

---

# Kurzinhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einführung</b> .....	<b>1</b>
<b>Teil I Grundlagen des Messprozesses</b>		
<b>2</b>	<b>Elektrische Bauelemente und Schaltkreise</b> .....	<b>25</b>
<b>3</b>	<b>Operationsverstärker in chemischen Messinstrumenten</b> .....	<b>59</b>
<b>4</b>	<b>Digital-Elektronik, Mikroprozessoren und Computer</b> .....	<b>79</b>
<b>5</b>	<b>Signale und Rauschen</b> .....	<b>111</b>
<b>Teil II Atomspektroskopie</b>		
<b>6</b>	<b>Einführung in spektroskopische Methoden</b> .....	<b>133</b>
<b>7</b>	<b>Komponenten optischer Geräte</b> .....	<b>163</b>
<b>8</b>	<b>Eine Einführung in die optische Atomspektroskopie</b> .....	<b>213</b>
<b>9</b>	<b>Atomabsorptions- und Atomfluoreszenzspektroskopie</b> .....	<b>229</b>
<b>10</b>	<b>Atomemissionsspektroskopie</b> .....	<b>253</b>
<b>11</b>	<b>Atommassenspektrometrie</b> .....	<b>279</b>
<b>12</b>	<b>Röntgenspektroskopie</b> .....	<b>303</b>
<b>Teil III Molekülspektroskopie</b>		
<b>13</b>	<b>Eine Einführung in die Molekülabsorptionsspektrometrie im ultraviolett-sichtbaren Bereich</b> .....	<b>337</b>
<b>14</b>	<b>Anwendungen der Molekülabsorptionsspektrometrie im ultravioletten und sichtbaren Bereich (UV-Vis-Bereich)</b> .....	<b>367</b>
<b>15</b>	<b>Moleküllumineszenzspektroskopie</b> .....	<b>397</b>
<b>16</b>	<b>Einführung in die Infrarotspektrometrie</b> .....	<b>427</b>
<b>17</b>	<b>Anwendungen der Infrarotspektrometrie</b> .....	<b>451</b>
<b>18</b>	<b>Raman-Spektroskopie</b> .....	<b>475</b>

<b>19</b>	<b>Kernresonanzspektroskopie (NMR)</b> . . . . .	<b>491</b>
<b>20</b>	<b>Molekülmassenspektrometrie</b> . . . . .	<b>539</b>
<b>21</b>	<b>Charakterisierung von Oberflächen mit der Spektroskopie und der Mikroskopie</b> . . . . .	<b>575</b>
 <b>Teil IV Elektroanalytische Chemie</b>		
<b>22</b>	<b>Einführung in die elektroanalytische Chemie</b> . . . . .	<b>613</b>
<b>23</b>	<b>Potenziometrie</b> . . . . .	<b>643</b>
<b>24</b>	<b>Coulometrie</b> . . . . .	<b>679</b>
<b>25</b>	<b>Voltammetrie</b> . . . . .	<b>697</b>
 <b>Teil V Trennmethoden</b>		
<b>26</b>	<b>Einführung in chromatographische Trennmethoden</b> . . . . .	<b>743</b>
<b>27</b>	<b>Gaschromatographie</b> . . . . .	<b>767</b>
<b>28</b>	<b>Flüssigchromatographie</b> . . . . .	<b>793</b>
<b>29</b>	<b>Überkritische Fluidchromatographie und Fluidextraktion</b> . . . . .	<b>831</b>
<b>30</b>	<b>Kapillarelektrophorese, Kapillarelektrochromatographie und Feldflussfraktionierung</b> . . . . .	<b>843</b>
 <b>Teil VI Verschiedene Methoden</b>		
<b>31</b>	<b>Thermische Methoden</b> . . . . .	<b>869</b>
<b>32</b>	<b>Radiochemische Methoden</b> . . . . .	<b>885</b>
<b>33</b>	<b>Automatisierte Analysemethoden</b> . . . . .	<b>903</b>
<b>34</b>	<b>Partikelgrößenbestimmung</b> . . . . .	<b>923</b>
<b>Anhang A: Auswertung analytischer Daten</b> . . . . .		<b>939</b>
<b>Anhang B: Aktivitätskoeffizienten</b> . . . . .		<b>965</b>
<b>Anhang C: Einige Standard- und formale Elektrodenpotenziale</b> . . . . .		<b>969</b>
<b>Anhang D: Empfohlene Verbindungen zur Herstellung von Standardlösungen einiger gebräuchlicher Elemente</b> . . . . .		<b>973</b>
<b>Lösungen zu ausgewählten Aufgaben</b> . . . . .		<b>975</b>

---

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einführung</b>	1
1.1	Klassifizierung der analytischen Methoden	1
1.1.1	Klassische Methoden	1
1.1.2	Instrumentelle Methoden	1
1.2	Die Kategorien instrumenteller Methoden	2
1.3	Analysegeräte	3
1.3.1	Datendomänen	3
1.3.2	Nichtelektrische Datenbereiche	3
1.3.3	Elektrische Datenbereiche	5
1.3.4	Detektoren, Wandler und Sensoren	8
1.3.5	Ausgabegeräte	10
1.3.6	Mikroprozessoren und Computer in Analysegeräten	10
1.4	Kalibrierung instrumenteller Verfahren	10
1.4.1	Vergleich mit Normalen	10
1.4.2	Kalibrierung mit externen Standards	10
1.4.3	Standard-Additionsverfahren	13
1.4.4	Die Methode interner Standards	16
1.5	Die Auswahl einer analytischen Methode	17
1.5.1	Definition der Aufgabenstellung	17
1.5.2	Leistungsparameter von Analysegeräten – Gütezahlen	17
1.6	Fragen und Aufgaben	21
1.6.1	Anspruchsvolle Aufgabe	22

## Teil I Grundlagen des Messprozesses

<b>2</b>	<b>Elektrische Bauelemente und Schaltkreise</b>	25
2.1	Gleichstromschaltkreise und -messungen	25
2.1.1	Elektrizitätsgesetze	25
2.1.2	Gleichstromschaltkreise	26
2.1.3	Messungen von Stromstärke, Spannung und Widerstand in Gleichstromschaltkreisen	29
2.2	Wechselstromschaltkreise	31
2.2.1	Sinusförmige Signale	32
2.2.2	Blindwiderstand in elektrischen Schaltkreisen	33
2.2.3	Kondensatoren und Kapazität: RC-Reihenschaltungen	34
2.2.4	Ansprechverhalten von RC-Reihenschaltungen auf sinusförmige Eingangssignale	37
2.2.5	Filter auf Basis von RC-Schaltungen	40
2.2.6	Verhalten von RC-Schaltungen bei impulsförmigen Eingangssignalen	41
2.2.7	Messungen von Wechselstrom, Wechselspannung und Impedanz	41

