

Obsah

	PŘEDMLUVA	10
1	ÚVOD	13
1.1	Charakteristika a rozdělení separačních metod	15
1.2	Termodynamika a účinnost separace	17
1.3	Separací metody založené na fázových rovnováhách	18
1.3.1	Destilace	18
1.3.2	Separace na molekulových sítích	21
1.3.3	Ostatní metody založené na fázových rovnováhách	22
1.4	Metody založené na rozdílech v rychlosti migrace	23
1.4.1	Separace přes polopropustnou membránu	23
1.4.2	Separace v silovém poli	24
2	EXTRAKCE	27
2.1	Interakce rozpuštěné látky s rozpouštědlem a jeho volba. Distribuční rovnováha	27
2.2	Extrakce tuhé látky kapalinou	30
2.3	Extrakce z kapaliny do kapaliny	31
2.3.1	Extrakce organických látek	31
2.3.2	Extrakce anorganických látek	32
2.3.2.1	Extrakce kovových chelátů	32
2.3.2.2	Extrakce iontových asociátů	37
2.4	Volba podmínek extrakce pro dělení	39
2.5	Praktické provedení extrakce	41
3	ZÁKLADY CHROMATOGRRAFIE	44
3.1	Základní principy chromatografického procesu	45
3.1.1	Základní pojmy a definice	47
3.2	Principy separace	48
3.2.1	Adsorpční chromatografie	49
3.2.2	Plynová rozdělovací (partiční) chromatografie	51
3.2.3	Kapalinová rozdělovací (partiční) chromatografie	53
3.2.4	Gelová permeační chromatografie	54
3.2.5	Iontově výměnná chromatografie	56
3.2.6	Afinitní chromatografie	57
3.3	Kinetická teorie chromatografického procesu	58
3.3.1	Teorie chromatografického patra	58
3.3.2	Tvar eluční křivky	60
3.3.3	Počet teoretických pater a výškový ekvivalent teoretického patra	61
3.3.4	Rovnice van Deemterova a Giddingsova	63
3.3.5	Rozlišení	69
3.4	Separací proces a jeho ovlivnění	71

3.4.1	Termodynamický aspekt separačního procesu	72
3.4.2	Kinetický aspekt separačního procesu	74
3.4.3	Kapacita chromatografického systému	75
4	DETEKCE, MOŽNOSTI JEJÍHO ZLEPŠENÍ, ZPRACOVÁNÍ SIGNÁLU A VYHODNOCOVÁNÍ VÝSLEDKŮ	77
4.1	Detekční systémy	77
4.1.1	Odezva detektoru	78
4.1.2	Citlivost, šum a minimální detegovatelné množství	80
4.1.3	Záznamové a vyhodnocovací zařízení	81
4.2	Kvalitativní analýza	83
4.3	Kvantitativní analýza	86
4.3.1	Měření plochy píku	86
4.3.2	Určení obsahu složky v analyzovaném vzorku	87
4.3.3	Přesnost a správnost analýz	90
4.4	Derivatizace, reakční chromatografie	91
4.4.1	Derivatizační techniky	93
4.4.2	Derivatizace v plynové chromatografii	93
4.4.2.1	Významnější derivatizační reakce využívané při plynové chromatografické analýze	94
4.4.3	Derivatizace a reakční chromatografie v HPLC	96
4.4.3.1	Teorie toku mobilní fáze derivatizačním mikroreaktorem	100
4.4.3.2	Významnější derivatizační činidla a reakce využívané v kapalinové chromatografii	102
5	OPTIMALIZACE PODMÍNEK PRO CHROMATOGRFICKOU ANALÝZU	106
5.1	Cíle optimalizace a způsoby hledání optimálních parametrů	106
5.2	Kritéria separace	107
5.3	Nejdůležitější optimalizační postupy	109
5.3.1	Postupná optimalizace podmínek separace simplexovou metodou	109
5.3.2	Metoda okénkových diagramů	110
5.3.3	Současná optimalizace většího počtu experimentálních parametrů	111
5.3.4	Teoretické (deterministické) metody	113
5.4	Matematické rozlišení vzájemně se překrývajících píků	113
6	PLYNOVÁ CHROMATOGRFIE	116
6.1	Teoretické základy plynové chromatografie	116
6.1.1	Proudění plynu chromatografickou kolonou	117
6.1.1.1	Tok plynu kapilární kolonou	117
6.1.1.2	Tok plynu v kolonách s pórovitou náplní	118
6.1.1.3	Základní vztahy pro tok plynu chromatografickou kolonou při izotermické analýze	119
6.1.1.4	Základní vztahy pro tok plynu chromatografickou kolonou při programované teplotě s lineárním gradientem	122
6.1.2	Látková bilance solutu v chromatografické koloně	123
6.1.3	Eluční charakteristiky	123
6.1.3.1	Eluční charakteristiky naměřené za izotermických podmínek	124
6.1.3.2	Eluční charakteristiky při programované teplotě	125
6.1.4	Termodynamické základy plynové chromatografie	126
6.1.4.1	Chromatografie plyn–kapalina	126
6.1.4.2	Chromatografie plyn–adsorbent	130
6.1.5	Rozmývání zóny solutu v plynové chromatografii	131
6.1.5.1	Rozmývání zón v kolonách s náplní při izotermické analýze	132
6.1.5.2	Rozmývání zón v kapilárních kolonách při izotermické analýze	133

