

Inhaltsverzeichnis

Analytik – Geschichte und Standort	1	2.3 Der Übergang der klassischen	
E. Bayer, W. Heller, H. Naumer		„Analytischen Chemie“ zur	
1. Chemie als Entwicklungsprozeß	1	„Analytik“	5
2. Rückblick	2	3. Die heutige Situation	5
2.1 Entwicklung bis Robert Boyle	2	4. Die Teilschritte des „Analytischen	
2.2 Entwicklung nach Robert Boyle	4	Prozesses“	6

Thermodynamische, chromatographische und elektrochemische Methoden

Kapitel 1		Kapitel 3	
Kalorimetrie und Thermische Analyse	10	Gaschromatographie (GC)	37
D. Krug		H. Pauschmann	
1. Überblick über Kalorimetrie und Thermische Analyse	10	1. Physikalische Grundlagen	37
2. Beschreibung spezieller Methoden	11	2. Gleichgewichte	38
2.1 Methoden der Thermischen Analyse	11	2.1 Adsorption	38
2.2 Methoden der Kalorimetrie	14	2.2 Verteilung	38
3. Die Praxis ausgewählter Methoden	16	2.3 Siebeffekt	40
3.1 Praxis der Differenzthermoanalyse	16	2.4 Chemische Reaktion	40
3.2 Praxis der Thermogravimetrie	17	3. Apparatur	40
4. Simultane Anwendung thermoanalytischer Methoden	18	3.1 Gerät	40
		3.2 Trennsäule	41
		3.3 Detektoren in der GC	46
		4. Anwendungen der Gaschromatographie	50
		4.1 Quantitative und qualitative Analyse	50
		4.2 Präparative Trennungen	51
		4.3 Spezielle Anwendungen	51
		4.4 Kopplungsverfahren	53
Kapitel 2		Kapitel 4	
Flüssigkeits- und Dünnschichtchromatographie	21	Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC)	54
M. Schallies		H. Bauer	
1. Theoretische Grundlagen	22	1. Technische Ausrüstung	54
1.1 Adsorption	22	1.1 Pumpensysteme	55
1.2 Verteilung	23	1.2 Nieder- und Hochdrucksysteme zur Gradientenelution	56
1.3 Siebeffekt (Gelpermeation)	24	1.3 Detektoren	56
1.4 Ionenaustausch	24	2. Trennphasen	58
1.5 Selektive Bindung	24	2.1 Stationäre Phasen	58
1.6 Chromatographischer Trennvorgang	24	2.2 Träger mit chemisch gebundenen stationären Phasen	59
1.7 Auswertung von Chromatogrammen	25	2.3 Umkehrphasenchromatographie	59
1.8 Dynamische Theorie	28	3. Zusammenfassung und praktische Anwendung	60
1.9 Quantitative Auswertung von Chromatogrammen	29		
1.10 Adsorbentien	30		
1.11 Lösungsmittel	31		
2. Technik von Flüssigkeits- und Dünnschichtchromatographie	32		
2.1 Säulenchromatographie	32		
2.2 Dünnschichtchromatographie (TLC)	34		

Kapitel 5
Daten der Chromatographie 63

- H. Pauschmann
 1. Einteilung und Parameter der Detektoren 63
 2. Flächenbestimmung 64
 3. Auswertung der Flächen 64

Kapitel 6
Elektrophoretische Trennverfahren . 67

- W. Heller
 1. Celluloseacetatfolien-Elektrophorese . 69
 1.1 Elektrophorese von Serumproteinen . 69
 1.2 Elektrophorese der Serumlipoproteine 71
 2. Gel-Elektrophoresen 72
 2.1 SDS (Natriumdodecylsulfat) – Elektrophorese 72
 2.2 Stärkegel-Elektrophorese 73
 3. Immunelektrophorese 74
 4. Isoelektrische Fokussierung 76
 5. Hochauflösende Elektrofokussierung mit immobilisierten pH-Gradienten . . 77
 6. Isotachophorese 78

Kapitel 7
Elektrochemische Untersuchungsverfahren 83

- K. Cammann
 1. Einige Grundbegriffe und Gesetze . . 84
 2. Methoden ohne Stromfluß-Potentiometrie 85
 2.1 Potentialdifferenzen an Phasengrenzen 85
 2.2 Die Nernst-Gleichung 87
 2.3 Elektrodenarten 89
 2.4 Ionenselektive Potentiometrie 90
 3. Methoden mit Stromzufluß aber vernachlässigbarem Stoffumsatz 93
 3.1 Konduktometrie 93
 3.2 Voltammetrie 96
 4. Methoden mit Stromfluß und 100%igem Stoffumsatz 112
 4.1 Elektrogravimetrie 112
 4.2 Coulometrie 113
 5. Zusammenfassung 117

Spektroskopische Methoden

Kapitel 8
Wechselwirkung zwischen Strahlung und Materie 120

- G. Gauglitz
 1. Elektromagnetische Strahlung 120
 2. Spektrum 126
 3. Photometrie 128
 4. Spektrometer 129

