

Inhaltsverzeichnis

Über den Autor	7
Einführung	21
Über dieses Buch	21
Wie Sie dieses Buch benutzen oder auch nicht	21
Törichte Annahme über den Leser	22
Wie dieses Buch aufgebaut ist	22
Teil I: Am Anfang war die Farbe	22
Teil II: Dünnschichtchromatographie, Gaschromatografie GC und HPLC, dünn wie Papier, luftig und unter Hochdruck	22
Teil III: Steuerung ohne Lenkrad	22
Teil IV: Qualität die Ihnen steht	22
Teil V: Da war doch noch was	23
Teil VI: Im Kurvenreich des Rechenkönigs	23
Teil VII: Top-Ten	23
Anhang	23
Die Symbole in diesem Buch	23
Wie es weitergeht	24
Teil I	25
Am Anfang war die Farbe	25
Kapitel 1	27
Chromatographie für alle	27
Chromatographie, einfach genial	27
Papierchromatographie und Dünnschichtchromatographie	29
Gaschromatographie	29
Säulenchromatographie	30
Hochdruckflüssigchromatographie – HPLC	30
Kapitel 2	33
Trennen oder nicht trennen	33
Trennmechanismen sind nichts Schlechtes	33
Moleküle groß und klein	34
Adsorbiert und aufgetrennt	35
Löslichkeit	35
Ionenaustausch	35
Affinität	36
Van Deemter war ein Niederländer	37

Chromatographie für Dummies

Kapitel 3	
Praktisch: Startbereit go on	39
Coffein weckt auf	39
Integrieren nicht integrieren	41
Rechnen auch noch	42
Wie viel Coffein enthält nun Ihr Kaffee?	43
Teil II	
Dünnschichtchromatographie, Gaschromatografie GC und HPLC, dünn wie Papier, luftig und unter Hochdruck	45
Kapitel 4	
Dünnschichtchromatographie	47
Chromatographie für die Westentasche	47
Alles Walzer: DC auf einen Blick	48
Probenvorbereitung	49
Proben auftragen ohne zittern	49
Trennschichtplatten ohne Musik	51
Physikalische Eigenschaften	51
Chemische Eigenschaften	52
Fließmittel ohne Wiederkehr	53
Methoden gesucht	55
Kapitel 5	
Kammern und Geräte	67
DC-Ausrüstung von Null bis Hundert	67
Null-Null-Null-0-0-0	67
Probendosierung	67
Entwicklung	68
Derivatisierung	70
Zwischen Null und Hundert liegt noch Fünfzig	71
Hundert und mehr	74
Densitometer	76
Qualitätsgesichert organisiert	77
Was Kostet die Welt?	78
Kapitel 6	
Praxis ist keine Theorie	81
Medizin noch günstiger	81
DC-Schnelltest für Schmerzmittel	81
Rf-Werte	82

Inhaltsverzeichnis

Standard und Proben vorbereiten	84
Lösungen PLATZ!	85
Laufmittel mit Kondition	86
Platte, entwickle dich!	87
Auswertung und Ergebnisse	88
Nicht schlecht das Geschäft!	90
Kapitel 7	
Gase unterwegs	93
Verdampft, verteilt und bewegt	93
GC, wenig Technik für viel Analyse	93
Achtung Gas!	94
Mobiles Trägergas	96
Rein, reiner, am reinsten	96
Sicher ist sicher	96
Ein GC wird mit Proben gefüttert	98
Probe, wie willst du es?	101
Split/Splitless	101
On Column	101
Head Space	101
GC-Säulen, von dick bis dünn, alles drin	103
Gut gepackt auf eine kurze Reise	103
Dünn und laaaaaang	104
Gemessen wird zum Schluss	108
Der ideale Detektor	108
Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD,TCD)	109
Flammenionisationsdetektor (FID)	110
Thermoionischer Detektor (TID, NPD)	112
Elektroneneinfangdetektor (ECD)	112
Flammenphotometrischer Detektor (FPD)	113
GC/MS-Kopplung	113
Massenanalysator	116
Magnetfeld-Sektorfeld-MS	116
Wechselfelder-Quadrupol-MS	117
Flugzeit-MS	118
Detektor	118
Gesamtbetrachtung der Detektoren	119
Kapitel 8	
Von Methodensuche, Wartung und Fehlern	121
Wer sucht, der findet	121
Jeder will alles wissen	122
Am Ende ist jede Probe Gas	122
Trägergas – ein Gas, das trägt	123

