

Inhaltsverzeichnis

Vorwort zur 6. Auflage	v		
Abkürzungen	xiii		
Symbole	xv		
1	Grundlagen der Analytischen Chemie	1	
1.1	Gegenstand und Bedeutung in der Gesellschaft	1	
1.1.1	Historisches	1	
1.1.2	Der Analytiker als wissenschaftlicher Detektiv	2	
1.1.3	Aufgabenbereiche der Analytik	2	
1.1.3.1	Element- und Verbindungsanalytik	2	
1.1.3.2	Strukturanalytik	4	
1.1.3.3	Verteilungsanalytik	4	
1.1.3.4	Prozessanalytik	4	
1.2	Der analytische Prozess	5	
1.2.1	Probenahme	6	
1.2.1.1	Probenahme von Gasen, Flüssigkeiten und Feststoffen	6	
1.2.1.2	Mengenbereiche für die Probe und den Analyten	8	
1.2.2	Probenvorbereitung	8	
1.2.3	Messung	10	
1.2.4	Auswertung und Bericht	11	
1.3	Analytische Kenngrößen, statistische Bewertung und Qualitätssicherung	11	
1.3.1	Kalibrierung eines Analysenverfahrens	11	
1.3.1.1	Standardadditionsmethode zur Berücksichtigung von Matrixeffekten	12	
1.3.1.2	Innerer und äußerer Standard	12	
1.3.2	Statistische Bewertung	12	
1.3.2.1	Genauigkeit von Analysen: Präzision und Richtigkeit	13	
1.3.2.2	Vertrauensintervall eines Analysenergebnisses	14	
1.3.2.3	Nachweisgrenze	14	
1.3.3	Selektivität	14	
1.3.4	Aufwand, Zeit und Kosten	15	
1.3.5	Qualitätssicherung	15	
1.3.5.1	Validierung von Analysenverfahren	16	
1.3.5.2	Interne Qualitätssicherung	16	
1.3.5.3	Externe Qualitätssicherung	17	
2	Methoden auf der Grundlage chemischer Reaktionen	21	
2.1	Chemisches Gleichgewicht und Elektrolyte	21	
2.1.1	Chemisches Gleichgewicht	21	
2.1.2	Reaktionstypen	22	
2.1.2.1	Homogene Gasreaktionen	22	
2.1.2.2	Homogene Reaktionen in Mischungen	22	
2.1.2.3	Homogene Lösungsreaktionen	22	
2.1.2.4	Heterogene Gleichgewichtsreaktionen	23	
2.1.3	Elektrolyte	23	
2.1.3.1	Schwache Elektrolyte	23	
2.1.3.2	Starke Elektrolyte	24	
2.1.4	Qualitative und quantitative Analysen	24	
2.2	Säure-Base-Reaktionen und Titrationsen	24	
2.2.1	Säure-Base-Theorie nach Brönsted	24	
2.2.2	Beschreibung von Protolysegleichgewichten	25	
2.2.2.1	Autoprotolyse des Wassers	25	
2.2.2.2	Die Stärke von Säuren und Basen	26	
2.2.2.3	Der Protolysegrad	26	
2.2.2.4	pH-Berechnungen	26	
2.2.2.5	Gleichgewichtskonzentrationen in Abhängigkeit vom pH-Wert	29	
2.2.2.6	pH-Puffer	31	
2.2.3	Säure-Base-Titrationsen	33	
2.2.3.1	Verlauf der Titrationskurve	33	
2.2.3.2	pH-Indikatoren	36	
2.2.3.3	Störungen durch Kohlendioxid	38	
2.2.3.4	Anwendungsbeispiele	38	
2.2.4	Titrationsen in nicht wässrigen Lösungsmitteln	39	
2.3	Fällungsreaktionen für Gravimetrie, Titrimetrie und Maskierungen	39	
2.3.1	Beschreibung von Fällungs- und Lösungsgleichgewichten	39	
2.3.1.1	Löslichkeitskonstante und Löslichkeitsprodukt	40	
2.3.1.2	Sättigungskonzentration und molare Löslichkeit	41	
2.3.1.3	Fällungsgrad	41	

