

Podstawy chromatografii i technik elektromigracyjnych / Zygryd Witkiewicz, Joanna Kałużna-Czaplińska. – wyd. 6 - 1 w PWN. – Warszawa, cop. 2017

Spis treści

| | |
|--|-----------|
| Przedmowa | 11 |
| 1. Wprowadzenie | 13 |
| 1.1. Krótka historia chromatografii | 13 |
| 1.2. Znaczenie chromatografii | 21 |
| 1.3. Istota rozdzielania chromatograficznego | 25 |
| 1.4. Rodzaje chromatografii i techniki chromatograficzne | 28 |
| Literatura uzupełniająca | 28 |
| 2. Chromatografia gazowa | 30 |
| 2.1. Aparatura do chromatografii gazowej | 30 |
| 2.2. Gazy nośne | 31 |
| 2.3. Dozowniki i urządzenia dozujące | 34 |
| 2.3.1. Ogólne zasady dozowania próbek | 34 |
| 2.3.2. Chromatografia pirolityczna | 34 |
| 2.3.3. Dozowanie do kolumn pakowanych | 35 |
| 2.3.4. Dozowanie próbek gazowych | 37 |
| 2.3.5. Dozowanie do kolumn kapilarnych | 38 |
| 2.3.6. Dozowniki automatyczne | 45 |
| 2.3.7. Uwagi ogólne dotyczące dozowania próbek do chromatografu | 46 |
| 2.4. Kolumny | 47 |
| 2.4.1. Kolumny pakowane | 47 |
| 2.4.2. Kolumny kapilarne | 49 |
| 2.4.3. Eksploatacja kolumn kapilarnych | 52 |
| 2.5. Wypełnienia kolumn | 53 |
| 2.5.1. Wprowadzenie | 53 |
| 2.5.2. Adsorbenty | 54 |
| 2.5.3. Nośniki ciekłych faz stacjonarnych | 63 |
| 2.5.4. Ciekłe fazy stacjonarne | 66 |
| 2.5.5. Fazy stacjonarne zalecane do analizy różnych związków chemicznych | 84 |
| 2.5.6. Dobór kolumny chromatograficznej | 87 |
| 2.6. Wpływ temperatury kolumny na rozdzielanie chromatograficzne | 88 |
| 2.7. Sprawność kolumn | 92 |
| 2.8. Detektory | 100 |
| 2.8.1. Wprowadzenie | 100 |
| 2.8.2. Detektor ciepłno-przewodnościowy | 102 |

| | |
|---|------------|
| 2.8.3. Detektor płomieniowo-jonizacyjny | 105 |
| 2.8.4. Detektor płomieniowo-fotometryczny | 107 |
| 2.8.5. Detektor chemiluminescencyjny siarkowy | 108 |
| 2.8.6. Detektor termojonowy | 109 |
| 2.8.7. Detektor wychwytu elektronów | 109 |
| 2.8.8. Detektor argonowy | 111 |
| 2.8.9. Detektor helowy | 112 |
| 2.8.10. Detektor fotojonizacyjny | 113 |
| 2.8.11. Detektor jonizacyjno-wyładowczy | 113 |
| 2.8.12. Detektor w zakresie nadfioletu próżniowego | 114 |
| 2.8.13. Detektor jonizacyjny z wyładowaniem przez barierę | 116 |
| 2.8.14. Detektor jonizacji elektronowej | 116 |
| 2.9. Komputery | 119 |
| 2.10. Połączenie chromatografii gazowej z innymi technikami analizy instrumentalnej | 120 |
| 2.10.1. Wprowadzenie | 120 |
| 2.10.2. Połączenie chromatografu gazowego ze spektrometrem mas | 120 |
| 2.10.3. Chromatografia gazowa sprzężona z tandemową spektrometrią mas (GC-MS/MS) | 124 |
| 2.10.4. Połączenie chromatografu gazowego ze spektrometrem ruchliwości jonów | 128 |
| 2.10.5. Połączenie chromatografu gazowego ze spektrometrem podczerwieni | 129 |
| 2.10.6. Połączenie chromatografu gazowego ze spektrometrem emisji atomowej | 130 |
| 2.10.7. Techniki łączone - ich zalety i wady | 133 |
| 2.11. Szybka chromatografia gazowa | 135 |
| 2.12. Pełna dwuwymiarowa chromatografia gazowa | 140 |
| 2.13. Wielkości retencyjne | 142 |
| 2.14. Analiza jakościowa | 148 |
| 2.15. Analiza ilościowa | 152 |
| 2.16. Wybrane przykłady analitycznych zastosowań chromatografii gazowej łączonej ze spektrometrią mas | 157 |
| Literatura uzupełniająca | 165 |
| 3. Chromatografia cieczowa | 167 |
| 3.1. Wprowadzenie | 167 |
| 3.2. Wysokosprawna chromatografia cieczowa kolumnowa | 169 |
| 3.2.1. Chromatografy cieczowe | 169 |
| 3.2.2. Pompy | 170 |
| 3.2.3. Dozowniki | 173 |
| 3.2.4. Kolumny i ich napełnianie | 174 |
| 3.2.5. Wypełnienia kolumn | 179 |
| 3.2.6. Kolumny monolityczne | 190 |
| 3.2.7. Trwałość kolumn do HPLC i zasady ich używania | 196 |

