

SPIS TREŚCI

Przedmowa	9
1. Wprowadzenie	11
1.1. Historia chromatografii cieczowej	11
1.2. Znaczenie chromatografii cieczowej	17
1.3. Istota rozdzielania chromatograficznego	19
1.4. Klasyfikacja układów chromatografii cieczowej	22
1.5. Podstawowe wielkości retencyjne i termodynamiczne	24
2. Chromatografia cieczowa kolumnowa	29
2.1. Aparatura do chromatografii cieczowej kolumnowej	29
2.2. Pompy chromatograficzne	32
2.2.1. Rodzaje i charakterystyka pomp chromatograficznych	32
2.2.2. Problemy związane z pracą pomp	34
2.3. Dozowniki próbek	35
2.3.1. Dozowanie ręczne	36
2.3.2. Dozowanie automatyczne	37
2.4. Fazy ruchome	37
2.4.1. Właściwości faz ruchomych	37
2.4.2. Faza ruchoma a matryca próbki	44
2.4.3. Eluenty izoeluotropowe	44
2.4.4. Dobór składu fazy ruchomej	46
2.4.5. Problemy związane z fazą ruchomą	56
2.4.6. Oszczędzanie faz ruchomych	58
2.5. Kolumny i fazy stacjonarne	59
2.5.1. Kolumny tradycyjne	60
2.5.2. Kolumny monolityczne	64
2.5.3. Kolumny matrycowe	68
2.5.4. Fazy stacjonarne	71
2.5.5. Wskazówki dotyczące eksploatacji kolumn	82

2.6.	Sposoby prowadzenia procesu chromatograficznego w kolumnowej chromatografii cieczonej	85
2.6.1.	Chromatografia w normalnym i odwróconym układzie faz	85
2.6.2.	Mechanizm retencji w normalnym układzie faz	89
2.6.3.	Mechanizm retencji w odwróconym układzie faz	91
2.6.4.	Elucja izokratyczna i elucja gradientowa	93
2.7.	Rozdzielczość kolumn chromatograficznych	95
2.7.1.	Parametry wpływające na proces rozdzielania	95
2.7.2.	Pojęcie półki teoretycznej	97
2.7.3.	Rozdzielczość kolumny w funkcji parametrów charakteryzujących selektywność i sprawność rozdzielania	104
2.7.4.	Wpływ temperatury na rozdzielanie chromatografowanych substancji	106
2.8.	Techniki kolumnowej chromatografii cieczonej	107
2.8.1.	Chromatografia jonowa	109
2.8.2.	Chromatografia wykluczania	114
2.8.3.	Chromatografia powinowactwa	119
2.8.4.	Chromatografia micelarna i mikroemulsyjna	121
2.8.5.	Chromatografia oddziaływań hydrofilowych	123
2.8.6.	Chromatografia oddziaływań hydrofobowych	127
2.8.7.	Chromatografia par jonowych	128
2.8.8.	Chromatografia przeciwprądowa	129
2.9.	Detektory	131
2.9.1.	Klasyfikacja detektorów	132
2.9.2.	Ogólna charakterystyka detektorów	132
2.9.3.	Charakterystyka detektorów używanych w kolumnowej chromatografii cieczonej ..	134
2.9.4.	Detektor fotometryczny absorpcji w świetle widzialnym i nadfiolecie (UV-VIS)	136
2.9.5.	Detektor fluorescencyjny	138
2.9.6.	Detektor refraktometryczny	139
2.9.7.	Detektory elektrochemiczne	141
2.9.8.	Detektor konduktometryczny	141
2.9.9.	Detektor aerosolowy promieniowania rozproszonego	142
2.9.10.	Spektrometr mas	145
2.9.11.	Spektrometr magnetycznego rezonansu jądrowego	150
2.9.12.	Inne detektory	150
2.9.13.	Problemy związane z detektorami	152
2.10.	Analiza jakościowa	153
2.11.	Analiza ilościowa	156
2.11.1.	Metoda kalibracji bezwzględnej (wzorca zewnętrznego)	159
2.11.2.	Metoda normalizacji wewnętrznej	161
2.11.3.	Metoda wzorca wewnętrzного	162
2.11.4.	Metoda dodatku substancji oznaczanej	164
2.11.5.	Problemy w analizie ilościowej	165
2.11.6.	Proteomika ilościowa	166
2.12.	Szybka chromatografia cieczowa kolumnowa	167

