

Inhalt

Vorwort	VII
Einleitung	1
Teil I: Grundlagen	3
1.1 Chromatographie	4
1.2 Chromatographische Kennzahlen	6
1.3 Die Auflösung zweier Peaks	8
1.4 Reduzierte Grössen	10
1.5 Die Van-Deemter-Kurve	12
1.6 Peakkapazität und Zahl möglicher Peaks	14
1.7 Statistische Auflösungswahrscheinlichkeit: Simulation ..	16
1.8 Statistische Auflösungswahrscheinlichkeit: Beispiel	18
1.9 Präzision und Richtigkeit eines analytischen Resultats ..	20
1.10 Die Standardabweichung	22
1.11 Die Fortpflanzung zufälliger Fehler	24
1.12 Reproduzierbarkeit in der Spurenanalytik	26
1.13 Robustheit	28
1.14 Kalibrierkurven	30
1.15 Die HPLC-Apparatur	32
1.16 Detektorcharakteristik	34
1.17 Rauschen	36
Teil II: Fallstricke und Fehlerquellen	39
2.1 Das Mischen der mobilen Phase	40
2.2 pH-Wert der mobilen Phase	42
2.3 pH-Wert der mobilen Phase einstellen	44
2.4 Ungenügende Reagenzien- und Lösungsmittelreinheit ..	46
2.5 Systempeaks und quantitative Analyse	48
2.6 Probenvorbereitung mit Festphasenextraktion	50
2.7 Ungünstiges Lösungsmittel für die Probe: Peakverzerrung	52
2.8 Ungünstiges Lösungsmittel für die Probe: Tailing	54

X **Inhalt**

2.9	Probenlösungsmittel und Kalibrierkurve	56
2.10	Verunreinigungen in der Probe	58
2.11	Bildung eines Nebenprodukts in der Probenlösung	60
2.12	Assoziatbildung zwischen verschiedenen Probenkomponenten	62
2.13	Präzision und Richtigkeit bei der Schlaufeninjektion . . .	64
2.14	Injektionstechnik	66
2.15	Injektion von Luft	68
2.16	Probenadsorption in der Injektorschlaufe	70
2.17	Totvolumen in der Apparatur	72
2.18	Änderung im Verweilvolumen	74
2.19	Elution bei t_0	76
2.20	Klassierung von C_{18} -Umkehrphasen	78
2.21	Unterschiedliche Selektivität von C_{18} -Umkehrphasen . . .	80
2.22	Verschiedene Chargen derselben stationären Phase	82
2.23	Chemische Reaktion in der Säule	84
2.24	Doppelpeaks durch stabile Konformationsisomere	86
2.25	Beeinflussung der Trennung durch die Temperatur	88
2.26	Beeinflussung des Chromatogramms durch den Volumenstrom	90
2.27	Beeinflussung der Gradiententrennung durch Laufzeit und Volumenstrom	92
2.28	UV-Spektren und quantitative Analyse	94
2.29	UV-Detektionswellenlänge	96
2.30	Fluoreszenzquenching durch Luft	98
2.31	Detektorüberladung	100
2.32	Beeinflussung der Peakhöhe durch den Retentionsfaktor	102
2.33	Beeinflussung der Peakfläche durch den Volumenstrom .	104
2.34	Lecks in der Apparatur	106
2.35	Beeinträchtigung der Präzision durch das Rauschen . . .	108
2.36	Flächen- und Höhenmessung bei Rauschen	110
2.37	Peakhöhenverhältnisse	112
2.38	Unvollständig aufgelöste Peaks	114
2.39	Flächenregeln für unvollständig aufgelöste Peaks	116
2.40	Flächen in einem Peakpaar 1 : 10	118
2.41	Höhen in einem Peakpaar 1 : 10	120
2.42	Quantitative Analyse eines kleinen Peaks	122
2.43	Ungenügend aufgelöste Peaks mit Tailing	124
2.44	Quantifizierung im 99-%-Bereich	126
2.45	Korrelationskoeffizient bei Kalibrierkurven	128

Teil III: Hilfreiche Strategien	131
3.1 Säulentests	132
3.2 Gerätetests	134
3.3 Wellenlängenrichtigkeit des UV-Detektors	136
3.4 Interne Standards	138
3.5 Regeln für richtige quantitative Peakmessung	140
3.6 Hoch-Tief-Chromatographie	142
3.7 Regelkarten	144
3.8 Verifizieren des Analysenresultats mit einer zweiten Methode	146
3.9 Beschreibung der Robustheit	148
3.10 Regeln für die Weitergabe einer HPLC-Methode	150
3.11 Qualitätssicherung im Labor	152
3.12 Standard-Arbeitsanweisungen	154
3.13 Methodenvvalidierung	156
3.14 Formelle Qualitätssicherungssysteme	158
Register	161