2.3.1.4	Beeinflussung von Fällungsgleichgewichten	41	3 Spektroskopie	79
2.3.1.5	Gleichionige Zusätze	42	3.1	Grundlagen der Spektroskopie
2.3.2	Anwendungen	44	3.1.1	Elektromagnetisches Spektrum und spektroskopische Methoden
2.3.2.1	Trennungsgang	44	3.1.1.1	Wellennatur des Lichtes
2.3.2.2	Gravimetrie	44	3.1.1.2	Teilchencharakter elektromagnetischer Strahlung
2.3.2.3	Fällungstitrationen	45	3.1.2	Instrumentierung für die optische Spektroskopie
2.4	Komplexbildungsreaktionen und Komplexometrie	46	3.1.2.1	Strahlungsquellen
2.4.1	Typen von Komplexverbindungen	46	3.1.2.2	Zerlegung des Lichtes
2.4.1.1	Einzähnige Liganden	46	3.1.2.3	Probenhalter und Materialien
2.4.1.2	Mehrzähnige Liganden: Chelatbildner	47	3.1.2.4	Empfänger
2.4.2	Komplexstabilität	47	3.1.2.5	Verallgemeinerung des Spektroskopiebegriffes
2.4.3	Kombination mit Fällungsreaktionen	48	3.2	Atomspektroskopie
2.4.4	Kombination mit Säure-Base-Reaktionen	49	3.2.1	Theorie
2.4.5	Komplexometrische Titrationskurve	50	3.2.2	Spektrenarten
2.4.5.1	Verlauf der Titrationskurve	50	3.2.2.1	Atomspektren
2.4.5.2	Indikation	51	3.2.2.2	Intensität von Atomlinien
2.4.5.3	Anwendungen	52	3.2.3	Atomabsorptionsspektrometrie
2.5	Reduktions-Oxidations-Reaktionen und Redox-titrationskurven	52	3.2.3.1	Lichtquellen
2.5.1	Beschreibung von Redoxreaktionen	52	3.2.3.2	Atomisatoren
2.5.2	Beeinflussung von Redoxreaktionen durch die Reaktionsbedingungen	54	3.2.3.3	Monochromator und Detektor
2.5.2.1	pH-Einfluss	54	3.2.3.4	Quantitative Analysen
2.5.2.2	Einfluss von Löslichkeitsgleichgewichten	54	3.2.3.5	Anwendungen
2.5.2.3	Einfluss von Komplexbildungsreaktionen	55	3.2.4	Atomemissionsspektroskopie
2.5.3	Anwendungen	55	3.2.4.1	Anregungsquellen
2.5.3.1	Auflösung von Metallen	55	3.2.4.2	Spektrometertypen
2.5.3.2	Redox-titrationskurven	56	3.2.4.3	Quantitative und Qualitative Analyse
2.6	Extraktion und Ionenaustausch	58	3.2.4.4	Anwendungen
2.6.1	Extraktion	58	3.2.5	Röntgen- und Elektronenspektroskopie
2.6.1.1	Einfache und wiederholte Extraktion	60	3.2.5.1	Grundlagen der Röntgenspektroskopie
2.6.1.2	Craig-Verteilung	61	3.2.5.2	Röntgenfluoreszenzanalyse
2.6.1.3	Extraktionssysteme	62	3.2.5.3	Anwendungen
2.6.1.4	Anwendungen	64	3.2.5.4	Röntgendiffraktometrie
2.6.2	Ionenaustausch	64	3.3	Optische Molekülspektroskopie
2.6.2.1	Kapazität und Quellung	65	3.3.1	Infrarot- und Raman-Spektroskopie
2.6.2.2	Austauschgleichgewichte	65	3.3.1.1	Rotationspektren
2.6.2.3	Anwendungen	66	3.3.1.2	Schwingungsspektren
2.7	Kinetische Methoden	66	3.3.1.3	Spektrometer für die Schwingungsspektroskopie
2.7.1	Zeitgesetze	67	3.3.1.4	Gruppenfrequenzen
2.7.1.1	Reaktionen nullter Ordnung	67	3.3.1.5	Quantitative Analysen
2.7.1.2	Reaktionen erster und zweiter Ordnung	67	3.3.2	UV/VIS-Spektroskopie