2.3	Halbleiter und Halbleiterbauelemente . . . . .	41
2.3.1	Eigenschaften von Silicium- und Germaniumhalbleitern . . . . .	43
2.3.2	Halbleiterdioden . . . . .	43
2.3.3	Transistoren . . . . .	45
2.4	Stromversorgung und Regler . . . . .	49
2.4.1	Transformatoren . . . . .	49
2.4.2	Gleichrichter und Filter . . . . .	49
2.4.3	Spannungsregler . . . . .	50
2.5	Ausgabegeräte . . . . .	51
2.5.1	Oszilloskope . . . . .	51
2.5.2	Messschreiber . . . . .	52
2.5.3	Alphanumerische Anzeigen . . . . .	54
2.5.4	Computer . . . . .	54
2.6	Fragen und Aufgaben . . . . .	54
2.6.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	56
<b>3</b>	<b>Operationsverstärker in chemischen Messinstrumenten . . . . .</b>	<b>59</b>
3.1	Eigenschaften von Operationsverstärkern . . . . .	59
3.1.1	Symbole für Operationsverstärker . . . . .	59
3.1.2	Allgemeine Charakteristika von Operationsverstärkern . . . . .	60
3.2	Einsatz von Operationsverstärkern in Schaltkreisen . . . . .	62
3.2.1	Komparatoren . . . . .	62
3.2.2	Spannungsfolger (Impedanzwandler) . . . . .	62
3.2.3	Stromfolgerschaltkreise . . . . .	63
3.2.4	Frequenzgang eines Schaltkreises mit Gegenkopplung . . . . .	65
3.3	Verstärkung und Messung der Signale von Messwertwandlern . . . . .	66
3.3.1	Strommessungen . . . . .	66
3.3.2	Spannungsmessungen . . . . .	67
3.3.3	Messungen von Widerstand und Leitwert . . . . .	68
3.3.4	Differenzverstärker . . . . .	69
3.4	Anwendung von Operationsverstärkern zur Steuerung von Spannung und Stromstärke . . . . .	71
3.4.1	Konstantspannungsquellen . . . . .	71
3.4.2	Konstantstromquellen . . . . .	71
3.5	Anwendung von Operationsverstärkern zur Ausführung mathematischer Operationen . . . . .	72
3.5.1	Multiplikation und Division mit Konstanten . . . . .	72
3.5.2	Addition und Subtraktion . . . . .	72
3.5.3	Integration . . . . .	73
3.5.4	Differenziation . . . . .	74
3.5.5	Erzeugen von Logarithmen und Exponentialfunktionen . . . . .	74
3.6	Anwendung von Operationsverstärkern zum Vergleich analoger Signale .	74
3.7	Fragen und Aufgaben . . . . .	75
3.7.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	78
<b>4</b>	<b>Digital-Elektronik, Mikroprozessoren und Computer . . . . .</b>	<b>79</b>
4.1	Analoge und digitale Signale . . . . .	80
4.2	Zählen und Arithmetik mit Binärzahlen . . . . .	80
4.2.1	Das Binärsystem . . . . .	81
4.2.2	Konvertierung von Binär- und Dezimalzahlen . . . . .	81
4.2.3	Binäre Arithmetik . . . . .	82
4.2.4	Binärcodiertes Dezimalschema . . . . .	82

4.3	Grundlegende digitale Schaltungen . . . . .	82
4.3.1	Impulsformer . . . . .	82
4.3.2	Binär- und BCD-Zähler . . . . .	83
4.3.3	Zählerexperimente . . . . .	84
4.3.4	Frequenzteiler . . . . .	85
4.3.5	Uhren . . . . .	86
4.3.6	Digital-Analog-Wandler (DAC) . . . . .	86
4.3.7	Analog-Digital-Wandler (ADC) . . . . .	87
4.4	Computer und computergestützte Messgeräte . . . . .	89
4.4.1	Computer-Terminologie . . . . .	90
4.4.2	Betriebsarten computergesteuerter Instrumente . . . . .	91
4.5	Grundbestandteile eines Rechners . . . . .	92
4.5.1	Die zentrale Verarbeitungseinheit (CPU) . . . . .	92
4.5.2	Bussysteme . . . . .	92
4.5.3	Hauptspeicher . . . . .	94
4.5.4	Eingabe- und Ausgabesysteme . . . . .	95
4.6	Computersoftware . . . . .	97
4.6.1	Tabellenkalkulation . . . . .	97
4.6.2	Statistische Analyse . . . . .	98
4.6.3	Mathematische Hilfsmittel . . . . .	98
4.6.4	Wissenschaftliche Softwarepakete . . . . .	101
4.7	Computeranwendungen . . . . .	103
4.7.1	Passive Anwendungen . . . . .	103
4.7.2	Aktive Anwendungen . . . . .	105
4.8	Computernetzwerke . . . . .	105
4.8.1	Netzwerktypen . . . . .	105
4.8.2	Labor-Informations- und Management-Systeme (LIMS) . . . . .	108
4.9	Fragen und Aufgaben . . . . .	108
4.9.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	109
<b>5</b>	<b>Signale und Rauschen . . . . .</b>	<b>111</b>
5.1	Signal-Rausch-Verhältnis . . . . .	111
5.2	Ursachen für das Rauschen in der instrumentellen Analyse . . . . .	112
5.2.1	Chemisches Rauschen . . . . .	112
5.2.2	Instrumentelles Rauschen . . . . .	112
5.3	Erhöhung des Signal-Rausch-Verhältnisses . . . . .	114
5.3.1	Einige Hardwarebauteile und Techniken zur Rauschminderung . . . . .	115
5.3.2	Softwareverfahren . . . . .	118
5.4	Fragen und Aufgaben . . . . .	124
5.4.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	125
5.5	Instrumentelle Analytik im Einsatz: Das elektronische Analytiklabor . . . . .	126
5.5.1	Potenzielle Vorteile . . . . .	127
5.5.2	Komponenten elektronischer Laboratorien . . . . .	127
5.5.3	Computergestützte Laborjournale . . . . .	127
5.5.4	Verbindungen zu LIMS und Archivierungssystemen . . . . .	129
5.5.5	Ausblick . . . . .	130

## Teil II Atomspektroskopie

<b>6</b>	<b>Einführung in spektroskopische Methoden</b> . . . . .	133
6.1	Allgemeine Eigenschaften elektromagnetischer Strahlung . . . . .	133
6.2	Welleneigenschaften der elektromagnetischen Strahlung . . . . .	133
6.2.1	Wellenparameter . . . . .	134
6.2.2	Das elektromagnetische Spektrum . . . . .	135
6.2.3	Mathematische Beschreibung einer Welle . . . . .	135
6.2.4	Überlagerung von Wellen . . . . .	135
6.2.5	Strahlungsbeugung . . . . .	138
6.2.6	Kohärente Strahlung . . . . .	140
6.2.7	Transmission von Strahlung . . . . .	141
6.2.8	Brechung von Strahlung . . . . .	142
6.2.9	Reflexion von Strahlung . . . . .	142
6.2.10	Streuung von Strahlung . . . . .	143
6.2.11	Polarisation von Strahlung . . . . .	143
6.3	Quantenmechanische Eigenschaften der elektromagnetischen Strahlung . . . . .	144
6.3.1	Der photoelektrische Effekt . . . . .	144
6.3.2	Energiezustände chemischer Stoffe . . . . .	147
6.3.3	Wechselwirkungen zwischen Strahlung und Materie . . . . .	147
6.3.4	Emission von Strahlung . . . . .	149
6.3.5	Absorption von Strahlung . . . . .	152
6.3.6	Relaxationsvorgänge . . . . .	155
6.3.7	Die Heisenberg'sche Unbestimmtheitsrelation . . . . .	156
6.4	Quantitative Aspekte spektrochemischer Analysen . . . . .	156
6.4.1	Emission, Lumineszenz und Streumethoden . . . . .	157
6.4.2	Absorptionsmethoden . . . . .	157
6.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	159
6.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	160
<b>7</b>	<b>Komponenten optischer Geräte</b> . . . . .	163
7.1	Allgemeiner Aufbau optischer Geräte . . . . .	163
7.2	Strahlungsquellen . . . . .	165
7.2.1	Kontinuumstrahler . . . . .	166
7.2.2	Linienstrahler . . . . .	166
7.2.3	Laser . . . . .	167
7.3	Wellenlängenselektoren . . . . .	174
7.3.1	Filter . . . . .	174
7.3.2	Monochromatoren . . . . .	179
7.3.3	Monochromatorspalte . . . . .	185
7.4	Probenbehälter . . . . .	187
7.5	Strahlungsdetektoren . . . . .	188
7.5.1	Einführung . . . . .	188
7.5.2	Photonendetektoren . . . . .	190
7.5.3	Vielkanalquantendetektoren . . . . .	194
7.5.4	Photowiderstände . . . . .	198
7.5.5	Thermische Detektoren . . . . .	199
7.6	Signalprozessoren und Ausgabegeräte . . . . .	200
7.6.1	Photonenzählung . . . . .	200
7.7	Glasfasertechnik . . . . .	201
7.7.1	Eigenschaften von optischen Fasern . . . . .	201
7.7.2	Faseroptische Sensoren . . . . .	201
7.8	Nomenklatur optischer Geräte . . . . .	202

