

## Troubleshooting in der Chromatographie

### Lösungsansätze zu Fehlerfindungsstrategien

#### Hier lesen Sie:

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

Dr. Hansgeorg Schaller  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

Vortrag anlässlich der NOVIA Analytiker-Tage  
9. bis 10. November 2004 in Mannheim

#### Einleitung

Dieser Beitrag zur „Systematik der Fehlersuche in der GC und HPLC“ setzt sich mit den alltäglichen Problemen und Störungen in der Praxis der Gas- und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie auseinander. Es werden „Störungen“ behandelt, wie sie bei allen gängigen Geräten auftreten können, unabhängig vom Gerätetyp. Er soll eine Anleitung geben, wie man „Störungen“ erkennt, findet und behebt. Darüber hinaus werden einige Anregungen gegeben, wie man fehlerhafte Messungen und „Störungen“ von vornherein vermeiden kann. Wie bei allen komplizierten Analyseverfahren empfiehlt sich eine sorgfältige und syste-

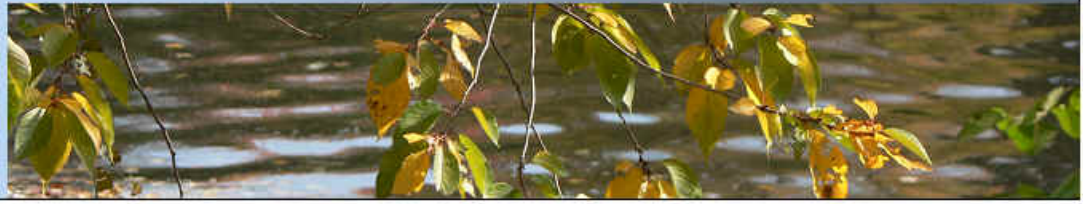
matische Vorgehensweise. Ein wesentliches Hilfsmittel ist dabei das Chromatogramm, durch dessen Analyse wichtige Hinweise für die Ursachen von Problemen gefunden werden. Weitere Hilfsmittel zur Bewältigung komplexer Problem sind die „Problemlösungs-Matrix“ und Ablaufdiagramme für die Analysenmethode. Essentiell ist ferner die sorgfältige Dokumentation von Methoden und Verfahren, um im Fall des Eintritts einer „Störung“ Rückschlüsse ziehen zu können.

**Die wahre Tüchtigkeit eines Labors zeigt sich nicht in der Schnelligkeit, mit der die laufenden Aufgaben bewältigt werden, sondern in der Art, mit der die Mitarbeiter mit unerwarteten Situationen fertig werden.**

Zunächst sollen die Teilnehmer kurz in die Problematik der quantitativen Analytik eingeführt werden. Ziel ist es nicht, hier eine umfassende Darstellung zu geben, sondern die Zuhörer für die damit verbundenen Probleme zu sensibilisieren.

Ein wesentlicher Teil des Vortrags beschäftigt sich mit der Strategie der Fehlersuche: welche Methoden können angewendet werden, wenn Probleme auftreten, deren Ursachen nicht offensichtlich sind und wie soll man in der täglichen Arbeit mit diesen Aspekten umgehen.

Abschließend ein kurzer Blick auf das wichtigste Hilfsmittel der Fehlersuche, bzw. der Qualitätskontrolle der täglichen Arbeit: das Chromatogramm. Die automatisierte Bearbeitung von chromatographischen Daten in



### Hier lesen Sie:

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

modernen (LIMS) Computersystemen ohne visuelle Inspektion der Rohdaten kann folgenschwere Fehler (bei der quantitativen Auswertung) zur Folge haben. Ein sorgfältig arbeitendes Labor sollte bei der Kontrolle des Chromatogramms keinesfalls sparen.

Abschließen soll der Vortrag mit einem Beispiel aus der Praxis, das aufzeigt, welche Bedeutung das systematische Vorgehen der Fehlersuche und die kritische Bewertung von Arbeitsvorschriften haben kann.

### **Quantitative Analytik**

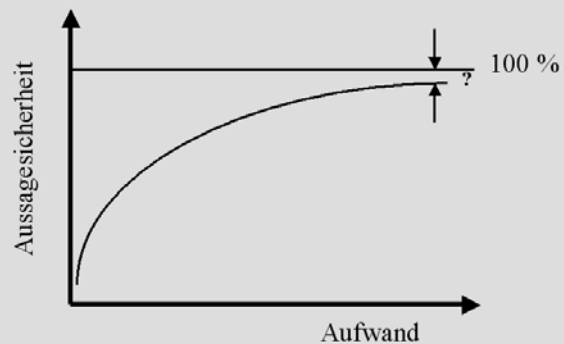
So trivial es klingt: die Grundvoraussetzung jeder Arbeit ist es, zu erkennen, wenn ein Fehler vorliegt. Hat man erkannt, dass ein Fehler aufgetreten ist, so kann dieser analysiert, identifiziert und behoben werden. Das Auftreten eines Fehlers kann offensichtlich

- 
- 
- 

<http://www.hg-schaller.de>

4

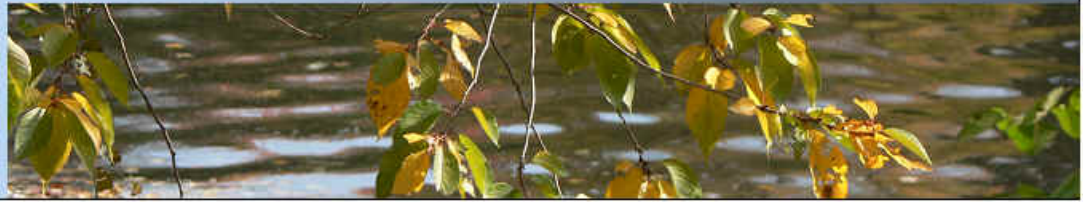
## Kosten / Nutzen



sein, es kann aber auch sein, dass er nur sehr schwer zu erkennen ist. Dieses trifft insbesondere für Probleme im Bereich der quantitativen Analytik zu. Ein nicht, oder nicht richtig funktionierender Chromatograph fällt in der Regel schnell auf, während z.B. eine unvollständige Extraktion (durch Einflüsse der Probenmatrix), oder gar noch schwerwiegender, eine fehlerhafte Probenahme, nur kaum, bis fast überhaupt nicht zu erkennen ist.

Daher muss jedes Labor Strategien für die Erkennung nicht offensichtlicher Fehler entwickeln. Diese Strategien müssen der spezifi-

schen Situation des Labors und der Aufgabenstellung angepasst sein, und in Prüfplänen schriftlich niedergelegt werden. Der dafür notwendige Aufwand richtet sich nach der Schwierigkeit der Analytik und ganz besonders nach dem gewünschten Sicherheitsgrad der Aussage. Jeder Laborleiter und Analytiker muss sich bewusst sein, dass eine 100%-ige Analysensicherheit nicht erreichbar ist. Aufwand und gewünschte Sicherheit sollten in einem ausgewogenen Verhältnis stehen. Dieses bedeutet nach Ansicht des Autors, dass die Grundlage erfolgreicher Ar-



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

beit nur dann gegeben ist, wenn eine gute Absprache von chemisch-analytischem Labor und Auftraggeber (sowohl interner als auch externer) stattfindet.

In der Praxis ist es fast immer die Regel, dass die Proben dem Labor angeliefert werden und das Labor „nur“ für die Analyse der Proben zuständig ist. Diese Arbeitsteilung ist sicherlich häufig nicht zu umgehen, sie kann jedoch Gefahren in sich bergen.

Wenn möglich sollte das analytische Labor über die Art der Probenahme und die analytische Aufgabenstellung informiert sein. Ganz essentiell ist dieses natürlich, wenn es dafür erforderlich ist, zunächst erst einmal eine Methode für die Bearbeitung der Aufgabenstellung zu entwickeln. In diesem Zusammenhang soll auch nur kurz auf die Aspekte der „Qualität einer Dienst-

leistung“ (DIN ISO 9001 ff.) verwiesen werden, die eine systematische Erfassung der Anforderungen des Auftraggebers vorschreibt.

Ein weiterer Aspekt: wenn das analytische Labor, bzw. die Mitarbeiter des Labors, in die Probenahme mit eingebunden sind, so können auch Fehler in diesem Bereich erkannt werden, bzw. gegebenenfalls die Störungssuche erleichtert werden.

