

СОДЕРЖАНИЕ

Глава 1. Основные типы хроматографии. О. МИКЕШ	11
1.1. Современные методы разделения	11
Краткая история развития современных методов разделения	13
1.2. Классификация хроматографических методов в соответствии с принципом процесса разделения	21
1.2.1. Адсорбционная хроматография	22
1.2.2. Распределительная хроматография	23
1.2.3. Ионообменная хроматография	24
1.2.4. Гель-хроматография	25
1.2.5. Аффинная хроматография	26
1.2.6. Другие типы хроматографии	27
1.3. Классификация хроматографических методов по способу разделения	28
1.3.1. Фронтальный анализ	28
1.3.2. Вытеснительная хроматография	29
1.3.3. Проявительная (элюентиая) хроматография	31
1.3.4. Другие типы классификации по способу разделения	34
1.4. Современная классификация типов хроматографии по характеру фаз, между которыми совершается процесс фракционирования	35
1.4.1. Жидкостная хроматография	35
1.4.2. Газовая хроматография	35
1.5. Другие типы классификации хроматографических методов	37
Литература	38
Глава 2. Теория хроматографии. И. НОВАК	39
2.1. Введение	39
2.2. Общее описание хроматографического процесса	40
2.2.1. Материальный баланс растворенного вещества в хроматографической системе	40
2.2.2. Модель идеального линейного хроматографического процесса	45
2.2.3. Уравнения удерживания	46
2.3. Рациональное описание модели неидеального линейного хроматографического процесса	47
2.3.1. Расширение хроматографической зоны	47
2.3.2. Понятие «теоретическая тарелка»	50
2.4. Течение подвижной фазы	51
2.5. Сорбционное равновесие и константа распределения	52
2.6. Хроматографическое разделение	55
Литература	56
Глава 3. Бумажная хроматография. З. ПРОХАЗКА, К. ШЕБЕСТА, В. ТОМАШЕК	58
3.1. Введение	58
3.1.1. Хроматографическая бумага	59
3.1.2. Аппаратура для бумажной хроматографии	62
Хроматографические камеры и вспомогательные приспособления	62
Приспособления для сушки хроматограмм	66
Пипетки для нанесения проб	67
Аппаратура для обнаружения	68

Измерение значения R_f	69
Аппаратура для элюирования пятен	70
3.1.3. Выбор растворителей (подвижной фазы)	71
3.1.4. Определение величин R_f и R_m , их измерение и применение	78
3.2. Техника работы	87
3.2.1. Приготовление пробы	87
3.2.2. Нанесение пробы	88
3.2.3. Обращение с хроматограммами и элюирование их	89
3.2.4. Сушка	94
3.2.5. Обнаружение	94
3.2.6. Экстрагирование хроматографических зон	96
3.2.7. Хранение хроматограмм и оформление полученных данных	97
3.3. Препартивная бумажная хроматография	97
3.4. Количественная бумажная хроматография	98
3.5. Бумажная хроматография органических кислородсодержащих соединений	100
3.5.1. Спирты	101
3.5.2. Сахара	103
3.5.3. Альдегиды и кетоны	109
3.5.4. Кислоты	110
3.5.5. Фенолы, флавоноиды, кумарины	114
3.5.6. Стероиды и терпеноиды	117
3.5.7. Другие кислородсодержащие соединения	119
3.6. Бумажная хроматография органических азотсодержащих соединений	121
3.6.1. Бумажная хроматография аминокислот и пептидов. В. Томашек	121
Обнаружение аминокислот и пептидов	125
Специфические способы обнаружения	125
3.6.2. Компоненты нуклеиновых кислот. К. Шебеста	127
3.6.3. Алкалоиды	128
3.6.4. Индолы	130
3.6.5. Амины	133
3.6.6. Нитросоединения	134
3.7. Бумажная хроматография соединений, содержащих другие гетероатомы	135
3.7.1. Серусодержащие соединения	135
3.7.2. Органические соединения фосфора	136
3.8. Витамины	137
3.9. Антибиотики	139
3.10. Другие органические соединения	141
3.11. Бумажная хроматография неорганических соединений. М. Гейтманек	142
3.11.1. Примеры разделения и обнаружения катионов	143
Щелочные металлы	143
Щелочноземельные металлы	144
Никель, кобальт, медь	144
Ниобий и tantal	145
Редкоземельные металлы	145
Торий, уран, лантан	145
Выделение одного или двух элементов из смеси	146
3.11.2. Примеры разделения и обнаружения анионов	146
Галогениды	146
Хлорид, хлорит, хлорат и перхлорат	146
Фосфаты	146
3.12. Колонки с целлюлозой	147
Литература	148