2.7.1.3	Pseudoordnungen	68	3.3.2.1	Elektronenspektren von Molekülen
2.7.1.4	Anfangsreaktionsgeschwindigkeiten	68	3.3.2.2	Apparatives
2.7.2	Beeinflussung der Reaktionsgeschwindigkeit	68	3.3.2.3	Quantitative Analyse
2.7.3	Anwendungen	69	3.3.2.4	Qualitative Analyse
2.8	Thermische Methoden	70	3.3.3	Lumineszenzspektroskopie
2.8.1	TG – Thermogravimetrie	70	3.3.3.1	Grundlagen
2.8.2	DTA – Differenzthermoanalyse	71	3.3.3.2	Instrumentierung
2.8.3	DSC – Differential Scanning Calorimetry	71	3.3.3.3	Anwendungen

- 3.4 Magnetische Resonanzspektroskopie 151
 - 3.4.1 NMR 151
 - 3.4.1.1 Grundlagen 151
 - 3.4.1.2 Aufbau eines NMR-Spektrometers 158
 - 3.4.1.3 Anwendungen der ^1H -NMR 159
 - 3.4.1.4 Anwendungen der ^{13}C -NMR 161
 - 3.4.2 ESR 162
 - 3.4.2.1 Anregung von Elektronenspins im Magnetfeld 162
 - 3.4.2.2 Anwendungen 164
 - 3.5 Massenspektrometrie 164
 - 3.5.1 Aufbau eines Massenspektrometers 165
 - 3.5.1.1 Einlasssystem 165
 - 3.5.1.2 Ionenquelle 166
 - 3.5.1.3 Trennsystem 166
 - 3.5.1.4 Detektor 170
 - 3.5.2 Massenspektren von unterschiedlichen Ionenquellen 171
 - 3.5.2.1 Gasphasenquellen 171
 - 3.5.2.2 Desorptionsquellen 174
 - 3.5.2.3 Ionisierungsmethoden für Metalle und anorganische Verbindungen 175
 - 3.5.3 Anwendungen 175
 - 3.5.3.1 Bestimmung der Molmasse 175
 - 3.5.3.2 Bestimmung der Summenformel eines Moleküls 175
 - 3.5.3.3 Strukturelle Informationen aus Fragmentierungsmustern 177
 - 3.5.3.4 Qualitative Analyse 178
 - 3.5.3.5 Quantitative Analyse 178
 - 3.6 Radiometrische Methoden 179
 - 3.6.1 Grundlagen 179
 - 3.6.1.1 Zerfall von Radionukliden 179
 - 3.6.1.2 Geschwindigkeit des radioaktiven Zerfalls 180
 - 3.6.2 Messung radioaktiver Strahlung 181
 - 3.6.3 Anwendungen 181
 - 3.6.3.1 Messung der natürlichen Radioaktivität 181
 - 3.6.3.2 Neutronenaktivierungsanalyse 182
 - 3.6.3.3 Isotopenverdünnungsanalyse 183
- 4 Elektroanalytik 189**
- 4.1 Grundlagen elektroanalytischer Verfahren 189
 - 4.1.1 Elektroden und galvanische Zellen 189
 - 4.1.2 Transportarten in der Lösung 192
 - 4.1.3 Elektrolytische Leitfähigkeit 192
 - 4.2 Konduktometrie 195
 - 4.3 Potenziometrie 196
 - 4.3.1 Direktpotenziometrie 197
 - 4.3.1.1 pH-Messungen mit der Glaselektrode 197
 - 4.3.1.2 Ionenselektive Elektroden (ISEs) 198
 - 4.3.2 Potenziometrische Titrations 203
 - 4.4 Voltammetrie 204
 - 4.4.1 Elektrochemische Prozesse 204
 - 4.4.1.1 Anodische und katodische Stromstärke 204
 - 4.4.1.2 Einfluss des Stromes auf die Zellspannung 204
 - 4.4.2 Aufzeichnung der Strom-Potenzial-Kurven 206
 - 4.4.3 Polarographie 207
 - 4.4.3.1 Qualitative Information 207
 - 4.4.3.2 Quantitative Information 208
 - 4.4.3.3 Stufen des Sauerstoffs 209
