

Georg Schwedt, Torsten C. Schmidt
und Oliver J. Schmitz

Analytische Chemie

Grundlagen, Methoden und Praxis

Dritte, überarbeitete und aktualisierte Auflage



*Georg Schwedt, Torsten C. Schmidt
und Oliver J. Schmitz*

Analytische Chemie

Georg Schwedt, Torsten C. Schmidt und Oliver J. Schmitz

Analytische Chemie

Grundlagen, Methoden und Praxis

Dritte, überarbeitete und aktualisierte Auflage

WILEY-VCH
Verlag GmbH & Co. KGaA

Autoren

Georg Schwedt

Lärchenstr. 21
53117 Bonn

Torsten C. Schmidt

Universität Duisburg-Essen
Instrumentelle Analytische Chemie
Universitätsstr. 5
45141 Essen

Oliver J. Schmitz

Universität Duisburg-Essen
Angewandte Analytische Chemie
Universitätsstr. 5
45141 Essen

3. Auflage 2016

Alle Bücher von Wiley-VCH werden sorgfältig erarbeitet. Dennoch übernehmen Autoren, Herausgeber und Verlag in keinem Fall, einschließlich des vorliegenden Werkes, für die Richtigkeit von Angaben, Hinweisen und Ratschlägen sowie für eventuelle Druckfehler irgendeine Haftung.

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

© 2017 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Boschstr. 12, 69469 Weinheim, Germany

Alle Rechte, insbesondere die der Übersetzung in andere Sprachen, vorbehalten. Kein Teil dieses Buches darf ohne schriftliche Genehmigung des Verlages in irgendeiner Form – durch Photokopie, Mikroverfilmung oder irgendein anderes Verfahren – reproduziert oder in eine von Maschinen, insbesondere von Datenverarbeitungsanlagen, verwendbare Sprache übertragen oder übersetzt werden. Die Wiedergabe von Warenbezeichnungen, Handelsnamen oder sonstigen Kennzeichen in diesem Buch berechtigt nicht zu der Annahme, dass diese von jedermann frei benutzt werden dürfen. Vielmehr kann es sich auch dann um eingetragene Warenzeichen oder sonstige gesetzlich geschützte Kennzeichen handeln, wenn sie nicht eigens als solche markiert sind.

Umschlaggestaltung Formgeber, Mannheim
Satz le-tex publishing services GmbH, Leipzig

Print ISBN 978-3-527-34082-8

ePDF ISBN 978-3-527-69879-0

ePub ISBN 978-3-527-69877-6

Mobi ISBN 978-3-527-69878-3

Gedruckt auf säurefreiem Papier.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort zur 3. Auflage IX

Vorwort zur 2. Auflage XI

Vorwort zur 1. Auflage: Das Konzept XIII

- 1 Allgemeine und theoretische Grundlagen** 1
 - 1.1 Analytische Chemie heute 1
 - 1.2 Von der Problemstellung zur Analysenstrategie 11
 - 1.3 Der analytische Prozess und die Qualitätssicherung der Ergebnisse 24
 - 1.4 Computergestützte analytische Chemie: Chemometrik und Expertensysteme 42
 - Literatur 59
 - Aufgaben 61

- 2 Probenvorbereitung** 63
 - 2.1 Probennahme und Probenstabilisierung 63
 - 2.2 Aufschlussmethoden 71
 - 2.3 Matrixeliminierung und Analytanreicherung 79
 - Literatur 93
 - Aufgaben 95

- 3 Chemische Analysenmethoden** 97
 - 3.1 Gravimetrie 97
 - 3.2 Maßanalyse (Titrimetrie) 104
 - 3.3 Kinetische Analyse 116
 - 3.4 Enzymatische Analyse 125
 - 3.5 Immunchemische Analyse 131
 - 3.6 Polymerase Chain Reaction (PCR) 139
 - Literatur 141
 - Aufgaben 143

- 4 Elektrochemische Analysenmethoden** 145
 - 4.1 Einführung und Überblick 145
 - 4.2 Konduktometrie 148

4.3	Potenziometrie	154
4.4	Elektrolyse/Elektrogravimetrie	170
4.5	Coulometrie	175
4.6	Polarografie, Voltammetrie und Amperometrie	181
	Literatur	196
	Aufgaben	199
5	Thermische Analysenmethoden	201
5.1	Einführung und Überblick	201
5.2	Thermogravimetrie	204
5.3	Differenz-Thermoanalyse	208
5.4	Dynamische Differenz-Kalorimetrie	215
	Literatur	220
	Aufgaben	222
6	Atomspektroskopische Methoden	223
6.1	Einführung und Überblick	223
6.2	Atomabsorptions-Spektrometrie	231
6.3	Optische Atomemissions-Spektrometrie	244
6.4	Röntgenfluoreszenzanalyse	256
	Literatur	268
	Aufgaben	270
7	Molekülspektrometrische Methoden	273
7.1	Einführung und Überblick	273
7.2	UV/VIS-Spektrometrie	277
7.2.1	Spektralfotometrie	277
7.2.2	Fluorimetrie	287
7.3	Infrarot- und Raman-Spektrometrie	293
7.4	Kernmagnetische Resonanz-Spektrometrie	308
7.5	Massenspektrometrie	320
	Literatur	341
	Aufgaben	344
8	Radiometrische Analysenmethoden	347
8.1	Einführung und Überblick	347
8.2	Aktivierungsanalyse	351
8.3	Tracer- und Isotopenverdünnungsanalyse	359
	Literatur	366
	Aufgaben	367
9	Physikalisch-chemische Trennmethoden	369
9.1	Einführung und Überblick	369
9.2	Verteilungsmethoden: Adsorption, Ionenaustausch und Extraktion	372
9.3	Chromatografische Trennmethoden – Systematik und Theorien	384
9.3.1	Dünnschicht-Chromatografie	397
9.3.2	Säulen-Flüssigkeits-Chromatografie	410

9.3.3	Chromatografie mit überkritischen Phasen	427
9.3.4	Gas-Chromatografie	433
9.4	Elektrophoretische Trennmethoden	451
	Literatur	471
	Aufgaben	475
10	Spezielle Methoden und Anwendungsgebiete	479
10.1	Einführung und Überblick	479
10.2	Chemische und biochemische Sensoren	481
10.3	Automatisierung von Analysenverfahren	491
10.4	Prozessanalytik	504
10.5	Strukturanalyse mit Beugungsmethoden	512
10.6	Mikrostrahl- und Oberflächenanalytik	523
	Literatur	532
	Aufgaben	535
	Stichwortverzeichnis	537

Vorwort zur 3. Auflage

Für die 3. Auflage meines Lehrbuches – zehn Jahre nach dem Erscheinen der 2. Auflage – konnte ich meine Kollegen Torsten C. Schmidt und Oliver J. Schmitz von der Universität Duisburg-Essen für die Mitarbeit an wesentlichen Kapiteln gewinnen, für die infolge der methodischen und technologischen Entwicklungen eine Aktualisierung erforderlich war. So wurden von Oliver J. Schmitz hauptsächlich die Kapitel über Qualitätssicherung, Massenspektrometrie, chromatografische Trennverfahren und elektro-phoretische Trennverfahren überarbeitet. Torsten Schmidt hat vor allem das Kapitel zur Probenvorbereitung aktualisiert und das Grundlagenkapitel ergänzt. Das Charakteristikum des Lehrbuches ist auch in der 3. Auflage die Verbindung von Grundlagen, Methoden und Praxis für das Masterstudium und darüber hinaus auch für die Tätigkeit eines analytischen Chemikers nach dem Studium. Kapitel, in denen sich in der Anwendung zwar die apparativen Techniken – vor allem in der Software –, jedoch nicht die grundlegenden Methoden und Verfahren geändert haben, blieben in ihrer ursprünglichen Form bestehen.