Глава 4. Адсорбционная колоночная хроматография. О. МОТЛ, Л. НОВОТНЫЙ	152
4.1. Введение	152
4.2. Адсорбенты	153
4.2.1. Общие свойства адсорбентов	153
4.2.2. Силикагель Приготовление макропористого силикагеля с применением катионообменника [54]	160
Деление адсорбента на фракции по размерам частиц	162
Приготовление силикагеля, пропитанного нитратом серебра	163
Регенерация силикагеля	164
4.2.3. Оксид алюминия Определение активности оксида алюминия методом ТСХ	165
Пропитка оксида алюминия нитратом серебра	167
4.2.4. Силикат магния флоризил	169
4.2.5. Оксид магния	169
4.2.6. Древесный уголь	170
4.2.7. Полиамиды Определение сорбционной активности полиамидного порошка	171
Один из способов получения дешевого адсорбента с нужным размером частиц [77]	173
4.2.8. Полистирольные адсорбенты Подготовка амберлита XAD-2 (0,3—1 мм)	174
4.2.9. Адсорбенты для жидкостной хроматографии высокого давления (ЖХВД)	175
4.2.10. Реакции на адсорбентах	177
4.3. Подвижная фаза	182
4.4. Техника хроматографирования	184
4.4.1. Выбор метода хроматографии	188
4.4.2. Колонки и заполнение их адсорбентом Техника заполнения колонок	189
4.4.3. Методика подбора элюирующей системы	190
4.4.4. Методика хроматографии и оценка результатов Классическая колоночная хроматография	193
Жидкостная хроматография высокого давления (высокоэффективная жидкостная хроматография)	195
4.5. Примеры разделения методом адсорбционной хроматографии ряда органических соединений	197
4.5.1. Разделение сесквитерпенов, содержащихся в корневищах <i>Senecio petorense f. fuchsii</i> [53]	200
4.5.2. Экстракция и хроматографическое разделение в инертной атмосфере	201
4.5.3. Хроматография в колонке, заполненной ионообменником в Ag^+ -форме Приготовление насадки	205
4.5.4. Разделение гликозидов каротинондов на оксиде магния	207
4.5.5. Разделение корриноидов методом проявительной хроматографии на неполярном адсорбенте амберлит XAD-2	208
4.5.6. Жидко-твердофазная хроматография высокого давления на классических и поверхностно-пористых сорбентах	209
4.5.7. Препартивная жидкостная хроматография высокого давления	210
4.5.8. Жидкостная хроматография высокого давления с использованием химически связанных неподвижных фаз	216
Литература	217