 - 4.4.3.4 Anwendungen 209
 - 4.4.3.5 Vor- und Nachteile der klassischen Polarographie 210
 - 4.4.4 Rotierende Festelektroden 210
 - 4.4.5 Variationen voltammetrischer Methoden 210
 - 4.4.5.1 Pulsmethoden 211
 - 4.4.5.2 Inversvoltammetrie 212
 - 4.4.5.3 Inversvoltammetrische Bestimmung 212
 - 4.4.5.4 Zyklische Voltammetrie 212
 - 4.4.6 Amperometrie und Voltammetrie 213
 - 4.4.6.1 Direktamperometrie 214
 - 4.4.6.2 Amperometrische Titration 215
 - 4.5 Coulometrie 217
 - 4.5.1 Potenziostatische Coulometrie 217
 - 4.5.2 Galvanostatische Coulometrie: coulometrische Titration 218
- 5 Chromatographie 221**
- 5.1 Grundlagen chromatographischer Trennverfahren 221
 - 5.1.1 Überblick 221
 - 5.1.2 Entwicklung eines Chromatogramms 222
 - 5.1.3 Kenngrößen eines Chromatogramms 223
 - 5.1.4 Die chromatographische Theorie 225
 - 5.1.4.1 Klassische Theorie 225
 - 5.1.4.2 Kinetische Theorie 226
 - 5.1.5 Die Auflösung R_s als Maß für die Peaktrennung 228
 - 5.1.6 Qualitative Analyse 229
 - 5.1.7 Quantitative Analyse 230
 - 5.2 Gaschromatographie 230
 - 5.2.1 Retentionsdaten und Verteilungskoeffizient 230
 - 5.2.2 Trennungen in der Gasphase 231
 - 5.2.3 Aufbau eines Gaschromatographen 232
 - 5.2.3.1 Trägergase 232
 - 5.2.3.2 Probengeber 233
 - 5.2.3.3 Säulenarten und Säulenöfen 233
 - 5.2.3.4 Detektoren 233
 - 5.2.3.5 Spezielle Detektoren 235
 - 5.2.4 Stationäre Phasen für die Gas-Flüssig-Chromatographie 236
 - 5.2.4.1 Trägermaterialien für gepackte Säulen 236
 - 5.2.4.2 Kapillarsäulen 236

5.2.4.3	Trennflüssigkeiten	237	5.7.1.1	Das GC/MS-Interface	272
5.2.5	Anwendungen der Gas-Flüssig-Chromatographie	238	5.7.1.2	Auswertung von Massenchromatogrammen	273
5.2.5.1	Qualitative Analyse	238	5.7.1.3	Anwendungen	273
5.2.5.2	Quantitative Analyse	239	5.7.2	LC/MS-Kopplung	274
5.2.6	Adsorptionschromatographie	240	5.7.2.1	Partikelstrahlinterface	274
5.3	Flüssigchromatographie	241	5.7.2.2	Thermosprayinterface	274
5.3.1	Hochleistungsflüssigchromatographie (HPLC)	242	5.7.2.3	Ionisation unter Atmosphärendruck	275
5.3.1.1	Trennprinzipien und Leistungsfähigkeit	242	5.7.3	GC/IR-Kopplung	276
5.3.1.2	Teilchengröße des Trägermaterials	242	5.7.4	Weitere Kopplungen	276
5.3.1.3	Instrumentierung	243	5.7.5	Mehrdimensionale Trennverfahren	277
5.3.1.4	Verteilungschromatographie	248	5.7.5.1	Planare 2D-Trennverfahren	278
5.3.2	Adsorptionschromatographie	253	5.7.5.2	LC × LC	278
5.3.3	Ionenchromatographie	253	5.7.5.3	GC × GC	278
5.3.3.1	Klassische Ionenaustauschchromatographie	254	5.7.5.4	Kombination unterschiedlicher Trennmethoden	279
5.3.3.2	Ionenchromatographie	254	6 Chemometrie		285
5.3.3.3	Ionenchromatographie mit Suppressorsäule	255	6.1	Statistische Grundlagen	285
