

Inhalt

Vorwort	VII
1 Einleitung	1 – 1
2 Der analytische Prozess unter dem Qualitätsgesichtspunkt	2 – 1
2.1 Formulierung des analytischen Problems	2 – 2
2.2 Analysenplan	2 – 5
2.3 Die Probenahme	2 – 8
2.3.1 Feststoffartige Proben	2 – 9
2.3.2 Flüssige Proben	2 – 9
2.3.3 Probenahme von Luftproben	2 – 10
2.4 Probenvorbereitung	2 – 11
2.5 Probenauftrennung	2 – 12
2.6 Die Quantifizierung (Messung des Analyten)	2 – 14
2.6.1 Absolutmethoden oder Primärmethoden	2 – 14
2.6.2 Massenspektrometrische Isotopenverdünnungsanalyse (IVA)	2 – 14
2.6.3 Methoden, die Kalibrier-Standards verlangen	2 – 15
2.6.4 Kalibrierung von Sensor-Arrays	2 – 16
2.7 Messdaten-Auswertung	2 – 17
2.8 Ergebnisdarstellung	2 – 19
2.9 Abschlussbericht	2 – 19
Weiterführende Literatur	2 – 20
3 Probenahme	3 – 1
3.1 Einleitung	3 – 1
3.2 Probenahme bei der Umweltanalytik von Böden	3 – 2
3.2.1 Probenahmestrategie	3 – 2
3.2.2 Bestimmung von Mittelwerten	3 – 2
3.2.3 Bestimmung von Maximalwerten	3 – 3
3.2.4 Bestimmung von Verteilungsmustern	3 – 3
3.2.5 Probenahmeplan	3 – 3
3.2.6 Beprobungstiefe	3 – 4
3.2.7 Probengewinnung und Transport	3 – 5
3.2.8 Probenhomogenisierung, Trocknung und Teilung	3 – 5
3.2.9 Dokumentation	3 – 6
3.3 Probenahme Wasser	3 – 6
3.3.1 Probenarten	3 – 9
3.3.2 Probenahmegeräte	3 – 9
3.4 Probenahme Luft	3 – 10
3.4.1 Historische Entwicklung	3 – 10
3.4.2 Klassifizierung von Probenahmeverfahren	3 – 11
3.4.3 Probenahmeverfahren für die Vor-Ort-Analytik	3 – 12
3.4.4 Probenahmeverfahren für die spätere Laboranalyse	3 – 14
3.4.5 Adsorptionsmaterialien für die Laboranalytik	3 – 17
3.4.6 Passivprobensammler	3 – 19
3.4.7 Desorptionsmethoden	3 – 20
3.4.8 Kalibrierung und Validierung	3 – 22

3.5	Aufschlussverfahren	3 – 24
3.5.1	Gefäßmaterialien	3 – 25
3.5.2	Oxidierende Aufschlüsse	3 – 26
3.5.3	Reduzierende Verfahren	3 – 36
3.5.4	Aufschlussverfahren unter Erhaltung der Wertigkeit	3 – 37
3.5.5	Direktverfahren	3 – 38
3.5.6	Anmerkungen zum Aufschluss für Spurenanalysen	3 – 38
3.6	Extraktionsverfahren zur Bestimmung organischer Analyten	3 – 39
3.6.1	Extraktionsverfahren für flüssige Umweltproben	3 – 39
3.6.2	Klassische Extraktionsverfahren für feste Proben	3 – 43
3.6.3	Moderne Extraktionsmethoden für feste Proben	3 – 46
3.6.4	Aufkonzentrierung	3 – 47
3.6.5	Aufreinigung der Extrakte (<i>Clean-up</i>)	3 – 49
3.7	Überkritische Fluidextraktion (SFE)	3 – 50
3.7.1	Historisches	3 – 51
3.7.2	Eigenschaften überkritischer Fluide	3 – 51
3.7.3	Überkritische Fluide und Modifikatoren	3 – 52
3.7.4	Aufbau eines SFE-Systems und Apparatives	3 – 52
3.7.5	Anwendungsbeispiele der SFE und Bewertung	3 – 55
	Weiterführende Literatur	3 – 55
4	Elementanalytik	4 – 1
4.1	Spektrometrische Methoden	4 – 1
4.1.1	Einführung	4 – 1
4.1.2	Die spektroskopische Messung	4 – 5
4.2	Grundlagen der Atomspektroskopie	4 – 7
4.2.1	Physikalische Grundlagen	4 – 7
4.2.2	Bauteile eines Atomspektrometers	4 – 13
4.3	Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)	4 – 29
4.3.1	Theoretische Grundlagen	4 – 30
4.3.2	Grundlegende apparative Anforderungen	4 – 31
4.3.3	Strahlungsquellen	4 – 33
4.3.4	Atomisierungstechniken	4 – 35
4.3.5	Arbeitsbereiche der verschiedenen Techniken	4 – 47
4.3.6	Systematische Fehler – Interferenzen in der AAS und deren Vermeidung	4 – 48
4.3.7	Multielement-AAS	4 – 56
4.4	Atomemissionsspektrometrie (AES)	4 – 59
4.4.1	Flammenphotometrie	4 – 59
4.4.2	Theorie des Plasmazustandes	4 – 60
4.4.3	Die Plasmaemissionsspektrometrie	4 – 63
4.4.4	Systematische Fehler – Interferenzen in der AES und deren Vermeidung	4 – 71
4.5	Atomfluoreszenzspektrometrie	4 – 74
4.5.1	Theoretische Grundlagen	4 – 74
4.5.2	Spezielle apparative Anforderungen	4 – 75
4.5.3	Multielement-AFS	4 – 76
4.5.4	Anwendungsbereiche	4 – 76
4.6	Kopplungstechniken	4 – 76
4.7	Röntgenfluoreszenzanalyse	4 – 78
4.7.1	Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie	4 – 78
4.7.2	Röntgenfluoreszenz	4 – 79
4.7.3	Primäre und sekundäre Röntgenspektren	4 – 82