Bonn und Essen,
im Oktober 2016

Georg Schwedt, Torsten C. Schmidt, Oliver J. Schmitz

Vorwort zur 2. Auflage

Das vorliegende Lehrbuch für Analytische Chemie erschien erstmals 1995 im Georg Thieme Verlag, Stuttgart. Die große Nachfrage nach diesem Buch machten im Jahr 2004 einen Nachdruck erforderlich.

Die nun erscheinende Neuauflage beinhaltet einige wesentliche Änderungen. So wurde die 3. Auflage um jüngere Methoden wie MALDI-TOF, einer massenspektrometrischen Methode, die insbesondere zur Analyse von Biomolekülen eingesetzt wird, die Laser-Spektrometrie, die Lab-on-a-Chip-Technologie, die sich mit der Entwicklung von miniaturisierten Analysensystemen beschäftigt, sowie der Bioanalytik ergänzt.

Die bereits in der 1. Auflage umfangreichen Literaturangaben wurden aktualisiert und um die neuesten Monographien erweitert.

Zusätzlich erhielt jedes Kapitel eine Erweiterung durch den Abschnitt Aufgaben. Sie verfolgen den Zweck einer Eigenkontrolle nach dem Studium der einzelnen Methoden bzw. Kapitel.

Die Neuauflage der Analytischen Chemie wendet sich an die Studenten der Chemie im Master-Studiengang. In gleichem Maße profitieren aber auch die in der instrumentellen Analytik tätigen Wissenschaftler und fortgeschrittenen Studenten sowie Doktoranden aus Nachbardisziplinen, z. B. aus den Material-, Umwelt- und Biowissenschaften von diesem Lehrbuch.

Bonn, im Sommer 2007

Georg Schwedt

Vorwort zur 1. Auflage: Das Konzept

Ergebnisse chemischer Analysen bilden in unserer Zeit häufig die Grundlage für technologische, juristische, politische und medizinische Entscheidungen. Die chemische Analytik wird in allen Bereichen der experimentellen Naturwissenschaften, der Technologie und der Medizin benötigt.

An den Hochschulen ist das Fach Analytische Chemie historisch aus der Anorganischen Chemie hervorgegangen und bis heute oft noch ein Teilgebiet der Anorganik. Mit den Fortschritten in der instrumentellen Analytik und den steigenden Anforderungen hat die chemische Analytik jedoch eine Ausweitung erfahren, die eine eigene Methodik und damit Selbstständigkeit verlangt. Zahlreiche Analysemethoden lassen sich sowohl zur Analytik anorganischer als auch organischer Stoffe einsetzen, sodass eine Anbindung an eines der so genannten Kernfächer des Chemiestudiums nicht sinnvoll erscheint.

Dieses Lehrbuch für Fortgeschrittene geht von den Grundkenntnissen der Anorganischen, Organischen und Physikalischen Chemie aus. Es soll unter Verweisung auf die entsprechenden Teilgebiete die für die Praxis erforderlichen Kenntnisse der Methoden chemischer Analytik, deren Grundlagen und Anwendung und die kritische Beurteilung – auch im Vergleich zu anderen Methoden – vermitteln. Es umfasst die klassischen Methoden der Analytischen Chemie, die nasschemische Analytik und die der instrumentellen Analytik und hat außerdem speziell die Aufgabe, den Chemiker und andere Naturwissenschaftler in das chemisch-analytische Denken einzuführen.

Bei der Konzeption des Lehrbuches wurde besonderer Wert daraufgelegt, einen systematischen Überblick über die wichtigsten, d. h. auch über die am häufigsten angewendeten Analysemethoden zu vermitteln. Es wird auf diese Weise versucht, die Diskrepanz zwischen der bisher noch üblichen, historisch bedingten Art der Hochschul-ausbildung und der Berufswirklichkeit zu verringern.

Der Aufbau eines jeden Kapitels wurde streng nach folgenden Gesichtspunkten und mit jeweils speziellen Zielsetzungen vorgenommen:

Eine erste Orientierung zur Analysemethode (bzw. -methodik) gibt ein Konzentrat des Inhaltes durch vorangestellte Stichworte. Die Kapitel sind in die Abschnitte Grundlagen und Analytische Praxis unterteilt. Sie bestehen aus einem fortlaufenden Text ohne eingeschobene Gleichungen oder Formeln, aus Tabellen (für die wichtigsten Gleichungen und Formeln, Daten zu Grundlagen und Anwendungen) und aus Abbildungen, die zum Teil aus dem 1992 erschienenen Taschenatlas der Analytik übertragen wurden.

Um die Wurzeln und die heutige Stellung der Methode zu verdeutlichen wurde ein Abschnitt Historisches mit den wesentlichen Informationen eingefügt. Im Abschnitt

Grundlagen übernehmen kurze Definitionen bzw. Texte zur Terminologie und zum Prinzip der Methoden, mit tabellarischen Zusammenstellungen der wichtigsten Gleichungen und Formeln, die Aufgabe einer Einführung, wobei bei allgemeinen, nicht speziell analytischen Gesetzmäßigkeiten aufentsprechende Lehrbücher der Physikalischen Chemie (bzw. Anorganischen und Organischen Chemie) verwiesen wird. Analytisch-chemische Besonderheiten werden dagegen ausführlicher und betont herausgestellt. Ausführungen zur Gerätetechnik und analytischen Verfahren im Abschnitt Analytische Praxis sollen die Verbindung zur anwendungsbezogenen, problemorientierten Analytik mittels der vorgestellten Methode herstellen.

Eine Hinführung des Lesers zu den Referatezeitschriften und den Originalpublikationen ist ein weiteres wesentliches Anliegen dieses Lehrbuches. Unter der Überschrift Literatursuche werden Hinweise für gezielte eigene Literaturrecherchen gegeben. Als Literatur am Ende eines jeden Kapitels werden vor allem Monographien der letzten zehn Jahre aufgeführt. Originalarbeiten zum neuesten Stand einer Methode lassen sich anhand der Hinweise zur Literatursuche selbst erschließen. Sie werden in Einzelfällen nur dann genannt, wenn sie in den bisher erschienenen Spezialmonographien noch nicht genügend berücksichtigt bzw. im Lehrbuch speziell zitiert wurden.

Mit dieser Form der Darstellung werden folgende Hauptziele verfolgt:

- Der Leser soll einen systematischen Überblick über die Methoden, deren theoretische Grundlagen, über deren Stellung innerhalb der chemischen Analytik sowie deren Anwendbarkeit zur stofforientierten Problemlösung gewinnen.
- Durch die analytisch betonten Ausführungen, die HinweisaufVerknüpfungen mit anderen Methoden, die ähnliche oder ergänzende analytische Informationen liefern können, wird versucht, Ansätze für eine spezifisch analytisch-chemische Denk- und Betrachtungsweise zu vermitteln, die auf den chemischen Grundkenntnissen der sogenannten Kernfächer aufbaut.
- Die Hervorhebung der Literatursuche verfolgt den Zweck, den Benutzer des Lehrbuches möglichst direkt mit der Originalliteratur in Kontakt zu bringen und auch dem Nichtchemiker einen Einstieg in die spezielle Fachliteratur zu erleichtern. Die Uneinheitlichkeit in den Dokumentationssystemen der verschiedenen Referatezeitschriften ließ in vielen Fällen die differenzierte Aufführung der analytisch relevanten Schlüsselwörter (key words) sinnvoll erscheinen.