7.9	Grundlagen optischer Messungen mithilfe der Fourier-Transformation . .	202
7.9.1	Vorteile der Fourier-Transformations-Spektroskopie . . . . .	203
7.9.2	Zeitabhängige Spektroskopie (Time-Domain-Spektroskopie) . .	204
7.9.3	Aufnahme von zeitabhängigen Spektren mit einem Michelson-Interferometer . . . . .	206
7.10	Fragen und Aufgaben . . . . .	209
7.10.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	211
<b>8</b>	<b>Eine Einführung in die optische Atomspektroskopie . . . . .</b>	<b>213</b>
8.1	Optische Atomspektren . . . . .	213
8.1.1	Energieniveaudiagramme . . . . .	213
8.1.2	Atomare Linienbreiten . . . . .	217
8.1.3	Einfluss der Temperatur auf Atomspektren . . . . .	220
8.1.4	Bei der Atomisierung erzeugte Molekülspektren . . . . .	221
8.2	Atomisierungsverfahren . . . . .	221
8.3	Methoden des Probeneintrags . . . . .	221
8.3.1	Einbringen von Probenlösungen . . . . .	222
8.3.2	Aufgabe fester Proben . . . . .	224
8.4	Fragen und Aufgaben . . . . .	226
8.4.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	226
<b>9</b>	<b>Atomabsorptions- und Atomfluoreszenzspektroskopie . . . . .</b>	<b>229</b>
9.1	Verfahren zur Atomisierung von Proben . . . . .	229
9.1.1	Flammenatomisierung . . . . .	229
9.1.2	Elektrothermische Atomisierung . . . . .	232
9.1.3	Spezielle Atomisierungsverfahren . . . . .	235
9.2	Geräte für die Atomabsorptionsspektroskopie . . . . .	236
9.2.1	Strahlungsquellen . . . . .	236
9.2.2	Spektralphotometer . . . . .	239
9.3	Interferenzen in der Atomabsorptionsspektroskopie . . . . .	240
9.3.1	Spektrale Interferenzen . . . . .	240
9.3.2	Chemische Störungen . . . . .	243
9.4	Analytische Techniken in der Atomabsorptionsspektroskopie . . . . .	245
9.4.1	Probenvorbereitung . . . . .	246
9.4.2	Probenaufgabe durch Fließinjektion . . . . .	246
9.4.3	Die Rolle organischer Lösemittel in der Flammenspektroskopie .	247
9.4.4	Kalibrierkurven . . . . .	247
9.4.5	Standard-Additionsverfahren . . . . .	247
9.4.6	Anwendungen der Atomabsorptionsspektroskopie . . . . .	247
9.5	Atomfluoreszenzspektroskopie . . . . .	248
9.5.1	Instrumentierung . . . . .	248
9.5.2	Störungen . . . . .	249
9.5.3	Anwendungen . . . . .	249
9.6	Fragen und Aufgaben . . . . .	249
9.6.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	251
<b>10</b>	<b>Atomemissionsspektroskopie . . . . .</b>	<b>253</b>
10.1	Emissionsspektroskopie auf Basis von Plasmaquellen . . . . .	254
10.1.1	Das induktiv gekoppelte Plasma . . . . .	254
10.1.2	Die Gleichstromplasmaquelle . . . . .	257
10.1.3	Geräte für die Plasmaspektroskopie . . . . .	258
10.1.4	Anwendungen von Plasmaquellen . . . . .	264

10.2	Emissionsspektroskopie auf Basis von Bogen- und Funkenquellen . . . . .	268
10.2.1	Probenarten und Probenhandhabung . . . . .	268
10.2.2	Geräte für die Bogen- und Funkenspektroskopie . . . . .	269
10.2.3	Lichtbogenemissionsspektroskopie . . . . .	270
10.2.4	Funkenquellen und Funkenspektren . . . . .	271
10.3	Andere Quellen für die optische Emissionsspektroskopie . . . . .	272
10.3.1	Flammenemissionsquellen . . . . .	272
10.3.2	Glimmentladungsquellen . . . . .	272
10.3.3	Atomemissionssysteme auf Laserbasis . . . . .	274
10.4	Fragen und Aufgaben . . . . .	275
10.4.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	276
<b>11</b>	<b>Atommassenspektrometrie . . . . .</b>	<b>279</b>
11.1	Einige allgemeine Charakteristika der Atommassenspektrometrie . . . . .	279
11.1.1	Atommassen in der Massenspektrometrie . . . . .	279
11.1.2	Das Masse-zu-Ladung-Verhältnis $m/z$ . . . . .	280
11.1.3	Arten der Atommassenspektrometrie . . . . .	281
11.2	Massenspektrometer . . . . .	281
11.2.1	Detektoren für die Massenspektrometrie . . . . .	282
11.2.2	Quadrupolmassenanalysatoren . . . . .	286
11.2.3	Flugzeitmassenanalysatoren . . . . .	288
11.2.4	Doppelfokussierende Analysatoren . . . . .	289
11.3	Massenspektrometrie mit induktiv gekoppelten Plasmaquellen . . . . .	290
11.3.1	Geräte für die ICP-Massenspektrometrie . . . . .	290
11.3.2	Atommassenspektren und Störungen . . . . .	292
11.3.3	Anwendungen der ICP-MS . . . . .	295
11.4	Massenspektrometrie mit Funkenquellen . . . . .	298
11.4.1	Spektren . . . . .	298
11.4.2	Qualitative Anwendungen . . . . .	298
11.4.3	Quantitative Anwendungen . . . . .	299
11.5	Massenspektrometrie mit Glimmentladungsquellen . . . . .	299
11.6	Andere massenspektrometrische Methoden . . . . .	299
11.6.1	Beschleunigermassenspektrometrie . . . . .	299
11.6.2	Methoden für die Oberflächenanalyse . . . . .	300
11.7	Fragen und Aufgaben . . . . .	300
11.7.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	300
<b>12</b>	<b>Röntgenspektroskopie . . . . .</b>	<b>303</b>
12.1	Grundlagen . . . . .	303
12.1.1	Emission von Röntgenstrahlen . . . . .	303
12.1.2	Absorptionsspektren . . . . .	307
12.1.3	Röntgenfluoreszenz . . . . .	308
12.1.4	Röntgenbeugung . . . . .	308
12.2	Gerätekomponenten . . . . .	309
12.2.1	Quellen . . . . .	310
12.2.2	Filter für Röntgenstrahlen . . . . .	310
12.2.3	Röntgenstrahlmonochromatoren . . . . .	311
12.2.4	Röntgenstrahldetektoren und Signalverarbeitung . . . . .	312
12.2.5	Signalprozessoren . . . . .	317
12.3	Röntgenfluoreszenzmethoden . . . . .	317
12.3.1	XRF-Spektrometer . . . . .	317
12.3.2	Qualitative und halbqualitative Röntgenfluoreszenzanalyse . . . . .	320
12.3.3	Quantitative Analyse . . . . .	321

12.4	Röntgenabsorptionsmethoden . . . . .	325
12.4.1	Röntgenbeugungsmethoden . . . . .	325
12.4.2	Identifizierung kristalliner Verbindungen durch Röntgenbeugung . . . . .	326
12.4.3	Interpretation von Beugungsmustern . . . . .	327
12.5	Die Elektronenmikrosonde . . . . .	328
12.6	Fragen und Aufgaben . . . . .	328
12.6.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	329
12.7	Instrumentelle Analytik im Einsatz: Quecksilberüberwachung . . . . .	330
12.7.1	Quecksilberquellen . . . . .	331
12.7.2	Anforderungen an die Analytik . . . . .	331
12.7.3	Herkömmliche Methoden zum Quecksilbernachweis . . . . .	331
12.7.4	Atomfluoreszenzverfahren . . . . .	332
12.7.5	Schlussfolgerungen . . . . .	333