4.7.4	Aufbau eines RFA-Spektrometers	4 – 82
4.7.5	Auswertung von RFA-Spektren	4 – 85
4.7.6	Anwendungen	4 – 87
4.7.7	Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse	4 – 87
4.8.	Neutronenaktivierungsanalyse (NAA)	4 – 91
4.8.1	Grundlagen	4 – 91
4.8.2	Bestrahlung, Aktivierung	4 – 92
4.8.3	Gamma-Spektrometrie	4 – 92
4.8.4	Die verschiedenen Methoden der NAA	4 – 94
4.8.5	Die Aktivierungsgleichungen und die Aktivierungsparameter	4 – 96
4.8.6	Erzeugung von Neutronen	4 – 97
4.8.7	Analytische Bedeutung der NAA	4 – 98
4.8.8	NAA-Limitierungen	4 – 99
4.8.9	Anwendungen der NAA	4 – 99
	Weiterführende Literatur	4 – 101
5	Molekülspektrometrie	5 – 1
5.1	Einführung	5 – 1
5.2	UV/vis-Absorption	5 – 2
5.2.1	Übersicht	5 – 3
5.2.2	Allgemeine Grundlagen	5 – 3
5.2.3	Spektroskopische Methoden im UV/vis-Bereich	5 – 5
5.2.4	Generelle Bauweise von UV/vis-Spektrometern	5 – 6
5.3	Fluoreszenzspektrometrie	5 – 11
5.3.1	Übersicht	5 – 11
5.3.2	Allgemeine Grundlagen	5 – 11
5.3.3	Anwendungen	5 – 16
5.3.4	Moderne Entwicklungen	5 – 18
5.4	Weitere Lumineszenzverfahren	5 – 18
5.4.1	Übersicht	5 – 18
5.4.2	Phosphoreszenz	5 – 18
5.4.3	Zeitverzögerte Fluoreszenz	5 – 19
5.4.4	Chemilumineszenz und Biolumineszenz	5 – 22
5.5	Infrarotspektrometrie	5 – 24
5.5.1	Theoretische Grundlagen	5 – 24
5.5.2	Spektrendarstellung	5 – 27
5.5.3	IR-Messtechnik	5 – 27
5.5.4	Probenpräsentation	5 – 36
5.5.5	Informationsgewinnung aus IR-Spektren	5 – 39
5.5.6	Allgemeines zur Chemometrie in der IR-Spektroskopie – Multivariate Kalibrationsmethoden	5 – 48
5.6	Massenspektrometrie	5 – 51
5.6.1	Einleitung	5 – 51
5.6.2	Aufbau der Massenspektrometer	5 – 52
5.6.3	Spektrenbibliotheken, Spektrenvergleich, Spektrenvorhersage	5 – 69
5.6.4	Massenspektrometrische Verfahren	5 – 71
5.6.5	Ausgesuchte massenspektrometrische Methoden und ihre Anwendungen	5 – 74
	Weiterführende Literatur	5 – 81