In der Diskussion mit Nicht-Fachleuten, speziell mit Juristen, sollte dem Auftraggeber ebenfalls klar gemacht werden, dass eine absolute 100-ige Genauigkeit im Regelfall nicht erreicht werden kann.

Hier kommt es erfahrungsgemäß häufiger zu größeren Missverständnissen zwischen Experten und Laien (Auftraggebern der Analytik).

Da die Arbeit, also die Kosten, die zur Qualitätssicherung in einem Labor aufgewendet werden müssen, stark von der geforderten Aussagesicherheit abhängen, kann auch keine allgemein gültige Regel aufgestellt werden, welcher Aufwand generell für die Qualitätssicherung geleistet werden muss. Stets ist die Einzelfallentscheidung des Labors gefordert, und diese kann nur in der Kommunikation mit dem Auftraggeber der Analytik vorbe-

- 
- 
- 

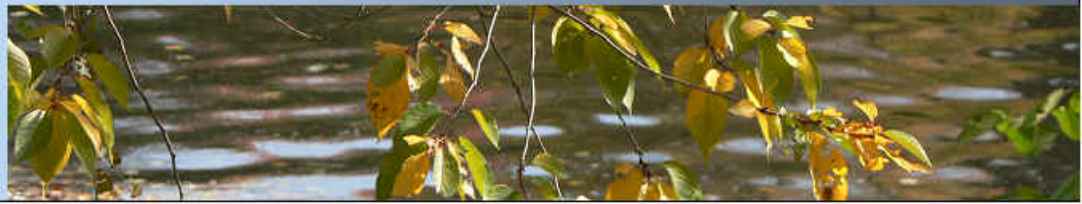
<http://www.hg-schaller.de>



## Fehlerquellen der quantitativen Auswertung

- **Probenvorbereitung**  
Probennahme, Blindwerte, Einwägefehler, Verdünnungsfehler, Verschleppung, Wiederfindungsraten, falsche Standardzugabe
- **Chromatographische Fehler bei sonst einwandfrei arbeitendem Gerät**  
Nicht reproduzierbare Injektionen, Verschleppung in der Spritze, unerkannte Störpeaks durch coeluiierende Komponenten, Änderung des Detektorresponses, Arbeiten außerhalb des linearen (geeichten) Bereiches
- **Auswertefehler**  
Falsche Integrationsparameter, Falsche Eichfunktion, Falscher Peak ausgewertet, Rechenfehler

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

reitet werden. Typische und häufige Fehlerquellen der quantitativen Analyse sind Auswertefehler, chromatographische Fehler, und Fehler der Probennahme und Probenvorbereitung (in ansteigender Wahrscheinlichkeit).

Ein historisches Beispiel für einen kleinen Rechenfehler ist die Bestimmung des Eisens im Spinat: durch einen falschen Rechenfaktor ergab sich eine 1000 mal höherer Gehalt als tatsächlich. Generell gilt: je früher im Prozess der Analyse ein Fehler auftritt, um so fataler ist im allgemeinen das Resultat. Und meistens sind diese früh eintretenden Fehler auch besonders schwer zu entdecken. So versagen sämtliche Qualitätssicherungsmaßnahmen des besten Analysenlabors (von der Standardaddition bis zu hin zur ausgefeilten Referenz Analytik)

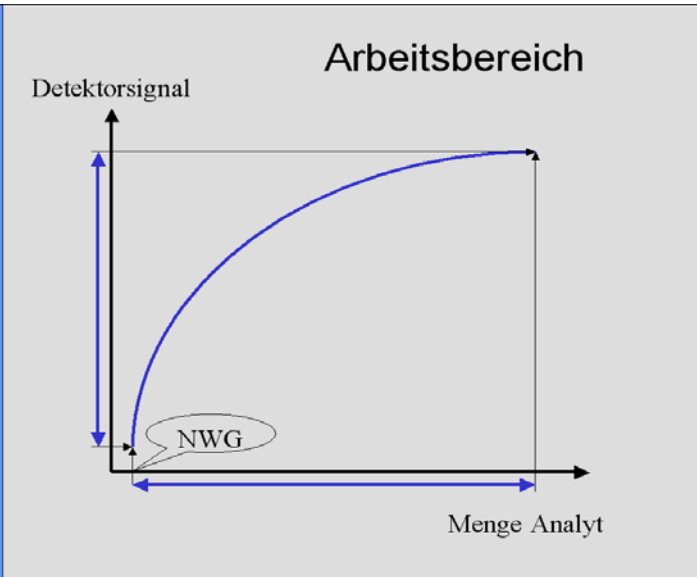
wenn schlichtweg die falsche Probe genommen wurde. Bietet sich die Möglichkeit zur Analyse von zertifiziertem Standard Referenz Material, oder noch besser, die Möglichkeit zur Teilnahme an Ringtests, so kann das Labor damit die ei-

das Problembewusstsein der Teilnehmer wecken. Häufige Ursache für fehlerhafte Analysen (Gerätefehler) sind unerkannte Änderungen des Detektorresponses (Verschiebungen der Eichkurve), bzw. ein Arbeiten außerhalb des

- 
- 
- 

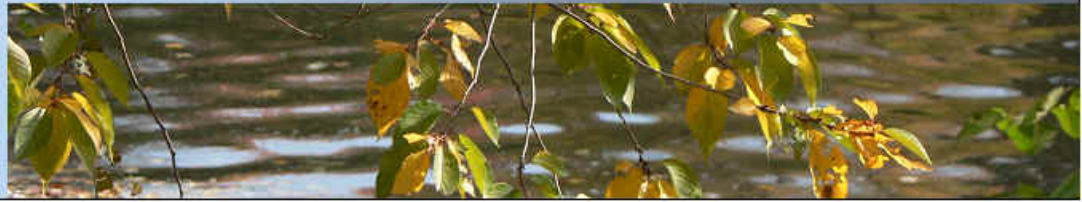
<http://www.hg-schaller.de>

6



gene Qualitätssicherung gut überprüfen. Diese Maßnahmen kosten zwar Geld, können aber ansonsten unerkannte Fehlerquellen offensichtlich machen. Eine erschöpfende Behandlung dieser Aspekte würde diesen Vortrag bei weitem sprengen und ist auch nicht Sinn und Zweck dieses Vortrags. Der Autor möchte hiermit lediglich

geeichten Analysenbereiches. Modernere stabile und spezifische Detektoren haben diese Problematik zwar gegenüber älteren Geräten gemindert, können diese aber auch nicht komplett ausschalten. Die Beziehung zwischen Detektorsignal und der injizierten Menge des Analyten wird als Eichkurve (-Gerade)



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

bezeichnet. Je nach dem Prinzip der Detektion ergeben sich lineare oder nicht lineare Beziehungen. Der Arbeitsbereich eines jeden Detektors ist aufgrund des physikalischen Prinzips des Detektors stets mehr oder weniger begrenzt. Im unteren Bereich wird dieses durch die sogenannte Nachweisgrenze bestimmt. Die genaue Definition der Nachweisgrenze, die in diesem Zusammenhang **besser als** „Detektionsgrenze“ bezeichnet werden sollte, ist dem Labor überlassen, bzw. sollte in der Methodenbeschreibung festgelegt werden. Im allgemeinen wird als „Detektionsgrenze“ die Menge an Analyt bezeichnet, die ein Detektorsignal erzeugt, das eindeutig als chromatographischer Peak erkannt werden kann. Häufig wird hier die 2,5 fache Höhe des Detektorrau-

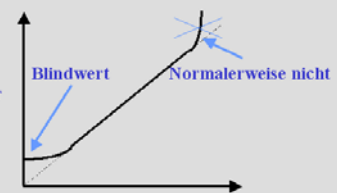
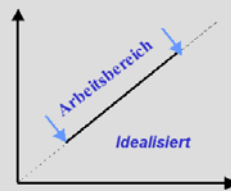
schens verlangt, eine Definition die natürlich vom Zustand des Systems abhängt. Besser sollte bei Aussagen gegenüber Dritten die „Verfahrensnachweisgrenze“ verwendet werden, die eine höhere Aussagekraft hat. Im oberen Bereich ist die Eichkurve physikalisch durch Überladungseffekte des Detektors, bzw. des Systems begrenzt. Grundsätzlich gilt, dass ein Arbeiten außerhalb des eingeeichten Bereichs nicht zulässig ist. Eine Extrapolation auch der schönsten Eichkurve nach oben wie auch nach unten ist unter keinen Umständen tolerabel. Dieses gilt insbesondere auch für alle