5.3.3.4	Ionenchromatographie mit einer Säule	256	6.1.1	Die Verteilung von Zufallsdaten	285
5.3.4	Gelchromatographie	257	6.1.1.1	Weitere statistische Verteilungen	287
5.3.4.1	Ausschluss von Molekülen	257	6.1.1.2	Andere Lage- und Streuparameter	287
5.3.4.2	Stationäre Phase	258	6.1.2	Statistische Prüfverfahren oder das Testen von Hypothesen	287
5.3.4.3	Mobile Phase	259	6.1.2.1	Die normierte Gauß-Verteilung	287
5.3.4.4	Detektoren	259	6.1.2.2	Vergleich eines Mittelwertes mit einem wahren Wert: Einfacher <i>t</i> -Test	288
5.3.4.5	Anwendungen	259	6.1.2.3	Vergleich von zwei Mittelwerten: Erweiterter <i>t</i> -Test	290
5.3.5	Dünnschichtchromatographie	260	6.1.2.4	Vergleich von Messwertstreuungen: <i>F</i> -Test	290
5.3.5.1	Stationäre und mobile Phase	260	6.1.2.5	Vergleich mehrerer Mittelwerte: Einfache Varianzanalyse	290
5.3.5.2	Probenaufgabe und Entwicklung	261	6.2	Signalanalyse	292
5.3.5.3	Detektion	261	6.2.1	Signal-Rausch-Verhältnis	292
5.3.5.4	R_f -Wert und Retentionsfaktor	262	6.2.2	Analoge und digitale Filter	292
5.3.5.5	Anwendungen	263	6.2.3	Signaltransformationen zur Datenfilterung	294
5.4	Superkritische Flüssigchromatographie	263	6.2.3.1	Fourier-Transformation	294
5.4.1	Instrumentierung	264	6.2.3.2	Diskrete Fourier-Transformation	294
5.4.2	Stationäre und mobile Phase	265	6.2.3.3	Inverse Fourier-Transformation	295
5.4.3	Detektoren	265	6.2.3.4	FT-Signalfilterung	295
5.4.4	Leistungsparameter der SFC	265	6.3	Multivariate Methoden	295
5.4.5	Anwendungen	266	6.3.1	Modellierung analytischer Daten	296
5.5	Elektrophorese	266	6.3.1.1	Univariate Modellierung: Lineare Regression	296
5.5.1	Klassische Elektrophorese	267	6.3.1.2	Multivariate Modellierung	297
5.5.2	Weiterentwicklungen elektrophoretischer Methoden	267	6.3.2	Mustererkennung und Klassifizierung	298
5.5.3	Kapillarelektrophorese	268	6.3.2.1	Datenvorverarbeitung	298
5.5.3.1	Instrumentierung	268	6.3.2.2	Unüberwachtes Lernen	299
5.5.3.2	Trennprinzipien	269	6.3.2.3	Überwachtes Lernen	301
5.5.3.3	Anwendungen	270			
5.6	Feld-Fluss-Fraktionierung	271			
5.7	Kopplungen von Chromatographie und Spektroskopie	272			
5.7.1	GC/MS-Kopplung	272			

- 7 Automatisierung und Prozessanalytik 305**
- 7.1 Labormechanisierung 305
 - 7.1.1 Diskrete Analysatoren 306
 - 7.1.1.1 Mechanisierte Abarbeitung 306
 - 7.1.1.2 Diskrete Analysen mit Trockenchemie 307
 - 7.1.2 Kontinuierliche Analysatoren 308
 - 7.1.2.1 Kontinuierliche Durchflussanalyse (CFA) 308
 - 7.1.2.2 Fließ-Injektions-Analyse (FIA) 309
 - 7.1.2.3 Zentrifugalanalysatoren 312
 - 7.1.3 Elementaranalysatoren 312
 - 7.1.4 Laborroboter 313
 - 7.2 Chemische Sensoren 314
 - 7.2.1 Anforderungen und Wirkprinzipien 314
