

Joachim Weiß

Ionenchromatographie

Dritte, völlig überarbeitete und erweiterte Auflage

 **WILEY-VCH**

Weinheim – New York – Chichester – Brisbane – Singapore – Toronto

Inhalt

Vorwort zur 3. Auflage XI

1	Einführung	1
1.1	Historischer Abriß	1
1.2	Arten der Ionenchromatographie	3
1.3	Das ionenchromatographische System	5
1.4	Vorteile der Ionenchromatographie	8
1.5	Auswahl von Trenn- und Detektionssystemen	10
2	Formale Theorie des chromatographischen Prozesses	13
2.1	Chromatographische Grundgrößen	13
2.2	Parameter zur Beurteilung der Güte einer Trennung	15
2.3	Die Effizienz einer Trennsäule	17
2.4	Das Konzept des theoretischen Bodens (van-Deemter-Theorie)	19
2.5	Van-Deemter-Kurven in der Ionenchromatographie	24
3	Anionenaustausch-Chromatographie (HPIC)	26
3.1	Allgemeines	26
3.2	Der Ionenaustausch-Prozeß	26
3.3	Thermodynamische Aspekte	28
3.4	Stationäre Phasen	34
3.4.1	Anionenaustauscher auf Basis organischer Polymere	35
3.4.2	Latex-Anionenaustauscher	55
3.4.3	Anionenaustauscher auf Basis von Kieselgel	86
3.4.4	Weitere Materialien zur Trennung von Anionen	90
3.5	Elutionsmittel in der Anionenaustausch-Chromatographie	99
3.6	Suppressorsysteme in der Anionenaustausch-Chromatographie	104
3.7	Anionenaustausch-Chromatographie anorganischer Anionen	118
3.7.1	Allgemeine experimentelle retentionsbestimmende Parameter	120
3.7.2	Experimentelle retentionsbestimmende Parameter bei Anwendung der Suppressortechnik	121
3.7.3	Experimentelle retentionsbestimmende Parameter bei Anwendung der direkten Leitfähigkeits-Detektion	144

3.7.4	Polarisierbare Anionen	160
3.8	Anionenaustausch-Chromatographie organischer Anionen	168
3.8.1	Organische Säuren	168
3.8.2	Polyvalente Anionen	181
3.9	Gradiententechniken in der Anionenaustausch-Chromatographie anorganischer und organischer Anionen	192
3.10	Kohlenhydrate	205
3.10.1	Kohlenhydrate aus Glycoproteinen	238
3.10.1.1	Komponentenanalyse der Monosaccharide aus Glycoproteinen	242
3.10.1.2	Strukturanalyse der Oligosaccharide aus Glycoproteinen	246
3.10.1.3	Ausgewählte Beispiele	255
3.11	Proteine	258
3.12	Nucleinsäuren	265
4	Kationenaustausch-Chromatographie (HPIC)	270
4.1	Stationäre Phasen	270
4.1.1	Kationenaustauscher auf Basis organischer Polymere	271
4.1.2	Latex-Kationenaustauscher	289
4.1.3	Kationenaustauscher auf Basis von Kieselgel	294
4.2	Elutionsmittel in der Kationenaustausch-Chromatographie	300
4.3	Suppressorsysteme in der Kationenaustausch-Chromatographie	302
4.4	Kationenaustausch-Chromatographie von Alkalimetallen, Erdalkalimetallen und Aminen	307
4.5	Analyse von Übergangs- und Schwermetallen	314
4.5.1	Theoretische Grundlagen	315
4.5.2	Analyse von Übergangs- und Schwermetallen mit direkter Leitfähigkeits-Detektion	319
4.5.3	Analyse von Übergangs- und Schwermetallen mit spektrophotometrischer Detektion	320
4.6	Analyse von Polyaminen	336
4.7	Gradiententechniken in der Kationenaustausch-Chromatographie anorganischer und organischer Kationen	339
5	Ionenausschluß-Chromatographie (HPICE)	349
5.1	Der Ionenausschluß-Prozeß	349
5.2	Stationäre Phasen	351
5.3	Elutionsmittel in der Ionenausschluß-Chromatographie	356
5.4	Suppressorsysteme in der Ionenausschluß-Chromatographie	357
5.5	Analyse anorganischer Säuren	359
5.6	Analyse organischer Säuren	364
5.7	HPICE/HPIC-Kopplung	367
5.8	Analyse von Alkoholen und Aldehyden	373