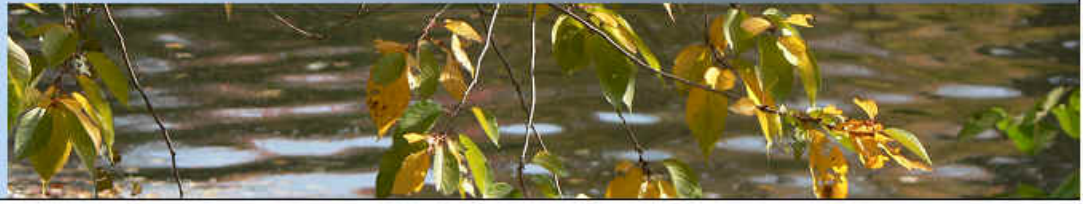
Verfahren die mit der Methode der Standardaddition arbeiten. Liegt das Signal der mit dem Standard versetzten Probe außerhalb der eingeeichten Bereiches, so ist eine Auswertung der Probe nicht zulässig. Die Arbeitsbereiche von Detektoren sind, unabhängig davon ob Geradem oder Kurven, stets momentane Zustände, die vom Zustand des Systems abhängig sind. Ferner muss man sich immer vergegenwärtigen, dass die Eichkurve stets das Ergebnis des chromatographischen Prozesses, also dem Zusammenwirken der Probe mit Detektor, mobiler und stationärer

- 
- 
- 

<http://www.hg-schaller.de>

**Arbeitsbereich - Eichbereich**





**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

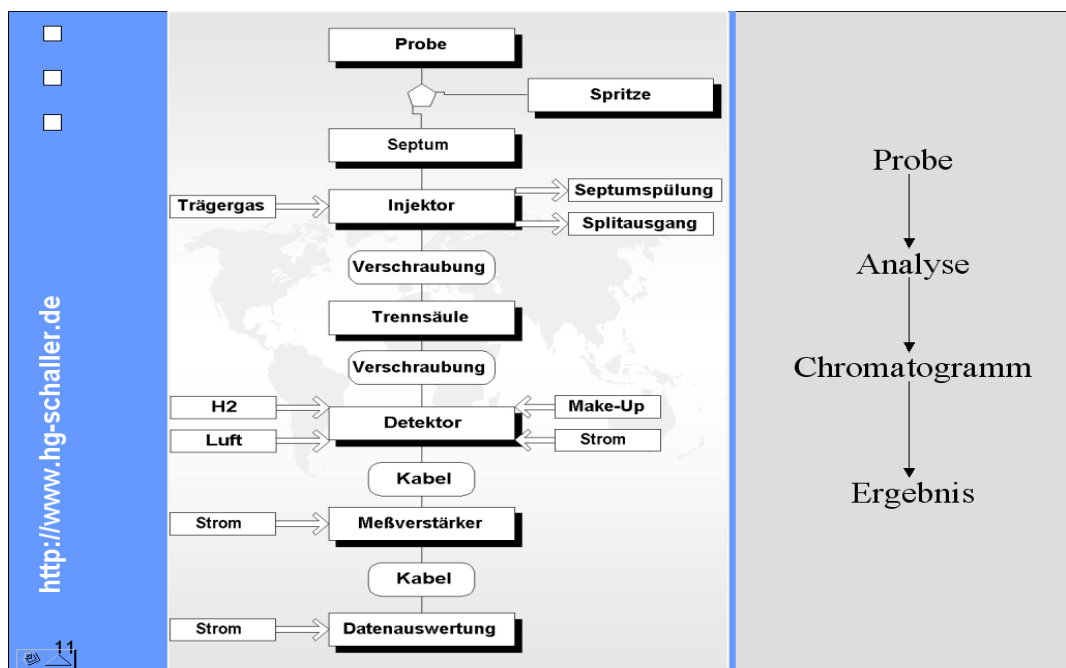
Phase, Trennsäule, Probenaufgabesystem und Verbindungsteilen etc. ist. Aktive Stellen im System, die sich im Rahmen einer Analysenreihe bilden und die sich aber auch zurückbilden können, beeinflussen den Arbeitsbereich sowohl in seiner Größe aber auch in seiner absoluten Lage (Beziehung Analyt-Signal) erheblich. Gleiches gilt für die Blindwerte von Proben bzw. Analysenverfahren. Ein jedes Labor muss daher angemessene Strategien entwickeln, die sicherstellen, dass sich das chromatographische System

stets im eichfähigen Zustand (im geeichten Zustand) befindet. Welche Strategien, welcher Aufwand betrieben werden muss, ist eine individuelle Einzelfallentscheidung, die von dem geforderten Ergebnis und der Schwierigkeit der Analytik abhängt. Maßnahmen, die sicherstellen können, dass sich der Eichbereich nicht verändert hat, sind die häufigere Analyse von Leerproben (Nullproben) bzw. von reinem (Proben-) Lösemittel, gefolgt von zwei oder drei Standard-Eichproben mit niedriger und hoher Konzentration und einer kurzen Serie von

Standards gleicher Konzentration zur Messung der Reproduzierbarkeit. Standards können als reine Lösungen des Analyten in geeignetem Lösungsmittel oder als gespikte Proben (besser aber aufwendiger) angesetzt werden.

**Systematik der Fehlersuche**

Probleme oder Funktionsstörungen erfordern eine systematische Vorgehensweise. Ein Problem sollte zuerst immer analysiert und beschrieben werden, dann erfolgt die schrittweise Korrektur. Wenn





**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

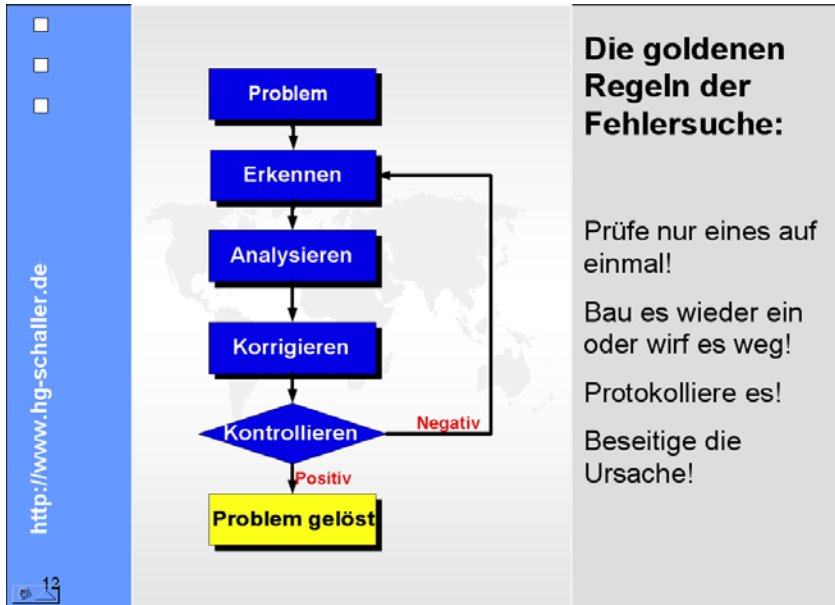
**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)



**Die goldenen Regeln der Fehlersuche:**

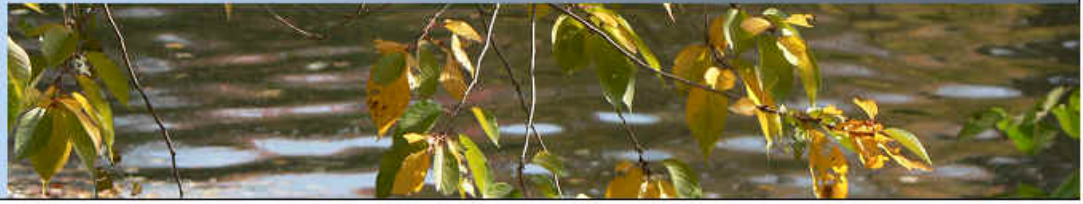
- Prüfe nur eines auf einmal!
- Bau es wieder ein oder wirf es weg!
- Protokolliere es!
- Beseitige die Ursache!

