

Inhaltsverzeichnis

Vorwort XIII

Geleitwort XVII

1 Einleitung 1

- 1.1 Analytische Chemie – Historisches 1
- 1.2 Analytische Chemie und ihre Rolle in der heutigen Gesellschaft 2

2 Einführung ins Qualitätsmanagement 5

- 2.1 Geschichtliches 6
- 2.2 Variabilität 7
- 2.3 Die vier Säulen der Weisheit (Von Shewhart zu Deming) 9
- 2.4 Null-Fehler-Toleranz 10
- 2.5 Weshalb Normen? 11
- 2.6 Der beherrschte Prozess 11
- 2.7 Leitfaden ISO 9004 13
- 2.8 Anforderungen an Qualitätsmanagementsysteme 13

3 Statistische Grundlagen 15

- 3.1 Grundbegriffe 15
- 3.1.1 Gesamtheit und Stichprobe 17
- 3.1.2 Verteilung von Werten 18
- 3.2 Kenngrößen 19
- 3.2.1 Arithmetisches Mittel 19
- 3.2.2 Standardabweichung 20
- 3.2.3 Varianz 21
- 3.2.4 Standardabweichung von Mittelwerten 21
- 3.2.5 Relative Standardabweichung 21
- 3.2.6 Vertrauensbereich (= Vertrauensintervall, Konfidenzintervall) 22
- 3.3 Messabweichungen 23
- 3.3.1 Zufallsabweichungen (random deviation) – Einfluss auf die Präzision 24
- 3.3.1.1 Ursachen für Zufallsabweichungen 24

| | | |
|----------|--|-----------|
| 3.3.1.2 | Präzision (precision) (DIN ISO 3534-1:2008-02, D/E) | 24 |
| 3.3.1.3 | Das Erkennen von Zufallsabweichungen | 24 |
| 3.3.2 | Systematische Abweichungen (systematic deviation) – Einfluss auf die Richtigkeit | 25 |
| 3.3.2.1 | Ursachen für systematische Abweichungen | 25 |
| 3.3.2.2 | Auswirkungen auf die Messung | 25 |
| 3.3.2.3 | Richtigkeit (trueness, accuracy of the mean) (DIN ISO 3534-1:2008-02, D/E) | 25 |
| 3.3.2.4 | Feststellung systematischer Abweichungen | 26 |
| 3.3.3 | Große Abweichungen (gross error) | 27 |
| 3.3.3.1 | Ursachen für grobe Abweichungen | 27 |
| 3.3.3.2 | Genauigkeit (accuracy) (DIN ISO 3534-1:2008-02, D/E) | 27 |
| 3.3.4 | Messunsicherheit von Ergebnissen | 28 |
| 3.3.4.1 | Standardmessunsicherheit von Einzelmessungen | 29 |
| 3.3.4.2 | Kombinierte Messunsicherheit | 29 |
| 3.3.4.3 | Rechenregeln für die Unsicherheitsfortpflanzung | 31 |
| 3.3.4.4 | Vorgehen für die Bestimmung der kombinierten Messunsicherheit | 31 |
| 3.3.4.5 | Erweiterte Messunsicherheit | 32 |
| 3.3.5 | Nichtstatistische Schätzverfahren | 33 |
| 3.3.5.1 | Toleranz | 33 |
| 3.3.5.2 | Vollständiges Messergebnis | 34 |
| 3.3.6 | Signifikante Stellen – „Box-and-Dot“-Methode | 34 |
| 3.3.7 | Ausreißertests | 36 |
| 3.3.7.1 | Die 4s-Schranke | 36 |
| 3.3.7.2 | Test nach Grubbs | 36 |
| 3.4 | Regression | 37 |
| 3.4.1 | Kalibrierfunktion | 37 |
| 3.4.2 | Regressionsanalyse | 38 |
| 3.4.3 | Die „optimale“ Trendlinie | 38 |
| 3.4.4 | Lineare Regression | 39 |
| 3.4.4.1 | Statistische Informationen aus der linearen Regression | 39 |
| 3.4.4.2 | Empfindlichkeit (analytical sensitivity) | 40 |
| 3.4.4.3 | Korrelationskoeffizient | 40 |
| 3.4.4.4 | Bestimmtheitsmaß | 40 |
| 3.4.4.5 | Linearität (linearity) | 41 |
| 3.4.4.6 | Regressionsgleichung | 41 |
| 4 | Der analytische Prozess | 47 |
| 4.1 | Der analytische Prozess im Gesamtzusammenhang | 47 |
| 4.2 | Planungsphase | 49 |
| 4.2.1 | Analytische Fragestellung „Problem“ | 49 |
| 4.2.2 | Untersuchungsobjekt | 50 |
| 4.2.3 | Untersuchungsprobe | 50 |
| 4.2.3.1 | Probennahme | 51 |
| 4.2.3.2 | Probennahmearten | 51 |

