

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	7
Zum Aufbau des Buches.....	9
Beitragsautoren.....	10

1. HPLC-Tipps

A Allgemeine Tipps

Von kalten, dunklen Seen und von knisternden Begegnungen...13

Tipp Nr.

01 Der Detektor als Ursache für mangelnde Reproduzierbarkeit der Peakfläche	16
02 Der Probengeber als Ursache für mangelnde Reproduzierbarkeit der Peakfläche	19
03 Unterschiede in den HPLC-Anlagen – die Peakfläche	21
04 Warum macht nur <i>ein</i> Peak Probleme? (I)	23
05 Warum macht nur <i>ein</i> Peak Probleme? (II)	25
06 Wenn „UHPLC“ als UHPLC genutzt werden soll...	28
07 Benutze deine UHPLC in <i>diesen</i> Fällen lieber nicht als UHPLC... ..	31
08 Modernes HPLC/UHPLC gekauft, dennoch unzufrieden – warum? ...	33
09 Wenn schon Druck, dann wenigstens so, dass es für dich lohnt... ..	36
10 „Slit“, „Bandwidth“ und Referenzwellenlänge beim Diodenarray – Einstellungen und Effekte	39
11 Einstellparameter und Variationskoeffizient	41
12 „Der Gehalt hatte gestimmt, die relative Standardabweichung war in Ordnung – warum gibt es jetzt dennoch Probleme?“	45
13 Der Einfluss des Probenlösungsmittels auf das Chromatogramm ...	48
14 Effektives Spülen einer RP-HPLC-Säule	50
15 Kommen die Peaks früher, wird die Trennung wohl schlechter – oder?	52
16 Schnellexperimente zur Verbesserung der Peakform und/oder der Auflösung.....	55
17 Zwei Peaks in der Säule... ..	58

B Tipps zum Gradienten

18 Unterschiede zwischen isokratischen und Gradiententrennungen (I)	61
19 Unterschiede zwischen isokratischen und Gradientenläufen (II) ...	64
20 Unterschiede zwischen isokratischen und Gradientenläufen (III) ...	66
21 Totzeit, Totvolumen, Verweilvolumen ...	71
22 Das Totvolumen: Wie kritisch ist es wirklich? Und: Ist ein solches „schlimmer“ vor oder nach der Säule?	73
23 Ist ein kleines Verweilvolumen der Apparatur und/oder ein kleines Volumen der Mischkammer immer „gut“? oder: Was ein Paar „Mikroliterchen“ alles bewirken können... ..	79
24 Schmale und breite Peaks während eines Gradientenlaufs, die pH-Wert-Problematik	82
25 Generische Gradienten in der RP-HPLC (I)	84
26 Generische Gradienten in der RP-HPLC (II) ...	86

- 27 Peaks auf einer Flanke – mögliche Konsequenzen und Massnahmen92
Peakyl Säure und Chromyl von Kieselhausen im Gespräch...97

2. Spezialthemen

2.1 SFC99

- 2.1. A. SFC – eine alternative Trenntechnik? ...99

SFC-Tipps und Tricks103

Tipp Nr.

- 2.1.1 Die richtige Anlage103
2.1.2 Die CO₂-Versorgung106
2.1.3 Die geeignete Trennsäule108
2.1.4 Der Eluent111
2.1.5 Die optimalen Parameter115
- 2.1. B. Superkritische Fluid Chromatographie (SFC) – notwendig oder
überflüssig?118
- 2.1. B. 1 SFC – Chromatographie mit Kohlenstoffdioxid118
2.1. B. 2 Geschichte der SFC119
2.1. B. 3 Aufbau und Eigenschaften der SFC121
2.1. B. 4 Stationäre Phasen in der SFC125
2.1. B. 5 Anwendungsgebiete der SFC128
2.1. B. 6 Was macht die SFC so interessant?133

2.2 HILIC - do you HILIC?138

HILIC-Tipps und Tricks139

Tipp Nr.

- 2.2.1 Grundlegendes zur HILIC139
2.2.2 Die HILIC Grundlagen144
2.2.3 Welche stationären Phasen kann man in der HILIC nutzen?147
2.2.4 Welche Lösungsmittel kann ich als mobile Phase in der HILIC nutzen?
.....152
2.2.5 Welche Salze und wieviel davon kann man in der mobilen HILIC Phase
nutzen?155
2.2.6 Wie beeinflusst der pH-Wert der mobilen Phase in der HILIC die
Trennung?158
2.2.7 Welchen Einfluss hat die Säulentemperatur in der HILIC?161
2.2.8 Wie genau funktioniert die Säulen-Äquilibration in der HILIC?
.....164
2.2.9 Welche Lösungsmittel für die Injektion von Proben kann man in der
HILIC einsetzen?166
2.2.10 HILIC und MS168
2.2.11 Kann man RPLC und HILIC direkt koppeln?2.2.11

2.3 Gradient: Auswahl, Optimierung und Troubleshooting175

- 2.3.1 Einführung175
2.3.2 Vor- und Nachteile des Gradienten gegenüber isokratischen Trennungen
.....176

2.3.3 Auswahl und Optimierung von Gradienten	176
2.3.4 Troubleshooting von Gradientenläufen	189
2.3.5 Abschlussbemerkungen, Empfehlungen	195

3. Trends in der HPLC und zukünftige Entwicklungen

3.1 Einführung	201
3.2 Das HPLC-Labor, die HPLC-Anwender	201
3.3 Der HPLC-Markt, die HPLC-Hersteller	203
3.4 Stand der Technik – Ist-Situation und nahe Zukunft	205
3.4. A. Routine-HPLC	205
3.4. B. HPLC in der Forschung	206
3.5 Die HPLC-Technik und das Umfeld	208
3.6 Das HPLC-Labor 4.0	210
3.7 Was kann vielleicht an technischen Neuerungen noch kommen?	211
3.8 Abschlussbemerkungen	214

4. Stichwortverzeichnis

Peakyl Säure und Chromyl von Kieselhausen im Gespräch... – die Lösung ...	223
---	-----