Chromatographie für Dummies

Direktor Detektor	124
Die Säulenwahl	124
Die erste Injektion	125
Auswertung und Berechnung der Chromatogramme	128
GC-Geräte zum Service bitte	128
Drum prüfe, wer dich verwendet	129
Der Systemtest vor der ersten Probe	129
Test für Testgeräte getestet	130
Geräte und ihre Mechaniker	131
Chromatogramme in all ihren Formen	132
Kapitel 9	
Praktisch: Ein Gas geht seinen Weg	139
Der erste Detektor	139
Zieges Sohn und die Gaschromatographie	139
Probe und Interne Standard	141
Kapitel 10	
Ein Lösungsmittel bewegt sich	147
HPLC: Alles fließt	147
Pumpen pumpen	149
Probe, komm herein	151
Was so ein Autosampler alles kann	152
Detektoren in der HPLC	153
Kopplung HPLC-Massenspektroskop – HPLC/MS	158
Weitere Detektoren	158
Katze und Säule im Sack	166
Laufmittel – Wer läuft, ist mobil	168
Kapitel 11	
Methoden, Fehler und Qualität	173
Methode gefunden, Probe verloren	173
Probe, wer bist du?	174
Die Probenentnahme:	174
Eigenschaften der Probe	174
Probenvorbereitung	174
Legen Sie das Ziel vorher fest	175
Klären Sie die Fragen vorher:	175
Methodensuche	175
Info über die Probe	176
Stationäre Trennphase	176
Direktor Detektor	176
UV/Vis-Detektor	176
RI-Detektor	176
Leitfähigkeitsdetektor	178

Inhaltsverzeichnis

Spezielles	178
Methodensuche auf »agilentisch	178
Optimiert wie geschmiert	180
Probe vorbereiten, einfach und schnell	181
Flussspiele	181
Warm und Kalt	181
Nachweisgrenze, Bestimmungsgrenze und Linearität	181
Stabile Verhältnisse	181
Alles Anders	181
Geräte und System im Test	183
Selbst ist der Mann oder die Frau	184
Die Pumpe	184
Der Autosampler	185
Die Detektion	186
PQ – Performance Qualifikation	186
Morgenrot Gerätetopp	187
Troubleshooting	187
Der Wurm ist drin	188
Terror Error	188
Kein Peak ist auch eine Info	190
Peak-Flächen schwanken	190
Peaks, breit und schief	190
Doppelte Geisterstunde	191
Die Basis ist verrückt	192
Doppelt hält besser	192
Der Schraubenschlüssel als Freund	193
Fehlersuchstrategie	193
tel 12	195
C-Praxis »Bitte eintreten«	195
Tante Ribo und ihre billigen Brausetabletten	195
Die Proben- und Standardvorbereitung	197
Eine Probe macht noch keine HPLC	198
Jetzt wird aber analysiert!	203
Wie viel Vitamine gibt's von Tante Ribo?	203
III	205
erung ohne Lenkrad	205
tel 13	207
euert wird alles	207
Marktführer	207
Steuerung der Geräte	208
DC im PC	208
winCATS	209

Kapitel 14	
Steuern, lenken und berichten	215
Neues Spiel, neue Software	215
Gesteuert wird vom Schreibtisch aus	216
Masken und Gedanken	217
Kapitel 15	
HPLC-Steuerung heute	225
Der Datenbaum und seine Früchte	225
Helferlein	227
Qualitätssicherung und elektronische Unterschrift	228
Ein Chromeleon als Chamäleon	228
Windows ist nicht weit	230
Der Tag danach	231
Hilfffffe!!!	232
Und noch eine Maske...	234
Der Eingangsbereich	234
Teil IV	
Qualität, die Ihnen steht	239
Kapitel 16	
Qualität geht ihren Weg	241
Qualität ist alles, ohne Qualität ist alles nichts	241
Qualität, was ist das?	241
Technischer Qualitätsbegriff	241
Total Quality Management (TQM)	242
Behörden gehen mit	243
Gute Herstellpraxis (GMP)	243
Qualitätssicherung	244
Personal	244
Räumlichkeiten und Ausrüstung	244
Dokumentation und Probennahme	245
Die Produktion	245
Qualitätskontrolle	245
Auftragsherstellung, Beanstandung und Produktionsrückruf	246
Selbstinspektion	246
Gute Laborpraxis (GLP)	246
Grundsätze der Guten Laborpraxis	246
Datensicherung FDA 21CFR Part 11	248
Europäisches Arzneibuch	248

