

Inhaltsverzeichnis

Vorwort *XI*

Vorwort zur neunten Auflage *XI*

0 **Wichtige und nützliche Gleichungen für die HPLC** *1*

1 **Einleitung** *4*

1.1 HPLC: Eine leistungsfähige Trennmethode *4*

1.2 Ein erstes HPLC-Experiment *5*

1.3 Die flüssigchromatographischen Trennverfahren *6*

1.4 Die HPLC-Apparatur *9*

1.5 Sicherheit am HPLC-Arbeitsplatz *9*

1.6 Vergleich von Hochleistungs-Flüssigchromatographie und Gaschromatographie *10*

1.7 Druckeinheiten *12*

1.8 Längeneinheiten *12*

1.9 Wissenschaftliche Zeitschriften *12*

1.10 Empfehlenswerte Bücher *14*

2 **Theoretische Grundlagen** *15*

2.1 Der chromatographische Prozess *15*

2.2 Bandenverbreiterung *17*

2.3 Das Chromatogramm und seine Aussage *22*

2.4 Graphische Darstellung von Peakpaaren mit verschiedener Auflösung *28*

2.5 Die Beeinflussung der Auflösung *33*

2.6 Totvolumina (extra-column-Volumina) *39*

2.7 Tailing *39*

2.8 Peakkapazität und statistische Auflösungswahrscheinlichkeit *44*

2.9 Temperatureinflüsse in der HPLC *47*

2.10 Die Grenzen der HPLC *49*

3 **Pumpen** *54*

3.1 Allgemeines *54*

3.2	Die Kurzhub-Kolbenpumpe	55
3.3	Unterhalt und Reparaturen	58
3.4	Andere Pumpentypen	59
4	Bereitstellung der Apparatur bis zur Probenaufgabe	61
4.1	Auswahl der mobilen Phase	61
4.2	Vorbereitung der mobilen Phase	63
4.3	Gradientensysteme	65
4.4	Kapillarleitungen	66
4.5	Fittings	69
4.6	Probenaufgabesysteme	70
4.7	Probelösung und Probenvolumen	74
5	Lösungsmittleigenschaften	76
5.1	Tabelle organischer Lösungsmittel	76
5.2	Lösungsmittelselektivität	77
5.3	Mischbarkeit	79
5.4	Puffer	79
5.5	Haltbarkeit von mobilen Phasen	83
6	Detektoren	84
6.1	Allgemeines	84
6.2	UV-Detektoren	89
6.3	Brechungsindex-Detektoren	92
6.4	Fluoreszenz-Detektoren	94
6.5	Elektrochemische Detektoren	95
6.6	Lichtstreuungs-Detektoren	97
6.7	Andere Detektoren	98
6.8	Mehrfachdetektion	100
6.9	Indirekte Detektion	101
6.10	Kopplung mit Spektroskopie	102
7	Säulen und stationäre Phasen	108
7.1	Säulen für die HPLC	108
7.2	Vorsäulen	110
7.3	Allgemeines über stationäre Phasen	111
7.4	Silicagel	116
7.5	Chemisch modifiziertes Silicagel	118
7.6	Styrol-Divinylbenzol	122
7.7	Einige weitere stationäre Phasen	125
7.8	Vorsichtsmaßnahmen und Regeneration	127
8	Das Testen von HPLC-Säulen	132
8.1	Einfache Tests für HPLC-Säulen	132
8.2	Bestimmung der Korngröße	134

- 8.3 Bestimmung der Totzeit 135
- 8.4 Das Testgemisch 137
- 8.5 Dimensionslose Größen zur Charakterisierung von HPLC-Säulen 139
- 8.6 Die van Deemter-Gleichung aus reduzierten Größen und ihre Nützlichkeit für die Säulendiagnose 142
- 8.7 Diffusionskoeffizienten 144

- 9 Adsorptions-Chromatographie 147**
 - 9.1 Was heißt Adsorption? 147
 - 9.2 Die eluotrope Reihe 149
 - 9.3 Selektivitätseigenschaften der mobilen Phase 152
 - 9.4 Wahl und Optimierung der mobilen Phase 153
 - 9.5 Anwendungsbeispiele 155

- 10 Umkehrphasen-Chromatographie 160**
 - 10.1 Prinzip 160
 - 10.2 Mobile Phasen in der Umkehrphasen-Chromatographie 161
 - 10.3 Selektivität und Stärke der mobilen Phase 164
 - 10.4 Stationäre Phasen 167
 - 10.5 Methodenentwicklung in der Umkehrphasen-Chromatographie 170
 - 10.6 Anwendungsbeispiele 172
 - 10.7 Hydrophobic-Interaction-Chromatographie 176