| | | |
|----------|--|-----|
| 4.2.3.3 | Aufbereitung | 52 |
| 4.2.4 | Untersuchungsverfahren | 53 |
| 4.2.5 | Analyt | 54 |
| 4.2.6 | Literatur- und Datenbankrecherche | 54 |
| 4.3 | Analyse | 60 |
| 4.3.1 | Messung | 60 |
| 4.3.2 | Methodenoptimierung | 61 |
| 4.3.3 | Kalibrierung | 62 |
| 4.4 | Auswertung | 65 |
| 4.4.1 | Quantifizierung | 65 |
| 4.5 | Validierung | 66 |
| 4.5.1 | Validierungselemente | 68 |
| 4.5.1.1 | Selektivität/Spezifität | 68 |
| 4.5.1.2 | Arbeitsbereich (range) | 69 |
| 4.5.1.3 | Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze DIN 32645 [15] | 69 |
| 4.5.1.4 | 3 σ -Konzept nach Kaiser | 73 |
| 4.5.1.5 | Robustheit (robustness) | 75 |
| 4.5.2 | Einsatz des Computers | 75 |
| 4.6 | Schlussdokumentation | 76 |
| 5 | Beispiel einer Validierungsstrategie | 79 |
| 5.1 | Bestimmung von Phenol in Industrieabwässern | 81 |
| 5.1.1 | Anforderungen und Voraussetzungen an die zu validierende Methode | 81 |
| 5.1.2 | Inhalt des Validierungsplans | 81 |
| 6 | Organisatorisches und praktischer Versuchsablauf im Praktikum | 95 |
| 6.1 | Zielsetzungen | 95 |
| 6.2 | Sicherheit im Praktikum | 96 |
| 6.3 | Versuchs-/Projektablauf | 96 |
| 6.4 | Berichte | 98 |
| 7 | Literatur | 103 |
| 7.1 | Zitierte Literatur | 103 |
| 7.2 | Empfohlene Literatur (Auswahl) | 104 |
| 7.2.1 | Kalibrierung | 104 |
| 7.2.2 | Ringversuche | 104 |
| 7.2.3 | Qualitätsmanagement | 104 |
| 7.2.4 | Bücher (Auswahl) | 104 |
| 7.2.5 | Links (Auswahl) | 105 |
| 8 | Projekte | 107 |
| 8.1 | Chromatografie | 108 |
| 8.1.1 | Hochleistungs-Flüssigkeitschromatografie (HPLC) | 108 |
| 8.1.1.1 | Analytische Fragestellung | 108 |
| 8.1.1.2 | Schlagworte (keywords) | 110 |

