

3212-0739

*Georg Schwedt und Carla Vogt*

# Analytische Trennmethode



WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA

# Inhaltsverzeichnis

**Vorwort** IX

**1 Einführung** 1

- 1.1 Entwicklungen von den klassischen zu den instrumentellen Trennmethode n 1
- 1.2 Systematik und Definitionen 12
  - Literatur 15
  - Weiterführende Literatur 15

**2 Theoretische Grundlagen** 17

- 2.1 Allgemeine Theorien und Kenngrößen 17
  - 2.1.1 Kinetische Theorie 17
  - 2.1.2 Theoretisches Trennstufenmodell 21
  - 2.1.3 Die van-Deemter-Gleichung:  $H = f(u)$  27
  - 2.1.4 Spezielle chromatographische Kenngrößen 29
- 2.2 Trennmechanismen – Prinzipien und Übersicht 33
  - 2.2.1 Adsorption 33
  - 2.2.2 Ionenaustausch und Ionenausschluss 35
  - 2.2.3 Flüssig-flüssig-Verteilung 36
  - 2.2.4 Reversed-phase-Mechanismen 41
  - 2.2.5 Gelpermeation 43
  - 2.2.6 Bioaffinität und Enantiomeren-Trennprinzipien 43
  - 2.2.7 Elektrophorese und Elektrosmose 45
  - Weiterführende Literatur 50

**3 Methoden und Verfahren zur Probenvorbereitung** 51

- 3.1 Einführung 51
- 3.2 Filtration 52
- 3.3 Extraktion 53
  - 3.3.1 Extraktion fester Proben 53
  - 3.3.2 Extraktion flüssiger Proben 58
  - 3.3.3 Extraktion gasförmiger Proben 66
- 3.4 Verfahren für schwierig aufzubereitende feste Proben 67

- 3.5 Direkte Kombination von Probenpräparation und Trennung 67
- 3.6 Methoden zur Erhöhung der Selektivität 67
- 3.7 Probenvorbereitung mit Derivatisierung 68  
Weiterführende Literatur 70
  
- 4 Planar- oder Dünnschichtchromatographie 71**
- 4.1 Spezielle Parameter 71
- 4.2 Stationäre Phasen 76
- 4.3 Fließmittel 78
- 4.4 Verfahren und Techniken zur Durchführung 81
- 4.5 Anwendungen – instrumentelle Entwicklungen 94  
Weiterführende Literatur 95
  
- 5 Flüssigchromatographie in Säulen (LC – HPLC) 97**
- 5.1 Gerätetechnik für die Normal- und Mitteldruck-Chromatographie 97
- 5.2 Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) 100
- 5.2.1 Pumpen 101
- 5.2.2 Gradientensysteme 104
- 5.2.3 Probenaufgabesysteme 105
- 5.2.4 Säulen 106
- 5.2.5 Stationäre Phasen 107
- 5.2.5.1 Kieselgel 108
- 5.2.5.2 Chemisch modifizierte Kieselgele 112
- 5.2.5.3 Styrol-Divinylbenzen 114
- 5.2.6 Mobile Phasen 115
- 5.2.7 Detektoren 118
- 5.3 Ausschluss- bzw. Gelpermeationschromatographie 128
- 5.3.1 Gelmaterialien 128
- 5.3.2 Anwendungen 130
- 5.4 Affinitäts- bzw. Bioaffinitätschromatographie 133
- 5.4.1 Trennprinzipien und -materialien 135
- 5.4.2 Anwendungen 137  
Literatur 141  
Weiterführende Literatur 141
  
- 6 Ionenchromatographie 143**
- 6.1 Einführung 143
- 6.2 Gerätetechnik 144
- 6.3 Ionenaustausch-Chromatographie 148
- 6.3.1 Stationäre Phasen 148
- 6.3.2 Elutionsmittel für spezielle Trennungen 154
- 6.3.3 Detektoren 164
- 6.4 Ionenausschluss-Chromatographie 166
- 6.5 Ionenpaar-Chromatographie (MPIC) 171

Literatur 178  
 Weiterführende Literatur 178

## **7 Gaschromatographie 179**

- 7.1 Einführung 179
- 7.2 Spezielle gaschromatographische Parameter 180
- 7.3 Gerätetechnik 185
  - 7.3.1 Probenaufgabesysteme 186
  - 7.3.2 Pyrolyse-Gaschromatographie 190
  - 7.3.3 Headspace-Analyse 191
  - 7.3.4 Trägergase 192
  - 7.3.5 Trennsäulen 194
  - 7.3.6 Detektoren 204
- Literatur 223
- Weiterführende Literatur 223

## **8 Chromatographie mit überkritischen Phasen 225**

- 8.1 Einführung 225
- 8.2 Überkritische Fluide 225
- 8.3 Gerätetechnik 230
  - 8.3.1 Mobile Phasen 231
  - 8.3.2 Gradiententechnik 232
  - 8.3.3 Trennsäulen 232
  - 8.3.4 Injektorsysteme 234
  - 8.3.5 Restriktoren 235
  - 8.3.6 Detektoren 236
- 8.4 Anwendungen 236
- Literatur 238
- Weiterführende Literatur 238

## **9 Elektrophoretische Trennmethode 239**

- 9.1 Einführung und Systematik 239
- 9.2 Trägerfreie und Trägerelektrophorese 240
- 9.3 Gelelektrophorese 243
  - 9.3.1 Gerätetechnik 244
- 9.4 Zonenelektrophorese 250
- 9.5 Disk-Elektrophorese 252
- 9.6 SDS-Polyacrylamidgel-Elektrophorese 254
- 9.7 Immuno-Elektrophorese 255
- 9.8 Isoelektrische Fokussierung 257
- 9.9 Hochauflösende zweidimensionale Elektrophorese 262
- 9.10 Blotting-Verfahren 264
- 9.11 Kapillarelektrophorese 268
  - 9.11.1 Trennprinzipien 268
  - 9.11.2 Zonenelektrophorese 269

9.11.3	Mizellare Elektrokinetische Kapillarchromatographie (MEKC)	272
9.11.4	Kapillargelelektrophorese	277
9.11.5	Isoelektrische Fokussierung (CIEF)	279
9.11.6	Isotachophorese (ITP)	281
9.11.7	Elektrochromatographie	282
9.11.8	Injektionsverfahren	284
9.11.9	Detektionsmethoden	285
9.11.10	Spezielle Anwendungen	287
	Literatur	289
	Weiterführende Literatur	289
<b>10</b>	<b>Feld-Fluss-Fraktionierung</b>	<b>291</b>
10.1	Einführung	291
10.2	Allgemeine Prinzipien	292
10.3	Feldversionen	300
10.4	Kanalstrukturen	303
10.5	Bandenverbreiterung	305
10.6	Allgemeine theoretische Betrachtungen	309
	Weiterführende Literatur	313