

# ***Inhaltsverzeichnis***

Über den Autor	7
<b><i>Einführung</i></b>	<b>21</b>
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, Gaschromato Grafen 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
<b><i>Teil I</i></b>	
<b><i>Am Anfang war die Farbe</i></b>	<b>25</b>
<b><i>Kapitel 1</i></b>	
<b><i>Chromatographie für alle</i></b>	<b>27</b>
Chromatographie, einfach genial	27
Papierchromatographie und Dünnschichtchromatographie	29
Gaschromatographie	29
Säulenchromatographie	30
Hochdruckflüssigchromatographie – HPLC	30
<b><i>Kapitel 2</i></b>	
<b><i>Trennen oder nicht trennen</i></b>	<b>33</b>
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

**Kapitel 3**

<b>Praktisch: Startbereit go on</b>	<b>39</b>
Coffein weckt auf	39
Integrieren nicht integrieren	41
Rechnen auch noch	42
Wie viel Coffein enthält nun Ihr Kaffee?	43

**Teil II**

<b>Dünnschichtchromatographie, Gaschromatografie GC und HPLC, dünn wie Papier, luftig und unter Hochdruck</b>	<b>45</b>
---	-----------

**Kapitel 4**

<b>Dünnschichtchromatographie</b>	<b>47</b>
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**

<b>Kammern und Geräte</b>	<b>67</b>
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 Fünzig	71
Hundert und mehr	74
Densitometer	76
Qualitätsgesichert organisiert	77
Was Kostet die Welt?	78

**Kapitel 6**

<b>Praxis ist keine Theorie</b>	<b>81</b>
Medizin noch günstiger	81
DC-Schnelltest für Schmerzmittel	81
Rf-Werte	82

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

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
<b>Kapitel 9</b>	
<b>Praktisch: Ein Gas geht seinen Weg</b>	<b>139</b>
Der erste Detektor	139
Zieges Sohn und die Gaschromatographie	139
Probe und Interner Standard	141
<b>Kapitel 10</b>	
<b>Ein Lösungsmittel bewegt sich</b>	<b>147</b>
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
<b>Kapitel 11</b>	
<b>Methoden, Fehler und Qualität</b>	<b>173</b>
Methode gefunden, Probe verloren	173
Probe, wer bist du?	174
Die Probenentnahme:	174
Eigenschaften der Probe	174
Probeprobereitung	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

Spezielles	178
Methodensuche auf »agilentsch	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 Gerätestopp	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

## **Kapitel 12**

<b>HPLC-Praxis »Bitte eintreten«</b>	<b>195</b>
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

## **Teil III**

<b>Steuerung ohne Lenkrad</b>	<b>205</b>
-------------------------------	------------

## **Kapitel 13**

<b>Gesteuert wird alles</b>	<b>207</b>
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
  - Hilfffe!!! 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**

<b><i>Sicher ist sicher</i></b>	<b>251</b>
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-Laboratorien	264
Arbeitsvorschrift für Gaschromatographie-Laboratorien	266
Arbeitsvorschrift für High-Pressure-Liquid-(HPLC)Laboratorien	270
SOPs bis zum Abwinken	273

**Kapitel 18**

<b><i>Validiert gegen den Rest der Welt</i></b>	<b>275</b>
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
<b>Kapitel 22</b>	
<b><i>Speziell in die Zukunft</i></b>	<b>319</b>
Werden Sie überkritisch!	319
Superkritisch	320
Restriktor, Säule und Detektor	321
Lab on a Chip	322
Kleinste Flüssigkeitsvolumina pumpen	322
Hochauflösend, ultraklein	323
<b>Teil VI</b>	
<b><i>Im Kurvenreich des Rechenkönigs</i></b>	<b>325</b>
<b>Kapitel 23</b>	
<b><i>Kurve ist nicht gleich Kurve</i></b>	<b>327</b>
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
<b>Kapitel 24</b>	
<b><i>Rechnen wie ein König</i></b>	<b>341</b>
Eckpunkte eines Chromatogramms	341
Gib mir ein A, gib mir ein $w_i$ !	341
Daten warten auf Ihren Einsatz	343
Das System in Zahlen	343
Selektivitätsfaktor $\alpha$	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

Das Ergebnis	349
Interne Standardmethode	350
EXCEL, der graue Freund	351
<b>Teil VII</b>	
<b>Der Top-Ten-Teil</b>	<b>355</b>
<b>Kapitel 25</b>	
<b>Zehn Anfängerfehler in der Chromatographie</b>	<b>357</b>
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
<b>Kapitel 26</b>	
<b>Zehn Top-Links zur Chromatographie</b>	<b>363</b>
<b>Anhang 1</b>	<b>367</b>
Abkürzungen in diesem Buch	367
<b>Anhang 2</b>	<b>371</b>
Formelsammlung	371
<b>Stichwortverzeichnis</b>	<b>379</b>