Kapitel 17**Sicher ist sicher****251**

Brainstorming im Labor	251
Eine Übersicht zwischendurch	253
Eins nach dem Anderen	254
Leitung der Prüfeinrichtung	254
Qualitätssicherung	255
Prüfleiter	255
Bearbeiter	256
Analysenmethode	256
Analysenprobe	257
Referenzsubstanzen	257
Laufmittel und Probenvorbereitung	258
Raumklima	258
Geschirrspüler	258
Kühl- und Gefrierschränke	258
Ultraschallbad	259
Pipetten und Messkolben	259
Lösungsmittel und Chemikalien	259
pH-Messgerät	260
Waagen im Labor	260
Externe Einflüsse	260
Rohdaten	260
Integration und Auswertung	261
Archivierung	261
Und alles zusammen in SOPs	262
Das Wort ist Gesetz	262
Nummern und Listen	262
Der Ersteller	263
Geschult hält besser	263
SOP links abbiegen	263
SOPs für DC, GC und HPLC	264
Arbeitsvorschrift für Dünnschichtchromatographie-Labore	264
Arbeitsvorschrift für Gaschromatographie-Labore	266
Arbeitsvorschrift für High-Pressure-Liquid-(HPLC)-Labore	270
SOPs bis zum Abwinken	273

Kapitel 18**Validiert gegen den Rest der Welt****275**

Achtung, Begriffe fliegen tief	275
Pyramiden nicht nur in Ägypten	276
Revalidierung	283
Validiert wie geschmiert	283
Systemeignungstest (SST)	285
Ein Systemtest in der Praxis	285

Teil V	
Da war doch noch was	289
Kapitel 19	
Ionen tauschen gerne	291
IEC ist kein Zug	291
Ionen verdrängen sich	291
Stationäre Phasen für die IC	292
Anionen oder Kationenaustausch	293
IC und ihre Technik	294
Suppressor Herr Professor	296
IC, zwei Beispiele zum Schluss	298
Kapitel 20	
CE Elektrophoretisch verteilt	303
Wanderung auf dem elektrischen Feld	303
Mobilität, die bewegt	304
Elektroosmotischer Fluss (EOF)	304
Elektrodispersion	304
Instrumente der CE	305
Probe dosiert	305
Mit Druck und Vakuum injiziert	306
Siphon-Effekt	306
Elektrokinetisch	306
Die wahre Kapillare	306
Hochspannung	307
Detektoren	307
Steuerung und Auswertung	307
Eine Technik jagt die andere	307
CZE – Kapillare Elektrophorese	308
CGE – Kapillare Gelelektrophorese	308
CIEF – Kapillare isoelektrische Fokussierung	308
CITP – Kapillare Isotachophorese	308
MEC – Mizellare elektrokinetische Chromatographie	308
CEC – Kapillarelektrochromatographie	309
Kapitel 21	
SPE ist keine Krankheit	311
Proben zur SPE bitte!	311
Säulchen statt Säulen	312
SPE zum Einsatz	314
Proben vorbereiten	315
SPE wird beschickt	315

Konditionierung	316
Aufbringen der Probe	316
Waschen des Sorbens	316
Eluieren des Wunschkandidaten	316
Kapitel 22	
Speziell in die Zukunft	319
Werden Sie überkritisch!	319
Superkritisch	320
Restriktor, Säule und Detektor	321
Lab on a Chip	322
Kleinste Flüssigkeitsvolumina pumpen	322
Hochauflösend, ultraklein	323
Teil VI	
Im Kurvenreich des Rechenkönigs	325
Kapitel 23	
Kurve ist nicht gleich Kurve	327
Ein Peak wird geboren	327
Peaks und ihre Verwandten	329
Integrieren nicht intrigieren	329
Die Werkzeuge der Integration	330
Peak-Erkennung	330
Gut integriert	331
Alles hängt irgendwie zusammen	331
Praktisch in die Integration	333
Ein schönes Chromatogramm	339
Kapitel 24	
Rechnen wie ein König	341
Eckpunkte eines Chromatogramms	341
Gib mir ein A, gib mir ein w!	341
Daten warten auf Ihren Einsatz	343
Das System in Zahlen	343
Selektivitätsfaktor α	345
Theoretische Böden N	345
Auflösung R_s	346
Symmetrisch ans Limit	347
Die Peak-Symmetrie, der Tailing-Faktor A_s	347
Ein Beispiel	348
Es rauscht gewaltig	348

Chromatographie für Dummies

Das Ergebnis	349
Interne Standardmethode	350
EXCEL, der graue Freund	351
Teil VII	
Der Top-Ten-Teil	355
Kapitel 25	
Zehn Anfängerfehler in der Chromatographie	357
Säulenteufel	357
Das Gerät macht, was es will	358
Peak-Flächen im Schwanken	358
Dreck-Detektor	358
Ein Laufmittel mit Volumen	359
Der falsche Freund	359
Vertrauen ist gut...	360
DC, GC oder vielleicht doch HPLC?	360
Die Doku ist immer zu wenig	360
Step by Step	361
Kapitel 26	
Zehn Top-Links zur Chromatographie	363
Anhang 1	367
Abkürzungen in diesem Buch	367
Anhang 2	371
Formelsammlung	371
Stichwortverzeichnis	379