

Liebe Leserinnen, liebe Leser,

der „HPLC-Tipp des Monats“ ist gewandert... Ab jetzt werden wir uns an dieser Stelle über praktische Aspekte der HPLC unterhalten. Ich wünsche Ihnen weiterhin viel Spaß und viele Erkenntnisse.

Ihr

Stavros Kromidas

Der HPLC-Tipp im April

## **HPLC im Frühjahr...**

Von Dr. Stavros Kromidas, Blieskastel

### **Der Fall**

Die HPLC-Analytik findet heutzutage in den meisten Fällen unter weitestgehend gleichbleibenden Bedingungen statt: Qualifizierte Geräte, standardisierte Abläufe, klimatisierte Räume, feststehende Methoden usw. Dennoch muss man evtl. mit unreproduzierbaren Ergebnissen/Problemen rechnen, die saisonal bedingt sind. Neben bekannten Ursachen wie starke Temperaturunterschiede im Winter/Sommer bzw. Unterschiede in der Feuchtigkeit (Klassiker: Kondenswasser im Autosampler) gibt es diffizilere Ursachen. Lassen Sie uns heute den Focus auf einige Probleme richten, die im Frühjahr häufiger auftreten. Welche wären das?

### **Die Lösung**

Nachfolgend beschriebene mögliche Ursachen kommen sicherlich nicht sehr häufig infrage; ich würde allerdings bei auftretenden Problemen auch an solche oder ähnliche denken, sollten andere, wahrscheinlichere Ursachen ausgeschlossen werden können:

- Schmelzwasser

Im Frühjahr befinden sich aufgrund von Schmelzwasser mehr Verunreinigungen im verwendeten Wasser – trotz HPLC-Qualität, Ergebnis: Mehr Geisterpeaks aus der wässrigen Phase, die vor allem in der Spurenanalytik für Ärger sorgen

- Sonnenstand

Im Frühjahr hat die Sonne bekanntlich einen anderen Stand als in den Wintermonaten. Der geänderte Winkel des einfallenden Lichtes kann manche Elektronik (Autosampler, Detektor) ein wenig durcheinander bringen... Oder die Jalousie fährt später herunter, somit strahlt die Sonne länger just dort, wo Sie Ihre Proben vorbereiten und einige Substanzen sind gerade Licht-empfindlich...

- Antihistaminika

Manch´ ein(e) Anwender(in) hat Heuschnupfenallergie und nimmt ein starkes Antihistaminikum in Sprayform. Ein derartiges Spray – analog auch ein intensives Parfum – kann bei häufiger Anwendung tagsüber zu unregelmäßig auftretenden Geisterpeaks führen

- Temperatur

Man freut sich, dass morgens früh hell ist, fängt also früher an zu arbeiten. Um 6.30 Uhr herrscht natürlich eine andere Temperatur als um 8.30 Uhr; das kann sich bei der Probenvorbereitung aber auch an der Retentionszeit bemerkbar machen. Da Sie früher anfangen, können Sie womöglich eine größere Anzahl an Proben vorbereiten und die Sequenz dauert somit länger. Was kann das bedeuten?

- Bleibt die Temperatur Ihrer SST-Lösung über den Tag stabil?
- Verdunstet vielleicht mehr Lösungsmittel aus den vials, was zu einer Anreicherung der Analyten dort führt?
- Füllen Sie häufiger Ihr Vorratsgefäß mit Acetonitril? Ergibt sich dadurch eine geringere Konzentration an Polymeren und dadurch eine „Buckel“-freie Basislinie?
- Hat Aceton weniger „Zeit“ sich aus Acetonitril zu bilden und haben Sie dadurch eine geringere Drift?

Die Liste ließe sich beliebig erweitern.

- Wartungstermin

Häufig findet die jährliche Wartung im Frühjahr statt. Kurz vor einem möglichen Öl-Wechsel der Pumpe ist die Viskosität des alten Öls höher und dadurch arbeitet die Pumpe bei sehr kleinen Flussraten nicht sehr präzise, der Variationskoeffizient (RSD) der Peakfläche ist größer als sonst

- Blitze

Nachfolgend beschriebene Problematik dürfte in einem stabilen Netz, wie wir es in Mitteleuropa haben, nicht von Relevanz sein. In einer anderen Weltgegend erlebte ich eine Menge Schwierigkeiten, deswegen möchte ich auch diesen letzten Punkt nicht unerwähnt lassen: Blitze in unmittelbarer Nachbarschaft des Labors mögen den PC und den Bildschirm nichts anhaben. Manches Kabel jedoch hat vielleicht einen Kurzschluss aufgefangen, es bekommt eine „Macke“. Und die dazugehörigen Laborgeräte bzw. deren Steuerung (unterschiedliche HPLC-Geräte(!), Waage, ICP etc.) können unterschiedlich darauf reagieren. Schutzstecker gegen Überspannung hilft nicht immer, Spannungsspitzen z. B. im Interface/in Schaltventilen sind dadurch nicht selten. Das Problem kann ein paar Tage konserviert bleiben

## **Das Fazit**

Man sollte weiter oben erwähnte Probleme nicht dramatisieren; dennoch würde ich bei häufig auftretenden Problemen zu einer bestimmten Jahreszeit an evtl. veränderten Umgebungs- und Umweltbedingungen sowie veränderten Laborabläufen denken.

© Dr. Stavros Kromidas

[www.kromidas.de](http://www.kromidas.de)