Das Kapitel 1 Allgemeine und theoretische Grundlagen behandelt vor allem den Stellenwert der Analytischen Chemie heute, die konzeptionellen Ansätze von der Problemstellung bis zur Analysenstrategie, die analytische Qualitätssicherung und die an Bedeutung gewinnende computergestützte Analytische Chemie, speziell die Verfahren der Datenauswertung und Bewertung zum Beispiel mit uni- und multivariaten statistischen Methoden.

Der über die Qualität des analytischen Ergebnisses entscheidenden Probenvorbereitung ist ein spezielles Kapitel gewidmet, welches die Teilschritte von der Probennahme bis zur Probenaufbereitung vor der eigentlichen Analyse bzw. den Messungen praxisnah vorstellt.

Daran schließen sich die Kapitel über Bestimmungsmethoden und dann erst Trennmethode an, die stets eine der zuvor behandelten Bestimmungsmethoden zur Detektion benötigen. Im abschließenden Kapitel Spezielle Methoden und Anwendungsgebiete werden die in den vorausgehenden Kapiteln gewonnenen Kenntnisse über die einzel-

nen Analysemethoden für vorgegebene Bereiche der Struktur- und Gehaltsanalytik weiter vertieft und auch ergänzt.

Das Lehrbuch wendet sich nicht nur an Studenten der Chemie an Fachhochschulen und an wissenschaftlichen Hochschulen, die als Wahl- oder Wahlpflichtfach die Analytische Chemie gewählt haben, sondern auch an alle anderen Studenten experimentell/technischer Wissenschaften, die sich mit der chemischen Analytik, z. B. im Rahmen der Umwelt- und Materialforschung, beschäftigen wollen. Durch die Ausweitung des Stoffes auf zahlreiche Beispiele aus der Anwendung in der stofforientierten Analytik soll das Buch auch den analytisch tätigen Naturwissenschaftler und Ingenieur ansprechen, der nicht aufgrund seines Studiums bereits über die erforderlichen Grundlagen- und Methodenkenntnisse verfügt.

Clausthal, im Frühjahr 1995

Georg Schwedt

1

Allgemeine und theoretische Grundlagen

1.1

Analytische Chemie heute

Inhalt

Die historischen Anfänge. Definitionen der Analytischen Chemie. Stellenwert in Wissenschaft und Gesellschaft. Bedeutung der Spurenanalytik. Eurocurriculum, Studiengruppe *Education in Analytical Chemistry* der *Working Party of Analytical Chemistry* von 1992. Analytik in Gesetzen, Verordnungen und Normen. Literatursuche: Fachzeitschriften, Abstracts, Computerrecherchen und elektronische Bibliotheken.

Die historischen Anfänge

Zu Beginn seiner „Geschichte der Analytischen Chemie“ (1966) schreibt der Chemiehistoriker *Ferenc Szabadváry* dass, die ältesten analytischen Kenntnisse, die Verfahren der Goldprüfung auf „trockenem Wege“ (durch Schmelzen im Ofen), bereits im Alten Testament der Bibel an mehreren Stellen nachzulesen seien. Die Erarbeitung der Analyse habe stets am Anfang jeder Entwicklung in der Chemie gestanden. Zuerst hätten die Stoffe untersucht werden müssen, bevor irgendwelche Gesetzmäßigkeiten gefunden werden konnten. Erst ab einem gewissen Stand der analytischen Kenntnisse hätten auch Fortschritte in der Chemie

erzielt werden können. Reinheitsprüfungen, z. B. von Grünspan auf Verfälschung durch Eisen(II)-sulfat, sind bei dem römischen Schriftsteller *Plinius dem Älteren* (23–79 n. Chr.) in dessen dem Kaiser *Titus* gewidmeter Naturgeschichte *Naturalis Historia* nachzulesen. Im Zeitalter der Alchemie bzw. der frühen Chemie bis etwa in das 17. Jahrhundert stand die Analyse von Metallen bzw. Mineralen im Rahmen des Berg- und Hüttenwesens im Vordergrund. Im 14. und 15. Jahrhundert beschrieben die sogenannten „Probierbüchlein“ außer Gold-, Silber-, Blei-, Kupfer- und anderen „Proben“ auch Verfahren zur Güteprüfung des Schwefels für die Schwarzpulverherstellung.

In den Beginn der Neuzeit, charakterisiert durch das Wirken des Arztes und Naturforschers *Paracelsus*, eigentlich *Theophrast Bombast von Hohenheim* (1493–1541), fällt auch der Anfang der Wasseranalytik. *Leonhard Thurneysser* (1530–1596), ein sogenannter Paracelsist, lieferte erste ausführliche Beschreibungen zur chemischen Analyse von Heil- und Mineralwässern auf nassem Wege. Von *Robert Boyle* (1627–1691) wurde erstmals der Begriff „chemische Analyse“ verwendet, ebenso die Bezeichnungen Reaktion und Reagenz.

Eine neue Entwicklungsstufe begann mit der Entdeckung zahlreicher Gase, vor allem des Sauerstoffs, im 19. Jahrhundert, als der französische Chemiker

A.L. Lavoisier (1743–1794) experimentell eine „messende Gaschemie“ entwickelte. Das erste Hochschullehrbuch der Analytischen Chemie erschien 1790 von J.F. Göttling (Jena, 1755–1809) unter dem Titel „Vollständiges chemisches Probir-Cabinett“ (in der 2. Auflage 1802 als „Praktische Anleitung zur prüfenden und zerlegenden Chemie“). Der Name des Fachgebietes Analytische Chemie wurde in einem Lehrbuch zum ersten Mal 1801 von dem Freiburger W.A. Lampadius (1772–1842) verwendet – in seinem „Handbuch der chemischen Analyse der Mineralkörper“. Besonders erfolgreich waren die Lehrbücher von C.R. Fresenius (1818–1897), dessen „Anleitung zur qualitativen chemischen Analyse“ in 16 Auflagen von 1841–1895 erschien. Fresenius' „Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse“ (1. Auflage 1845) führte schließlich zur Begründung der Analytischen Chemie als selbstständigem Wissenschaftsgebiet. Seine Methodik und Didaktik blieben bis heute in den Grundpraktika der qualitativen und quantitativen anorganisch-chemischen Analyse erhalten. „Die wissenschaftlichen Grundlagen der Analytischen Chemie“ wurden 1894 von dem Physikochemiker W. Ostwald (1853–1932) in einem eigenständigen Lehrbuch behandelt. In der Mitte des 19. Jahrhunderts begann auch die Entwicklung physikalischer Methoden in der Analytischen Chemie – z. B. der Spektralanalyse durch R.W. Bunsen und G.R. Kirchhoff (1859).

In den meisten Kapiteln und Abschnitten dieses Lehrbuches werden jeweils zu Beginn kurze chemiehistorische Anmerkungen zur Entwicklung der im Einzelnen vorgestellten Analysenmethoden – auch als Orientierungshilfe zur Einschätzung ihres Stellenwertes – zu finden sein.

