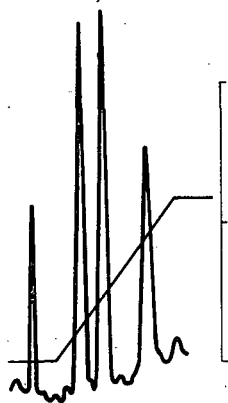


Günther Eppert



# **EINFÜHRUNG IN DIE SCHNELLE FLÜSSIG- CHROMATOGRAPHIE**

2., neubearbeitete Auflage



Friedr. Vieweg & Sohn  
Braunschweig / Wiesbaden

# Inhalt

|          |   |    |
|----------|---|----|
| 1.       | Einführung . . . . .  | 9  |
| 2.       | Allgemeine theoretische Grundlagen . . . . .  | 13 |
| 2.1.     | Prinzip der Flüssigchromatographie, Definition und Grundbegriffe . . . . .            | 13 |
| 2.2.     | Die Verteilungskonstante . . . . .  | 17 |
| 2.3.     | Diffusion, GAUSS-Verteilung . . . . .   | 23 |
| 2.4.     | Die Peakdispersion . . . . .  | 27 |
| 2.4.1.   | Dispersion außerhalb der Trennsäule . . . . .   | 28 |
| 2.4.1.1. | Mischphänomene in Rohren . . . . .  | 29 |
| 2.4.1.2. | Dispersion der Signalgewinnung . . . . .  | 31 |
| 2.4.2.   | Dispersion der Trennung . . . . .   | 33 |
| 2.4.2.1. | Die theoretische Trennstufenhöhe . . . . .  | 33 |
| 2.4.2.2. | Die $H_T(u)$ -Funktion . . . . .  | 37 |
| 2.5.     | Die Parameter des Chromatogramms . . . . .  | 43 |
| 2.6.     | Reduzierte Größen . . . . .   | 52 |
| 2.7.     | Der Strömungswiderstand der Trennsäule . . . . .                                      | 54 |
| 2.8.     | Temperaturgradienten innerhalb der Trennsäule . . . . .                               | 57 |
| 2.9.     | Anwendung statistischer Momente . . . . .   | 58 |
| 2.10.    | Englumige und sehr kurze Trennsäulen . . . . .  | 60 |
| 3.       | Der chromatographische Träger . . . . .   | 64 |
| 3.1.     | Allgemeines . . . . .   | 64 |
| 3.2.     | Silikagel . . . . .   | 69 |
| 3.3.     | Träger mit chemisch gebundenen Wirkphasen . . . . .                                   | 73 |
| 3.3.1.   | Übersicht . . . . .   | 73 |
| 3.3.2.   | Herstellung und Eigenschaften von Trägern mit Si—C-Bindungen . . . . .                | 74 |
| 3.4.     | Methoden zur Charakterisierung und Fraktionierung (Klassierung) von Trägern . . . . . | 80 |
| 3.4.1.   | Charakterisierung . . . . .   | 80 |
| 3.4.1.1. | Korngerüst . . . . .  | 80 |
| 3.4.1.2. | Korngrößenverteilung . . . . .  | 82 |
| 3.4.2.   | Fraktionierverfahren . . . . .  | 83 |
| 4.       | Die Trennsäule . . . . .  | 83 |

