265
<i>Literatur (deutschsprachige Bücher)</i>	267
<i>Sachverzeichnis</i>	269