### Teil III Molekülspektroskopie

<b>13</b>	<b>Eine Einführung in die Molekülabsorptionsspektrometrie im ultraviolett-sichtbaren Bereich . . . . .</b>	<b>337</b>
13.1	Messung der Transmission $T$ und des Absorptionsvermögens $A$ . . . . .	337
13.2	Das Lambert-Beer'sche Gesetz . . . . .	338
13.2.1	Anwendung des Lambert-Beer'schen Gesetzes auf Mischungen . . . . .	339
13.2.2	Grenzen des Lambert-Beer'schen Gesetzes . . . . .	339
13.3	Der Einfluss des instrumentellen Rauschens auf die spektralphotometrische Analyse . . . . .	344
13.3.1	Instrumentelles Rauschen als Funktion der Transmission . . . . .	344
13.3.2	Ursachen des instrumentellen Rauschens . . . . .	344
13.3.3	Einfluss der Spaltbreite auf die Absorptionsmessungen . . . . .	347
13.3.4	Einfluss der Streustrahlung bei Wellenlängenextremen eines Spektralphotometers . . . . .	348
13.4	Geräteausstattung . . . . .	349
13.4.1	Gerätebauteile . . . . .	349
13.4.2	Gerätetypen . . . . .	351
13.4.3	Einige typische Geräte . . . . .	354
13.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	362
13.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	364
<b>14</b>	<b>Anwendungen der Molekülabsorptionsspektrometrie im ultravioletten und sichtbaren Bereich (UV-Vis-Bereich) . . . . .</b>	<b>367</b>
14.1	Die Größe des molaren Absorptionsvermögens . . . . .	367
14.2	Absorbierende Spezies . . . . .	367
14.2.1	Absorption organischer Verbindungen . . . . .	368
14.2.2	Absorption anorganischer Verbindungen . . . . .	369
14.2.3	Charge-Transfer-Absorption . . . . .	371
14.3	Qualitative Anwendungen der UV-Vis-Absorptionsspektroskopie . . . . .	372
14.3.1	Lösemittel . . . . .	372
14.3.2	Einfluss der Spaltbreite . . . . .	373
14.3.3	Nachweis funktioneller Gruppen . . . . .	373
14.4	Quantitative Analyse durch Absorptionsmessungen . . . . .	374
14.4.1	Anwendungsbereich . . . . .	374
14.4.2	Einzelheiten des Verfahrens . . . . .	375
14.4.3	Differenzial- und Zweiwellenlängenspektrometrie . . . . .	378

14.5	Photometrische und spektralphotometrische Titrationsen . . . . .	379
14.5.1	Titrationskurven . . . . .	379
14.5.2	Geräteausstattung . . . . .	380
14.5.3	Anwendungen der photometrischen Titration . . . . .	380
14.6	Spektrometrische kinetische Methoden . . . . .	381
14.6.1	Reaktionstypen . . . . .	382
14.6.2	Geräteausstattung . . . . .	383
14.6.3	Typen kinetischer Verfahren . . . . .	385
14.7	Spektralphotometrische Untersuchungen von Komplex-Ionen . . . . .	386
14.7.1	Die Methode der kontinuierlichen Variation . . . . .	386
14.7.2	Die Methode des Molverhältnisses . . . . .	386
14.7.3	Die Methode des Steigungsverhältnisses . . . . .	387
14.7.4	Computerbasierte Methoden zur Bestimmung der Komplexbildungskonstanten . . . . .	388
14.8	Fragen und Aufgaben . . . . .	391
14.8.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	395
<b>15</b>	<b>Molekülumflumineszenzspektroskopie . . . . .</b>	<b>397</b>
15.1	Theorie der Fluoreszenz und Phosphoreszenz . . . . .	398
15.1.1	Fluoreszenz und Phosphoreszenz erzeugende angeregte Zustände	398
15.1.2	Absorptions- und Emissionsgeschwindigkeiten . . . . .	400
15.1.3	Deaktivierungsprozesse . . . . .	400
15.1.4	Variablen, die Fluoreszenz und Phosphoreszenz beeinflussen . .	402
15.1.5	Emissions- und Anregungsspektren . . . . .	407
15.2	Geräte zur Messung von Fluoreszenz und Phosphoreszenz . . . . .	408
15.2.1	Komponenten von Fluorimetern und Spektralfluorimetern . . . .	410
15.2.2	Geräteaufbau . . . . .	411
15.2.3	Korrektur- und Abgleichsprogramme . . . . .	414
15.2.4	Kalibrierung des Geräts . . . . .	415
15.3	Anwendungen von Photolumineszenzmethoden . . . . .	416
15.3.1	Fluorimetrische Bestimmung von anorganischen Verbindungen .	417
15.3.2	Methoden zur Bestimmung von organischen und biochemischen Verbindungen . . . . .	417
15.3.3	Phosphorimetrische Methoden . . . . .	418
15.3.4	Fluoreszenzdetektion in der Flüssigchromatographie . . . . .	418
15.3.5	Messungen der Lebensdauer . . . . .	419
15.3.6	Bildgebende Fluoreszenzverfahren . . . . .	419
15.4	Chemilumineszenz . . . . .	420
15.4.1	Das Phänomen der Chemilumineszenz . . . . .	420
15.4.2	Messung der Chemilumineszenz . . . . .	420
15.4.3	Analytische Anwendungen der Chemilumineszenz . . . . .	421
15.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	422
15.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	425
<b>16</b>	<b>Einführung in die Infrarotspektrometrie . . . . .</b>	<b>427</b>
16.1	Theorie der IR-Absorptionsspektrometrie . . . . .	428
16.1.1	Einführung . . . . .	428
16.1.2	Mechanisches Modell einer Streck-schwingung in einem zweiatomigen Molekül . . . . .	430
16.1.3	Quantentheoretische Behandlung der Schwingung . . . . .	431
16.1.4	Schwingungsformen . . . . .	433
16.1.5	Schwingungskopplung . . . . .	434

16.2	IR-Geräteausstattung . . . . .	435
16.2.1	Fourier-Transform-Spektrometer . . . . .	435
16.2.2	Dispersive Geräte . . . . .	440
16.2.3	Nichtdispersive Geräte . . . . .	443
16.3	IR-Quellen und Messwertwandler . . . . .	444
16.3.1	IR-Quellen . . . . .	444
16.3.2	IR-Messumformer (IR-Transducer) . . . . .	446
16.4	Fragen und Aufgaben . . . . .	448
16.4.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	449
<b>17</b>	<b>Anwendungen der Infrarotspektrometrie . . . . .</b>	<b>451</b>
17.1	Absorptionsspektrometrie im mittleren IR-Bereich . . . . .	451
17.1.1	Probenhandhabung . . . . .	451
17.1.2	Qualitative Analyse . . . . .	455
17.1.3	Quantitative Anwendungen . . . . .	461
17.2	Reflexionsspektrometrie im mittleren IR-Bereich . . . . .	464
17.2.1	Reflexionsarten . . . . .	464
17.2.2	Diffuse Reflexionsspektrometrie . . . . .	465
17.2.3	Abgeschwächte Totalreflexionsspektrometrie (ATR-Spektrometrie) . . . . .	466
17.3	Photoakustische IR-Spektroskopie . . . . .	467
17.3.1	Der Photoakustische Effekt . . . . .	467
17.3.2	Photoakustische IR-Spektren . . . . .	468
17.4	Nahinfrarot(NIR)-Spektroskopie . . . . .	468
17.4.1	Geräteausstattung . . . . .	468
17.4.2	Datenverarbeitung in der NIR-Spektrometrie . . . . .	469
17.4.3	Anwendungen der NIR-Absorptionsspektrometrie . . . . .	470
17.4.4	Anwendungen der NIR-Reflexionsspektrometrie . . . . .	470
17.5	Ferninfrarotspektroskopie . . . . .	471
17.6	IR-Emissionsspektroskopie . . . . .	471
17.7	IR-Mikroskopie . . . . .	472
17.8	Fragen und Aufgaben . . . . .	472
17.8.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	474
<b>18</b>	<b>Raman-Spektroskopie . . . . .</b>	<b>475</b>
18.1	Theorie der Raman-Spektroskopie . . . . .	475
18.1.1	Anregung von Raman-Spektren . . . . .	475
18.1.2	Mechanismus der Raman- und Rayleigh-Streuung . . . . .	477
18.1.3	Wellenmodell der Raman- und der Rayleigh-Streuung . . . . .	478
18.1.4	Intensität normaler Raman-Banden . . . . .	480
18.1.5	Raman-Depolarisationsverhältnis . . . . .	480
18.2	Instrumentelle Ausrüstung . . . . .	481
18.2.1	Laserquellen . . . . .	481
18.2.2	System zur Bestrahlung der Probe . . . . .	482
18.2.3	Raman-Spektrometer . . . . .	484
18.3	Anwendungen der Raman-Spektroskopie . . . . .	486
18.3.1	Raman-Spektren von anorganischen Verbindungen . . . . .	486
18.3.2	Raman-Spektren von organischen Verbindungen . . . . .	486
18.3.3	Biologische Anwendungen der Raman-Spektroskopie . . . . .	487
18.3.4	Quantitative Anwendungen . . . . .	487