| | | |
|---------|--|-----|
| 8.1.1.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 110 |
| 8.1.1.4 | Einführung | 111 |
| 8.1.1.5 | Experimenteller Teil | 117 |
| 8.1.1.6 | Versuchsdurchführung | 119 |
| 8.1.1.7 | Fragen | 120 |
| 8.1.2 | Gaschromatografie (GC) | 121 |
| 8.1.2.1 | Analytische Fragestellung | 121 |
| 8.1.2.2 | Schlagworte (keywords) | 122 |
| 8.1.2.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 123 |
| 8.1.2.4 | Einführung | 123 |
| 8.1.2.5 | Experimenteller Teil | 130 |
| 8.1.2.6 | Versuchsdurchführung | 132 |
| 8.1.2.7 | Fragen | 134 |
| 8.1.3 | Ionenchromatografie | 134 |
| 8.1.3.1 | Analytische Fragestellung | 134 |
| 8.1.3.2 | Schlagworte (keywords) | 136 |
| 8.1.3.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 136 |
| 8.1.3.4 | Einführung | 137 |
| 8.1.3.5 | Experimenteller Teil | 146 |
| 8.1.3.6 | Versuchsdurchführung | 148 |
| 8.1.3.7 | Fragen | 150 |
| 8.2 | Spektroskopie | 151 |
| 8.2.1 | UV/VIS-Fotometrie | 151 |
| 8.2.1.1 | Analytische Fragestellung | 151 |
| 8.2.1.2 | Schlagworte (keywords) | 153 |
| 8.2.1.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 153 |
| 8.2.1.4 | Einführung | 153 |
| 8.2.1.5 | Experimenteller Teil | 160 |
| 8.2.1.6 | Versuchsdurchführung | 162 |
| 8.2.1.7 | Fragen | 163 |
| 8.2.2 | Fourier-Transformation-Infrarot-(FTIR-)Spektrometrie | 163 |
| 8.2.2.1 | Analytische Fragestellung | 163 |
| 8.2.2.2 | Schlagworte (keywords) | 165 |
| 8.2.2.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 165 |
| 8.2.2.4 | Einführung | 166 |
| 8.2.2.5 | Experimenteller Teil | 177 |
| 8.2.2.6 | Versuchsdurchführung | 177 |
| 8.2.2.7 | Fragen | 180 |
| 8.2.3 | Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) | 181 |
| 8.2.3.1 | Analytische Fragestellung | 181 |
| 8.2.3.2 | Schlagworte (keywords) | 183 |
| 8.2.3.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 183 |
| 8.2.3.4 | Einführung [1] | 183 |
| 8.2.3.5 | Experimenteller Teil | 189 |
| 8.2.3.6 | Versuchsdurchführung | 191 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 8.2.3.7 | Fragen | 192 |
| 8.3 | Elektrochemische Analytik | 193 |
| 8.3.1 | Polarografie | 193 |
| 8.3.1.1 | Analytische Fragestellung | 193 |
| 8.3.1.2 | Schlagworte (keywords) | 195 |
| 8.3.1.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 195 |
| 8.3.1.4 | Einführung | 195 |
| 8.3.1.5 | Experimenteller Teil | 203 |
| 8.3.1.6 | Versuchsdurchführung | 205 |
| 8.3.1.7 | Fragen | 208 |
| 8.4 | Automatisierung | 210 |
| 8.4.1 | Fließinjektionsanalyse | 210 |
| 8.4.1.1 | Analytische Fragestellung | 210 |
| 8.4.1.2 | Schlagworte (keywords) | 211 |
| 8.4.1.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 211 |
| 8.4.1.4 | Einführung | 212 |
| 8.4.1.5 | Experimenteller Teil | 217 |
| 8.4.1.6 | Versuchsdurchführung [5, 6] | 218 |
| 8.4.1.7 | Fragen | 220 |
| 8.5 | Allgemeine analytische Methoden | 221 |
| 8.5.1 | N-Proteinbestimmung nach Kjeldahl | 221 |
| 8.5.1.1 | Analytische Fragestellung | 221 |
| 8.5.1.2 | Schlagworte (keywords) | 222 |
| 8.5.1.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 222 |
| 8.5.1.4 | Einführung | 223 |
| 8.5.1.5 | Experimenteller Teil | 228 |
| 8.5.1.6 | Versuchsdurchführung | 230 |
| 8.5.1.7 | Fragen | 232 |
| 8.5.2 | Bestimmung des gelösten Sauerstoffs | 233 |
| 8.5.2.1 | Analytische Fragestellung | 233 |
| 8.5.2.2 | Schlagworte (keywords) | 234 |
| 8.5.2.3 | Projektablauf/Aufgabenstellung | 234 |
| 8.5.2.4 | Einführung | 235 |
| 8.5.2.5 | Experimenteller Teil | 239 |
| 8.5.2.6 | Versuchsdurchführung | 241 |
| 8.5.2.7 | Fragen | 243 |
| 9 | Anhang A: Auswahl empfohlener Quellen nach Fachgebiet | 247 |
| 9.1 | Allgemeine Quellen | 247 |
| 9.2 | Analytische Chemie | 248 |
| 9.3 | Anorganische und metallorganische Chemie | 248 |
| 9.4 | Chemieingenieurwesen / Technische Chemie / Verfahrenstechnik | 248 |
| 9.5 | Chemikalien: Verzeichnisse von Lieferanten | 249 |
| 9.6 | Organische Chemie | 249 |
| 9.7 | Physikalisch-chemische Daten | 249 |