und führt Tests mehrfach unnützlich durch. Hat man die Störung behoben, so ist es keine vergeudete Zeit, Störung, Symptom der Störung und Abhilfe genau zu dokumentieren. Diese Dokumentation ist sowohl für das weitere eigene

irgend möglich, sollte ein Problem als erstes nach der Art der Störung klassifiziert werden. Je nach Art der Störung, ob zum Beispiel chromatographisch oder elektronisch, wird man bestimmte Komponenten des Systems bevorzugt als Ursache der Störung verdächtigen. Ausgehend von diesem Verdacht kann das Problem dann weiter eingekreist und systematisch behoben werden. Dieses systematische Vorgehen mag auf den ersten Blick als zu zeitaufwendig und umständlich angesehen werden, in der Praxis aber zeigt sich das Gegen-

teil: wenn ein Problem nicht innerhalb der (ca.) ersten 10 Minuten gefunden werden kann, so führt nur die systematische Vorgehensweise zu Ziel. Wichtig dabei ist eine gute Dokumentation der ergriffenen Maßnahmen. Während der Suche nach der Ursache der Störung werden verschiedene Tests durchgeführt, die unter extremen Umständen mehrere Tage dauern und mehrere Personen beschäftigen können. Werden dann bei der Fehlersuche nicht sorgfältig Art und Ergebnisse der Tests dokumentiert, so dreht man sich nach einiger Zeit nur noch im Kreis

Arbeiten, als auch für Kolleginnen und Kollegen hilfreich, wenn später (eventuell erst nach Monaten) einmal das gleiche oder ähnliche Problem wieder auftritt. Am besten werden für die Geräte, gegebenenfalls auch für kritische Einzelkomponenten, Logbücher angelegt. Oftmals sind die Symptome einer Störung nicht so klar erkennbar, dass die Störung einer ganz bestimmten Art zugeordnet werden kann. So können beispielsweise veränderte Retentionszeiten chromatographischer, thermischer, pneumatischer (bzw. Fluss mobiler Phase) Natur, in Ausnahmefällen sogar



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

chemischer Natur, sein. Allerdings hilft hier in aller Regel eine gründliche Analyse des Chromatogramms, gegebenenfalls in Kombination mit einfachen Tests, wie zum Beispiel der Analyse einer Referenzprobe.

In Ergänzung zur eigentlichen Fehlersuche sollte man sich Gedanken darüber machen, wie die Ursache der Störung behoben werden kann. Verschieben sich beispielsweise die Retentionszeiten, weil die stationäre Phase der Trennsäule geschädigt wurde, so endet die Störungssuche nicht mit dem Ersatz der Säule. Zwar kann nach dem Einbau einer neuen Säule sofort weitergearbeitet werden, aber die Wahrscheinlichkeit, dass der gleiche Fehler erneut eintreten wird, ist sehr hoch. Daher überlegt man sich mögliche Ursachen, wie z.B. Überhitzung, Sauerstoff im Trägergas (GC), verunreinigte Mobile Phase (HPLC) oder „Schmutz“ aus der Matrix der Probe.

Ziel ist es, diese Ursachen auszuschließen, bzw. deren Einfluss zu minimieren.

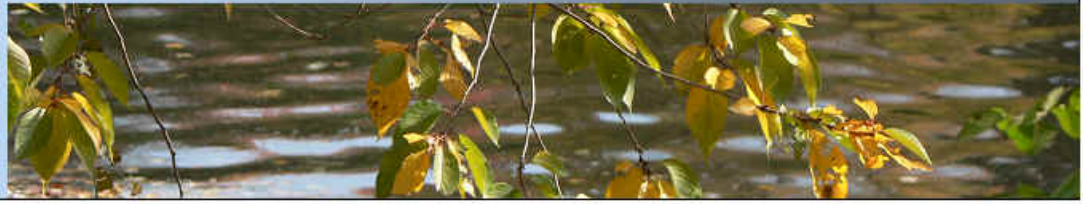
Bevor man mit der „Reparatur“ eines Problems oder eines nicht funktionierenden Bauteils beginnt, sollte immer eine genaue Prüfung durchgeführt werden, ob dieses denn auch tatsächlich die Ursache ist. Dabei stellt man sicher, dass man sich zunächst einen guten Überblick über alle Instrumente und Anzeiger wie beispielsweise Manometer, Schaltfelder, Schreiber, Displays, Sicherungen etc. verschafft und sich alle wichtigen Anzeigen und Geräte im unmittelbaren Blickfeld befinden. Anschließend beginnt man mit dem systematischen Überprüfen der einzelnen möglichen Fehlerquellen.

Hat man eine Störung auf eine bestimmten Fehlerklasse eingegrenzt, so prüft man innerhalb dieser Klasse die einzelnen Möglichkeiten nacheinander. Dabei ist es gute Praxis, nicht mit den wahrscheinlichsten Fehlerquellen, sondern mit den am einfachsten zu

prüfenden Fehlerquellen zu beginnen. Ein ganz triviales Beispiel: will man die Spannungsversorgung prüfen (denn „es funktioniert ja gar nichts“), so ist der Aufwand um den Stecker aus der Steckdose zu ziehen und wieder hinein zu stecken ca. 10 Sekunden. Will man dagegen die Sicherungen austauschen, so dürften dafür einige Minuten darauf zu verwenden sein (Gerät umdrehen, Sicherungskasten suchen, etc.).

In jedem Labor sollten Mitarbeiter mit einiger Erfahrung verfügbar sein, die man um Hilfe und Rat bitten kann. Gut ist es, dieses im frühen Stadium zu tun, und dabei den Helfer nicht durch bereits vorgefertigte Meinung auf eine falsche Fährte zu locken, sondern ihn unvoreingenommen auf das Problem anzusetzen.

Lässt sich der Fehler nicht innerhalb von ca. 10 Minuten finden – also im üblichen Erfahrungsbereich des Labors liegen-, so sollte man mit der systematischen Fehlersuche be-



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

ginnen. Dabei stellt man eine Liste möglicher Fehlerquellen auf (z.B. mittels des Problem Analysen Schema) und arbeitet diese unbeirrt nacheinander ab. Wichtig ist, dass man nichts aber auch gar nichts als selbstverständlich ansehen darf. Auch anscheinend ausgefallene Möglichkeiten wollen berücksichtigt werden (und man bedenke, das Problem liegt ja sowieso außerhalb des bisherigen Erfahrungsbereiches). Vergisst man Komponenten oder Arbeitsschritte oder will diese aus „Zeitersparnis“ nicht in die sorgfältige Prüfung mit einbeziehen, so kann sich dieses bitter rächen.

Ein Hilfsmittel, das sich dazu eignet alle Komponenten zu erfassen, ist ein Ablaufplan. Wenn man sich auf einem Blatt Papier überlegt und zusammenfasst, welche Ablaufschritte im Rahmen einer Analyse der Reihe nach durchschritten werden, bzw. aus welchen Bauteilen ein Chromatograph besteht und mit wel-

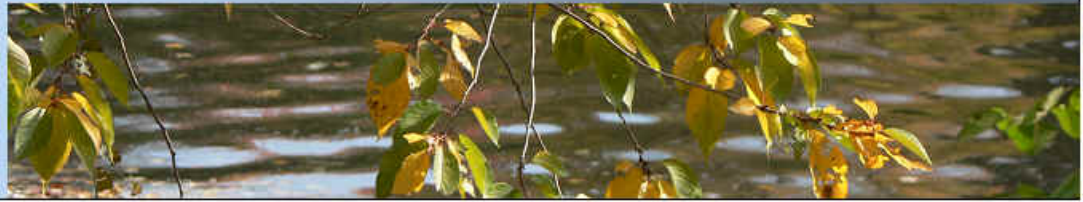
chen Versorgungsmedien er arbeitet, so hat man automatisch eine Liste der zu prüfenden Punkte in der Hand.