| | |
|---|------------|
| 3.2.8. Sprawność i selektywność kolumn | 197 |
| 3.2.9. Temperatura kolumny | 201 |
| 3.2.10. Fazy ruchome | 202 |
| 3.2.11. Rozdzielanie związków chiralnych | 230 |
| 3.2.12. Detektory | 232 |
| 3.2.13. Analiza jakościowa | 246 |
| 3.2.14. Analiza ilościowa | 247 |
| 3.2.15. Chromatografia jonowa | 249 |
| 3.2.16. Chromatografia wykluczania | 253 |
| 3.2.17. Chromatografia powinowactwa | 256 |
| 3.2.18. Chromatografia micelarna i mikroemulsyjna | 257 |
| 3.2.19. Chromatografia oddziaływań hydrofilowych | 259 |
| 3.2.20. Chromatografia par jonowych | 260 |
| 3.2.21. Chromatografia przeciwprądowa | 260 |
| 3.2.22. Szybka chromatografia cieczowa | 261 |
| 3.2.23. Dwuwymiarowa chromatografia cieczowa kolumnowa | 265 |
| 3.2.24. Wybrane przykłady zastosowania chromatografii cieczowej połączonej z innymi metodami analizy | 266 |
| 3.3. Chromatografia planarna | 272 |
| 3.3.1. Wprowadzenie | 272 |
| 3.3.2. Płytki do chromatografii cienkowarstwowej | 275 |
| 3.3.3. Bibuły chromatograficzne | 280 |
| 3.3.4. Sorbenty do chromatografii cienkowarstwowej | 283 |
| 3.3.5. Eluenty | 286 |
| 3.3.6. Nanoszenie próbek | 286 |
| 3.3.7. Sposoby rozwijania chromatogramów | 288 |
| 3.3.8. Komory do chromatografii cienkowarstwowej | 291 |
| 3.3.9. Chromatografia cienkowarstwowa z zastosowaniem pola elektrycznego | 296 |
| 3.3.10. Wizualizacja chromatogramów | 297 |
| 3.3.11. Dokumentacja i przechowywanie chromatogramów | 301 |
| 3.3.12. Chromatogramy planarne | 302 |
| 3.3.13. Analiza jakościowa | 303 |
| 3.3.14. Analiza ilościowa | 304 |
| 3.3.15. Połączenie chromatografii cienkowarstwowej z innymi technikami chromatograficznymi | 305 |
| 3.3.16. Normalizacja w TLC | 306 |
| 3.3.17. Zastosowanie chromatografii bibułowej do szybkiego wykrywania jonów i związków chemicznych | 307 |
| Literatura uzupełniająca | 308 |
| 4. Chromatografia nadkrytyczna | 310 |
| 4.1. Wprowadzenie | 310 |
| 4.2. Fazy ruchome | 311 |
| 4.3. Warunki chromatografowania | 316 |