6.1.5.3	Rozmývání zóny solutu při programované teplotě	133
6.2	Základní části plynového chromatografu	134
6.2.1	Nosný plyn	135
6.2.2	Regulace tlaku a průtoku nosného plynu	137
6.2.3	Dávkovací systémy	138
6.3	Chromatografické kolony	140
6.3.1	Adsorbenty	142
6.3.2	Stacionární kapaliny	142
6.3.2.1	Klasifikace stacionárních kapalin	143
6.3.2.2	Selektivita stacionárních kapalin	144
6.3.2.3	Polarita stacionárních kapalin	144
6.3.3	Nosiče stacionární kapaliny	146
6.3.4	Příprava náplňových kolon	148
6.3.5	Příprava kapilárních kolon	148
6.3.5.1	Příprava kapilárních kolon typu WCOT	148
6.3.5.2	Příprava kapilárních kolon s pórovitou vrstvou	149
6.4	Termostaty	150
6.5	Detektory	151
6.5.1	Tepelně vodivostní detektor (TCD)	151
6.5.2	Ionizační detektory	153
6.5.2.1	Plamenový ionizační detektor (FID)	154
6.5.2.2	Termoionizační detektor (TID, AFID)	157
6.5.2.3	Detektor elektronového záchytu (ECD)	159
6.5.2.4	Heliový a argonový detektor (HeD, ArD)	161
6.5.3	Selektivní detektory	161
6.6	Zpracování signálu detektoru	162
6.7	Kvalitativní analýza	163
6.7.1	Využití elučních dat k identifikaci složek ve vzorku	163
6.7.1.1	Izotermická analýza	165
6.7.1.2	Analýza s programovanou teplotou	168
6.7.2	Charakteristika složek ve vzorku selektivními detektory	168
6.7.3	Charakteristika složek ve vzorku kombinací plynové chromatografie s metodami klasické organické analýzy	169
6.7.4	Identifikace složek vzorku spojením dvou nebo více chromatografických kolon	170
6.7.5	Identifikace složek vzorku kombinací plynové chromatografie s jinými chromatografickými technikami	170
6.8	Kvantitativní analýza	172
6.9	Hodnocení separační účinnosti chromatografických kolon	175
6.9.1	Izotermická analýza	175
6.9.2	Analýza s programovanou teplotou	177
6.10	Využití plynové chromatografie v praxi	178
6.10.1	Analytická plynová chromatografie	178
6.10.2	Preparativní plynová chromatografie	179
6.10.3	Nadkritická parní chromatografie (SFC)	182
6. 0.4	Fyzikálně chemické aplikace plynové chromatografie	185
6.11	Optimalizace pracovních podmínek v plynové chromatografii	189
7	KAPALINOVÁ CHROMATOGRRAFIE	191
7.1	Úvod, rozdělení metod kapalinové chromatografie	191
7.2	Kapalinová chromatografie v plošném uspořádání	192
7.2.1	Instrumentace a materiály užívané v papírové a tenkovrstvé chromatografii	193