6 Chromatographie	6 – 1
6.1 Allgemeines zur Chromatographie	6 – 1
6.1.1 Historische Betrachtung	6 – 1
6.1.2 Verfahrensübersicht	6 – 2
6.1.3 Mobile und stationäre Phase	6 – 3
6.1.4 Der Retentionsvorgang	6 – 4
6.1.5 Wichtige Parameter	6 – 5
6.1.6 Peakform und Peakverbreiterung	6 – 7
6.1.7 Auflösung und deren Optimierung	6 – 12
6.2 Trenntechniken in kondensierter Phase	6 – 14
6.2.1 Theorie von HPLC und DC	6 – 14
6.2.2 Dünnschichtchromatographie	6 – 17
6.2.3 Hochleistungsflüssigkeitschromatographie	6 – 26
6.2.4 Ionenchromatographie (IC)	6 – 48
6.2.5 Überkritische Fluidchromatographie (SFC)	6 – 53
6.2.6 Trennung im elektrischen Feld: (Kapillar)-Elektrophorese	6 – 59
6.3 Gaschromatographie	6 – 73
6.3.1 Einleitung	6 – 73
6.3.2 Die Säule	6 – 74
6.3.3 Der Injektor	6 – 84
6.3.4 Der Detektor	6 – 89
6.3.5 Qualitative und quantitative Analyse mittels der Gaschromatographie	6 – 99
6.3.6 Anwendungsbeispiele der Gaschromatographie	6 – 102
Weiterführende Literatur	6 – 107
7 Elektroanalytische Verfahren	7 – 1
7.1 Grundlagen elektrochemischer Analyseverfahren	7 – 2
7.1.1 Einige Grundbegriffe	7 – 2
7.1.2 Gleichgewichtselektrochemie	7 – 5
7.1.3 Dynamische Elektrochemie	7 – 7
7.1.4 Klassifikation elektrochemischer Analysenverfahren	7 – 10
7.2 Methoden ohne Stromfluss	7 – 10
7.2.1 Potentiometrie	7 – 10
7.2.2 Ionenselektive Potentiometrie	7 – 13
7.3 Methoden mit Stromfluss, aber vernachlässigbarem Stoffumsatz	7 – 25
7.3.1 Konduktometrie	7 – 25
7.3.2 Voltammetrie	7 – 28
7.4 Methoden mit praktisch 100% Stoffumsatz	7 – 56
7.4.1 Coulometrie	7 – 56
7.4.2 Elektrogravimetrie	7 – 61
Weiterführende Literatur	7 – 62
8 Grundlagen biochemischer Assays	8 – 1
8.1 Einführung	8 – 1
8.2 Enzymassays	8 – 2
8.2.1 Struktur und Funktion von Enzymen	8 – 2
8.2.2 Grundlagen der Enzymkinetik	8 – 4
8.2.3 Enzymnomenklatur	8 – 6
8.2.4 Konzentrationsbestimmung nach der Endwertmethode	8 – 6
8.2.5 Kinetische Konzentrationsbestimmung	8 – 8
8.2.6 Die Messprinzipien	8 – 10
8.2.7 Messung und Berechnung	8 – 14

8.2.8	Möglichkeiten und Grenzen der enzymatischen Analyse	8 – 15
8.3	Immunchemische Bestimmungsmethoden	8 – 15
8.3.1	Bedeutung immunchemischer Bestimmungsverfahren	8 – 15
8.3.2	Monoklonale und polyklonale Antikörper	8 – 16
8.3.3	Systematik der Immunoassays	8 – 17
8.3.4	Kompetitive Festphasen-Enzymimmunoassays	8 – 19
8.3.5	Kompetitive homogene Immunoassays	8 – 21
8.3.6	Nichtkompetitive Festphasen-Enzymimmunoassays	8 – 21
8.3.7	Nichtkompetitive homogene Enzymimmunoassays	8 – 22
8.3.8	Verwendung verschiedener Markerenzyme	8 – 22
8.3.9	Bedeutung von Kreuzreaktivitäten	8 – 24
8.3.10	Auswertung von Enzymimmunoassays	8 – 24
	Weiterführende Literatur	8 – 26
9	Dynamische Konzentrationsmessungen – <i>on-line</i>-Analytik mit Sensoren	9 – 1
9.1	Einleitung	9 – 1
9.1.1	Prinzipieller Aufbau von Chemo- und Biosensoren	9 – 3
9.2	Transducer für Chemo- und Biosensoren	9 – 5
9.2.1	Massensensitive Transducer – BAW und SAW	9 – 5
9.2.2	Kalorimetrische Transducer	9 – 10
9.2.3	Kapazitive oder impedimetrische Transducer	9 – 10
9.2.4	Optische Transducer	9 – 11
9.3	Chemische Sensoren	9 – 21
9.3.1	Chemische Sensoren für gasförmige Proben	9 – 21
9.3.2	Chemische Sensoren für flüssige Proben	9 – 44
9.4	Biosensoren	9 – 52
9.4.1	Allgemeines	9 – 52
9.4.2	Aufbau von Biosensoren	9 – 52
9.4.3	Biosensoren im weiteren Sinn	9 – 53
9.4.4	Immobilisierung der biochemischen Komponenten	9 – 54
9.4.5	Biosensoren: Neue Entwicklungen und Grenzen	9 – 56
9.4.6	Enzymsensoren	9 – 56
9.4.7	Immunosonden	9 – 69
9.4.8	Ausgewählte Anwendungsbeispiele von optischen Chemo- und Biosensoren in der klinischen Chemie und Umweltanalytik	9 – 79
9.5	Miniaturisierte Sensoren	9 – 80
9.5.1	Ausgewählte miniaturisierte Sensoren	9 – 81
9.6	Die Fließinjektionsanalyse	9 – 83
9.6.1	Definition	9 – 83
9.6.2	Injektionsmethoden	9 – 85
9.6.3	Pumpen	9 – 86
9.6.4	Verbindungsstücke	9 – 86
9.6.5	Reaktoren	9 – 86
9.6.6	Detektoren	9 – 88
9.6.7	Sequentielle Injektionsanalyse (SIA)	9 – 90
9.6.8	Miniaturisierung	9 – 91
	Weiterführende Literatur	9 – 92
10	Operative Prüfverfahren	10 – 1
10.1	Summenparameter	10 – 1
10.2	Summe halogenorganischer Verbindungen (HOV) in Wässern (AOX, POX, EOX und andere)	10 – 3