Глава 5. Ионообменная хроматография. О. МИКЕШ, К. ШЕБЕСТА	222
5.1. Введение	222
5.1.1. Что такое ионообменники?	222
5.1.2. Классификация ионообменников по их природе и по химическому составу матрицы	223
5.1.3. Классификация ионообменников по ионогенным группам	223
5.1.4. Классификация по форме и состоянию	226
5.2. Структура ионитов. Я. Штамберг	229
5.2.1. Неорганические иониты	229
5.2.2. Ионообменные смолы	231
5.2.3. Иониты на основе целлюлозы	234
5.2.4. Иониты на основе производных полидекстрана и агарозы	235
5.2.5. Ионообменные материалы других типов	236
5.2.6. Физическая структура гранулированных ионитов	236
5.3. Природа сорбционных процессов	238
5.3.1. Ионный обмен	238
5.3.2. Процессы, сопровождающие ионный обмен	239
5.3.3. Сорбция амфотерных ионов. О. Микеш	241
5.4. Основы ионообменной хроматографии. Я. Штамберг	242
5.4.1. Хроматография иономолекулярных соединений	242
5.4.2. Хроматография белков. О. Микеш	244
5.5. Основные характеристики ионитов. Я. Штамберг	245
5.5.1. Обменная емкость	246
5.5.2. Кривые титрования	247
5.5.3. Плотность и набухаемость	249
5.5.4. Размер и форма частиц	250
5.6. Подготовка ионитов к хроматографическому процессу, их регенерирование и хранение	251
5.6.1. Выбор ионита	251
5.6.2. Декантация и набухание	267
5.6.3. Фракционирование частиц по размерам в лаборатории	268
5.6.4. Предварительная обработка ионита	268
5.6.5. Выбор буферов и буферирование ионитов	270
5.6.6. Регенерация и хранение ионитов	272
5.7. Хроматография	273
5.7.1. Хроматографические колонки и их емкость	273
5.7.2. Заполнение колонки ионитом и контроль за приведением ионита к равновесию	275
5.7.3. Ввод пробы в колонку	277
5.7.4. Методы элюирования и скорость элюирования	278
5.7.5. Размер отбираемых фракций и анализ фракций	280
5.7.6. Пересчет параметров при использовании разных колонок	281
5.8. Примеры использования ионитов для разделения смесей неорганических веществ. М. Гейтманек	282
5.8.1. Нехроматографические процессы	282
Умягчение воды	283
Деминерализация воды	283
Определение полной концентрации солей	284
Исключение мешающих ионов	285
Накопление следовых ионов	286
5.8.2. Хроматография катионов	286
Шелочные металлы	287
Ионы щелочноземельных металлов и другие катионы	287
5.8.3. Хроматография анионов	288
5.8.4. Ионный обмен с участием растворов комплексных солей при применении смесей растворителей	290

Разделение переходных металлов	290
Разделение мышьяка, сурьмы и олова	292
Разделение многозарядных ионов	293
5.9. Примеры разделений органических соединений. Я. Штамберг	294
5.9.1. Хроматография на сильнодиссоциированных ионитах	294
5.9.2. Хроматография на ионитах модифицированной структуры	299
5.9.3. Хроматография на полимерных сорбентах	303
5.10. Применение ионитов в биохимии. О. Минкеш, К. Шебеста	304
5.10.1. Аминокислоты	305
5.10.2. Пептиды	312
5.10.3. Белки	316
5.10.4. Фрагменты оболочек клеток микробов	321
5.10.5. Антибиотики	322
5.10.6. Витамины	325
5.10.7. Основания, нуклеозиды, нуклеотиды и нуклеиновые кислоты	327
Литература	333
Глава 6. Гель-хроматография. В. ТОМАШЕК	339
6.1. Введение	339
6.1.1. Принципы гель-хроматографии	340
6.1.2. Определения и основные понятия	341
6.2. Гели для хроматографии	347
6.2.1. Требования, предъявляемые к гелям	347
6.2.2. Декстровые гели	349
Сефадекс G	349
Сефадекс LH-20	351
6.2.3. Полиакриламидные гели	351
6.2.4. Оксигидроксилметакрилатные гели	352
6.2.5. Гели агарозы	353
6.2.6. Другие гели	356
Ультрагели	356
Полистирольные гели	356
Поливинилацетатные и полизиленгликоловые гели	360
Пористый силикагель и пористое стекло	360
6.3. Методика гель-хроматографии	363
6.3.1. Оборудование, колонки, соединительные элементы и способы регулирования скорости потока	363
6.3.2. Выбор геля	366
6.3.3. Подготовительные работы	367
Приготовление геля	367
Заполнение колонки	368
Проверка правильности заполнения колонки и определение V_0	369
6.3.4. Размеры колонок, величина пробы и скорость потока	370
6.3.5. Ввод пробы	372
6.3.6. Восходящая гель-хроматография	373
6.3.7. Регенерация хроматографических слоев	374
6.3.8. Хранение гелей	375
6.3.9. Предохранение от микробной инфекции	376
6.4. Увеличение эффективной высоты колонки	377
6.4.1. Последовательное соединение колонок	377
6.4.2. Рециркуляционная хроматография	377
6.4.3. Прерывающаяся рециркуляционная хроматография	378
6.5. Обработка экспериментальных данных	379
6.6. Применение гель-хроматографии	381
6.6.1. Обессоливание и групповое разделение	381
6.6.2. Фракционирование смесей	383
6.6.3. Определение молекулярных масс	387
Литература	390