2.13. Techniki wielowymiarowe w chromatografii cieczowej kolumnowej	170
2.13.1. Chromatografia dwuwymiarowa	171
2.13.2. Tandemowa chromatografia cieczowa kolumnowa	175
2.14. Chromatografia cieczowa kolumnowa łączona z innymi technikami analitycznymi	176
2.14.1. Połączenie chromatografu cieczowego ze spektrometrią mas wysokiej rozdzielczości	176
2.14.2. Chromatografia cieczowa łączona z magnetycznym rezonansem jądrowym	178
2.15. Szczególne zastosowania kolumnowej chromatografii cieczowej	179
2.15.1. Biochromatografia	180
2.15.2. Chromatografia związków chiralnych	183
2.15.3. Szybka chromatografia preparatywna	186
3. Chromatografia cienkowarstwowa	187
3.1. Wprowadzenie	187
3.1.1. Historia TLC – ważniejsze etapy rozwoju	187
3.2. Analiza za pomocą chromatografii planarnej	188
3.3. Płytki do chromatografii cienkowarstwowej	191
3.3.1. Samodzielna preparatyka płytek chromatograficznych	195
3.4. Fazy stacjonarne do chromatografii cienkowarstwowej	196
3.5. Eluenty (fazy ruchome)	200
3.6. Nanoszenie próbek na płytki chromatograficzne	200
3.7. Sposoby rozwijania chromatogramów	203
3.7.1. Rozwijanie liniowe	204
3.7.2. Rozwijanie odśrodkowe (cyrkularne)	204
3.7.3. Rozwijanie dośrodkowe (antycyrkulacyjne)	205
3.7.4. Mechanizm rozwijania chromatogramów	205
3.7.5. Rozwijanie jednokrotne i wielokrotne	207
3.8. Komory do chromatografii cienkowarstwowej	209
3.9. Chromatografia cienkowarstwowa z wymuszonym przepływem fazy ruchomej	212
3.9.1. Rotacyjna chromatografia planarna	212
3.9.2. Ciśnieniowa chromatografia cienkowarstwowa	213
3.9.3. Elektrochromatografia planarna	215
3.10. Detekcja i dokumentacja chromatogramów	215
3.10.1. Fizyczne metody detekcji	216
3.10.2. Chemiczne metody detekcji	220
3.10.3. Biologiczne metody detekcji	223
3.11. Sprzężenie TLC ze spektralnymi metodami detekcji	227
3.11.1. Sprzężenie TLC z detektorem płomieniowo-jonizacyjnym i/lub detektorem płomieniowo-fotometrycznym (TLC-FID/TLC-(FID-FPD))	227
3.11.2. Sprzężenie TLC z MS	228
3.12. Chromatogramy planarne	229
3.12.1. Analiza jakościowa	230
3.12.2. Analiza ilościowa	232
3.13. Normalizacja w TLC	232

4. Przygotowanie próbek do analizy	237
4.1. Znaczenie i zasady przygotowania próbek do analizy	237
4.2. Przygotowanie próbek ciekłych	239
4.2.1. Ekstrakcja ciecz–ciecz	240
4.2.2. Ekstrakcja do ciała stałego	243
4.2.3. Mikroekstrakcja do fazy upakowanej	247
4.2.4. Mikroekstrakcja do fazy stacjonarnej	249
4.2.5. Mikroekstrakcja do kropli rozpuszczalnika	251
4.2.6. Ekstrakcja ruchomym elementem sorpcyjnym	252
4.2.7. Destylacja	254
4.3. Przygotowanie próbek stałych	254
4.3.1. Ekstrakcja rozpuszczalnikami	254
4.3.2. Ekstrakcja rozpuszczalnikami pod zwiększonym ciśnieniem	256
4.3.3. Ekstrakcja nadkrytyczna	257
4.3.4. QuEChERS	259
4.4. Derywatyżacja	260
4.5. Przygotowanie próbek biologicznych do analizy	261
4.5.1. Przygotowanie próbek do analizy kwasów nukleinowych w genomice	262
4.5.2. Przygotowanie próbek do analizy białek w proteomice	263
4.5.3. Przygotowanie próbek do analizy leków i ich metabolitów oraz biomarkerów w organizmach żywych	264
Indeks	267