10.2.1	Anreicherung	10 – 4
10.2.2	Mineralisierung	10 – 4
10.2.3	Halogenidbestimmung	10 – 4
10.2.4	Automation	10 – 7
10.2.5	Vergleich der Verfahren	10 – 8
10.2.6	Präzision	10 – 8
10.2.7	Adsorbierbares organisch gebundenes Fluorid und Heteroverbindungen	10 – 8
10.3	Summe an chemisch oxidierbaren Bestandteilen (TOC, CSB und Permanganat-Index)	10 – 9
10.3.1	Der Permanganat-Index	10 – 9
10.3.2	Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB)	10 – 10
10.3.3	Total organic carbon (TOC)	10 – 11
10.4	Bestimmung der biologisch abbaubaren Verunreinigungen mittels des biochemischen Sauerstoffbedarfs (BSB ₅)	10 – 14
10.5	Bestimmung des Phenolindexes nach DIN 38409 H16	10 – 16
10.5.1	Phenolbestimmungen mittels eines Biosensors	10 – 16
11	Ausblick	11 – 1
Anhang: Grundzüge statistischer Datenauswertung und Glossar zur Qualitätssicherung		A – 1
1.	Messdatenauswertung und analytische Qualitätssicherung	A – 1
1.1	Die Bezugsfunktionen	A – 1
1.2	Der Messwert	A – 2
1.3	Die Messwertungenauigkeit (<i>uncertainty</i>)	A – 2
1.4	Die Angabe des Analysenergebnisses	A – 3
1.5	Die Leistungsfähigkeit eines Messverfahrens	A – 4
1.6	Die Wahl des Arbeitsbereiches	A – 5
1.7	Die Nachweisgrenze kalibrierfähiger Verfahren	A – 6
1.8	Systematische Fehler – Interferenzen und Ansätze zur Korrektur	A – 7
2.	Validierung analytischer Verfahren	A – 9
2.1	Auswahl eines analytischen Verfahrens	A – 9
2.2	Validierung eines analytischen Verfahrens	A – 9
3.	Die Genauigkeit analytischer Verfahren	A – 12
3.1	Der Vergleich mit anderen Methoden	A – 12
3.2	Ringversuche – der Vergleich mit anderen Laboratorien	A – 12
3.3	Zertifizierte Referenzmaterialien	A – 13
4.	Die Konzepte in der Qualitätssicherung	A – 14
4.1	Qualitätssicherung im formalen Sinn: Good Laboratory Practise (GLP)	A – 14
4.2	Die Akkreditierung von Laboratorien bezüglich ihrer Fachkompetenz: Die Normenserie EN 45000	A – 14
4.3	Die Zertifizierung bezüglich der Qualität der Organisation: Die Normenserie ISO 9000/EN 29000	A – 15
4.4	Akkreditierung der Hersteller von Referenzmaterialien	A – 15
5.	Begriffe in der Qualitätssicherung	A – 15
	Weiterführende Literatur	A – 17

Sach- und Namensindex