

1	Emission sowie Absorption elektromagnetischer Strahlung	9
1.1	Entstehung elektromagnetischer Strahlung und Influenz	9
1.2	Frequenz, Wellenlänge, Lichtgeschwindigkeit und Wellenzahl	11
1.3	Quantenprinzip und <i>Plancksche</i> Strahlungsgleichung	15
1.4	Fotometrische Grundgrößen	19
1.5	Das <i>Bouguer-Lambert-Beersche</i> Gesetz	20
1.6	Spektrenarten	26
1.6.1	Linienpektren	27
1.6.2	Bandenspektren	29
1.6.3	Kontinuierliche Spektren	29
	Übungen zu Kapitel 1	30
2	UV/Vis-Spektroskopie	32
2.1	Elektronenübergänge in Molekülen	32
2.2	UV/Vis-Spektren	35
2.3	Chromophore, Auxochrome und Lösemiteleinflüsse	37
2.4	Fotometrie als quantifizierende UV/Vis-Spektrometrie	41
2.5	Funktion und Aufbau von Spektralapparaten	44
2.5.1	Das Auflösungsvermögen dispersiver Spektralapparate	50
2.6	Küvetten und Lösemittel	51
2.7	Detektoren in der UV/Vis-Spektrometrie	52
2.8	Vorgänge nach der Absorption	58
2.9	Fluoreszenz-Spektrometrie und Trübungsmessung	61
	Übungen zu Kapitel 2	64
3	Infrarot-Spektroskopie	68
3.1	Rotationsspektroskopie und Rotationsquantenzahl	69
3.2	Schwingungs-Rotations-Spektroskopie	74
3.2.1	Die Schwingungsquantenzahl	76
3.2.2	Feinstruktur von Schwingungs-Rotations-Spektren	79
3.2.3	Kombinationen und Wechselwirkungen von Molekülschwingungen	82
3.2.4	Bandenbreite und Faltung	84
3.3	Spektrometer im Mikrowellen- und IR-Bereich	87
3.3.1	Mikrowellenspektrometer	87
3.3.2	Dispersive IR-Spektrometer	88
3.3.3	Strahlungsquellen	91
3.3.4	Detektoren in der IR-Spektroskopie	92
3.3.5	Präparationsmethoden	93
3.3.6	Nichtdispersive IR-Spektrometrie (NDIR)	94
3.3.7	<i>Fourier-Transform-Infrarotspektrometer</i> (FT-IR-Spektrometer)	98
3.3.7.1	Die <i>Fourier-Transformation</i>	98
3.3.7.2	Das <i>Michelson-Interferometer</i>	100
3.3.7.3	Die Signalverarbeitung in einem FT-IR-Spektrometer	103
3.3.7.4	Die Vorteile der FT-IR-Spektrometer	106
3.4	Interpretation von IR-Spektren	106
3.4.1	Kurze Anleitung zur IR-Spektreninterpretation	108
3.5	Quantifizierende IR-Spektroskopie	113
3.6	IR-Emissionsspektroskopie	115
3.7	Ferninfrarotspektroskopie (FIR)	117
3.8	NIR-Spektroskopie	117
	Übungen zu Kapitel 3	122

4	Raman-Spektroskopie	128
4.1	Strahlungslose Relaxation, <i>Stokes</i> -Verschiebung, <i>Rayleigh</i> -Streuung und <i>Raman</i> -Effekt	128
4.2	<i>Raman</i> -Verschiebung und <i>Raman</i> -Spektrum	130
4.3	Auswahlregeln der <i>Raman</i> -Spektroskopie	133
4.4	Interpretation von <i>Raman</i> -Spektren	137
4.5	Steckbrief der <i>Raman</i> -Spektroskopie	141
4.6	<i>Raman</i> -Spektrometer	143
4.6.1	Dispersive <i>Raman</i> -Spektrometer	144
4.6.2	<i>Fourier</i> -Transform- <i>Raman</i> -Spektrometer	147
4.7	Anwendungsbeispiele der <i>Raman</i> Spektroskopie	148
4.7.1	Strukturaufklärung und Identifizierung	148
4.7.2	<i>Raman</i> -Mikroskopie	150
4.7.3	<i>Raman</i> -Diagnostik in der Medizin	151
4.7.4	Untersuchung von Molekülschwingungen	151
4.7.5	Anwendungen in der Industrie	152
4.7.6	UV-Resonanz- <i>Raman</i> -Spektroskopie	153
	Übungen zu Kapitel 4	155
5	Kernresonanz-Spektroskopie (NMR-Spektroskopie)	156
5.1	Physikalische Grundlagen der Kernresonanz	156
5.1.1	Resonanzbedingungen	158
5.1.2	Besetzungshäufigkeit, Auflösung und Empfindlichkeit	160
5.2	Chemische Verschiebung	162
5.3	NMR-Spektrometer	166
5.3.1	CW-NMR-Spektrometer	166
5.3.2	FT-NMR-Spektrometer	169
5.3.3	Relaxation, FID-Kurve und <i>Fourier</i> -Transformation	170
5.3.4	Faltung des FT-NMR-Spektrums	174
5.3.5	Vorteile der FT-NMR-Spektroskopie	175
5.4	NMR-Spektren	175
5.4.1	Spin-Spin-Kopplung (Skalare Kopplung, <i>J</i> -Kopplung)	178
5.4.2	Lösemittel und Lösemitteleffekte	182
5.4.3	Aromatenprotonen	184
5.4.4	Äquivalente Kerne und stereochemische Einflüsse	186
5.4.5	Skalare Kopplungsmöglichkeiten und NMR-Spektrenordnung	190
5.4.6	Maßnahmen bei Spektren höherer Ordnung	195
5.5	Der Kern- <i>Overhauser</i> -Effekt	197
5.6	¹³ C-NMR-Spektroskopie	199
5.7	Zweidimensionale FT-NMR-Spektroskopie	204
5.8	Anwendungsbeispiele der Kernresonanz	207
	Übungen zu Kapitel 5	210
6	Massenspektrometrie	214
6.1	Das <i>Aston</i> -Massenspektrometer	215
6.2	Klassifizierung der Massenspektrometer entsprechend der Analysatoren	216
6.2.1	Einfach fokussierende Sektorfeldgeräte	217
6.2.2	Doppelfokussierende Massenspektrometer	218
6.2.3	Quadrupol-Massenspektrometer	219
6.2.4	Flugzeit-Massenspektrometer (TOF-MS)	221
6.2.5	Ioneneinfang-Analysator (Ion Trap)	223
6.2.6	<i>Fourier</i> -Transform-Massenspektrometer (FT-MS und FT-ICR-MS)	224