X | **Inhaltsverzeichnis**

- 9.8 Polymere und Werkstoffe 250
- 9.9 Spektren 250
- 9.10 Toxikologie und Sicherheit 251
- 10 Anhang B: Statistische Tabellen 253**
- 11 Anhang C: Selbstverpflichtung 257**
- 12 Anhang D: Evaluierungsleitfaden 259**
- 13 Anhang E: Sicherheit im analytischen Labor 261**
 - 13.1 Allgemeine Vorsichtsmaßnahmen 261
 - 13.1.1 Möglichkeiten zum persönlichen Schutz 261
 - 13.1.2 Augenschutz 261
 - 13.1.3 Hautschutz 262
 - 13.1.4 Schutzbekleidung 262
 - 13.1.5 Atemschutz 262
 - 13.2 Erste Hilfe 263
 - 13.2.1 Bergung 263
 - 13.2.2 Alarmierung 263
 - 13.2.3 Lagerung eines Bewusstlosen 263
 - 13.2.4 Blutende Wunden 263
 - 13.2.5 Schock 264
 - 13.2.6 Augenverletzungen 264
 - 13.2.7 Verbrennungen 265
 - 13.2.8 Verätzungen 265
 - 13.2.9 Vergiftungen 265
 - 13.3 Sicheres Arbeiten mit Chemikalien 266
 - 13.3.1 Allgemeines Verhalten 266
 - 13.3.2 Chemikalien 266
 - 13.3.3 Lösungsmittel 267
 - 13.3.4 Handhabung von Glas und Glasapparaturen 267
 - 13.3.5 Elektrische Apparate, Heizquellen 268
 - 13.3.6 Brandschutz 268
 - 13.3.7 Abzüge 268
 - 13.4 Chemische Reaktionen unter erhöhtem Druck 269
 - 13.4.1 Chemikalien 269
 - 13.4.2 Apparaturen 269
 - 13.5 Entsorgung von Chemikalien 270
 - 13.5.1 Organische Chemikalien 270
 - 13.5.2 Anorganische Chemikalien 271
 - 13.6 Verschüttete Chemikalien 272
 - 13.6.1 Gase 273
 - 13.6.2 Flüssigkeiten 273
 - 13.7 Arbeiten mit Elektrizität 273

- 13.8 Arbeiten mit starken Magnetfeldern 274
 - 13.8.1 Allgemeines Verhalten 275
 - 13.8.2 Sicherheitsabstände 275
- 13.9 Umgang mit Druckflaschen und Gasen 276
 - 13.9.1 Allgemeines 276
 - 13.9.2 Transport 276
 - 13.9.3 Lagerung 276
 - 13.9.4 Ventile und Armaturen 277
 - 13.9.5 Am Verbrauchsort 277
 - 13.9.6 Inbetriebnahme 278
- 13.10 R-/S-Sätze
- 13.11 GHS (Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals) 285
 - 13.11.1 Grundsätze des GHS 285
 - 13.11.2 GHS-Piktogramme 286
 - 13.11.3 Liste der Gefahrenhinweise, H-Sätze (Hazard Statements) 288
 - 13.11.4 Liste der Sicherheitshinweise, P-Sätze (Precautionary Statements) 291

Index 395