

Inhaltsverzeichnis

Der HPLC-Schrauber IX

Einleitung XI

1	Die Pumpe 1
1.1	Die parallele Doppelkolbenpumpe 4
1.2	Kompressibilität 6
1.3	Die serielle Doppelkolbenpumpe 7
1.4	Jetzt wollen wir unsere Pumpen zerlegen 8
1.4.1	Ventile 10
1.4.2	Kolben und Dichtungen 18
1.4.2.1	Kolben 18
1.4.2.2	Die Kolbendichtung 20
1.5	Die Pumpe überprüfen 23
1.6	Die Gradientenpumpe 26
1.6.1	Binäre Hochdruckgradientenpumpe 27
1.6.1.1	Zusammenfassung 30
1.6.2	Wie überprüfe ich die Gradientengenauigkeit? 31
1.6.3	Bauformen von Gradientenventilen 33
1.7	Druckmessung und Anzeige 33
2	Mehr Licht! UV- und Diodenarray-Detektor 37
2.1	Der UV-Detektor 37
2.1.1	Funktionsprinzip eines UV-Detektors 38
2.1.2	Aufbau eines UV-Detektors mit variabler Wellenlänge 39
2.2	Der Diodenarray-Detektor 49
2.3	Fehlermöglichkeiten 52
2.4	Reparaturmöglichkeiten 52

3	Fluoreszenzdetektor	53
3.1	Ozon und ozonfrei	55
3.2	Raman-Spektrum	58
3.3	Quenching	59
3.4	Entsorgung	59
4	Der Lichtstrahl geht so lange zur Zelle, bis er bricht	61
4.1	Funktionsweise eines RI-Detektors	62
4.2	Aufbau eines modernen RI-Detektors	66
4.2.1	Sturm im Wasserglas	67
4.3	Prüfung und Kalibrierung	67
4.4	Fehlermöglichkeiten	68
4.5	Reparaturmöglichkeiten	68
5	Die Luft muss raus! Degaser	69
5.1	Wie können wir die gelöste Luft aus einer Flüssigkeit entfernen?	71
5.1.1	Entgasen durch Ultraschall	71
5.1.2	Membran-Entgasung	72
5.2	Aufbau eines typischen Degasers für die HPLC	74
5.3	Typische Installation eines Degasers in der HPLC	76
5.4	Entgasungsleistung vs. Flowrate	77
5.5	Erkennung von Problemen durch Luft im Eluenten	78
5.6	Reparaturmöglichkeiten	78
6	Verbindungen – nicht schlagend, aber dicht	79
6.1	Wie funktioniert eine Fittingschraube?	82
6.2	Wie schneide ich einen PTFE-Schlauch ab?	84
6.3	Druck-Sachen	84
6.4	Welche Leitung verwenden wir an welcher Stelle im System?	85
6.5	Die Montage einer Kapillare am Injektor und an der Säule	86
6.6	Der Einfluss der verwendeten Kapillaren und Verbindungen auf die Trennung der Peaks	92
6.6.1	Praktische Beispiele	92
6.7	Poiseuille'sche Flüssigkeiten	94
6.8	Welche Kapillare an welche Stelle?	97
6.9	Auflösungsverlust durch Hohlräume	97
7	Heiß oder kalt? Säulenheizung	99
7.1	Sonderfall Peltier-Öfen	104
7.2	Der Gassensor	105
8	Wie kommt die Probe ins System?	107
8.1	Handbetriebenes Probenaufgabesystem	107
8.1.1	Funktionsweise	107
8.1.1.1	Der Weg der Probe in der Flüssigkeit	116

8.1.1.2	Installation von Probenschleifen	118
8.1.1.3	Vorwärts oder rückwärts?	118
8.2	Der automatische Probengeber	119
8.2.1	Fehlersuche und Reparatur	121
8.2.2	Autosampler mit Schleifenfüllung durch Spritze (1) – die Probe wird in die Schleife gezogen	124
8.2.2.1	Fehlermöglichkeiten	125
8.2.3	Autosampler mit Schleifenfüllung (2) – die Probe wird in die Schleife gedrückt	126
8.2.4	Autosampler mit Direktinjektion	129
9	Der HPLC-Pulsationsdämpfer	133
10	Gerührt, nicht geschüttelt: Die HPLC-Mischkammer für den Hochdruckgradientenbetrieb)	137
11	Das Datenauswertesystem – Integratoren und Rechner	143
11.1	Kommunikation des Datensystems mit den HPLC-Modulen	147
11.1.1	Zusammenfassung	150
12	Anhang	151
12.1	Passivierung nichtrostender Stähle in der HPLC	151
12.2	Materialkunde	153
	Index	157