

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	<i>XIII</i>
Geleitwort	<i>XVII</i>
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	Grobe 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/Spezifizität	68
4.5.1.2	Arbeitsbereich (range)	69
4.5.1.3	Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze DIN 32645 [15]	69
4.5.1.4	3σ -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-/Projekttablauf	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	Projekttablauf/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	Projekttablauf/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	Projekttablauf/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	Projekttablauf/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	Projekttablauf/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	Projekttablauf/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 Schutzkleidung 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