Anschließend können die einzelnen Punkte der Reihe nach analysiert und geprüft werden. Einfach durchzuführende Prüfungen bitte immer zu erst tätigen! Ferner ist es immer recht sinnvoll, sich bei der Prüfung innerhalb eines Gerätes von „Hinten“ nach „Vorne“ durchzuarbeiten. Wenn z.B. in einem HPLC System festgestellt wird, dass die Pumpe einen sehr hohen Druck aufbaut, aber hinter dem Detektor keine mobile Phase in das Abfallgefäß tropft, so liegt wahrscheinlich ein Verstopfung vor. Nun beginnt man das System (bei laufender Pumpe) zu prüfen, indem man ganz systematisch jedes einzelne Teil, beginnend mit der Verbindungskapillare zwischen Abfallgefäß und Detektor, abschraubt und dabei darauf achtet, in welchem Moment der Fluss wieder einsetzt. Damit kann die Stelle der Verstopfung einfach gefun-

den (und behoben) werden.

Gerade bei komplexen und nicht offensichtlichen Problemen zeigt die Praxis, dass es sehr wichtig ist, Abstand vom Problem zu gewinnen, um sich das systematische Arbeiten zu erleichtern. Ein einfacher aber sehr wirkungsvoller psychologischer Trick ist es, das Labor zu verlassen, sich eine Tasse Kaffee (oder Ähnliches anregendes) zu holen, und dann mit Hilfe eines Blatt Papiers das Problem gewissermaßen aus der Vogelperspektive zu betrachten und zu bearbeiten.

Ist ein Problem erkannt worden, so sollte es zunächst systematisch analysiert werden. Dieses klingt selbstverständlich, in der Praxis aber beobachtet man häufig, dass im Stress der Alltagsroutine diese Analyse nicht sorgfältig genug erfolgt, Fehlerquellen damit vergessen und die Fehlersuche erschwert und unnötig verlängert wird. Ein Hilfsmittel zur Analyse des Problems bietet das „Problem Analy-



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problem-analysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

Das Problem Analysen Schema				
Wie äußert sich das Problem?	Was könnte die Ursache sein?	Was könnte dagegen getan werden?	Was spräche eventuell dagegen?	
Basisliniendrift im Temperaturprogramm	Bluten der stationären Phase	Säule ausheizen oder neue Säule verwenden	Kostet Zeit Säule ist neu	
	Schmutz auf der Säule	Säule spülen	Erfolg unsicher	
		Säulenanzug abbrechen	nichts	

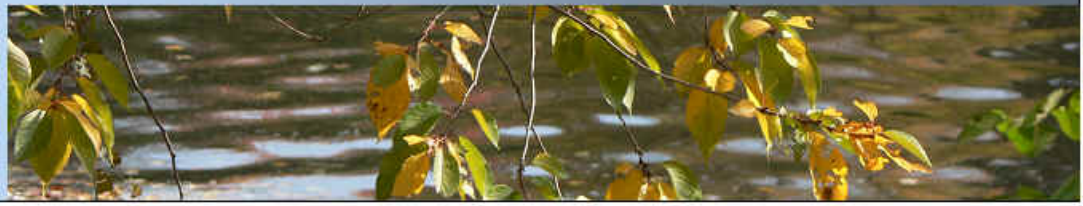
Das Problem Analysen Schema				
Wie äußert sich das Problem?	Was könnte die Ursache sein?	Was könnte dagegen getan werden?	Was spräche eventuell dagegen?	
Basisliniendrift im Temperaturprogramm	Schmutz im Injektor	Insert austauschen	nichts	
Zu hohes Grundsignal am Ende des Programms	Verschmutzte Brenngase	Filter einbauen	Sollte aber keine Drift sondern konstant hohes Signal geben!	
<b>Basisliniendrift im Gradientenprogramm</b>	.....	.....	.....	

Problems (Beseitigung der Ursachen!) ist es wichtig, nicht alle möglichen defekten Bausteine auf einmal auszutauschen, sondern jeweils nur einen nach dem anderen. Nur so kann der wirklich defekte Baustein erkannt (und die Ursache gefunden) werden! Als defekter bekannte Bauteile werden sofort entsorgt bzw. wieder in das Gerät eingesetzt. Erfolgt dieses nicht konsequent, so sammelt sich nur eine Halde von zweifelhaften

sen Schema“. Ist das Problem aufgeliert und verschiedene mögliche Ursachen erkannt worden, so werden diese der nacheinander unter-

sucht, indem die potentiellen Fehlerquellen korrigiert und jeweils das Ergebnis kontrolliert wird. Wichtig dabei: im Interesse einer dauerhaften Lösung des

Komponenten an, und jegliche zukünftige Fehlersuche wird zur Mankulatur! Bei der Bearbeitung komplexer Probleme ist es äußerst hilfreich, ein



### Hier lesen Sie:

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

genaues Protokoll über die getroffenen Aktivitäten zu führen. Dieses hilft, die Übersicht zu behalten bzw. erleichtert gegebenenfalls die Diskussion oder Nacharbeit gemeinsam mit Kollegen. Ein gut geführtes Laborprotokoll ist ein wesentliches Hilfsmittel bei der Fehlersuche: wurden kurz vor dem Eintreten von Störungen irgendwelche Maßnahmen (durch Dritte) getroffen, wie z.B. Wechsel des Lösungsmittels, der Gasflaschen, der Spülküche für Laborglas etc. Korreliert

Schema hat sich zur Lösung verschiedener Probleme im Management, bei der Optimierung von Betriebsabläufen und in anderen komplexen Fällen bewährt. Die Anwendung dieses Schemas ist relativ aufwendig,

ansonsten die Gruppe in Diskussionen verzetelt. Aber auch wenn eine Einzelperson ein sehr komplexes Problem zu bearbeiten hat, kann dieses Schema ein gutes Hilfsmittel sein. Das Schema hilft die Gedanken und I-

- 
- 
- 

<http://www.hg-schaller.de>

19

## Veränderungen von $t_r$

$$k' = (t_r - t_0) / t_0$$

$$k' = \text{konstant}$$

„technisches Problem“ (Fluß etc.)

$$k' = \text{nicht konstant}$$

„chromatographisches Problem“  
(Adsorption, aktive Stellen, mobile Phase, Temperatur etc.)

eine solche Maßnahme mit einem unerkklärlichen Fehler, so sollte dieses ein Hinweis sein, in dieser Richtung gezielt nach der Ursache für den Fehler zu suchen.

Ein Hilfsmittel zur systematischen Fehlersuche ist das sogenannte „Problem Analysen Schema“. Dieses

hilft aber komplexe Probleme zu lösen und kann –vor allem im Managementbereich– überraschende Lösungsansätze aufzeigen. Insbesondere wenn eine Gruppe von Kollegen (Mitarbeitern) gemeinsam ein Problem bearbeitet bzw. zu lösen versucht, führt nur ein systematisches Vorgehen zum Ziel, da sich

deuten zu ordnen, zu bewerten, abzuwägen und damit Lösungsansätze aufzuzeigen.

Die Verwendung dieses Schemas bedarf allerdings einiger Übung und sollte daher bei passender Gelegenheit im Labor mal exerziert werden (z.B. im Rahmen einer Methodenoptimierung).

Wichtig für ein erfolgrei-



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

ches Arbeiten mit dem Problem Analysen Schema sind folgende Grundsätze:

-Sich aus der „Stress-Situation“ lösen (im Büro, bzw. am Schreibtisch, nicht am Gerät selbst).

-Offen für unkonventionelle Ideen und Vorschläge sein. Diese werden gesammelt und erst am Schluss kritisch bewertet.

Bei der Anwendung des „Problem Analysen Schemas“ geht man wie folgt vor:

Zunächst wird das Problem beschrieben. Einige kurze und knappe Sätze zur Beschreibung des Symptoms sind hier in die erste Zelle der Matrix einzutragen.

Anschließend werden in die Zellen der folgenden Spalte die verschiedenen Ursachen eingetragen, die man für dieses Symptom als Ursache vermuten kann (je potentielle Ursache eine Zelle). Wichtig ist dabei, dass keine möglichen Ursachen, und seien sie auch noch so unwahrscheinlich, vergessen

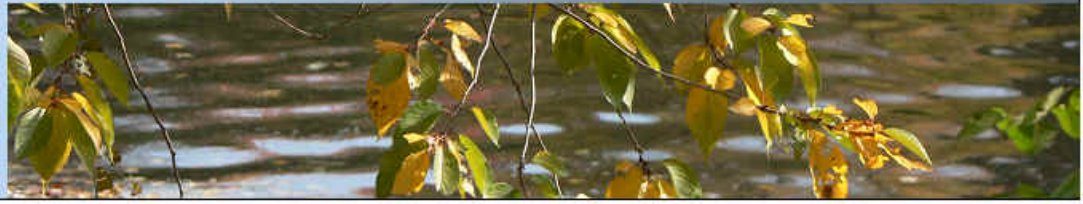
werden. Gegebenenfalls hilft hier ein Blick auf das Ablaufschema der Analyse bzw. das Geräteschema, um sicherzustellen, dass keine potentiellen Fehlerquellen vergessen worden sind.