6.2.7	Der Orbitrap-Analysator	227
6.3	Ionisierung	229
6.3.1	Elektronenstoßionisation, Elektronenionisierung (EI)	229
6.3.2	Chemische Ionisierung im Vakuum (CI)	231
6.3.3	Vergleich harter und weicher Ionisierungsarten	231
6.3.4	Elektrospray-Ionisation (ESI)	232
6.3.5	Chemische Ionisierung unter Atmosphärendruck (APCI)	233
6.3.6	MALDI	235
6.3.7	Fast Atomic Bombardement (FAB) und Sekundärionen-Massenspektrometrie (SIMS)	238
6.3.8	Feldionisation (FI) und Felddesorption (FD)	239
6.4	Probenzuführung	241
6.5	Detektoren	242
6.6	Vergleichende Übersicht der Massenspektrometer (MS)	245
6.7	Tandem- und Hybrid-Massenspektrometer	246
6.8	Interpretation von Massenspektren	248
	Übungen zu Kapitel 6	254

7	Atom-spektrometrie	256
7.1	Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)	256
7.1.1	Physikalische Grundlagen der Atomabsorption	256
7.1.2	Aufbau des Atomabsorptionsspektrometers	259
7.1.3	Strahlungsquellen	261
7.1.3.1	Die Hohlkathodenlampe (HKL)	261
7.1.3.2	Elektrodenlose Entladungslampen (EDL)	262
7.1.3.3	Kontinuierliche Strahlungsquellen	262
7.1.4	Atomisierung	263
7.1.4.1	Atomisierung in der Flamme (F AAS)	263
7.1.4.2	Elektrothermische Atomisierung (ET AAS, GF AAS)	264
7.1.4.3	Atomisierung durch Kaltdampftechnik (CV AAS)	265
7.1.4.4	Atomisierung durch Hydridbildung (HG AAS)	265
7.1.5	Monochromatoren	266
7.1.6	Systematische Fehler und Störungen der AAS-Messung	267
7.1.7	Korrektur der Untergrundabsorption und Kalibrierung	268
7.1.8	Hochauflösende Atomabsorptionsspektrometrie mit Kontinuumstrahlern (HR-CS AAS)	271
7.2	Optische Emissionsspektrometrie (OES)	273
7.2.1	Flammenfotometrie	274
7.2.2	Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)	275
7.2.2.1	Plasmabrenner und optische Emission	276
7.2.2.2	Polychromatoren in der ICP-OES	278
7.2.3	Vergleich AAS und ICP-OES	278
7.3	Plasmabrenner und Massenspektrometer – die ICP-MS	279
7.4	Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA)	280
7.4.1	Röntgenröhre und Bremsspektrum	281
7.4.2	Röntgenspektrallinien und Röntgenfluoreszenz	281
7.4.3	Das Röntgenfluoreszenzspektrometer	283
7.4.4	Quantifizierung mittel RFA	285
	Übungen zu Kapitel 7	287