|          |   |     |
|----------|---|-----|
| 4.1.     | Allgemeine Anforderungen . . . . .  | 83  |
| 4.2.     | Konventionelle Säulen und PMB-Säulen . . . . .                              | 84  |
| 4.3.     | Mikro- und Kapillarsäulen . . . . .   | 86  |
| 4.4.     | Die Trennsäulenpackung . . . . .  | 90  |
| 4.5.     | Fülltechniken . . . . .   | 93  |
| 4.6.     | Qualitätskriterien für Trennsäulen . . . . .                                | 96  |
| 4.7.     | Säulenschalten . . . . .  | 97  |
| 5.       | Das Elutionsmittel . . . . .  | 101 |
| 5.1.     | Allgemeines . . . . .   | 101 |
| 5.2.     | Elutrope Serien . . . . .   | 107 |
| 5.2.1.   | Der SNYDERSche Polaritätsindex . . . . .                                    | 107 |
| 5.2.2.   | Der HILDEBRANDSche Löslichkeitsparameter . . . . .                          | 111 |
| 5.2.3.   | Der Lösungsmittelstärkeparameter $\epsilon^0$ . . . . .                     | 112 |
| 6.       | Fixphasen- und Ionentauschchromatographie . . . . .                         | 114 |
| 6.1.     | Bedeutung . . . . .   | 114 |
| 6.2.     | Normalphasenchromatographie . . . . .                                       | 114 |
| 6.3.     | Umkehrphasenchromatographie . . . . .                                       | 116 |
| 6.4.     | Chromatographie ionogener Verbindungen an RP-Trägern . . . . .              | 122 |
| 6.4.1.   | Trennungen mittels Ionenunterdrückung . . . . .                             | 122 |
| 6.4.2.   | Trennungen mittels Ionenwechselwirkung (Ionenpaarchromatographie) . . . . . | 125 |
| 6.5.     | Chromatographie ionogener Verbindungen durch Ionentausch . . . . .          | 128 |
| 6.5.1.   | Besonderheiten von Ionentauschern als Kompaktphase . . . . .                | 128 |
| 6.5.2.   | Trennung organischer Ionen . . . . .  | 130 |
| 6.5.3.   | Trennung anorganischer Ionen . . . . .                                      | 130 |
| 7.       | Apparative Hilfsmittel . . . . .  | 139 |
| 7.1.     | Druckerzeugung . . . . .  | 139 |
| 7.1.1.   | Oszillierende Verdrängerpumpen . . . . .                                    | 140 |
| 7.1.2.   | Langhubkolbenpumpen (Spritzentyp) . . . . .                                 | 142 |
| 7.2.     | Der Hochdruck-Flüssigchromatograph . . . . .                                | 144 |
| 7.3.     | Detektoren . . . . .  | 146 |
| 7.3.1.   | Klassifizierung und Charakterisierung . . . . .                             | 146 |
| 7.3.2.   | Kommerzielle Detektoren . . . . .   | 148 |
| 7.3.3.   | Konventionelle UV-Detektoren . . . . .                                      | 153 |
| 7.3.4.   | Der Photodioden-Multikanal-detektor . . . . .                               | 155 |
| 7.3.5.   | Differentialrefraktometer . . . . .   | 158 |
| 7.3.5.1. | Reflexionsprinzip . . . . .   | 159 |
| 7.3.5.2. | Deflexionsprinzip . . . . .   | 161 |
| 8.       | Programmierte Elution . . . . .   | 163 |
| 8.1.     | Programmierungsmethoden . . . . .   | 163 |
| 8.2.     | Lösungsmittelprogrammierung . . . . .                                       | 164 |
| 8.2.1.   | Allgemeines . . . . .   | 164 |
| 8.2.2.   | Klassifizierung . . . . .   | 165 |

|        |  |     |
|--------|--|-----|
| 9.     | Analytische Chromatographie . . . . .  | 169 |
| 9.1.   | Vorbereitung zur Analyse . . . . .   | 169 |
| 9.2.   | Optimierung der Trennung . . . . .   | 169 |
| 9.3.   | Qualitative Auswertung . . . . .   | 172 |
| 9.3.1. | Peakcharakterisierung . . . . .  | 172 |
| 9.3.2. | Peakidentifizierung . . . . .  | 173 |
| 9.4.   | Quantitative Auswertung . . . . .  | 173 |
| 9.4.1. | Automatisierte Methoden . . . . .  | 173 |
| 9.4.2. | Manuelle Peakflächenermittlung . . . . .   | 175 |
| 9.4.3. | Berechnungs- und Eichmethoden . . . . .  | 177 |
| 9.4.4. | Analysenfehler . . . . .   | 179 |
| 10.    | Die Dünnschichtchromatographie als Pilottechnik der Säulen-<br>chromatographie . . . . . | 181 |
| 11.    | Literatur . . . . .  | 185 |
| 12.    | Symbol- und Abkürzungsverzeichnis . . . . .  | 190 |
| 13.    | Sachregister . . . . .   | 195 |