Zunächst geht es nur darum, in einem ersten Schritt die potentiellen Ursachen (für das Symptom) zu sammeln. In einem zweiten Schritt werden mögliche Abhilfen für eine solche Ursache aufgelistet. Je nach Ursache (z.B. Schmutz auf der Trennsäule) können gegebenenfalls verschiedene Mittel eingesetzt werden (z.B. spülen, ausheizen oder Säulenfang abrechen). Im dritten Schritt werden diese möglichen Gegenmaßnahmen kritisch bewertet (letzte Spalte).

Auf diese Weise gelangt man zu einer Bewertung der Maßnahmen, die gegebenenfalls zu ergreifen sind, um das Problem, besser gesagt das Symptom zu bekämpfen.

Nun können die einzelnen Ursachen der Reihe nach geprüft werden. Man sollte mit den

Punkten beginnen, die keinen oder nur minimalen Aufwand mit sich ziehen – auch dann, wenn diese Maßnahme auf den ersten Blick als unwahrscheinlich verworfen würde. So kostet der Einbau eines neuen Inserts und das Abbrechen der ersten 20 cm einer Trennkapillarsäule nur ein wenig Zeit, und diese Maßnahmen zu ergreifen lohnt immer. Erst danach werden die schwerer durchzuführenden Maßnahmen eingeleitet. Auf diese Weise können nacheinander alle möglichen Fehlerquellen ausgeschaltet werden, und zwar mit dem jeweils zu vertretenden Aufwand. Hat man bei der Auflistung der möglichen Ursachen gut gearbeitet und eine vollständige Liste aufgestellt, so wird man bei dem Abarbeiten des Schemas das Problem zwangsläufig lösen. Die vollständige (also kreative!) Auflistung möglicher Ursachen ist die notwendige Voraussetzung um das „Problem Analysen Schemas“ erfolgreich anzuwenden.



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

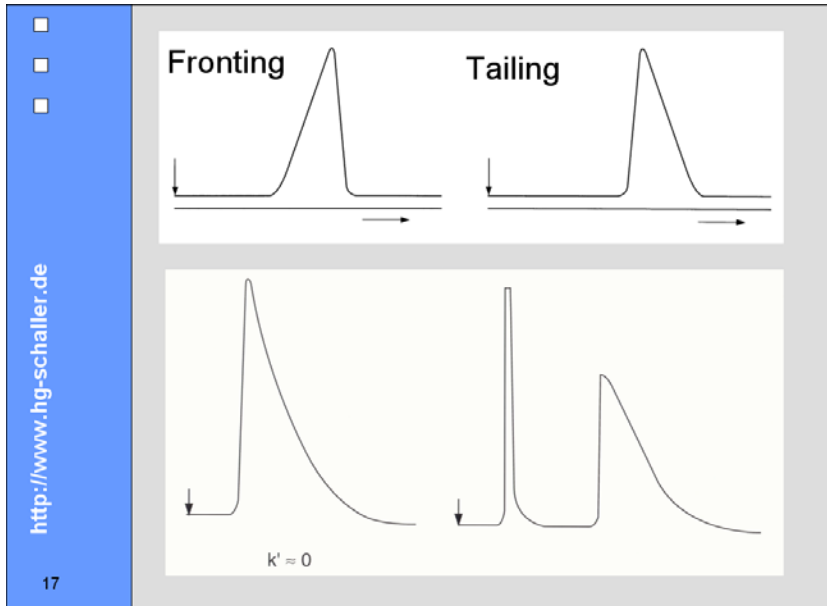
**Über den Autor**  
Seite 18

Bei dem Abarbeiten (= Prüfen) der einzelnen möglichen Ursachen bitte immer an folgende Grundsätze halten:  
-Nur eine Ursache auf einmal prüfen!  
-Ein defektes Teil entsorgen, bzw. ein nicht defektes Teil wieder einbauen!

Zweifel sollte man das Chromatogramm stets mit einem Schreiber aufzeichnen, damit Verfälschungen durch das verwendete Datensystem ausgeschlossen werden können. Ein einfacher billiger Schreiber ist ein probates Hilfsmittel, das in

hört insbesondere ein kritischer Blick auf die Basislinie. Diese sollte routinemäßig mit größerer Verstärkung inspiziert werden, um insbesondere das Rauschen des Geräts (des Detektors) zu prüfen. Eine gerade und glatte Basislinie (bei höchster

Verstärkung) ist ein untrügliches Zeichen dafür, dass das Signal teilweise abgeschnitten wird, und damit der Eichbereich des Geräts gründlich verschoben ist: eine große Gefahr und häufige Ursache für fehlerhafte quantitative

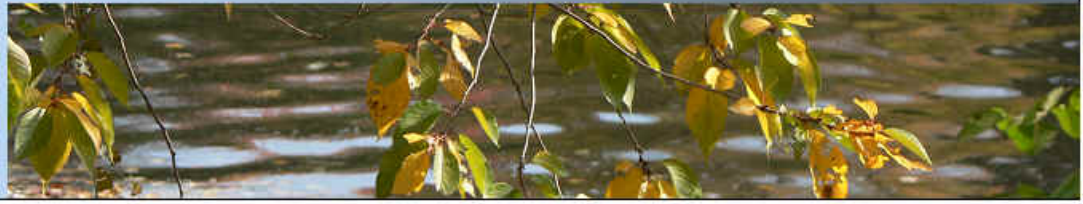


-Aufschreiben, welche Punkte mit welchem Ergebnis geprüft wurden!  
-Nach erfolgreicher Problemlösung sich überlegen, wie in Zukunft diese Ursache ausgeschlossen werden kann.  
Wohl das wichtigste Hilfsmittel bei der Fehleranalyse ist die visuelle Kontrolle des Chromatogramms. Im

keinem Labor fehlen sollte. Das Chromatogramm gibt wesentliche Informationen über den Zustand des chromatographischen Systems. Man sollte es sich daher zur Gewohnheit machen, regelmäßig das Chromatogramm visuell zu inspizieren, um den Zustand des Systems zu überprüfen. Dazu ge-

Auswertungen! Wesentlich ist bei der Analyse des Chromatogramms, dass dieses in seiner Gesamtheit analysiert wird, und man sich nicht nur auf den relevanten Bereich beschränkt. So ist z.B. eine immer weiter ansteigende Drift am hinteren Ende ein untrügliches Zeichen dafür, dass sich auf die Dauer „Schmutz“ im System

Dr. Hansgeorg Schaller  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)



### Hier lesen Sie:

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

ablagert, der vermutlich nach einiger Zeit zu Problemen führen wird. Wichtig ist also eine Beobachtung der Chromatogramme, insbesondere wie dieses sich im Laufe der Zeit (Tag, Woche) verändern.