Definitionen und Stellenwert

Die *Analytische Chemie heute* ist durch eine schnelle Entwicklung in der Gerätetechnologie und durch sich noch immer ausweitende Aufgabenstellungen aus allen Bereichen der technischen Wissenschaften, Natur- und auch Kulturwissenschaften (z. B. Archäologie, Kunstgeschichte und Buchkunde) gekennzeichnet. In einem „Memorandum der Vertreter deutscher Hochschulen zur Eingliederung der Analytischen Chemie als Wahlpflichtfach im Studiengang Chemie“ (Fresenius' *J. Anal. Chem.*, 216, M 46 (1993) – Mitteilungsblatt 1' 93 der Gesellschaft Deutscher Chemiker, Fachgruppe Analytische Chemie) ist die Entwicklung der jüngsten Zeit wie folgt skizziert:

„Die Aufgaben der Analytischen Chemie haben sich im letzten Jahrzehnt stark verändert und erweitert. So ist die Analytische Chemie von einer lediglich retrospektiv betrachtenden zu einer diagnostizierend gestaltenden Wissenschaft geworden und spielt eine immer wichtigere Rolle bei der Charakterisierung und Beschreibung sich ändernder chemischer und biologischer Systeme. Durch diese Aufgaben ist die Analytische Chemie ein gleichberechtigter Partner der Synthetischen Chemie. Die Gesellschaft und die ihr dienende Technik benötigt analytische Aussagen in allen Bereichen der Naturwissenschaften, im Umweltschutz, in der Biologie, Medizin, Pharmazie, Pharmakokinetik, in den Geowissenschaften, in der chemischen und biologischen Prozesskontrolle, den Nahrungswissenschaften, der Forensik und den Materialwissenschaften. Das ganze Gebiet, vor allem das der instrumentellen Analytik, hat sich seit Mitte der 50er Jahre dramatisch verändert. So lösten sich in den letzten ca. 30 Jahren die Instrumentengenerationen in Zyklen von nur 3–4 Jahren ab, und die Fortschritte in der analytischen Forschung, insbesondere

re Senkung der Nachweisgrenzen, Verkürzung der Analysenzeiten z. B. durch Automation, Verbesserung der Analysenqualität, Vereinfachung und Miniaturisierung der Instrumentation brachten technische Verbesserungen im Ausmaß von mindestens einer Größenordnung pro Jahrzehnt.“

Eine Definition des Fachgebietes Analytische Chemie in knapper Form wurde von der Fachgruppe Analytische Chemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker in den 1970er-Jahren wie folgt formuliert:

„Chemische Analytik ist die Wissenschaft von der Gewinnung und verwertungsbezogenen Interpretation von Informationen über stoffliche Systeme mit Hilfe naturwissenschaftlicher Methoden.“

Einen besonders herausragenden Stellenwert hat in den 1960er- und 1970er-Jahren die *Spurenanalytik* erhalten, deren Bedeutung sich wie folgt umschreiben lässt:

„Heute sind spurenanalytische Daten die Grundlage für politische, juristische und medizinische Entscheidungen, die nicht nur die Wiedergewinnung und Erhaltung der Qualität von Luft, Wasser und von Lebensmitteln, sondern insgesamt die mit Recht so häufig zitierte „Qualität des Lebens“ betreffen. Hier ist vor allem die *Analytik im Umweltschutz* mit den Bereichen Luftreinhaltung, Wasseranalytik einschließlich der Meeresforschung sowie der Lebensmittelchemie zu nennen. Auf medizinischen Gebieten sind besonders die biochemische Analytik und die Arzneimittelforschung auf spurenanalytische Methoden angewiesen. In der Reinstoff-Forschung und in den technischen Fächern, etwa in den Werkstoffwissenschaften, ist die Kenntnis über den Gehalt von Elementspuren eine wichtige Voraussetzung zur Ermittlung physikalischer Stoffeigenschaften. Auch so verschiedene Wissenschaften wie die Geologie und die Archäologie bedienen sich spurenanalytischer Methoden, um Probleme ihres Fa-

ches aufzuklären. – Tatsächlich gibt es heute kaum ein Gebiet der experimentellen Naturwissenschaften, das nicht in irgendeiner Weise mit spurenanalytischen Fragen befasst ist.“ (*H. Monien, E. Hohaus, G. Schwedt: Aspekte der modernen Spurenanalytik*, in: „Entwicklungen der 70er Jahre – Studien aus der Gesamthochschule Siegen“ 1978, S. 476–488.)

Hinzuzufügen sind die Kulturwissenschaften, angefangen bei der Archäometrie bis hin zum Einsatz der möglichst zerstörungsfreien Analytik zu Fragen der Restaurierung alter Handschriften, Inkunabeln und früher Drucke.

Im Rahmen einer internationalen Ausschreibung wurden 1992 Definitionen der Analytischen Chemie in *Fresenius' Journal of Analytical Chemistry* veröffentlicht (Vol. 343, S. 812ff), von denen die auf Platz 1 gesetzte Definition (*K. Cammann*) in z. T. freier Übersetzung aus dem englischen Originaltext wie folgt lautet:

„Die Analytische Chemie ist definiert als eine eigenständige chemische Teildisziplin, welche Methoden und das Instrumentarium zur Gewinnung von Informationen über die Zusammensetzung und die Struktur von stofflichen Systemen entwickelt und zur Verfügung stellt, speziell in Bezug auf Art, Zahl, energetischen Zustand und geometrische Anordnung von Atomen und Molekülen insgesamt oder innerhalb eines gegebenen Probenvolumens. Die moderne Analytische Chemie kann auch als angewandte Chemie bezeichnet werden. In der Analytischen Chemie werden spezielle Techniken verwendet, um die gemessenen chemischen Signale, gewonnen meist aus der spezifischen Wechselwirkung zwischen Materie und Energie, in Informationen und neues Wissen umzuwandeln, das dem Bekannten zugeordnet werden kann. Deshalb gelingt es dieser Disziplin auch immer wieder, interessante Neuigkeiten und einmalige Möglichkeiten aufzuzeigen, welche

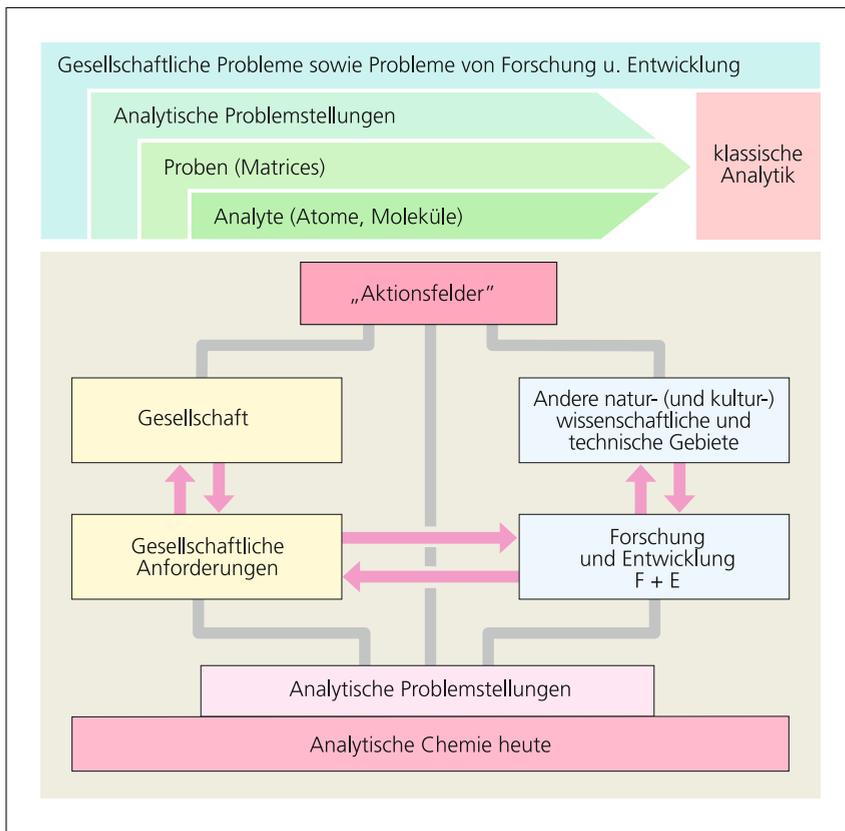


Abb. 1.1 Zum Stellenwert der Analytischen Chemie heute: Aktionsfelder, Problemstellungen, Forschung und Entwicklung sowie Verknüpfungen mit der Gesellschaft.

