

Inhaltsverzeichnis

1. Teil

Richtig bewerten – physikalisch, chemisch und mechanisch optimieren.

von R. E. Kaiser, Institut für Chromatographie,
Bad Dürkheim

Wie funktioniert HPLC?	13
1 Einleitung	18
1.1 Richtig messen, Urteil richtig fällen!	23
2 Ausreichend analytisch trennen	27
2.1 Trennvermögen	30
2.2 Wie gut ist das Trennsystem?	33
2.3 Auswertung der Rohmeß-Daten	40
2.4 Diskussion der Ergebnisse und Fragen aufgrund der Resultate	42
2.5 Schlußfolgerung aus den Daten	47
3 Was ist die „Varianz“, was bedeutet ihr richtiger Meßwert für die Praxis?	51
3.1 Regel von der Additivität der Varianzen in der Chromatographie und systematische Meßfehler dazu	52
3.2 Methoden zur Ermittlung der Extra- Säuleneffekte	57
4 Das abt-Konzept	67
4.1 Trennvermögen	74
4.2 Trennleistung	80
4.3 abt-Konzept und Selektivität	81
4.4 Ausreichend Auflösen	82
4.5 Klassische Auflösungsformeln und ihre Mängel	83
4.6 Auflösungsformeln, welche den instrumen- tellen Einfluß berücksichtigen	85
4.7 Zur theoretischen Grundlage des abt-Konzepts	90

5	Totzeit, Totvolumen in der HPLC	102
5.1	Totzeit und ihre praktische Bedeutung	103
5.2	Verteilungskoeffizient und Totzeitwert	113
6	Fluß-Optimierung, H/u-Kurven	115
6.1	Optimal Rohdaten messen, sachgerecht und genau genug verrechnen, kritisch auswerten	132
6.2	Optimieren bei mittelmäßigen bis „schlechten“ Trennsäulen	136
7	Stoffliches Optimieren in der HPLC	140
7.1	Stoffliches Optimieren der HPLC mit Hilfe der HPDC = HPTLC	141
7.2	Rf-Werte in k umrechnen	146
7.3	Für Übertragungen geeignete DC-Techniken	148
7.4	Instrument zur Messung richtiger k-Werte für die DC-LC-Übertragung	149
7.5	Übertragungsfunktion DC → LC	154
7.6	Probleme und Grenzen der Übertragung DC-LC	157
7.7	Vorteile und Nachteile der zirkularen-, linearen- und antizirkularen HPDC-Technik bei Datenübertragungen	159
7.8	Optimierung komplexer Phasenzusammen- setzungen	162
7.9	Der ganz einfache Fall DC → LC	164
7.10	Zweidimensionale HPDC	166
8	Mechanische Optimierung	169
8.1	Anschlußtechnik	169
8.2	Totvolumenfrei anschließen und verbinden, das MICONN-System (32)	170
8.3	T-Verzweigungen	173
8.4	Strömungswiderstand	173
8.5	HPLC-Schaltungen zusammenstecken	175
	Literatur- und Adressenhinweise	180

2. Teil

Trenncassetten für die HPLC – Technologie und Anwendung

*von E. Oelrich, unter Mitarbeit von H. Preusch,
E. Wilhelm und D. Theuerkauf, E. Merck, Darmstadt*

1	Einleitung	185
2	Das System der Trenncassette	188
2.1	Die Trenncassette	188
2.2	Der Cassettenrahmen (Interface)	191
2.3	Das Baukastensystem	193
3	Praktische Erfahrungen mit dem Trenncasset- tensystem	197
3.1	Experimentelles	197
3.2	Handhabung, Dichtigkeit, Trennleistung ..	198
3.2.1	Handhabung	198
3.2.2	Dichtigkeit	200
3.2.3	Trennleistung	203
3.3	Säulenwechsel	205
3.4	Säulenumkehr; „backflush“	216
3.5	Säulenschalten	223
3.6	Probensplitting	234
3.6.1	Split ins Freie	234
3.6.2	Split über den Detektor (Hinflush)	236
3.6.3	Split über mehrere Säulen	241
3.7	Eluatsplitting	244
3.7.1	Anschluß mehrerer Detektoren	244
3.7.2	Semi-präparative HPLC	246
3.8	Simultane Benutzung mehrerer Säulen (ohne Split)	248
3.9	Anreichern, Konzentrieren	251
3.10	Post-Column Derivatisierung	256
4	Schlußbemerkung	261
5	Literatur	263

2. Teil

Trenncassetten für die HPLC – Technologie und Anwendung

*von E. Oelrich, unter Mitarbeit von H. Preusch,
E. Wilhelm und D. Theuerkauf, E. Merck, Darmstadt*

1	Einleitung	185
2	Das System der Trenncassette	188
2.1	Die Trenncassette	188
2.2	Der Cassettenrahmen (Interface)	191
2.3	Das Baukastensystem	193
3	Praktische Erfahrungen mit dem Trenncasset- tensystem	197
3.1	Experimentelles	197
3.2	Handhabung, Dichtigkeit, Trennleistung ..	198
3.2.1	Handhabung	198
3.2.2	Dichtigkeit	200
3.2.3	Trennleistung	203
3.3	Säulenwechsel	205
3.4	Säulenumkehr; „backflush“	216
3.5	Säulenschalten	223
3.6	Probensplitting	234
3.6.1	Split ins Freie	234
3.6.2	Split über den Detektor (Hinflush)	236
3.6.3	Split über mehrere Säulen	241
3.7	Eluatsplitting	244
3.7.1	Anschluß mehrerer Detektoren	244
3.7.2	Semi-präparative HPLC	246
3.8	Simultane Benutzung mehrerer Säulen (ohne Split)	248
3.9	Anreichern, Konzentrieren	251
3.10	Post-Column Derivatisierung	256
4	Schlußbemerkung	261
5	Literatur	263