7.2.2	Volba stacionární a mobilní fáze v papírové a tenkovrstvé chromatografii	196
7.2.2.1	Volba rozpouštědlového systému v papírové chromatografii	196
7.2.2.2	Volba sorbentu a rozpouštědlového systému v tenkovrstvé chromatografii	198
7.2.3	Detekční systémy v papírové a tenkovrstvé chromatografii	200
7.2.4	Využití chromatografie v plošném uspořádání v technické praxi	201
7.3	Kapalinová kolonová chromatografie v klasickém uspořádání	201
7.4	Vysokoúčinná kapalinová kolonová chromatografie	202
7.4.1	Úvod	202
7.4.2	Teorie toku mobilní fáze kolonou	203
7.4.3	Instrumentace ve vysokoúčinné kapalinové chromatografii	206
7.4.3.1	Sestava kapalinového chromatografu	206
7.4.3.2	Čerpadla mobilní fáze	207
7.4.3.3	Tvorba gradientu mobilní fáze	210
7.4.3.4	Zařízení pro dávkování vzorků	211
7.4.3.5	Chromatografické kolony a jejich náplně	213
7.4.3.6	Detektory ve vysokoúčinné kapalinové chromatografii	219
7.4.3.7	Pomocná zařízení	225
7.4.4	Chromatografické systémy, popis retence a mechanismus separace	228
7.4.4.1	Chromatografie v systému kapalina–kapalina	228
7.4.4.2	Chromatografie na polárních adsorbentech	234
7.4.4.3	Chromatografie v systémech s obrácenými fázemi	241
7.4.4.4	Chromatografie na středně polárních chemicky vázaných fázích	244
7.4.4.5	Chromatografie na měničích iontů, iontová chromatografie	245
7.4.4.6	Chromatografie iontových párů	249
7.4.4.7	Využití tvorby komplexů v kapalinové chromatografii	250
7.4.5	Volba pracovních podmínek a optimalizace vysokoúčinné kapalinové chromatografie	251
7.4.5.1	Volba chromatografického systému	252
7.4.5.2	Optimalizace pracovních podmínek (časově stálých)	254
7.4.5.3	Programovaná změna pracovních podmínek a optimalizace časového programu	262
7.4.5.4	Stopová analýza	270
7.4.5.5	Analýza složitých směsí, úprava vzorků	271
7.4.6	Speciální techniky	272
7.4.6.1	Mikrokolonová kapalinová chromatografie	272
7.4.6.2	Preparativní kapalinová chromatografie	274
7.4.6.3	Chromatografie optických izomerů	275
7.4.6.4	Gelová chromatografie	276
7.4.6.5	Afinitní chromatografie	284
8	SPOJENÍ CHROMATOGRAFICKÝCH A SPEKTRÁLNÍCH METOD	287
8.1	Spojení plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie (GC/MS)	287
8.1.1	Hmotnostní spektrometry	288
8.2	Chromatografický vstup hmotnostního spektrometru	292
8.2.1	Molekulové separátory	293
8.2.2	Další podmínky pro práci molekulových separátorů	294
8.3	Chromatogramy a hmotnostní spektra v technice GC/MS	294
8.3.1	Chromatogramy v technice GC/MS	295
8.3.2	Hmotnostní spektra v technice GC/MS	295
8.3.3	Fragmentografie a hmotnostní chromatogramy	296
8.4	Interpretace hmotnostních spekter	297
8.5	Aplikace techniky GC/MS	298
8.6	Spojení kapalinové chromatografie s hmotnostní spektrometrií (LC/MS).	299

8.6.1	Principy přímého spojení LC/MS	299
8.7	Spojení kapalinové chromatografie se spektrometrií nukleární magnetické rezonance (LC/NMR)	302
8.8	Spojení kapalinové chromatografie s infračervenou spektroskopií (LC/FTIR)	302
8.9	Spojení kapalinové chromatografie se spektroskopií v ultrafialové a viditelné oblasti (LC/UV-VIS)	303
9	ELEKTROMIGRAČNÍ ZPŮSOBY ANALÝZY	305
9.1	Základní principy	305
9.2	Zónová elektroforéza	306
9.3	Elektroforéza s pohyblivým rozhraním	307
9.4	Izoelektrická fokusace	307
9.5	Izotachoforéza	307
9.5.1	Výběr systému elektrolytů	308
9.5.2	Optimalizace separačního procesu	310
9.5.3	Přístrojová technika v kapilární izotachoforéze	312
9.5.4	Kvalitativní analýza	313
9.5.5	Kvantitativní analýza	314
10	PŘÍPRAVA VZORKU KE STOPOVÉ ANALÝZE	317
10.1	Odběr vzorků – obecná charakteristika	319
10.2	Koncentrační techniky a úprava vzorků	320
10.2.1	Extrakční techniky	321
10.2.1.1	Extrakce tuhou látkou s sorbentem	321
10.2.1.2	Extrakce kapalinou	323
10.2.1.3	Extrakce plynem – analýza „head space“	324
10.2.2	Vymrazovací (kryogenní) techniky obohacování	328
10.2.3	Metody využívající chemické reakce – aplikace reakční chromatografie	329
11	ANALYTICKÉ VYUŽITÍ SEPARAČNÍCH METOD V TECHNICKÉ PRAXI	330
12	OTÁZKY, PŘÍKLADY, VÝPOČTY	349
13	SEZNAM ČASTO POUŽÍVANÝCH SYMBOLŮ A ZAVEDENÁ TERMINOLOGIE	360
14	CIZOJAZYČNÉ EKVIVALENTY NEJFREKVENTOVANĚJŠÍCH VÝRAZŮ	365
15	SEZNAM DOPORUČENÉ LITERATURY	370