ganz wesentlich unsere Kenntnisse über die materielle Welt durch die Schaffung dreidimensionaler Bilder von dem wahren qualitativen und quantitativen chemischen Zustand einer Materialprobe erweitern. Ihre hohe Leistungsfähigkeit findet auch im Prozess der Kenntniserweiterung und Theorienbildung durch eine Vielzahl von Naturwissenschaftlern anderer Fachrichtungen eine breite Anwendung.“

Andere Definitionen, wie die von *M. Valcarcel* (o. g. Literaturstelle, S. 814), weisen darüber hinaus auf die Zusammenhänge zwischen Analytischer Chemie, anderen Wissenschaften und vor allem auch der *Gesellschaft* hin: Proben und Analyten

sind heute nicht mehr allein die Aufgaben der Analytischen Chemie, sondern es sind vielmehr die zugrunde liegenden Probleme innerhalb eines Bereiches aus sozialen Beziehungen und Forschungs- sowie Entwicklungsbeziehungen (Abb. 1.1).

Das Eurocurriculum Analytische Chemie

Über die Ausbildung in der Analytischen Chemie (s. auch Vorwort zur 1. und 2. Auflage) wurde 1991 ein ausführlicher Bericht von *R. Kellner* (Wien) *et al.* gegeben (Mikrochim. Acta 1991 II, 543–565). Die Studiengruppe *Education in Analytical Chemistry* der *Working Party of Analytical*

Chemistry stellte 1992 auf der Grundlage dieser Veröffentlichung ein Eurocurriculum „Analytische Chemie“ zusammen, das in diesem Lehrbuch weitgehend berücksichtigt wurde (Tab. 1.1).

Analytik in Gesetzen, Verordnungen und Normen

Aus Abb. 1.1 wird bereits die Bedeutung der Analytischen Chemie für die heutige Gesellschaft deutlich. Sie zeigt sich weiterhin durch den noch immer zunehmenden Eingang in Gesetze und Verordnungen, in denen nicht nur Richt- und Grenzwerte, sondern auch Analysemethoden bzw. -verfahren vorgeschrieben werden. Die folgende Tab. 1.2 vermittelt einen Überblick über die Bereiche, in denen Analyseverfahren als anerkannte Verfahren gesetzlichen Eingang gefunden haben.

Am 7. Mai 1985 schuf die „Entschließung des Europäischen Rates zur Harmonisierung und Normung“ die Grundlage zur Entwicklung einheitlicher Normung. Die Richtlinien des Rates haben die Aufgabe, die grundlegenden Anforderungen festzulegen. Die Erarbeitung technischer Details wird per Mandat der europäischen Normenorganisation CEN/CENELEC übertragen. Seit 1990 existiert im CEN (s. Tab. 1.2) das Technische Komitee TC 230 „Wasseranalytik“. Bereits 1971 wurde das ISO TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ gegründet; beide Gremien arbeiten zur inhaltlichen Abstimmung der Normenwerke zusammen. Der Normenausschuss Wasserwesen im Deutschen Institut für Normung (DIN NA 119) hat die Aufgabe, nationale Normen zu erarbeiten und in den europäischen und internationalen Normenkommissionen mitzuwirken. Die inhaltliche Erarbeitung neuer und die Überarbeitung bestehender Normen wird dabei durch den Hauptausschuss I „Analyseverfahren“ der Wasserchemischen Gesellschaft geleistet.

Die amerikanische Umweltbehörde US EPA (*Environmental Protection Agency*) entwickelt (im Unterschied zum Umweltbundesamt in der BRD) auch normierte Standardverfahren für die Umweltanalytik – auf der Grundlage der US-Umweltgesetze. Die US EPA verfügt über entsprechende Weisungsbefugnisse und auch über die erforderlichen finanziellen Mittel, um Messprogramme zur Validierung von Analyseverfahren durchzuführen. Die Normenserien erfassen die Umweltanalytik in Böden, Wasser und Luft.

Im Bereich der Arbeitssicherheit, der Gefahrstoffanalytik am Arbeitsplatz, gelten zunächst einmal Chemikaliengesetz, Gefahrstoffverordnung und die technischen Regeln für Gefahrstoffe (TRGS), die wiederum auf VDI-Richtlinien Bezug nehmen. Aufgrund der EG-Grenzwertrichtlinie 88/642/EWG entstand im CEN das Technische Komitee TC 137 „Bewertung der Belastungen am Arbeitsplatz“. In der BRD sind für diese Bereiche der „Ausschuss für Gefahrstoffe“ (AGS) und der „Arbeitsausschuss Gefahrstoffe/Arbeitsschutz“ im DIN (DIN AGSA) zuständig. Für die Messverfahren im Bereich der Luftschadstoffe sind die „Kommission Reinhaltung der Luft im VDI und DIN“ sowie das ISO TC 146 *Air Quality* zu nennen. Umfangreiche Methodensammlungen, die auch für Europa von Bedeutung sind, stammen von den US-Behörden OSHA (*Occupational Safety and Health*), NIOSH (*National Institute for Occupational Safety and Health*) sowie der US EPA mit ihren TOC-Serien (*Toxic Organic compounds*).

Für den Analytiker in der Praxis sind diese Analyseverfahren zwar hilfreich, sollten ihn aber nicht dazu verleiten, sie kritiklos anzuwenden. Sie sind nur dann wirklich sinnvoll, wenn auch homogene Analysenproben genau derjenigen Art vorliegen, für welche die Verfahren entwickelt und erprobt wurden. Normier-

Tab. 1.1 Eurocurriculum „Analytische Chemie“.

Grundlagen	<ul style="list-style-type: none"> • Ziele der analytischen Chemie und ihre Bedeutung für die Gesellschaft (Gesetze und Verordnungen) • Der analytische Prozess (GLP) • Probennahme • Probenaufbereitung • Bestimmung • Ergebnisauswertung
Methoden und ihre Anwendungen	<ul style="list-style-type: none"> • Titrimetrie • Gravimetrie • Elektroanalyse • Trennungsvorfahren • Thermische Analyse • Organische Elementaranalyse • Chemische Sensoren und Biosensoren • Biochemische Analyse • Immunoassay
Chemische Analyse	<ul style="list-style-type: none"> • Einzelschritte (vom Grundprinzip bis zum analytischen Signal) • Säure-Base-Reaktion • Redox-Systeme • Komplexierungsreaktionen • Niederschlag und Auflösung • Chromatografie • Katalyse • Kinetik
Physikalische Analyse	
1. Elementaranalyse	<ul style="list-style-type: none"> • Fotometrie • UV/VIS-Spektrometrie freier Atome • Atomabsorptions-Spektrometrie • Optische Emissions-Spektrometrie • Röntgenfluoreszenz-Analyse • Aktivierungsanalyse
2. Verbindungs- und molekülspezifische Analyse	<ul style="list-style-type: none"> • UV/VIS-Spektrometrie • IR- und Raman-Spektrometrie • Massenspektrometrie • Kernmagnetische Resonanz-Spektrometrie
3. Mikrostrahl- und Oberflächenanalyse	<ul style="list-style-type: none"> • Elektronensonden-Mikroanalyse (ESMA/PMA) • Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS) • Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) • Röntgenstrahl-Fotoelektronen-Spektroskopie (XPSS)
4. Strukturanalyse	<ul style="list-style-type: none"> • Röntgenbeugung • Kombinierte Anwendung physikalischer Methoden
Computergestützte Analytische Chemie (COBAC)	<ul style="list-style-type: none"> • Chemometrie • Statistik und Leistungstests • Signalverarbeitung • Optimierung und Experimentaufbau • Multivariate Methoden • <i>Pattern recognition</i> (Mustererkennung) • Clusteranalyse • Faktorenanalyse • Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle

Tab. 1.2 Quellen für anerkannte bzw. empfohlene Analysenverfahren.

Gesetz/Verordnung/Norm/ Empfehlung/Einrichtung	Anwendungsbereich (Matrix)	Quelle/Veröffentlichungen
Normenausschuss Wasserwesen im Deutschen Institut für Normung (DIN NA 119)	Wasser	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung (Wiley-VCH Verlag, Weinheim) DIN-Vorschriften (Beuth-Verlag, Berlin)
Abwasserabgabengesetz	Abwässer	Bundesgesetzblatt 1990, Nr. 61, Teil 1, S. 2433–2438
CEN (<i>Comité Européen de Normalisation</i> , Brüssel): ISO (<i>International Organization for Standardization</i> /Genf) 1961 gegründet	Wasser	ISO- <i>Catalogue</i> (jährlich) ISO TC 230 „Wasseranalytik“
US EPA (<i>Environmental Protection Agency</i>)	Boden/Wasser/Luft	
Kommission Reinhaltung der Luft VDI (Verein Deutscher Ingenieure/Düsseldorf)	Luft	VDI-Richtlinien
ISO TC 146 <i>Air Quality</i>	Luft	
OSHA (<i>Occupational Safety and Health</i> , USA) US-Arbeitsschutzbehörde seit 1970	Arbeitsschutz	<i>Permissible Exposure Limits</i> (PEL) vergleichbar mit MAK-Werten
NIOSH (<i>National Institute for Occupational Safety and Health</i> /USA) untersteht dem <i>US Department of Health and Human Services</i>		
US EPA TOC-Serien (<i>Toxic Organic Compounds</i>)	Industrieller Arbeitsschutz	
Lebensmittel-, Bedarfsgegenstände- und Futtermittelgesetzbuch (LFBG) – BRD – §64	Lebensmittel- und Bedarfsgegenstände	
AOAC (<i>Association of Official Analytical Chemists</i> , Arlington/Virginia, USA)	alle Matrices	<i>Official Methods of Analysis</i> , 15. Aufl., 1993, Part 1 und 2
Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (LUFA) – Methodenbücher	z. B. für Böden, Düngemittel u. a.	Verlag J. Neumann-Neudamm, Melsungen/Berlin
DFG-Einheitsmethoden zur Untersuchung von Fetten, Fettprodukten, Tensiden und verwandten Stoffen		
DFG/Deutsche Ges. für Fettwiss. e. V., (Bearb. Ch. Gertz), Wiss. Verlagsges., Stuttgart		
Handbuch Forstliche Analytik – eine Loseblatt-Sammlung der Bundesministerium Analysenmethoden im Forstbereich (Grundwerk Juli 2005) für Verbraucherschutz, (Ergänzungen und Korrekturen über die Internetseite Ernährung und Landwirtschaft www.verbraucherministerium.de)		

te (standardisierte) Analysenvorschriften leisten zwar einen wesentlichen Beitrag zur Vergleichbarkeit von Analyseergebnissen, gewährleisten jedoch nicht gleichzeitig auch die Richtigkeit. Bei der Anwendung der standardisierten Analysenvorschriften, der Normen, ist immer wieder zu prüfen, ob sie auch tatsächlich in Gesetzestexte eingebunden und damit für spezielle Untersuchungen (z. B. im Rahmen des Abwasserabgabengesetzes) auch zwingend (zur Erzielung „gerichtsfester“ Daten) vorgeschrieben sind. Normen sind zunächst einmal freiwillige Vereinbarungen, an denen sich Hersteller und Verbraucher – und hier die Analytiker – orientieren können.

In den letzten Jahren haben die Sammlungen von „anerkannten“ Analysenvorschriften erheblich an Umfang zugenommen. Auch haben sie an Bedeutung gewonnen, da oftmals Analyseergebnisse nur bei Anwendung dieser Verfahren – mit entsprechender statistischer Absicherung – allgemein anerkannt werden. Vor allem die Arbeitsgruppe „Analytische Chemie“ der Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe hat umfangreiche Ringbuch-Sammlungen vorgelegt, die hier exemplarisch näher vorgestellt werden sollen. Die Bildung dieser Arbeitsgruppe wurde am 10. Oktober 1969 beschlossen, und diese gliedert sich in die Arbeitskreise *Luftanalysen* und *Analysen in biologischem Material*.

Der Bereich *Luftanalysen* umfasst Analysenverfahren zur Bestimmung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe in der Luft des Arbeitsplatzes. Zur Auswahl der Verfahren heißt es in der Vorrede zur 13. Lieferung (2003) u. a.: „Der Arbeitskreis ‚Luftanalysen‘ verfolgt das Ziel, eine umfassende Aktualisierung der Ringbuchsammlung ‚Analytische Methoden zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe‘ durchzuführen. Unter Berücksichtigung der technischen Bedeutung, der

durch die TRGS 402 und der DIN EN 482 vorgegebenen Anforderungen der Qualitätssicherung und des messtechnischen Fortschritts wurde nach eingehender Diskussion und Prüfung eine Liste überholter Luftanalysenverfahren erstellt ...“ Zu den „überholten“ Analysenverfahren wird ausgeführt:

„Bedingt durch die Entwicklung des technischen Fortschritts in der Analysen- und Probennahmetechnik und neue arbeitsmedizinische Erkenntnisse mit daraus ggf. resultierenden Neufestsetzungen der Luftgrenzwerte kommt es dazu, dass für einzelne Stoffe mehrere Analysemethoden vorliegen. (...) Analysemethoden, die (...) als überholt gekennzeichnet werden, können natürlich auch weiterhin angewendet werden. Es ist dann aber vom Anwender in der Regel eine erneute Validierung durchzuführen, um insbesondere sicherzustellen, dass eine Überwachung des Luftgrenzwertes entsprechend den Anforderungen des technischen Regelwerkes und der europäischen Normung gesichert ist.“

Der Bereich *Analysen in biologischem Material* umfasst „Methoden zur Bestimmung von Metaboliten, deren Reaktionsprodukte[n] mit Körperbausteinen und erfasst somit auch dadurch bedingte Funktionsänderungen (z. B. Veränderungen von Enzymaktivitäten) sowie unveränderte Arbeitsstoffe in Urin und Blut“ (Vorrede zur 3. Lieferung). Weiter heißt es im Vorwort zur 1. bis 9. Lieferung: „Bei der Auswahl der Methoden zur Schadstoffbestimmung am Arbeitsplatz wurde dem Prinzip der repräsentativen Erfassung des Einwirkungsprofils am Arbeitsplatz Vorrang vor Gesichtspunkten der Einfachheit und Wirtschaftlichkeit gegeben; dies in konsequenter Verfolgung des Arbeitsprinzips der Kommission, den Arbeitsschutz mehr durch wissenschaftliche Begründung denn durch administrative Vereinfachung zu optimieren. Bei der Auswahl

der Analysenmethoden von biologischem Material wurde besonderer Wert auf deren arbeitsmedizinischen Aussagewert gelegt.“ Die Sammlung ist sowohl nach Stoffen (alphabetisch) gegliedert als auch mit einem Methodenverzeichnis (von der Fotometrie über AAS, ICP, Voltammetrie bis zur GC-MS) versehen.