18.4	Andere Raman-Spektroskopietypen . . . . .	487
18.4.1	Resonanz-Raman-Spektroskopie . . . . .	487
18.4.2	Oberflächenverstärkte Raman-Spektroskopie . . . . .	488
18.4.3	Nichtlineare Raman-Spektroskope . . . . .	489
18.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	489
18.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	490
<b>19</b>	<b>Kernresonanzspektroskopie (NMR)</b> . . . . .	<b>491</b>
19.1	Theorie der Kernresonanz . . . . .	492
19.1.1	Quantenmechanische Beschreibung der NMR . . . . .	492
19.1.2	Klassische Beschreibung der NMR . . . . .	494
19.1.3	Fourier-Transform-NMR . . . . .	497
19.1.4	NMR-Spektrentypen . . . . .	502
19.2	Einfluss der chemischen Umgebung auf NMR-Spektren . . . . .	502
19.2.1	Einflussarten der chemischen Umgebung . . . . .	503
19.2.2	Theorie der chemischen Verschiebung . . . . .	505
19.2.3	Spin-Spin-Aufspaltung . . . . .	507
19.2.4	Doppelresonanztechniken . . . . .	512
19.3	NMR-Spektrometer . . . . .	512
19.3.1	Bauteile eines Fourier-Transform-NMR-Spektrometers . . . . .	513
19.3.2	Magneten . . . . .	514
19.3.3	Die Probensonde . . . . .	515
19.3.4	Detektor- und Datenverarbeitungssystem . . . . .	515
19.3.5	Probenhandhabung . . . . .	516
19.4	Anwendungen der $^1\text{H}$ -NMR . . . . .	517
19.4.1	Identifikation von Verbindungen . . . . .	517
19.4.2	Anwendung der NMR in der quantitativen Analyse . . . . .	519
19.5	$^{13}\text{C}$ -NMR-Spektroskopie . . . . .	520
19.5.1	Protonenentkopplung . . . . .	521
19.5.2	Einsatz der $^{13}\text{C}$ -NMR bei der Strukturaufklärung . . . . .	523
19.6	Einsatz der NMR bei anderen Kernen . . . . .	524
19.6.1	Phosphor-31 . . . . .	525
19.6.2	Fluor-19 . . . . .	525
19.7	Multipuls- und mehrdimensionale NMR . . . . .	525
19.7.1	Multipuls-NMR . . . . .	525
19.7.2	Zweidimensionale NMR . . . . .	526
19.7.3	Multidimensionale NMR . . . . .	527
19.8	Magnetresonanztomographie (MRT) . . . . .	528
19.9	Fragen und Aufgaben . . . . .	533
19.9.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	536
<b>20</b>	<b>Molekülmassenspektrometrie</b> . . . . .	<b>539</b>
20.1	Molekülmassenspektren . . . . .	540
20.2	Ionenquellen . . . . .	540
20.2.1	Die Elektronenstoßionenquelle . . . . .	542
20.2.2	Chemische Ionisationsquellen und Spektren . . . . .	545
20.2.3	Feldionisationsquellen und Spektren . . . . .	546
20.2.4	Desorptionsquellen . . . . .	547
20.3	Massenspektrometer . . . . .	551
20.3.1	Grundlegende Darstellung der Gerätekomponenten . . . . .	551
20.3.2	Probeneinlasssysteme . . . . .	552
20.3.3	Massenanalytoren . . . . .	553
20.3.4	Fourier-Transform-Spektrometer . . . . .	558

20.3.5	Tandem-Massenspektrometrie . . . . .	561
20.3.6	Computergesteuerte Massenspektrometer . . . . .	564
20.4	Anwendungen der Molekülmassenspektrometrie . . . . .	566
20.4.1	Identifikation reiner Verbindungen . . . . .	566
20.4.2	Analyse von Mischungen mit kombinierten MS-Methoden . . . . .	569
20.5	Quantitative Anwendungen der Massenspektrometrie . . . . .	570
20.5.1	Quantitative Bestimmung von Molekülverbindungen . . . . .	570
20.6	Fragen und Aufgaben . . . . .	572
20.6.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	573
<b>21</b>	<b>Charakterisierung von Oberflächen mit der Spektroskopie und der Mikroskopie . . . . .</b>	<b>575</b>
21.1	Einführung in die Untersuchung von Oberflächen . . . . .	575
21.1.1	Definition einer festen Oberfläche . . . . .	575
21.1.2	Oberflächenmesstechnikarten . . . . .	575
21.2	Spektroskopische Oberflächenmethoden . . . . .	576
21.2.1	Spektroskopische Oberflächenexperimente . . . . .	576
21.2.2	Abtastung der Oberflächen . . . . .	576
21.2.3	Oberflächenumgebung . . . . .	577
21.3	Elektronenspektroskopie . . . . .	578
21.3.1	Röntgenphotoelektronenspektroskopie . . . . .	578
21.3.2	Auger-Elektronenspektroskopie . . . . .	583
21.3.3	Elektronenenergieverlustspektroskopie . . . . .	587
21.4	Ionenspektroskopische Methoden . . . . .	588
21.4.1	Sekundär-Ionen-Massenspektrometrie . . . . .	588
21.4.2	Ionenstreuung- und Rutherford-Rückstreuung-Spektroskopie . . . . .	589
21.4.3	Lasermikrosonden-Massenspektrometrie . . . . .	590
21.5	Oberflächenphotonenspektroskopische Methoden . . . . .	590
21.5.1	Oberflächenplasmonenresonanz . . . . .	590
21.5.2	Summenfrequenzspektroskopie . . . . .	591
21.5.3	Ellipsometrie . . . . .	592
21.6	Elektronenstimulierte Mikroanalysenmethoden . . . . .	593
21.6.1	Die Elektronenmikrosonde . . . . .	593
21.6.2	Rasterelektronenmikroskopie . . . . .	594
21.7	Rastersondenmikroskope . . . . .	600
21.7.1	Das Rastertunnelmikroskop . . . . .	601
21.7.2	Das Rasterkraftmikroskop . . . . .	603
21.8	Fragen und Aufgaben . . . . .	607
21.8.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	608
21.9	Instrumentelle Analytik im Einsatz: Bewertung der Echtheit der Vinland-Karte: Oberflächenanalyse im Dienst der Geschichtswissenschaft, Kunst und Forensik . . . . .	608
21.9.1	Die Vinland-Karte . . . . .	608
21.9.2	Instrumentelle Techniken . . . . .	609
21.9.3	Die analytische Perspektive . . . . .	610
 <b>Teil IV Elektroanalytische Chemie</b>		
<b>22</b>	<b>Einführung in die elektroanalytische Chemie . . . . .</b>	<b>613</b>
22.1	Elektrochemische Zellen . . . . .	613
22.1.1	Stromtransport in einer Zelle . . . . .	614
22.1.2	Galvanische und elektrolytische Zellen . . . . .	614