Kapitel 9
Kernresonanzspektroskopie 131

- H. Suhr
 1. Verhalten von Atomkernen im Magnetfeld 131
 2. Kernresonanzspektrometer 134
 3. Die chemische Verschiebung 135
 3.1 Medienabhängigkeit der chemischen Verschiebung 137
 4. Spin-Spin-Kopplung 137
 5. Spektren höherer Ordnung 139
 6. Zeitabhängige Vorgänge 140
 7. Signalintensitäten 142
 8. Anwendungen 142
 8.1 Protonenresonanz 142
 8.2 ¹³C-Resonanz 145

Kapitel 10
Elektronenspinresonanz 149

- H. B. Stegmann
 1. Grundlagen 149
 2. ESR-Parameter und deren praktische Anwendung 151
 2.1 Signalintensität 151
 2.2 g-Faktor 151
 2.3 Hyperfeinstruktur 152
 2.4 Linienbreiten 159
 3. Interpretation von ESR-Spektren . . . 160

Kapitel 11
IR-Spektroskopie 163

- E. Lindner
 1. Rotationsspektroskopie 164
 1.1 Theoretische Grundlagen 164
 1.2 Apparativer Aufbau 166
 1.3 Anwendungen 166
 2. Schwingungsspektroskopie 167
 2.1 Theoretische Grundlagen 167
 2.2 Eigenschaften von Molekülen 170
 2.3 Kurze Einführung in die Auswahlregeln 171
 2.4 Wellenzahlenbereiche verschiedener charakteristischer Schwingungen . . . 172

2.5 Apparativer Aufbau 173
 2.6 Anwendungen 175

**Kapitel 12
 Ramanspektroskopie 177**

M. Adelhelm
 1. Historische Entwicklung 178
 2. Grundlagen 179
 2.1 Beobachtung eines Ramanspektrums 179
 2.2 Klassische Deutung des Raman-
 effekts 179
 2.3 Quantentheoretische Erklärung des
 Ramaneffekts 181
 2.4 Polarisierung des Streulichts 182
 2.5 Erwartungsspektren 184
 3. Aufbau eines Ramanspektrometers 185
 4. Anwendungsbeispiele 188
 4.1 Strukturermittlung 188
 4.2 Analytik 190

**Kapitel 13
 Elektronenspektroskopie 192**

G. Gauglitz
 1. Physikalische Grundlagen 193
 2. Apparativer Aufbau 199
 2.1 Lichtquellen 199
 2.2 Wellenlängenselektion 199
 2.3 Empfänger 202
 2.4 Messung von Absorptionsspektren 203
 2.5 Schnelle Spektroskopie 203
 3. Anwendungen 204
 4. Photometrische Begriffe 208

**Kapitel 14
 Röntgenspektroskopie 210**

H. Schreiber
 1. Wechselwirkung von Röntgenstrahlen
 mit Materie 210
 1.1 Absorption und Folgeprozesse 210
 1.2 Streuung, Reflexion und Total-
 reflexion 212
 1.3 Beugung, Interferenz 212
 2. Prinzipien der Anregungsmethoden 213
 2.1 Photoneninduzierte Emission 213
 2.2 Elektronen- und Protoneninduzierte
 Emission 214
 3. Analyseverfahren 214
 3.1 Nachweis und Meßmethoden 214
 3.2 Energiedispersive
 Röntgenfluoreszenzanalyse 216
 3.3 Wellenlängendispersive Röntgen-
 fluoreszenzanalyse 218
 3.4 Hochauflösende
 Röntgenspektroskopie 219
 4. Anwendungsbeispiele 219

**Kapitel 15
 Atomabsorptionsspektrometrie 222**

B. Welz
 1. Geschichtliche Entwicklung 222
 2. Aufbau eines
 Atomabsorptionsspektrometers 222
 2.1 Strahlungsquellen 223
 2.2 Wellenlängenselektion und Optik 223
 2.3 Atomisierungseinrichtungen 224
 2.4 Meßwertbildung und -ausgabe 225
 3. Störmöglichkeiten 226
 3.1 Spektrale Interferenzen 226
 3.2 Nicht-spektrale Interferenzen 228
 4. Techniken der
 Atomabsorptionsspektrometrie 230
 4.1 Flammen-Technik 230
 4.2 Graphitrohrföfen-Technik 231
 4.3 Hydrid-Technik 232
 4.4 Kaltdampf-Technik 234
 4.5 Arbeitsbereiche und Nachweis-
 grenzen 234

**Kapitel 16
 Mössbauerspektroskopie 236**

F. E. Wagner
 1. Grundlagen 236
 2. Meßmethode 238
 3. Hyperfeinwechselwirkungen 240
 4. Anwendungen der
 Mössbauerspektroskopie 243