8	Elektroanalytik	289
8.1	Physikalisch-chemische Grundlagen der Elektroanalytik	289
8.1.1	Elektrolyse	289

8.1.2	Elektrochemische Spannungsreihe und Freie Enthalpie (ΔG)	291
8.1.3	Elektrolyse, Polarisation, Diffusion und Überspannung	296
8.1.4	Die <i>Nernstsche</i> Gleichung	300
8.1.5	Leitfähigkeit von Elektrolytlösungen	304
8.1.5.1	Ionenbeweglichkeit, Ionenleitfähigkeit und Grenzleitfähigkeit	308
8.1.5.2	Überführung	310
8.1.6	Physikalisch-chemischer Steckbrief der Elektroanalytik	311
8.2	Elektrogravimetrie	312
8.3	Potentiometrie	314
8.3.1	Bezugselektroden	314
8.3.2	Indikatorelektroden und Messelektroden	317
8.3.3	Potentiometrische Titration	320
8.4	Konduktometrie	322
8.5	Voltammetrie und Voltammetrie	324
8.5.1	Voltammetrie oder die Polarisationsspannungsindikation	324
8.5.2	Die Polarographie – ein voltammetrisches Verfahren	327
8.5.2.1	Messtechniken in der Polarographie	331
8.5.2.2	Anwendungen der Polarographie	332
8.5.3	Zyklische Voltammetrie (Cyclovoltammetrie)	333
8.5.4	Voltammetrische Sensoren	335
8.5.5	Dead Stop-Titration	336
8.5.6	Coulometrie	338
	Übungen zu Kapitel 8	342

9	Trennmethoden der Instrumentellen Analytik	344
9.1	Wurzeln der Chromatographie und erste Grundbegriffe	344
9.2	Physikalisch-chemische Grundlagen der Chromatographie	347
9.2.1	Adsorptionsgleichgewicht und Adsorptionsisotherme	348
9.2.2	Das <i>Henry-Dalton</i> -Gesetz	349
9.2.3	<i>Nernstscher</i> Verteilungssatz	350
9.3	<i>Craig</i> -Verteilung und Flüssig-Flüssig Chromatographie	352
9.4	Chromatogramm	356
9.4.1	Inneres und äußeres Chromatogramm	356
9.4.2	Retention	357
9.4.3	Verteilungskonstante und Retentionsfaktor	360
9.4.4	Trennfaktor	361
9.4.5	Peakauflösung, Trennvermögen und Zahl der Trennstufen	362
9.4.6	Lineargeschwindigkeit und Bandenbreite	366
9.5	Merkmale stationärer Phasen	368
9.6	Merkmale mobiler Phasen	370
9.7	Gradientenelution	371
9.8	Wege zur verbesserten Auflösung	374
9.9	Peaksymmetrie, Peakschiefe	375
9.10	Detektoreigenschaften	376
9.11	Qualitative Analyse	378
9.12	Quantitative Analyse	378
9.12.1	Methode des externen Standards	380
9.12.2	Methode der 100 %-Normierung	382
9.12.3	Quantifizierung mittels internen Standards	383
9.12.4	Additionsverfahren	384
9.13	Papierchromatographie	385

9.14	Dünnschichtchromatographie	386
9.14.1	Stationäre und mobile Phasen in der DC	388
9.14.2	Zweidimensionale Entwicklung	390
9.14.3	Detektion in der DC	390
9.14.4	Quantifizierung	392
9.14.5	Gängige Anwendungen der Dünnschichtchromatographie	394
9.15	Gaschromatographie	395
9.15.1	Auswahlkriterien für Trägergase	396
9.15.2	Probeneinlasssysteme in der GC	397
9.15.3	Trennsäulen in der Gaschromatographie	400
9.15.4	Temperaturprogramm statt Fließmittelgradient	406
9.15.5	Detektoren in der Gaschromatographie	406
9.15.6	Make-up-Gas	410
9.15.7	Anwendungsbeispiele der Gaschromatographie	410
9.16	Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC)	412
9.16.1	Eluentförderung bei der HPLC	414
9.16.2	Säulen in der HPLC	416
9.16.3	Detektoren in der HPLC	418
9.17	Anwendungsbeispiele der HPLC	423
9.18	Spezielle chromatographische Methoden	424
9.19	Klassische Elektrophorese	430
9.20	Kapillarelektrophorese	433
	Übungen zu Kapitel 9	437

10	Probenbehandlung und Qualitätsmanagement	442
10.1	Probenahme	443
10.2	Probenvorbereitung	446
10.3	Qualitätsmanagement in der Analytik	450
10.3.1	Gute Laborpraxis (GLP) und Gute Herstellungspraxis (GMP)	452
10.3.2	Auditierung, Zertifizierung, Akkreditierung	454
10.3.3	LIM-Systeme (LIMS)	455
10.4	Qualitätssicherung und Statistik	456
10.4.1	Lageparameter	458
10.4.2	Streuparameter	459
10.4.3	Vertrauensbereich des Mittelwertes	461
10.4.4	Ausreißertests	463
10.5	Methodenvalidierung	465
10.5.1	Präzision und Richtigkeit	466
10.5.2	Linearität, Arbeitsbereich	468
10.5.3	Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze	469
10.5.4	Robustheit	470
10.5.5	Spezifität und Selektivität	471
10.6	Regelkarten	472
	Übungen zu Kapitel 10	475

Anhang	478
Auswahl marktgängiger Geräte 2019	478
Lösungen zu den Übungsaufgaben	502

Sachwortverzeichnis	537
----------------------------------	------------