- 11 Chromatographie mit chemisch gebundenen Phasen 178**
 - 11.1 Einführung 178
 - 11.2 Eigenschaften spezieller Phasen 178

- 12 Ionenaustausch-Chromatographie 184**
 - 12.1 Einführung 184
 - 12.2 Prinzip 184
 - 12.3 Eigenschaften von Ionenaustauschern 186
 - 12.4 Der Einfluss der mobilen Phase 188
 - 12.5 Spezielle Möglichkeiten für den Ionenaustausch 190
 - 12.6 Praktische Hinweise 192
 - 12.7 Anwendungsbeispiele 194

- 13 Ionenpaar-Chromatographie 197**
 - 13.1 Einführung 197
 - 13.2 Praxis der Ionenpaar-Chromatographie 198
 - 13.3 Anwendungsbeispiele 201
 - 13.4 Anhang: UV-Detektion mit Hilfe von Ionenpaar-Reagenzien 201

- 14 Ionenchromatographie 204**
 - 14.1 Prinzip 204
 - 14.2 Unterdrückungstechniken 205

- 14.3 Phasensysteme 205
- 14.4 Anwendungen 208

- 15 Ausschluss-Chromatographie 210**
- 15.1 Prinzip 210
- 15.2 Das Kalibrierchromatogramm 213
- 15.3 Molekülmassenbestimmungen mit Ausschluss-Chromatographie 216
- 15.4 Hintereinanderschalten von Ausschluss-Säulen 219
- 15.5 Phasensysteme 220
- 15.6 Anwendungen 221

- 16 Affinitäts-Chromatographie 226**
- 16.1 Prinzip 226
- 16.2 Affinitäts-Chromatographie als Spezialfall der HPLC 227
- 16.3 Anwendungsbeispiele 229

- 17 Wahl der Methode 232**

- 18 Möglichkeiten zur Lösung des Elutionsproblems 237**
- 18.1 Das Elutionsproblem 237
- 18.2 Lösungsmittelgradienten 238
- 18.3 Säulen zusammenschalten 243
- 18.4 Die Optimierung eines isokratischen Chromatogramms mit vier Lösungsmitteln 245
- 18.5 Die Optimierung der übrigen Parameter 248
- 18.6 Gemischte stationäre Phasen 252

- 19 Analytische HPLC 255**
- 19.1 Qualitative Analyse 255
- 19.2 Spurenanalyse 257
- 19.3 Quantitative Analyse 261
- 19.4 Wiederfindung 267
- 19.5 Peakhöhen- und Peakflächenmessung zur quantitativen Analyse 269
- 19.6 Integrationsfehler 272
- 19.7 Die Detektionswellenlänge 274
- 19.8 Gerätetest, Validierung und Systemeignungstest 276
- 19.9 Messunsicherheit 278
- 19.10 Derivatisierung 280
- 19.11 Unerwartete Peaks: Geister- und Systempeaks 283

- 20 Präparative HPLC 285**
- 20.1 Problemstellung 285
- 20.2 Die Praxis der präparativen HPLC 286
- 20.3 Überladungseffekte 289
- 20.4 Proben sammeln 292

20.5	Rezyklieren	294
20.6	Verdrängungs-Chromatographie	294
21	Trennung von Enantiomeren	297
21.1	Problemstellung	297
21.2	Chirale mobile Phasen	299
21.3	Chirale flüssige stationäre Phasen	300
21.4	Chirale feste stationäre Phasen	301
21.5	Indirekte Enantiomerentrennung	307
22	Spezielle Möglichkeiten	309
22.1	Mikro- und Kapillar-HPLC	309
22.2	Schnelle und superschnelle HPLC	310
22.3	HPLC mit superkritischen mobilen Phasen	313
22.4	Elektrochromatographie	316
23	Anhang 1: Angewandte HPLC-Theorie	318
24	Anhang 2: Durchführung des Gerätetests	326
24.1	Allgemeines	326
24.2	Durchführung des Tests	327
24.3	Dokumentation, Grenzwerte und Toleranzen	331
25	Anhang 3: Ursachen und Behebung von Problemen in der HPLC	333
26	Anhang 4: Füllen von HPLC-Säulen	341
	Register der Stofftrennungen	345
	Sachwortregister	347