22.1.3	Anoden und Kathoden . . . . .	614
22.1.4	Zellen ohne Flüssigkeitsgrenzschichten . . . . .	615
22.1.5	Die Struktur der Lösung: die elektrische Doppelschicht . . . . .	616
22.1.6	Faraday'sche und Nicht-Faraday'sche Ströme . . . . .	617
22.1.7	Massentransport in Zellen mit Stromdurchgang . . . . .	618
22.1.8	Schematische Darstellung der Zellen . . . . .	618
22.2	Potenziale in elektroanalytischen Zellen . . . . .	618
22.2.1	Thermodynamik der Zellpotenziale . . . . .	618
22.2.2	Grenz- oder Diffusionspotenziale . . . . .	619
22.3	Elektrodenpotenziale . . . . .	620
22.3.1	Beschaffenheit von Elektrodenpotenzialen . . . . .	621
22.3.2	Die Standardwasserstoffelektrode . . . . .	621
22.3.3	Geeignete Referenzelektroden . . . . .	622
22.3.4	Definition des elektrochemischen Potentials . . . . .	623
22.3.5	Vorzeichenkonvention für Elektrodenpotenziale . . . . .	623
22.3.6	Einfluss der Aktivität auf das Elektrodenpotenzial . . . . .	625
22.3.7	Das Standardelektrodenpotenzial, $E^0$ . . . . .	625
22.3.8	Messung von Elektrodenpotenzialen . . . . .	626
22.3.9	Die Berechnung von Elektrodenpotenzialen aus den Standardelektrodenpotenzialen . . . . .	627
22.3.10	Elektrodenpotenziale in Gegenwart von Niederschlägen und Komplexbildnern . . . . .	628
22.3.11	Einige Einschränkungen bei der Verwendung von Standardelektrodenpotenzialen . . . . .	629
22.4	Die Berechnung von Zellpotenzialen aus Elektrodenpotenzialen . . . . .	630
22.5	Ströme in elektrochemischen Zellen . . . . .	632
22.5.1	Ohm'scher Spannungsabfall . . . . .	633
22.5.2	Polarisation . . . . .	633
22.5.3	Mechanismen des Massentransports . . . . .	636
22.5.4	Durchtrittspolarisation . . . . .	637
22.6	Elektroanalytische Methoden . . . . .	637
22.7	Fragen und Aufgaben . . . . .	638
22.7.1	Anspruchsvolle Aufgaben . . . . .	640
<b>23</b>	<b>Potenziometrie . . . . .</b>	<b>643</b>
23.1	Grundlagen . . . . .	643
23.2	Bezugs- oder Referenzelektroden . . . . .	644
23.2.1	Die Kalomelektrode . . . . .	644
23.2.2	Die Silber/Silberchloridelektrode . . . . .	645
23.2.3	Worauf man bei der Verwendung von Bezugselektroden achten sollte . . . . .	646
23.3	Metallelektroden . . . . .	646
23.3.1	Elektroden erster Art . . . . .	646
23.3.2	Elektroden der zweiten Art . . . . .	647
23.3.3	Elektroden der dritten Art . . . . .	647
23.3.4	Redoxelektroden . . . . .	648
23.4	Membranelektroden . . . . .	648
23.4.1	Einteilung der Membranen . . . . .	648
23.4.2	Eigenschaften ionenselektiver Membranen . . . . .	649
23.4.3	Die Glaselektrode zur Messung des pH-Werts . . . . .	649
23.4.4	Glaselektroden für andere Kationen . . . . .	654
23.4.5	Kristalline Membranelektroden . . . . .	655
23.4.6	Flüssigmembranelektroden . . . . .	656

23.5	Ionenselektive Feldeffekttransistoren . . . . .	659
23.5.1	Mechanismus des ionenselektiven Verhaltens von ISFETs . . . . .	659
23.5.2	Anwendungen der ISFETs . . . . .	659
23.6	Molekülselektive Elektrodensysteme . . . . .	660
23.6.1	Gassensitive Messsonden . . . . .	660
23.6.2	Biosensoren . . . . .	662
23.7	Geräte zur Messung von Zellpotenzialen . . . . .	666
23.7.1	Direktanzeigende Geräte . . . . .	667
23.7.2	Kommerzielle Geräte . . . . .	667
23.8	Direktpotenziometrische Messungen . . . . .	668
23.8.1	Vorzeichenkonvention und Gleichungen in der Direktpotenziometrie . . . . .	668
23.8.2	Verfahren der Elektrodenkalibrierung . . . . .	669
23.8.3	Kalibrierkurven zur Konzentrationsmessung . . . . .	670
23.8.4	Das Standardadditionsverfahren . . . . .	671
23.8.5	Potenziometrische pH-Messungen mit einer Glaselektrode . . . . .	671
23.9	Potenziometrische Titrationsen . . . . .	674
23.10	Fragen und Aufgaben . . . . .	674
23.10.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	677
<b>24</b>	<b>Coulometrie . . . . .</b>	<b>679</b>
24.1	Strom-Spannungs-Kurven während der Elektrolyse . . . . .	679
24.1.1	Betrieb der Zelle bei konstanter äußerer Spannung . . . . .	680
24.1.2	Elektrolyse bei konstantem Strom . . . . .	681
24.1.3	Elektrolyse bei konstantem Potenzial der Arbeitselektrode (potenziostatische Elektrolyse) . . . . .	682
24.2	Einführung in die coulometrischen Analysenmethoden . . . . .	683
24.2.1	Elektrizitäts- oder Ladungsmenge . . . . .	683
24.2.2	Coulometrische Verfahrensarten . . . . .	684
24.3	Potenziostatische Coulometrie . . . . .	685
24.3.1	Geräteausstattung . . . . .	685
24.3.2	Anwendungen . . . . .	688
24.4	Coulometrische Titrationsen . . . . .	688
24.4.1	Geräteausstattung . . . . .	689
24.4.2	Anwendungen der coulometrischen Titration . . . . .	690
24.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	693
24.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	695
<b>25</b>	<b>Voltammetrie . . . . .</b>	<b>697</b>
25.1	Signalformen in der Voltammetrie . . . . .	698
25.2	Geräteausstattung der Voltammetrie . . . . .	698
25.2.1	Arbeitselektroden . . . . .	700
25.2.2	Modifizierte Elektroden . . . . .	701
25.2.3	Voltammogramme . . . . .	702
25.2.4	Schaltkreismodell einer Arbeitselektrode . . . . .	703
25.3	Hydrodynamische Voltammetrie . . . . .	704
25.3.1	Konzentrationsprofile an der Elektrodenoberfläche . . . . .	705
25.3.2	Voltammetrische Ströme . . . . .	707
25.3.3	Sauerstoffstufen . . . . .	710
25.3.4	Anwendungen der hydrodynamischen Voltammetrie . . . . .	710

25.4	Zyklische Voltammetrie . . . . .	717
25.4.1	Grundlagenuntersuchungen . . . . .	719
25.4.2	Bestimmung von Analyten mittels zyklischer Voltammetrie . . .	720
25.4.3	Digitale Simulation zyklischer Voltammogramme . . . . .	721
25.5	Puls-Voltammetrie . . . . .	722
25.5.1	Differenzial-Puls-Voltammetrie . . . . .	722
25.5.2	Rechteckwellen-Voltammetrie . . . . .	724
25.6	Hochfrequenz- und Hochgeschwindigkeitsvoltammetrie . . . . .	724
25.6.1	Fourier-Transform-Voltammetrie . . . . .	724
25.6.2	Schnell abtastende zyklische Voltammetrie . . . . .	725
25.6.3	Nanosekunden-Voltammetrie . . . . .	725
25.7	Anwendungen der Voltammetrie . . . . .	726
25.7.1	Anwendungen in der anorganischen Chemie . . . . .	726
25.7.2	Organische voltammetrische Analyse . . . . .	726
25.8	Stripping-Methoden . . . . .	727
25.8.1	Elektrodepositionsschritt . . . . .	728
25.8.2	Voltammetrische Ausführung der Analyse . . . . .	729
25.8.3	Adsorptive Stripping-Methoden . . . . .	729
25.9	Voltammetrie mit Mikroelektroden . . . . .	730
25.9.1	Voltammetrische Ströme an Mikroelektroden . . . . .	731
25.9.2	Anwendungen der Mikroelektroden . . . . .	732
25.9.3	Elektrochemisches Rasterkraftmikroskop . . . . .	732
25.10	Fragen und Aufgaben . . . . .	733
25.10.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	735
25.11	Instrumentelle Analytik im Einsatz – Bestimmen der Teile, um das Ganze zu verstehen: das Mikrophysiometer . . . . .	735
25.11.1	Wie das System arbeitet . . . . .	736
25.11.2	Untersuchung des Einflusses von Arzneiwirkstoffen auf lebende Zellen . . . . .	738