| | |
|---|------------|
| 4.4. Aparatura | 320 |
| 4.4.1. Wiadomości ogólne | 320 |
| 4.4.2. Pompy | 321 |
| 4.4.3. Dozowniki | 322 |
| 4.4.4. Kolumny | 323 |
| 4.4.5. Detektory | 330 |
| 4.4.6. Restryktory | 339 |
| 4.5. Połączenie ekstrakcji nadkrytycznej i chromatografii nadkrytycznej z innymi rodzajami chromatografii | 343 |
| 4.6. Zastosowanie chromatografii nadkrytycznej | 344 |
| 4.6.1. Wiadomości ogólne | 344 |
| 4.6.2. Analiza węglowodorów i ich pochodnych | 345 |
| 4.6.3. Analiza kwasów | 348 |
| 4.6.4. Analiza leków i substancji biologicznie czynnych | 350 |
| 4.6.5. Analiza amin | 353 |
| 4.6.6. Rozdzielanie związków chiralnych | 354 |
| 4.6.7. Rozdzielanie oligomerów | 355 |
| 4.6.8. Analiza materiałów wybuchowych | 356 |
| 4.6.9. Analiza różnych związków chemicznych | 357 |
| 4.7. Wnioski | 359 |
| Literatura uzupełniająca | 360 |
| 5. Kapilarne techniki elektromigracyjne | 362 |
| 5.1. Istota kapilarnych technik elektromigracyjnych | 363 |
| 5.2. Aparatura do elektroforezy kapilarnej i zasada rozdzielania składników mieszanin | 364 |
| 5.2.1. Kapilary | 365 |
| 5.2.2. Bufory i naczynka na wlocie i wylocie kapilary | 367 |
| 5.2.3. Dozowanie próbek | 369 |
| 5.2.4. Zasilacze | 371 |
| 5.2.5. Detektory | 372 |
| 5.2.6. Kolektory frakcji | 375 |
| 5.3. Interpretacja elektroforegramów | 375 |
| 5.4. Przepływ elektroosmotyczny | 376 |
| 5.5. Odwrócony przepływ elektroosmotyczny | 378 |
| 5.6. Mechanizm rozdzielania elektroforetycznego | 379 |
| 5.7. Ruchliwość elektroforetyczna | 382 |
| 5.8. Charakterystyka rozdzielania w elektroforezie kapilarnej | 383 |
| 5.8.1. Czas rozdzielania | 383 |
| 5.8.2. Sprawność elektroforezy kapilarnej | 383 |
| 5.8.3. Selektywność | 384 |
| 5.8.4. Rozdzielczość | 384 |
| 5.9. Micelarna chromatografia elektrokinetyczna (MEKC) | 385 |
| 5.10. Kapilarna elektroforeza żelowa (CGE) | 388 |
| 5.11. Kapilarne ogniskowanie izoelektryczne (CIEF) | 389 |

| | |
|---|------------|
| 5.12. Izotachoforeza kapilarna (CUP) | 390 |
| 5.13. Elektrochromatografia kapilarna (CEC) | 391 |
| 5.14. Uwagi dotyczące opracowywania warunków i wyników analizy za pomocą elektroforezy kapilarnej | 393 |
| 5.14.1. Analiza jakościowa | 395 |
| 5.14.2. Analiza ilościowa | 396 |
| 5.15. Niektóre problemy występujące w elektroforezie kapilarnej | 397 |
| 5.16. Zastosowanie elektroforezy kapilarnej | 400 |
| 5.17. Wybrane przykłady zastosowań elektroforezy łączonej ze spektrometrią mas | 401 |
| Literatura uzupełniająca | 405 |
| 6. Przygotowanie próbek do analizy chromatograficznej | 406 |
| 6.1. Znaczenie przygotowania próbek | 406 |
| 6.2. Przygotowanie próbek gazowych | 409 |
| 6.2.1. Pobieranie próbek bez zatężania | 409 |
| 6.2.2. Adsorpcja analitów w cieczy | 410 |
| 6.2.3. Adsorpcja analitów | 411 |
| 6.3. Przygotowanie próbek ciekłych | 413 |
| 6.3.1. Ekstrakcja ciecz-ciecz | 414 |
| 6.3.2. Ekstrakcja ciecz-gaz | 416 |
| 6.3.3. Ekstrakcja ciecz-ciało stałe | 420 |
| 6.3.4. Mikroekstrakcja do fazy upakowanej | 427 |
| 6.3.5. Mikroekstrakcja do fazy stacjonarnej | 428 |
| 6.3.6. Dynamiczna ekstrakcja do fazy stacjonarnej | 433 |
| 6.3.7. Ekstrakcja kroplą rozpuszczalnika | 433 |
| 6.3.8. Ekstrakcja ruchomym elementem sorpcyjnym | 435 |
| 6.3.9. Destylacja | 436 |
| 6.4. Przygotowanie próbek stałych | 437 |
| 6.4.1. Ekstrakcja gazami i rozpuszczalnikami | 437 |
| 6.4.2. Ekstrakcja nadkrytyczna | 439 |
| 6.5. Przeprowadzanie analitów w pochodne | 441 |
| Literatura uzupełniająca | 444 |
| Stosowane akronimy | 445 |
| Skorowidz | 450 |