Eine weitere Ringbuchsammlung zur *Gefahrstoffanalytik* trägt den Untertitel „Messtechnische Überwachung von MAK- und TRK-Werten. Emissionskontrolle. Prozessgasanalyse“. Berücksichtigt werden hier auch berufsgenossenschaftliche Analysenverfahren, Analysenverfahren der NIOSH, Kriterien der *Organisation Internationale de Métrologie Légale* (OIML), der OSHA (*Occupational Safety and Health Administration*), DIN-ISO-Analysenverfahren (einschließlich CEN-TC 264, Europäische Normen zur „Luftbeschaffenheit“), VDI-Richtlinien und die Prüfröhrchen-Messtechnik. Die Verfahren erstrecken sich von der Probennahme über Emissions-Untersuchungsverfahren, spezielle Messplanungen für Bodenluft-Untersuchungsverfahren bis zur Luftqualität in Innenräumen (*indoor air quality*). Außerdem werden auch „Rechtliche Grundlagen für die Messung und Beurteilung von Gefahrstoffen in der Luft“ und „Technische Regeln für Gefahrstoffe“ (TRGS) in Band 4 veröffentlicht. Band 5 enthält u. a. „Stellungnahmen offizieller internationaler Organisationen“.

Literatursuche

Die älteste analytische Fachzeitschrift – *Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie* (seit 2002 *Analytical and Bioanalytical Chemistry* mit Publikationen nur noch in englischer Sprache – s. Tab. 1.3) – erschien erstmalig 1862. Unter dem Titel *Industrial and engineering chemistry. Analytical edition* begann die Geschichte der renommiertesten englisch-

sprachigen Zeitschrift *Analytical Chemistry* im Jahre 1929. Seit 1954 wurden von der Royal Society of Chemistry in England die *Analytical Abstracts* als Supplement zur Zeitschrift *Analyst* herausgegeben, seit 2013 sind diese nur noch online unter <http://www.rsc.org/Publishing/CurrentAwareness/AA/> verfügbar.

Eine Suche nach Analysenmethoden und -verfahren ist selbstverständlich auch über die *Chemical Abstracts* (abgekürzt C. A. oder Chem. Abstr.), Web of Science oder Scopus möglich. Überschaubarer und auch selektiver sind jedoch die Register der *Analytical Abstracts*, obwohl auch hier den verwendeten Keywords keine einheitliche Nomenklatur zugrunde liegt. Trotz vieler Versuche einer Vereinheitlichung in den Begriffen, z. B. durch die IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*, Oxford), deren wesentliche Aufgabe in der Erarbeitung international gültiger Nomenklatur und Terminologie besteht, sind die Erfolge bisher eher gering. 1978 erschien ein IUPAC *Compendium of Analytical Nomenclature* (2. Aufl. 1987), auf welches, soweit sinnvoll, zurückgegriffen wird. Neuere Nomenklaturvorschläge werden regelmäßig in der Zeitschrift *Pure and Applied Chemistry* veröffentlicht. Weitere verbreitete Zeitschriften zum Gesamtgebiet der Analytischen Chemie (Spezialzeitschriften werden in den entsprechenden Kapiteln ebenso wie Hinweise zur Literatursuche aufgeführt) sind in Tab. 1.3 genannt.

In der Zeitschrift *Analytical Chemistry* erscheinen alle zwei Jahre *Fundamental Reviews* zu den wichtigsten Analysenmethoden sowie *Applications Reviews* (in den Jahren mit ungeraden Zahlen) zu Anwendungsgebieten wie der Wasseranalytik, der Klinischen Chemie, der Umweltanalytik und anderen Bereichen (s. auch Kap. 10).

Für den Analytiker interessante Monografienreihen werden von den Verla-

Tab. 1.3 Internationale analytisch-chemische Fachzeitschriften und deutschsprachige Labor-Zeitschriften.

Name der Zeitschrift	Erscheinungsort
Analyst	Cambridge (seit 1875)
Analytical Chemistry	Washington (seit 1929)
Analytica Chimica Acta	Amsterdam (seit 1947)
Fresenius' Journal of Analytical Chemistry (ab Vol. 372/2002: Analytical and Bioanalytical chemistry – A Merger of Fresenius' Journal of Analytical Chemistry, Analisis and Quimica Analitica)	Berlin/Heidelberg (seit 1862)
Microchemical Journal	New York (seit 1957)
Mikrochimica Acta	Wien (seit 1938, 1938–1953 in Mikrochemie)
Chromatographia	Wiesbaden
Journal of Chromatographic Science	Niles/Il. (USA)
Journal of Chromatography	Amsterdam u. a.
<ul style="list-style-type: none"> • A: Including electrophoresis, mass spectrometry and other separation and detection methods (with Bibliography Section) • B: Analytical technologies in the biomedical and life sciences 	Amsterdam
Journal of Electroanalytical Chemistry	Amsterdam
Pure and Applied Chemistry. Official Journal of the International Union of Pure and Applied Chemistry	Research Triangle, Park, NC (USA)
Labor-Zeitschriften in Deutschland	
CLB Chemie in Labor und Biotechnik	Gaiberg bei Heidelberg
GIT Labor-Fachzeitschrift	Darmstadt
LABO Magazin für Labortechnik + Life Science	Darmstadt
LaborPraxis – Journal für Labor, Analytik und Life Sciences	Würzburg

gen Ellis Horwood/Chichester (*Series in Analytical Chemistry*), John Wiley/New York (*Chemical Analysis. A series of monographs on analytical chemistry and its application*), Elsevier/Amsterdam (*Studies in analytical chemistry*) und M. Dekker/New York herausgegeben. Seit 1980 erscheint (fast) jährlich das *Analytiker-Taschenbuch* im Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York mit Übersichtsbeiträgen zu den Grundlagen-Methoden-Anwendungen und seit Band 7 (1988) mit einem Verzeichnis von Monografien im

sogenannten Basisteil (Anhang) – gegliedert nach Sachgebieten (Methoden und Analyse bestimmter Matrices).

Zunehmend werden *Literaturrecherchen* auch als Online-Recherchen in dem STN- (*Scientific-Technical-Information-Network*-)System über Satellit in Columbus/Ohio durchgeführt. Das *STN-System* enthält mehrere Datenbanken und auch den *Chemical Abstracts File* oder den *Analytical Abstracts File*. Recherchen in Datenbanken ermöglichen einen Dialog des Benutzers mit dem Computer, so-

dass Eingrenzungen der Fragestellung, Überprüfungen des Rechercheprofils u. ä. möglich sind. Aber auch hier werden die Grenzen aufgrund oft fehlender Vereinheitlichung in den analytischen Begriffen immer wieder sichtbar (Beispiele für Aufschlussverfahren – *decomposition, digestion*; für Anreicherungsverfahren – *pre-concentration, enrichment, trace-concentration*).