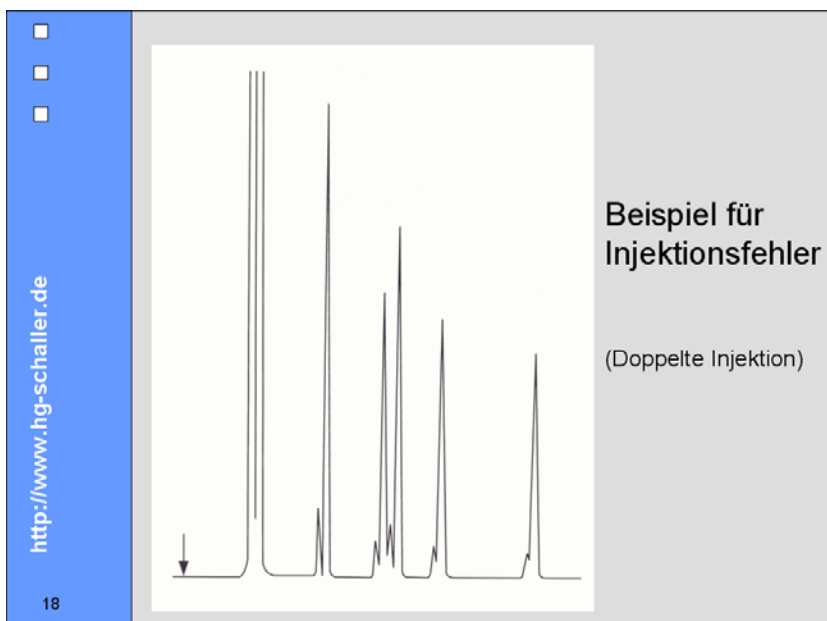
Fronting und Tailing sind typische Peakformen, die auf jeweils typische chromatographische Erscheinungen und Phänomene hinweisen. Ein gewisses Fronting bzw. Tailing ist normal; ideale Peakformen sind nicht die Regel. Welches Ausmaß und welche Toleranz Fronting und Tailing haben dürfen, hängt von der individuellen

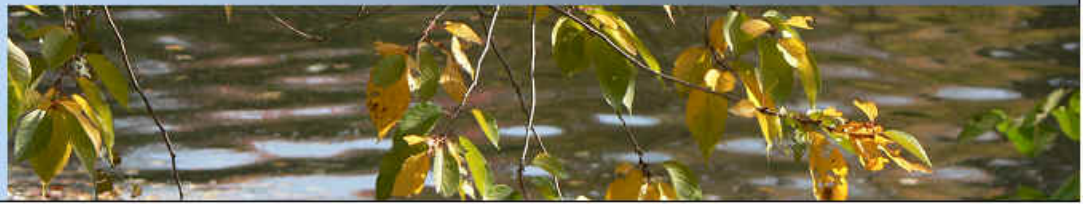
Situation ab. Kritisch wird es, wenn Fronting oder Tailing im Laufe der Zeit (Tag oder Woche) über eine Analysenserie hinweg zu- bzw. abnehmen. Neben dem Einfluss der Peakform auf die Integration (also die Eichfunktion) deuten Veränderungen der Peakformen stets auf eine Veränderung des chromatographischen Systems hin. Und diese Veränderungen müssen erkannt werden, um sie gegebenenfalls präventiv zu bekämpfen. In diesem Zusammenhang sei nochmals betont, dass zum Beispiel die Zunahmen von Peak tailing (insbesondere bei spät eluierenden) Kom-

ponenten, auch wenn diese gar nicht ausgewertet werden, ein Alarmsignal sind.

Bei der Analyse des Chromatogramms ist darauf zu achten, ob veränderte bzw. „unnormale“ Peakformen für alle Komponenten auftreten oder nur für einige Komponenten auftreten. Wenn letzteres der Fall ist, so ist die primäre Frage, für welche Komponenten bzw. ob für bestimmte Abschnitte (insbesondere Anfang oder Ende des Chromatogramms) dieses der Fall ist.

Eine Veränderung der Form, bzw. ein Tailing des Totzeit-Peaks, oder gar eine Veränderung der Totzeit selbst, ist in der Regel ein untrüglicher Indikator für gerätetechnische Probleme, die meistens im Bereich des Injektionssystems oder kurz dahinter, auftreten. Ursachen sind üblicherweise Totvolumen oder





**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

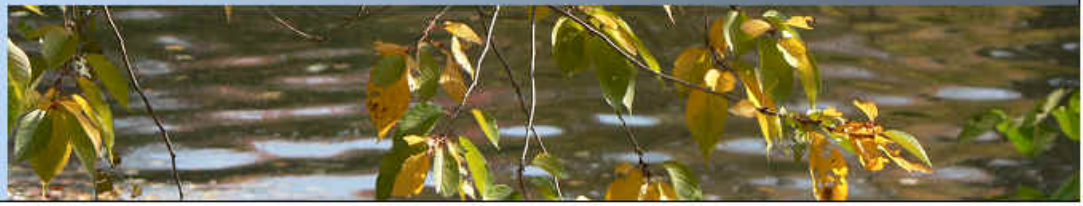
**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

Schwankungen der Flußgeschwindigkeit der mobilen Phase (wegen Lecks oder defekter Pumpe) oder Fehlfunktionen des Injektionssystems. Peaks eines Chromatogramms vom gleichen Fehler betroffen, so handelt es sich in der Regel für Injektionsfehler. Diese Fehler (hier im Beispiel Doppelpeaks aufgrund einer verzögerten manuellen Injektion in einen Gaschromatographen) sind bei Gradientenanalysen (GC, HPLC) häufig bei spät eluierenden Komponenten nicht mehr deutlich zu sehen. Weisen einige Komponenten fehlerhafte oder ungewohnte Peakformen auf, so sollte man zuerst prüfen, ob diese nicht durch Co-Elution mit Störkomponenten verursacht worden sind. Im Falle einer Gradientenanalyse (GC, HPLC) sollte man als erstes Mittel die Endzeit des Gradienten (Temperatur bzw. hoher organischer Anteil) verlängern um „Schmutz“ aus vorherigen Analysenläufen von der

Säule zu vertreiben. Weisen nur einige Komponenten fehlerhafte Peakformen (bzw. veränderte Retentionszeiten) auf, so handelt es sich in aller Regel, wenn Co-Elution ausgeschlossen werden kann, um chromatographische Probleme, die durch Wechselwirkungen der Komponenten mit Bestandteilen des chromatographischen Systems hervorgerufen werden. Können diese Gruppen chemisch identifiziert werden (Säuren, Basen, thermolabil etc.) so kann man versuchen, über geeignete Maßnahmen chemischer Natur (Zusätze zur mobilen Phase, bzw. niedrigere Temperaturen) die Peakformen zu verbessern. Häufig hilft ein Spülen (HPLC) bzw. Ausheizen (GC) der Säule bzw. des Systems. Der Wert solcher Reinigungsmaßnahmen ist jedoch begrenzt und kostet auf jeden Fall Zeit. Man sollte daher zu diesen Maßnahmen nur greifen, wenn hinreichend genau feststeht, dass der Fehler dadurch behoben werden kann.

Auf jeden Fall muss danach das System erneuert geeicht werden. Und nachmals: man sollte Überlegungen anstellen, wodurch diese Fehler verursacht wurden, und ob und welche Maßnahmen eingeleitet werden können, um das Auftreten dieser Probleme für die Zukunft einzudämmen (also die goldenen Regeln der Fehlersuche beachten!). Durch die Eingrenzung und Zuordnung der Probleme zu den verschiedenen Klassen der Fehlermöglichkeiten, können diese dann gezielt gesucht und beseitigt werden. Mit einiger Erfahrung fällt die Analyse von Problemen aus dem Chromatogramm immer leichter, hier hilft Erfahrung und Übung. Und ganz wichtig: gegebenenfalls das Chromatogramm per Telefax oder in sonstiger geeigneter Weise an Experten weiter zu leiten ist kein Zeichen von Schwäche, sondern ein probates Mittel, um schnell Hilfe zu bekommen. Natürlich ist es wichtig alle Parameter zu dokumentieren, da-



### Hier lesen Sie:

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problem-analysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

mit der zu Rate gezogene Experte erkennt, welche Maßnahmen bereits ergriffen wurden, bzw. welche Fehlerquellen ausgeschlossen werden konnten.

Dazu gilt der Spruch: „einen Experten erkennt man daran, dass er genau weiß, wann er andere Experten zu Rate ziehen sollte“.

Die systematische Fehlersuche ist, wenn es sich nicht um offensichtliche Probleme, oder um typische Probleme aus dem Erfahrungsschatz der Mitarbeiter handelt, eine Kunst. Ist ein Problem nicht innerhalb weniger Minuten zu lösen, so ist es äußerst hilfreich, sich eines einfachen psychologischen Tricks zu bedienen: Abstand vom Problem gewinnen, sozusagen von „oben“ draufschauen und aus diesem gewonnenen Abstand dann das Problem anpacken und lösen.