## Teil V Trennmethoden

<b>26</b>	<b>Einführung in chromatographische Trennmethoden . . . . .</b>	<b>743</b>
26.1	Allgemeine Beschreibung der Chromatographie . . . . .	743
26.1.1	Einteilung der chromatographischen Methoden . . . . .	744
26.1.2	Elution in der Säulenchromatographie . . . . .	744
26.2	Wanderungsgeschwindigkeit der gelösten Substanzen . . . . .	746
26.2.1	Verteilungskonstanten . . . . .	746
26.2.2	Retentionszeit . . . . .	747
26.2.3	Die Beziehung zwischen dem Volumenstrom und der linearen Durchflussgeschwindigkeit . . . . .	748
26.2.4	Die Beziehung zwischen der Retentionszeit und der Verteilungskonstante . . . . .	748
26.2.5	Die Wanderungsgeschwindigkeit des gelösten Stoffes: Der Retentionsfaktor . . . . .	748
26.2.6	Relative Wanderungsgeschwindigkeiten: der Selektivitätsfaktor .	749
26.3	Bandenverbreiterung und Effizienz einer Säule . . . . .	749
26.3.1	Kinetische Theorie der Chromatographie . . . . .	749
26.3.2	Quantitative Beschreibung der Säuleneffizienz . . . . .	750
26.3.3	Kinetische Variablen, die die Leistung der Säule beeinflussen . .	752

26.4	Optimierung der Säulenleistung . . . . .	756
26.4.1	Chromatographische Auflösung einer Säule . . . . .	756
26.4.2	Einfluss der Retentions- und der Selektivitätsfaktoren auf die Auflösung . . . . .	756
26.4.3	Einfluss der Auflösung auf die Retentionszeit . . . . .	757
26.4.4	Variablen, die die Säulenleistung beeinträchtigen . . . . .	758
26.4.5	Das generelle Elutionsproblem . . . . .	761
26.5	Zusammenfassung der chromatographischen Beziehungen . . . . .	761
26.6	Anwendungen der Chromatographie . . . . .	762
26.6.1	Qualitative Analyse . . . . .	762
26.6.2	Quantitative Analyse . . . . .	763
26.7	Fragen und Aufgaben . . . . .	764
26.7.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	766
<b>27</b>	<b>Gaschromatographie</b> . . . . .	<b>767</b>
27.1	Grundlagen der GLC . . . . .	767
27.1.1	Retentionsvolumina . . . . .	767
27.1.2	Die Beziehung zwischen $V_R$ und $K$ . . . . .	768
27.1.3	Einfluss der Fließgeschwindigkeit der mobilen Phase . . . . .	768
27.2	Geräte für die Gaschromatographie . . . . .	768
27.2.1	Trägergassystem . . . . .	769
27.2.2	Probeneinlasssysteme . . . . .	769
27.2.3	Säulenbeschaffenheit und Säulenöfen . . . . .	770
27.2.4	Detektionssysteme . . . . .	771
27.3	Gaschromatographiesäulen und stationäre Phasen . . . . .	779
27.3.1	Kapillarsäulen („offene“ Säulen) . . . . .	780
27.3.2	Gepackte Säulen . . . . .	780
27.3.3	Adsorption an den Säulenpackungen und den Kapillarwänden . . . . .	781
27.3.4	Die stationäre Phase . . . . .	782
27.4	Anwendungen der Gaschromatographie . . . . .	784
27.4.1	Qualitative Analyse . . . . .	784
27.4.2	Quantitative Analyse . . . . .	786
27.5	Fortschritte in der Gaschromatographie . . . . .	786
27.5.1	Hochgeschwindigkeitsgaschromatographie . . . . .	786
27.5.2	Miniaturisierte GC-Systeme . . . . .	787
27.6	Gas-Fest-Chromatographie (GSC) . . . . .	788
27.6.1	Molekularsiebe . . . . .	788
27.6.2	Poröse Polymere . . . . .	789
27.7	Fragen und Aufgaben . . . . .	789
27.7.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	790
<b>28</b>	<b>Flüssigchromatographie</b> . . . . .	<b>793</b>
28.1	Der Einsatzbereich der HPLC . . . . .	793
28.2	Die Säulenleistung der LC . . . . .	795
28.2.1	Einfluss der Partikelgröße der Packung . . . . .	795
28.2.2	Säulenexterne Bandenverbreiterung in der LC . . . . .	795
28.3	LC-Geräteausstattung . . . . .	796
28.3.1	Vorratsbehälter für die mobile Phase und Systeme für die Lösemittelversorgung . . . . .	796
28.3.2	Pumpensysteme . . . . .	797
28.3.3	Probeneinspritzsysteme . . . . .	798
28.3.4	HPLC-Säulen . . . . .	799

28.3.5	Säulenpackungen . . . . .	800
28.3.6	Detektoren . . . . .	800
28.4	Verteilungschromatographie . . . . .	805
28.4.1	Säulen für die Chromatographie an chemisch gebundenen Phasen . . . . .	806
28.4.2	Methodenentwicklung in der Verteilungschromatographie . . . . .	808
28.4.3	Anwendungen der Verteilungschromatographie . . . . .	812
28.5	Adsorptionschromatographie . . . . .	815
28.6	Ionenchromatographie . . . . .	815
28.6.1	Gleichgewichte an Ionenaustauschern . . . . .	816
28.6.2	Ionenaustauscherpackungen . . . . .	817
28.6.3	Anorganische Ionenchromatographie . . . . .	818
28.6.4	Anwendung der Ionenchromatographie auf organische und biochemische Proben . . . . .	820
28.6.5	Ionenausschlusschromatographie . . . . .	820
28.7	Größenausschlusschromatographie (SEC) . . . . .	821
28.7.1	Säulenpackungen . . . . .	821
28.7.2	Theorie der Ausschlusschromatographie . . . . .	821
28.7.3	Anwendungen der Ausschlusschromatographie . . . . .	823
28.8	Affinitätschromatographie . . . . .	824
28.9	Dünnschichtchromatographie . . . . .	824
28.9.1	Der Einsatzbereich der Dünnschichtchromatographie . . . . .	825
28.9.2	Grundlagen der Dünnschichtchromatographie (DC) . . . . .	825
28.9.3	Leistungsmerkmale von Dünnschichtplatten . . . . .	826
28.9.4	Anwendungen . . . . .	827
28.10	Fragen und Aufgaben . . . . .	828
28.10.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	830
<b>29</b>	<b>Überkritische Fluidchromatographie und Fluidextraktion . . . . .</b>	<b>831</b>
29.1	Eigenschaften von überkritischen Flüssigkeiten . . . . .	831
29.2	Überkritische Fluidchromatographie . . . . .	832
29.2.1	Geräteausstattung und Betriebsvariablen . . . . .	832
29.2.2	Vergleich der SFC mit anderen chromatographischen Verfahren . . . . .	834
29.2.3	Anwendungen . . . . .	835
29.3	Überkritische Fluidextraktion . . . . .	837
29.3.1	Vorteile der überkritischen Fluidextraktion . . . . .	837
29.3.2	Geräteausstattung und Messtechnik . . . . .	838
29.3.3	Wahl des überkritischen Fluids . . . . .	839
29.3.4	Off-line- und On-line-Extraktion . . . . .	839
29.3.5	Typische Anwendungen . . . . .	839
29.4	Fragen und Aufgaben . . . . .	840
29.4.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	840
<b>30</b>	<b>Kapillarelektrophorese, Kapillarelektrochromatographie und Feldflussfraktionierung . . . . .</b>	<b>843</b>
30.1	Ein Überblick über die Elektrophorese . . . . .	843
30.1.1	Elektrophoresearten . . . . .	844
30.1.2	Die Grundlagen der elektrophoretischen Trennung . . . . .	844
30.2	Kapillarelektrophorese . . . . .	844
30.2.1	Wanderungsgeschwindigkeiten in der Kapillarelektrophorese . . . . .	845
30.2.2	Bodenhöhe in der Kapillarelektrophorese . . . . .	845
30.2.3	Elektroosmotischer Fluss . . . . .	845
30.2.4	Apparaturen für die CE . . . . .	847