Elektronische Bibliotheken

Unter dem Begriff *Elektronische Bibliotheken* werden alle von wissenschaftlichen Bibliotheken angebotenen Online-Serviceleistungen zusammengefasst. Auf ihren Internet-Seiten bieten Universitätsbibliotheken u. a. „Online Dissertationen“, den Katalog der elektronischen Volltexte im GBV (Gemeinsamer Bibliotheksverbund), elektronische Lehrbücher, Nachschlagewerke (z. B. Landolt-Börnstein – Zahlen und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik) und Links z. B. zu „virtuellen Fachbibliotheken“ sowie Literaturrecherchen (Auftragsrecherchen in Fachdatenbanken – bibliografischen, numerischen, Patent-, Volltext-, Spektren- oder Struktur-Datenbanken) an. Die Möglichkeiten der einzelnen Bibliotheken sind jeweils am Ort zu recherchieren.

Im Internet besteht seit November 1997 das Portal *Analytik-News* (www.analytik-news.de). Von dort werden monatlich auch kostenlos *Analytik-Newsletter* verschickt. Die Homepage www.analytik.de enthält neben der Vorstellung interessanter Webseiten auch Produktinformationen. Im Analytiker-Forum können Fragen zu Analysenmethoden, Laborgeräten oder auch Anwendererfahrungen geklärt werden (s. LABO Oktober 2002, S. 82–84). Eine Produktdatenbank ist unter www.laborprodukte.de zugänglich. In der Rubrik SOPs können Muster-Arbeitsanlei-

tungen als PDF-Datei zum Download abgerufen werden.

1.2

Von der Problemstellung zur Analysenstrategie

Inhalt

Aufgaben der chemischen Analytik: Gehalts-, Elementspezies-, Verteilungs-, Prozess- und Strukturanalyse sowie Bioanalytik. Klassifikation von Methoden und Verfahren. Prinzip, Methode, Verfahren. Test, Alternativverfahren, Teststäbchen, Gasprüfröhrchen. Screening, Nachweis, Bestimmung. Systematik der Analysenmethoden. Arbeitsbereiche. Vergleich von Methoden, Selektivität. Direkt-/Verbundverfahren, Kopplungstechniken. Analysenstrategien.

Aufgaben der chemischen Analytik

In der klassischen Chemie hatte die Analytik (Analytische Chemie) lediglich die Aufgabe, die Zusammensetzung von Stoffen und Stoffgemischen zu ermitteln (s. auch Abschn. 1.1). Heute besitzt sie einerseits eine Dienstleistungsfunktion, die sich weit über die Chemie hinaus auf fast alle Gebiete der Naturwissenschaften, der Medizin und Technik bis zu den Kulturwissenschaften (wie Archäologie, Kunstgeschichte, Buchmalerei u. ä. – s. auch Abschn. 1.1) erstreckt. Andererseits stellt die chemische Analytik eine eigenständige Teildisziplin der Chemie dar, mit engen Beziehungen zur Physik, zur Messtechnik und zu den Informationswissenschaften. Sinnvoll (d. h. bewertend) eingesetzt, bedarf sie einer *interdisziplinären Zusammenarbeit* zwischen dem analytischen Chemiker (Analytiker) und Fachwissenschaftlern aus den genannten Bereichen. Ergebnisse chemischer Analy-

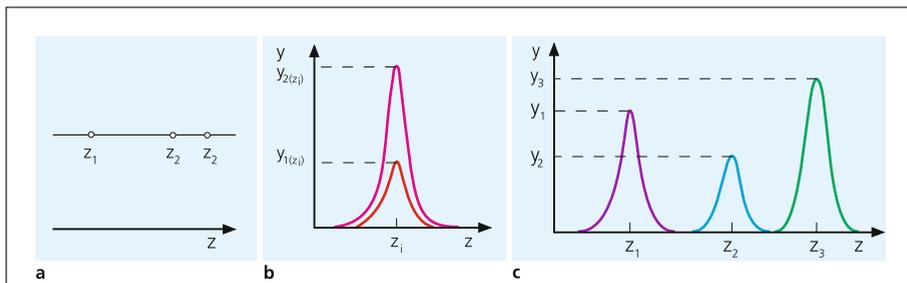


Abb. 1.2 Gehaltsanalyse. (a) Qualitativ, (b) quantitativ, (c) qualitativ und quantitativ.

sen führen zu technologischen, medizinischen und auch juristischen Entscheidungen (z. B. im Umweltbereich), wodurch auch die *hohe Verantwortung des Analytikers* charakterisiert ist.

Gehaltsanalyse

Die Gehalts- oder Konzentrationsanalyse beinhaltet die klassische qualitative und quantitative Analyse. Die *qualitative Analyse* verwendet Fällungs-, Komplexbildungs-, Redox-, Gasentwicklungs- und Neutralisationsreaktionen: Charakteristische Niederschläge, die selektive Auflösung von Niederschlägen, Farbänderungen oder Gasentwicklungen dienen dem Erkennen sowohl anorganischer als auch organischer Stoffe. Nasschemische Einzelreaktionen sind *Identifizierungsreaktionen*. Die klassische, qualitative anorganisch-chemische Analyse beginnt nach einer Charakterisierung der Analysesubstanz (nach Art, Menge, Aggregatzustand, Farbe, Geruch u. ä.) mit Vorproben wie der Flammenfärbung, dem Erhitzen der Ursubstanz im Glühröhrchen, selektiven Nachweisreaktionen (anstelle von Vorprobe richtiger als *Test* bezeichnet, s. weiter unten) wie z. B. der *Marshschen Probe* (auf Arsen neben Antimon), Farbreaktionen in der Borax- oder Phosphorsalzperle, der Ätzprobe zum Nachweis auf Fluoride, der Oxidationsschmel-

ze zum Nachweis von Chrom (als Chromat) oder Mangan (als Permanganat) und der Leuchtprobe auf Zinn. Die qualitative Analyse ermittelt nicht nur die Art eines Stoffes (z. B. eines Elementes bzw. Ions), sondern beinhaltet auch eine quantitative Aussage – durch die Angabe von Grenzkonzentration und Erfassungsgrenze für eine Nachweisreaktion: Die *Grenzkonzentration (GK)* gibt an, in wie viel Millilitern (Wasser oder eines anderen Lösungsmittels) ein Gramm eines Stoffes noch nachweisbar ist. Die Grenzkonzentration als negativer dekadischer Logarithmus – analog dem pH-Wert – wird als *pD-Wert* ($= -\log GK$) bezeichnet. Die *Erfassungsgrenze* beinhaltet keine Konzentrations-, sondern eine Mengenangabe. Sie stellt die absolut nachweisbare Menge dar, wobei meist ein Lösungstropfen von z. B. 0,05 mL zugrunde gelegt wird. Bei einem pD-Wert von z. B. 6,0 (1 g in 10^6 mL; $GK = 10^{-6}$) beträgt die Erfassungsgrenze 0,05 μg .

Die *quantitative Analyse* bestimmt die Konzentration, den Gehalt eines Stoffes in einem stofflichen System, auch *Matrix* genannt: Er wird z. B. in mg/L, mol/L (molare Stoffmengenkonzentration) oder in g/kg (mg/g) angegeben. In einer grafischen Darstellung bildet die qualitative Analyse mit verschiedenen Stoffen (z) eine Dimension, die quantitative Analyse als Gehaltsanalyse kann sowohl ein-