

Fallstricke und Fehlerquellen der HPLC in Bildern

Von

Veronika R. Meyer



Hüthig Verlag Heidelberg

Inhalt

Vorwort	7
Einleitung	11
Teil I: Grundlagen	13
1.1 Chromatographie	14
1.2 Chromatographische Kennzahlen	16
1.3 Die Auflösung zweier Peaks	18
1.4 Reduzierte Größen	20
1.5 Die Van-Deemter-Kurve	22
1.6 Peakkapazität und Zahl möglicher Peaks	24
1.7 Statistische Auflösungswahrscheinlichkeit: Simulation	26
1.8 Statistische Auflösungswahrscheinlichkeit: Beispiel	28
1.9 Präzision und Richtigkeit eines analytischen Resultats	30
1.10 Reproduzierbarkeit in der Spurenanalytik	32
1.11 Robustheit	34
1.12 Eichkurven	36
1.13 Die HPLC-Apparatur	38
1.14 Detektorcharakteristik	40
1.15 Rauschen	42
Teil II: Fallstricke und Fehlerquellen	45
2.1 Das Mischen der mobilen Phase	46
2.2 pH-Wert der mobilen Phase	48
2.3 Ungenügende Reagenzien- und Lösungsmittelreinheit	50
2.4 Systempeaks und quantitative Analyse	52
2.5 Ungünstiges Lösungsmittel für die Probe: Peakverzerrung	54
2.6 Ungünstiges Lösungsmittel für die Probe: Tailing	56
2.7 Probenlösungsmittel und Eichkurve	58
2.8 Verunreinigungen in der Probe	60
2.9 Präzision und Richtigkeit bei der Schlaufeninjektion	62
2.10 Totvolumen in der Apparatur	64
2.11 Änderung im Verweilvolumen	66
2.12 Klassierung von C ₁₈ -Umkehrphasen	68

2.13	Unterschiedliche Selektivität von C ₁₈ -Umkehrphasen	70
2.14	Verschiedene Chargen derselben stationären Phase	72
2.15	Beeinflussung der Trennung durch die Temperatur	74
2.16	Beeinflussung des Chromatogramms durch den Volumenstrom	76
2.17	UV-Detektionswellenlänge	78
2.18	Detektorüberladung	80
2.19	Beeinflussung der Peakhöhe durch den Kapazitätsfaktor	82
2.20	Beeinflussung der Peakfläche durch den Volumenstrom	84
2.21	Beeinträchtigung der Präzision durch das Rauschen	86
2.22	Flächen- und Höhenmessung bei Rauschen	88
2.23	Peakhöhenverhältnisse	90
2.24	Unvollständig aufgelöste Peaks	92
2.25	Flächenregeln für unvollständig aufgelöste Peaks	94
2.26	Flächen in einem Peakpaar 1 : 10	96
2.27	Höhen in einem Peakpaar 1 : 10	98
2.28	Quantitative Analyse eines kleinen Peaks	100
2.29	Ungenügend aufgelöste Peaks mit Tailing	102
2.30	Lecks in der Apparatur	104

Teil III: Hilfreiche Strategien 107

3.1	Gerätetests	108
3.2	Wellenlängenrichtigkeit des UV-Detektors	110
3.3	Regeln für richtige quantitative Peakmessung	112
3.4	Kontrollkarten	114
3.5	Verifizieren des Analysenresultats mit einer zweiten Methode	116
3.6	Regeln für die Weitergabe einer HPLC-Methode	118
3.7	Gute Laborpraxis	120
3.8	Standard-Arbeits-Prozeduren	122
3.9	Methodenvalidierung und Akkreditierung	124

Register 127