30.3	Anwendungen der CE . . . . .	851
30.3.1	Kapillaronenelektrophorese . . . . .	851
30.3.2	Kapillargelelektrophorese . . . . .	853
30.3.3	Kapillarisotachophorese . . . . .	855
30.3.4	Isoelektrische Fokussierung in Kapillaren . . . . .	855
30.3.5	Mizellare elektrokinetische Chromatographie . . . . .	858
30.4	Elektrochromatographie mit gepackten Säulen . . . . .	859
30.5	Feldflussfraktionierung . . . . .	859
30.5.1	Trennmechanismen . . . . .	860
30.5.2	Methoden der Feldflussfraktionierung . . . . .	861
30.5.3	Vorteile der Feldflussfraktionierung im Vergleich zu chromatographischen Methoden . . . . .	862
30.6	Fragen und Aufgaben . . . . .	863
30.6.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	863
30.7	Instrumentelle Analytik im Einsatz: Acrylamide entdecken . . . . .	864
30.7.1	Einführung . . . . .	864
30.7.2	Analytische Verfahren für Acrylamid . . . . .	864
30.7.3	Die GC/MS-Verfahren . . . . .	864
30.7.4	LC/MS-Verfahren . . . . .	864
30.7.5	Online-Erfassung . . . . .	865
30.7.6	Ringversuche von Laboratorien . . . . .	865
30.7.7	Die Ursache für Acrylamid in Lebensmitteln und in der Umwelt . . . . .	866
30.7.8	Untersuchungen des Gesundheitsrisikos . . . . .	866
30.7.9	Zukunftsaussichten . . . . .	866

## Teil VI Verschiedene Methoden

<b>31</b>	<b>Thermische Methoden . . . . .</b>	<b>869</b>
31.1	Thermogravimetrische Analyse . . . . .	869
31.1.1	Messgeräteausrüstung . . . . .	869
31.1.2	Anwendungen . . . . .	871
31.2	Differenzialthermoanalyse . . . . .	872
31.2.1	Geräteausstattung . . . . .	873
31.2.2	Allgemeine Grundlagen . . . . .	874
31.2.3	Anwendungen . . . . .	874
31.3	Dynamische Differenzialkalorimetrie (DSC) . . . . .	875
31.3.1	Geräteausstattung . . . . .	875
31.3.2	Anwendungen . . . . .	878
31.4	Mikrothermische Analyse . . . . .	879
31.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	881
31.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	882
<b>32</b>	<b>Radiochemische Methoden . . . . .</b>	<b>885</b>
32.1	Radioaktive Nuklide . . . . .	885
32.1.1	Radioaktive Zerfallsprodukte . . . . .	886
32.1.2	Zerfallsprozesse . . . . .	886
32.1.3	Radioaktive Zerfallsraten . . . . .	887
32.1.4	Zählstatistiken . . . . .	888
32.2	Geräteausstattung . . . . .	891
32.2.1	Messung von Alphateilchen . . . . .	891
32.2.2	Messung von Betateilchen . . . . .	891
32.2.3	Messung von Gammastrahlung . . . . .	892

32.3	Neutronenaktivierungsmethoden . . . . .	893
32.3.1	Neutronen und Neutronenquelle . . . . .	893
32.3.2	Wechselwirkungen von Neutronen mit Materie . . . . .	894
32.3.3	Theorie der Aktivierungsmethoden . . . . .	895
32.3.4	Experimentelle Vorgaben für die Aktivierungsmethoden . . . . .	896
32.3.5	Anwendung der Neutronenaktivierung . . . . .	897
32.4	Isotopenverdünnungsmethoden . . . . .	898
32.4.1	Grundlagen des Isotopenverdünnungsprozesses . . . . .	899
32.4.2	Anwendungsbereiche der Isotopenverdünnungsmethode . . . . .	899
32.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	900
32.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	901
<b>33</b>	<b>Automatisierte Analysenmethoden . . . . .</b>	<b>903</b>
33.1	Übersicht . . . . .	903
33.1.1	Vor- und Nachteile automatischer Analysen . . . . .	903
33.1.2	Automatische Analysensystemtypen . . . . .	905
33.2	Fließinjektionsanalyse . . . . .	905
33.2.1	Geräteausstattung . . . . .	906
33.2.2	Grundlagen der Fließinjektionsanalyse . . . . .	908
33.2.3	Anwendungen der Fließinjektionsanalyse . . . . .	910
33.2.4	Varianten der Fließinjektionsanalyse . . . . .	913
33.3	Mikrofluidiktechnik . . . . .	914
33.4	Diskrete automatische Systeme . . . . .	915
33.4.1	Automatische Probennahme und Probendefinierung bei Flüssigkeiten und Gasen . . . . .	916
33.4.2	Roboter . . . . .	917
33.4.3	Diskrete klinische Analysengeräte . . . . .	918
33.4.4	Automatische Elementaranalysatoren für Organische Verbindungen . . . . .	920
33.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	921
33.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	922
<b>34</b>	<b>Partikelgrößenbestimmung . . . . .</b>	<b>923</b>
34.1	Einführung in die Partikelgrößenanalyse . . . . .	923
34.2	Kleinwinkellaserlichtstreuung . . . . .	924
34.2.1	Geräteausstattung . . . . .	924
34.2.2	Theoretische Modelle . . . . .	925
34.2.3	Anwendungen . . . . .	927
34.3	Dynamische Lichtstreuung . . . . .	928
34.3.1	Grundlagen . . . . .	928
34.3.2	Geräteausstattung . . . . .	930
34.3.3	Anwendungen . . . . .	931
34.4	Photosedimentation . . . . .	931
34.4.1	Sedimentationsgeschwindigkeit und Partikelgröße . . . . .	931
34.4.2	Geräteausstattung . . . . .	932
34.4.3	Anwendungen . . . . .	934
34.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	934
34.5.1	Anspruchsvolle Aufgabe . . . . .	935
34.6	Instrumentelle Analytik im Einsatz: Der Fall „John Vollman“ . . . . .	935
34.6.1	Einführung . . . . .	935
34.6.2	Der Fall . . . . .	935
34.6.3	Der Beweis . . . . .	936
34.6.4	Die Neutronenaktivierungsanalyse . . . . .	936

---

34.6.5	Der Prozess . . . . .	936
34.6.6	Neutronenaktivierungsanalyse in der Forensik . . . . .	937
<b>Anhang A: Auswertung analytischer Daten . . . . .</b>		<b>939</b>
A.1	Präzision und Messgenauigkeit . . . . .	939
A.1.1	Präzision (Wiederholgenauigkeit) . . . . .	939
A.1.2	Messgenauigkeit . . . . .	939
A.2	Statistische Behandlung von Zufallsfehlern . . . . .	943
A.2.1	Grundgesamtheiten und Stichproben . . . . .	943
A.2.2	Vertrauensgrenzen . . . . .	948
A.2.3	Fortpflanzung von Messungenauigkeiten (Fehlerfortpflanzung) . . . . .	952
A.3	Statistische Tests (Hypothesentests) . . . . .	956
A.4	Die Methode der kleinsten Quadrate . . . . .	958
A.4.1	Annahmen der Methode der kleinsten Quadrate . . . . .	958
A.4.2	Ermitteln der Linie mit den kleinsten quadratischen Abweichungen (Ausgleichsgerade) . . . . .	959
A.5	Fragen und Aufgaben . . . . .	961
<b>Anhang B: Aktivitätskoeffizienten . . . . .</b>		<b>965</b>
B.1	Eigenschaften von Aktivitätskoeffizienten . . . . .	965
B.2	Experimentelle Ermittlung von Aktivitätskoeffizienten . . . . .	966
B.3	Die Debye-Hückel-Gleichung . . . . .	966
<b>Anhang C: Einige Standard- und formale Elektrodenpotenziale . . . . .</b>		<b>969</b>
<b>Anhang D: Empfohlene Verbindungen zur Herstellung von Standardlösungen einiger gebräuchlicher Elemente . . . . .</b>		<b>973</b>
<b>Lösungen zu ausgewählten Aufgaben . . . . .</b>		<b>975</b>
<b>Sachverzeichnis . . . . .</b>		<b>983</b>