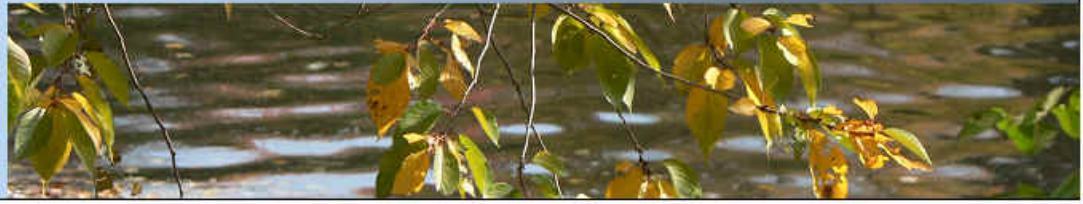
Probate Hilfsmittel dafür, wie das „Problem-Analysen-Schema“ oder der Ablaufplan wurden ja bereits vor-

gestellt. Die konsequente Nutzung dieser Hilfsmittel im Bedarfsfall ist das, was den erfolgreichen Mitarbeiter auszeichnet. Nochmals die Anmerkung: vor dem Gerät stehen bleiben und verzweifeln daran herumarbeiten nützt gar nichts. Daher kann man ja auch gleich den logischen Schritt weitergehen und ihm den Rücken zukehren und ohne Ablenkung sich systematisch mit der Aufgabe auseinandersetzen. Das Wichtigste dabei ist, dass man sich jede Komponente geistig vergegenwärtigt, so wie sie sein sollte, welche Aufgabe sie erfüllen soll und wie sie dafür beschaffen sein muss. Ein Vergleich zwischen Aufgabe und theoretischer Beschaffenheit mit der tatsächlichen Situation sollte dann dazu führen, dass auch versteckte und schwierige Probleme erkannt werden können.

Ein gesundes Misstrauen gegenüber Literaturvorschriften sowie den Aufzeichnungen Dritter ist dabei nicht nur hilfreich sondern auch angebracht. Als letzte An-

merkung vor einem Beispiel aus der Praxis: aus Fehlern Dritter kann man lernen, und dann sollte man es besser machen, und seine eigenen Vorschriften entsprechend eindeutig und vorbildlich niederlegen.

Zum Abschluss des Vortrags ein kleines Beispiel für ein typisches Problem, wie es dem Autor in der HPLC einige Male begegnet ist. Dieses Beispiel klingt fast so, als ob es aus dem „*Journal of Non Reproducible Results*“ entnommen ist. Es handelt sich aber um ein durchaus nicht untypisches Beispiel. In diesem Zusammenhang sei ergänzend darauf hin gewiesen, dass nicht nur eine erschreckend hohe Zahl von wissenschaftlichen Publikationen ähnliche Problematiken aufweist, sondern dass Methodenvorschriften ähnlicher Qualitäten sogar ihren Eingang in DIN Methoden gefunden haben. Können im Rahmen einer Fehlersuche Fehlfunktionen der Geräte (weitgehend) ausgeschlossen werden, so



### Hier lesen Sie:

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
<http://www.hg-schaller.de>  
[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)

ist ein kritischer Blick auf die Analysemethode, und sei diese auch noch so akkurat nachgearbeitet worden, stets angeraten.

Insbesondere bei der Fehlersuche in diesem Bereich hat es sich bewährt, wenn man sich dazu vom Gerät entfernt und in eine stille Umgebung zurück zieht, um dort in aller Ruhe die Arbeitsvorschrift kritisch zu würdigen.

### **Und nun zu dem Beispiel:**

Eine erste Analyse des Problems – die am Arbeitsplatz vorgenommen wurde – ergab keine offensichtlichen gerätetypischen Probleme wie Lecks bzw. Flüssigkeitslachen unter dem Gerät. Der Druck ist zwar sehr hoch, aber er schwankt nicht (Druckschwankungen ist ein



<http://www.hg-schaller.de>



## Problem

- Analyse von Standardlösungen ergeben klare scharfe Peaks mit reproduzierbaren Retentionszeiten.
- Analyse von Proben ergibt verwaschene, nicht reproduzierbare Peaks.
- Der Druck ist relativ hoch, aber stabil, das Gerät weist keine offensichtlichen Fehler auf.

guter Indikator für Probleme mit der Pumpe). Wir können also davon ausgehen, dass es sich um ein „chromatographisches“ oder um ein „chemisches“ Problem handeln muss, also

um Wechselwirkungen zwischen Probe, stationärer und mobiler Phase. Daher konzentrieren wir uns für die systematische Fehlersuche auf diesen Bereich. Was ergibt die erste



<http://www.hg-schaller.de>

22

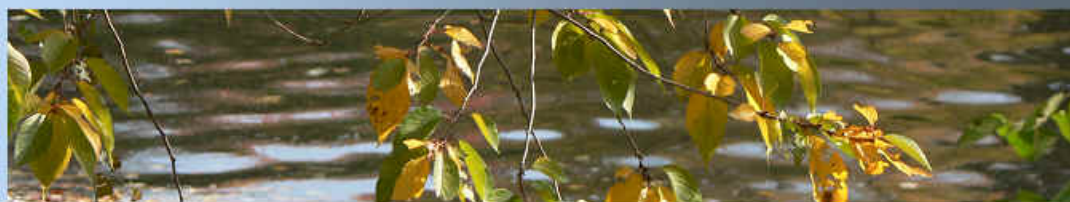
## Arbeitsvorschrift

**Trennsäule:** 25 cm PR C18 Säule, 4,6 mm i.D. dp 5µm, Firma „XYZ“

**Mobile Phase:** 40:60 - Wasser: Methanol, 0,05 molar Na-Acetat Puffer pH 2,5 und 0,5 mmol/L 1,2-Ethandisulfonsäure, Fluss 2 ml/min

**Injektionsvolumen:** 40 µl

*Gehört in das „Journal of Non Reproducible Results“*



**Hier lesen Sie:**

**Quantitative Analytik**  
Seite 2

**Systematik der Fehlersuche**  
Seite 6

**Das Problemanalysenschema**  
Seite 10

**Eine Übung**  
Seite 17

**Über den Autor**  
Seite 18

**Dr. Hansgeorg Schaller**  
**<http://www.hg-schaller.de>**  
**[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)**

Würdigung der Arbeitsvorschrift? Welche Probleme können aus dem exakten Nacharbeiten dieser Vorschrift entstehen? Wie die Problembeschreibung (vorherige Folie) zeigte, funktioniert die chromatographische Trennung ja vom Prinzip her (mit Lösungen von Analysenstandards). Lesen wir obige Arbeitsvorschrift, so sollten uns verschiedene Punkte auffallen, die für das analytische Problem ursächlich sind. Um diese Punkte auffindig zu machen, muss man sich jede einzelne Komponente des Systems vornehmen und überlegen, was deren Sinn und Bedeutung im chromatographischen Verfahren ist.

Als Beispiel: man beantworte sich die Frage wozu die Ethandisulfonsäure benötigt wird? Oder man überlege, warum wohl ein Fluss von 2 ml/min gewählt wurde oder was ein Injektionsvolumen von 40 µl in Kombination mit der gewählten Trennsäule zu bedeuten hat. In diesem Zu-

sammenhang: ist die Vorschrift überhaupt so eindeutig und klar wie sie eventuell im ersten Lesen zu sein scheint? Wenn klar ist, welche Bedeutung, welchen Einfluss jede einzelne Komponente des chromatographischen Systems hat, sollte auch klar werden, welche Fehler bei der Formulierung dieser Arbeitsvorschrift gemacht wurden – und wie diese Arbeitsvorschrift zu formulieren ist, damit sie ein-eindeutig wird und der Fehler nicht mehr auftritt.

*Viel Erfolg beim Troubleshooting in dieser Arbeitsvorschrift!*

**Über den Autor**

Dr. Hansgeorg Schaller, Diplom Chemiker, Promotion an der Universität Mainz in analytischer Chemie.

Langjährige Tätigkeit bei der Firma Chrompack als Chromatographiespezialist: Anwenderbetreuung, Kurse in GC, HPLC, GPC, Fehlersuchetechniken, DIN/ISO 9001 Systeme.

Anschließend Konzentration auf das e-Business bei den Firmen eLabsEurope und ELEMICA: Katalogsysteme/e-Procurement für chemisch-analytische Laboratorien und Transaktionsplattform (EDI) für die chemische Industrie.

Seit Anfang des Jahres 2005 tätig als Vertriebsbeauftragter für LIM-Systeme bei einem IT-Dienstleister im Rhein-Neckar Raum.

**Kontakt:**

[post\(at\)hg-schaller.de](mailto:post(at)hg-schaller.de)  
Bitte(at) durch @ ersetzen.