5.9	Analyse von Aminosäuren	376
5.9.1	Trennung von Aminosäuren	378
5.9.2	Detektion von Aminosäuren	389
5.9.3	Probenvorbereitung	395
6	Ionenpaar-Chromatographie (MPIC)	398
6.1	Übersicht über existierende Retentionsmodelle	399
6.2	Suppressorsysteme in der Ionenpaar-Chromatographie	404
6.3	Experimentelle retentionsbestimmende Parameter	406
6.3.1	Art und Konzentration lipophiler Gegen-Ionen in der mobilen Phase	406
6.3.2	Art und Konzentration des organischen Lösungsvermittlers	409
6.3.3	Anorganische Additiva	413
6.3.4	pH-Effekte und Temperatureinflüsse	413
6.4	Analyse oberflächeninaktiver Ionen	416
6.5	Analyse oberflächenaktiver Ionen	434
6.6	Anwendungen der Ion-suppression-Technik	452
6.7	Anwendungen der mehrdimensionalen Ionenchromatographie an Multimode-Phasen	457
7	Detektionsarten in der Ionenchromatographie	475
7.1	Elektrochemische Detektionsmethoden	476
7.1.1	Leitfähigkeits-Detektion	476
7.1.1.1	Theoretische Grundlagen	476
7.1.1.2	Anwendungsformen der Leitfähigkeits-Detektion	483
7.1.2	Amperometrische Detektion	489
7.1.2.1	Grundlagen der Voltammetrie	490
7.1.2.2	Amperometrie	494
7.2	Spektroskopische Detektionsmethoden	514
7.2.1	UV/Vis-Detektion	514
7.2.2	Fluoreszenz-Detektion	533
7.3	Andere Detektionsarten	540
7.4	Kopplungstechniken	542
7.4.1	IC-ICP-Kopplung	543
7.4.2	IC-MS-Kopplung	550
8	Quantitative Analyse	571
8.1	Allgemeines	571
8.2	Analytisch-chemische Informationsparameter	572
8.3	Bestimmung der Peakflächen	574
8.3.1	Manuelle Bestimmung der Peakflächen und Peakhöhen	574
8.3.2	Elektronische Bestimmung der Peakflächen und Peakhöhen	576
8.4	Statistische Kennzahlen	580
8.4.1	Mittelwert	581

8.4.2	Standardabweichung	581
8.4.3	Streubereich und Vertrauensbereich	582
8.5	Kalibrierung eines analytischen Verfahrens (Grundkalibrierung)	583
8.5.1	Ermittlung der Kalibrierfunktion	584
8.5.1.1	Verfahrenskenndaten der linearen Kalibrierfunktion	584
8.5.1.2	Verfahrenskenndaten der Kalibrierfunktion 2. Grades	588
8.5.2	Überprüfung der Grundkalibrierung	589
8.5.3	Überprüfung der Präzision	590
8.5.3.1	Varianzenhomogenität	590
8.5.3.2	Ausreißertest	590
8.5.4	Kalibriermethoden	592
8.5.4.1	Flächennormierung	593
8.5.4.2	Interner Standard	594
8.5.4.3	Externer Standard	595
8.5.4.4	Standardaddition	595
8.6	Nachweiskriterium, Nachweis- und Bestimmungsgrenze	597
8.6.1	Ermittlung des Nachweiskriteriums, der Nachweis- und Bestimmungsgrenze	599
8.7	Das Qualitätsregelkarten-System	602
8.7.1	Qualitätsregelkarten-Typen und ihre Anwendung	604
9	Anwendungsmöglichkeiten	612
9.1	Ionenchromatographie in der Umweltanalytik	613
9.2	Ionenchromatographie in der Kraftwerkschemie	652
9.3	Ionenchromatographie in der Halbleiter-Industrie	683
9.4	Ionenchromatographie in der galvanischen Industrie	712
9.5	Ionenchromatographie in der Wasch- und Haushaltsmittel-Industrie	734
9.5.1	Waschmittel	734
9.5.2	Haushaltsmittel	743
9.6	Ionenchromatographie in der Nahrungs- und Genußmittel-Industrie	747
9.7	Ionenchromatographie in der pharmazeutischen Industrie	800
9.8	Ionenchromatographie in der klinischen Chemie	827
9.9	Oligosaccharid-Analyse von Membran-gekoppelten Glycoproteinen	845
9.10	Weitere Anwendungsmöglichkeiten	851
9.11	Probenvorbereitung und Matrixprobleme	874
	Ausblick	887
	Schlußbemerkung	891
	Register	921