 - 7.2.2 Elektrochemische und mikroelektronische Sensoren 315
 - 7.2.2.1 Potenziometrische Sensoren 315
 - 7.2.2.2 Amperometrische Sensoren 319
 - 7.2.2.3 Leitfähigkeitssensoren 319
 - 7.2.3 Optische Sensoren 320
 - 7.2.3.1 Ausnutzung vorhandener optischer Eigenschaften 320
 - 7.2.3.2 Sensoren mit Erkennungssystem 322
 - 7.2.4 Thermische (kalorimetrische) Sensoren 325
 - 7.2.5 Massensensitive Sensoren 325
 - 7.2.6 Mehrkanalsensoren 326
 - 7.3 Automatisierte Prozesskontrolle 326
 - 7.3.1 Gebiete der Prozessanalytik 327
 - 7.3.2 Nicht selektive Analysenprinzipien 329
 - 7.3.2.1 Wasserbestimmungen über Kapazitätsmessungen 329
 - 7.3.2.2 Bestimmung ionischer Bestandteile in Flüssigkeiten über Leitfähigkeitsmessungen 329
 - 7.3.2.3 Gruppentypenanalysen über UV- und NIR-Messungen 329
 - 7.3.2.4 Prozessrefraktometer 330
 - 7.3.3 IR-Analysatoren 331
 - 7.3.4 Sauerstoffanalysatoren 332
 - 7.3.5 Prozesschromatographie 332
- 8 Bioanalytik 335**
- 8.1 Proteinanalytik 335
 - 8.1.1 Proteinreinigung 335
 - 8.1.1.1 Proteineigenschaften 335
 - 8.1.1.2 Reinigungsstrategien und Aufschlussmethoden 336
 - 8.1.1.3 Fällung 337
 - 8.1.1.4 Zentrifugation 337
 - 8.1.1.5 Abtrennung von Salzen, Konzentrierung, Detergenzien 338
 - 8.1.2 Trennungen von Proteinen 338
 - 8.1.2.1 Flüssigchromatographie 338
 - 8.1.2.2 Affinitätschromatographie 339
 - 8.1.2.3 Gelelektrophorese 340
 - 8.1.3 Enzymatische Methoden 343
 - 8.1.3.1 Kinetik enzymkatalysierter Reaktionen 343
 - 8.1.3.2 Enzymbestimmungen 345
 - 8.1.3.3 Substratbestimmungen 345
 - 8.1.3.4 Detektionsprinzipien 345
 - 8.1.4 Immunoassays 346
 - 8.1.4.1 Radioimmunoassay (RIA) 347
 - 8.1.4.2 Enzyme Linked Immuno Sorbent Assay (ELISA) 349
 - 8.1.5 Proteinsequenzanalyse 349
 - 8.1.6 Massenspektrometrie 350
 - 8.1.7 MALDI-MS 352
 - 8.1.8 ESI-MS 354
 - 8.2 Nucleinsäureanalytik 356
 - 8.2.1 Reinigung von Nucleinsäuren 356
 - 8.2.2 Gelelektrophorese von Nucleinsäuren 356
 - 8.2.3 DNA-Sequenzierung 357
 - 8.2.4 LC/MS von DNA 359
 - 8.2.5 DNA-Chip 359
 - 8.2.5.1 Typen von DNA-Chips 360
 - 8.2.5.2 Anwendung von DNA-Chips 360
- 9 Umwelt- und Werkstoffanalytik 365**
- 9.1 Umweltanalytik 365
 - 9.1.1 Einführung 365
 - 9.1.2 Individuenanalytik 365
 - 9.1.3 Schnelltests und Langzeitexpositionsmessungen 367
 - 9.1.4 Summen- und Gruppenparameter 367
 - 9.1.5 Kompartimentierung und Spezifizierung 368
 - 9.2 Werkstoffanalytik 370
 - 9.2.1 Grundlagen 370
 - 9.2.2 Methoden der Werkstoffanalytik 372
 - 9.2.2.1 Lasermikroanalysen 372
 - 9.2.2.2 Elektronenstrahlsonden 372
 - 9.2.2.3 Ionensonden 373
 - 9.2.2.4 Elektronenspektroskopie an Oberflächen 374
- Lösungen ausgewählter Aufgaben 381
- Anhang 385
- Glossar 397
- Stichwortverzeichnis 413