**Kapitel 17,
 Reflexionsspektroskopie 248**

D. Oelkrug
 1. Grundlagen 248
 2. Messung der diffusen Reflexion 250
 3. Anwendungsbeispiele 251

Weitere wichtige Methoden

Kapitel 18

Optische Aktivität und Polarimetrie . 256

H. Rau

1. Phänomen und Ursache 256
- 1.1 Linear und zirkular polarisiertes Licht . 256
- 1.2 Optische Aktivität und Chiralität . . . 257
2. Meßgeräte, Meßgrößen, Einheiten . . 258
3. Wechselwirkung von polarisiertem Licht und Materie 259
- 3.1 Zusammenhang zwischen Rotation und Brechzahl sowie zwischen Elliptizität und Absorptionskoeffizient 259
- 3.2 UV-, CD- und ORD-Spektren 261
4. Wechselwirkung von polarisiertem Licht und Materie – Modelle 262
- 4.1 Klassische Modelle 262
- 4.2 Quantenmechanische Modelle 265
5. Anwendungen 266
- 5.1 Charakterisierung optisch aktiver Substanzen 267
- 5.2 Strukturaufklärung 267
- 5.3 Lösungsmittel-, Temperatur- und sonstige Einflüsse 269
6. Zusammenfassung 270

Kapitel 19

Lumineszenz von anorganischen Festkörpern 272

S. Kemmler-Sack

1. Lumineszenzmechanismen 272
- 1.1 Isolierte Lumineszenzzentren, direkte Anregung des Aktivators 272
- 1.2 Energietransfer 273
- 1.3 Konzentrationslöschung 276
- 1.4 Doppelt- und Mehrfachaktivierung . . 277
- 1.5 Stimulierte Emission, Festkörper-Laser 278
2. Anwendungen 279

Kapitel 20

Massenspektrometrie 281

K.-P. Zeller

1. Massenspektrometer 281
- 1.1 Probenzufuhr 281
- 1.2 Ionenerzeugung 282
- 1.3 Massentrennung, Fokussierung 283
- 1.4 Registrierung 285
- 1.5 Genaue Massenbestimmung 286
2. Molekül-Ion, Isotopenpeaks 287
3. Elektronenstoß-induzierte Bruchstückbildung; Fragment-Ionen . 289
- 3.1 Einfache Bindungsspaltung 289

- 3.2 Bruchstückbildung unter Wasserstoff-Verschiebung 294

- 3.3 Bruchstückbildung mit begleitender Gerüstumlagerung 297

Kapitel 21

Kristallstrukturanalyse 299

J. Strähle

1. Theoretische Grundlagen 300
- 1.1 Wechselwirkung zwischen Kristall und Röntgenstrahl: Interferenz 300
- 1.2 Kristallgitter 300
- 1.3 Braggsche Gleichung 302
- 1.4 Das reziproke Gitter 302
- 1.5 Informationen des reziproken Gitters; weitere Anwendungsmöglichkeiten der Röntgenbeugung 303
- 1.6 Das Phasenproblem 304
- 1.7 Lösung des Phasenproblems – Bestimmung der Phasen 305
2. Methodik und Anwendungen 305
- 2.1 Meßmethoden 305
- 2.2 Arbeitsweise und Voraussetzungen . . 307
- 2.3 Bestimmung der Elektronendichte in Atombindungen 309
- 2.4 Kristallstrukturanalyse mit Neutronenstrahlen 309
- 2.5 Unterschiede zwischen Kristallstrukturanalyse und Mikroskopie 310

Kapitel 22

Hochauflösende Durchstrahlungselektronenmikroskopie 311

R. Gruehn, W. Mertin

1. Aufbau des Elektronenmikroskops . . 311
2. Wirkungsweise des Mikroskops 313
- 2.1 Abbildung im Vielstrahlfall 313
- 2.2 Feinbereichsbeugung 314
3. Arbeitsweise und Voraussetzungen bei der HRTEM 315
- 3.1 Vorbereitung der Proben 315
- 3.2 Auswahl und Justierung eines Kristalls 315
- 3.3 Hochauflösung, Einstellung des Gerätes 315
- 3.4 Instrumentelle Voraussetzungen 316
- 3.5 Anforderungen an die Probe, methodische Gesichtspunkte 316
- 3.6 Rechnerische Stimulation von Abbildungen einer Kristallstruktur . . 317
4. Anwendungen 319
- 4.1 Baufehler 319

4.2	Strukturaufklärung	324	3.	Die Verursacher analytischer Arbeiten (Stand – Entwicklung – Fragen – Ausblick)	332
5.	Ausblick	325			
	Schlußbemerkungen	327		Wichtige Begriffe ... (Kleines Lexikon)	338
	H. Kelker, W. Heller, H. Naumer			S. Martin, H. Naumer	
1.	Die hierarchische Ordnung der Objekte	328		Anhang	373
1.1	Elementanalyse	329		Quellenverzeichnis	374
1.2	Funktionelle Gruppen	331		Sachverzeichnis	375
1.3	Freie Moleküle	331			
1.4	Makromoleküle und höhere Ordnungszustände	332			
2.	Zur Strategie der Analytik	332			