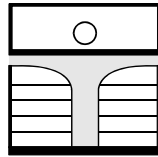


HOCHSCHULE



ZITTAU/GÖRLITZ (FH)
University of Applied Sciences

Kolloquium/Gastvorlesung

Prof. Dr. Werner Engewald

Universität Leipzig, Fakultät für Chemie und Mineralogie, Institut für Analytische Chemie

zum Thema

**"Moderne GC und GC-MS:
Schnell, leistungsfähig und zuverlässig"**

Zeit: **Donnerstag, 01.11.2007, 12.30 Uhr**

Ort: **Haus I, Raum 31**

Alle Interessenten, KollegInnen und StudentInnen sind sehr herzlich eingeladen!

Prof. Dr. Manfred Gey
Sprecher der FG Biotechnologie

"Moderne GC und GC-MS:
Schnell, leistungsfähig
und zuverlässig"



Gastvorlesung/Kolloquium
von Prof. W. Engewald
(Universität Leipzig)
an der Hochschule Zittau (FH)
am 01.11.2007

Prof. Werner Engewald
Ein Leipziger "**Rat-Haus**"
in Sachen Chromatographie!



Von der
Glaskapillare
(links)
zur Fused-Silica-
Kapillare
(rechts)



W. Engewald

Universität Leipzig

Institut für Analytische Chemie



Moderne GC und GC–MS: Schnell, leistungsfähig und zuverlässig

01.11.2007 Hochschule Zittau/Görlitz (FH)

Gaschromatographie I

- Methode der Wahl für die Trennung **flüchtiger Verbindungen**

Dampfdruck der Analyten bei Säulentemp. > 0,1 torr

- ☹ **begrenzte Anwendbarkeit**

MW < 600 (1000) Dalton

K_p < 500°C

C-Zahl < 50

Erweiterung des *Anwendungsbereiches* durch

- Derivatisierung polarer Verbindungen in flüchtige Derivate
- definierte thermische Zersetzung der Probe: Pyrolyse-GC

☺ Übergang in die Gasphase ist elegante Möglichkeit zur Abtrennung der Analyten von unverdampfbarer bzw. schwerflüchtiger Probematrix

- **Dosierung**

Verschiedene Varianten zur

- Dosierung von verdünnten Lösungen: splitless, cold on-column, PTV
- Dosierung großer Probevolumina
- lösungsmittelfreien (“trockenen”) Dosierung

Gaschromatographie II

- **Hohes Trennvermögen**

Kapillarsäulen: L = 25-60m

N = 100.000 – 300.000

Peakkapazität: 100 – 500(...1000)

$\alpha > 1,02$

- **GC/MS**

Kopplung von 2 „Gasphasentechniken“

MS als universal- oder massenselektiver Detektor zur **Identifizierung** und **Quantifizierung** (schnell, robust, nachweisstark, großer linearer Bereich)

⇒ leistungsfähige und konkurrenzlose Kombination zur Analyse flüchtiger Gemische

- **Vorteile der GC**

hochauflösend, empfindlich, schnell, genau, präzise, automatisch, robust

⇒ weitverbreitete Methode: über 400.000 GC-Geräte weltweit

Fettsäuremethylester-Standardgemisch

Injektor: KAS 4; 280°C

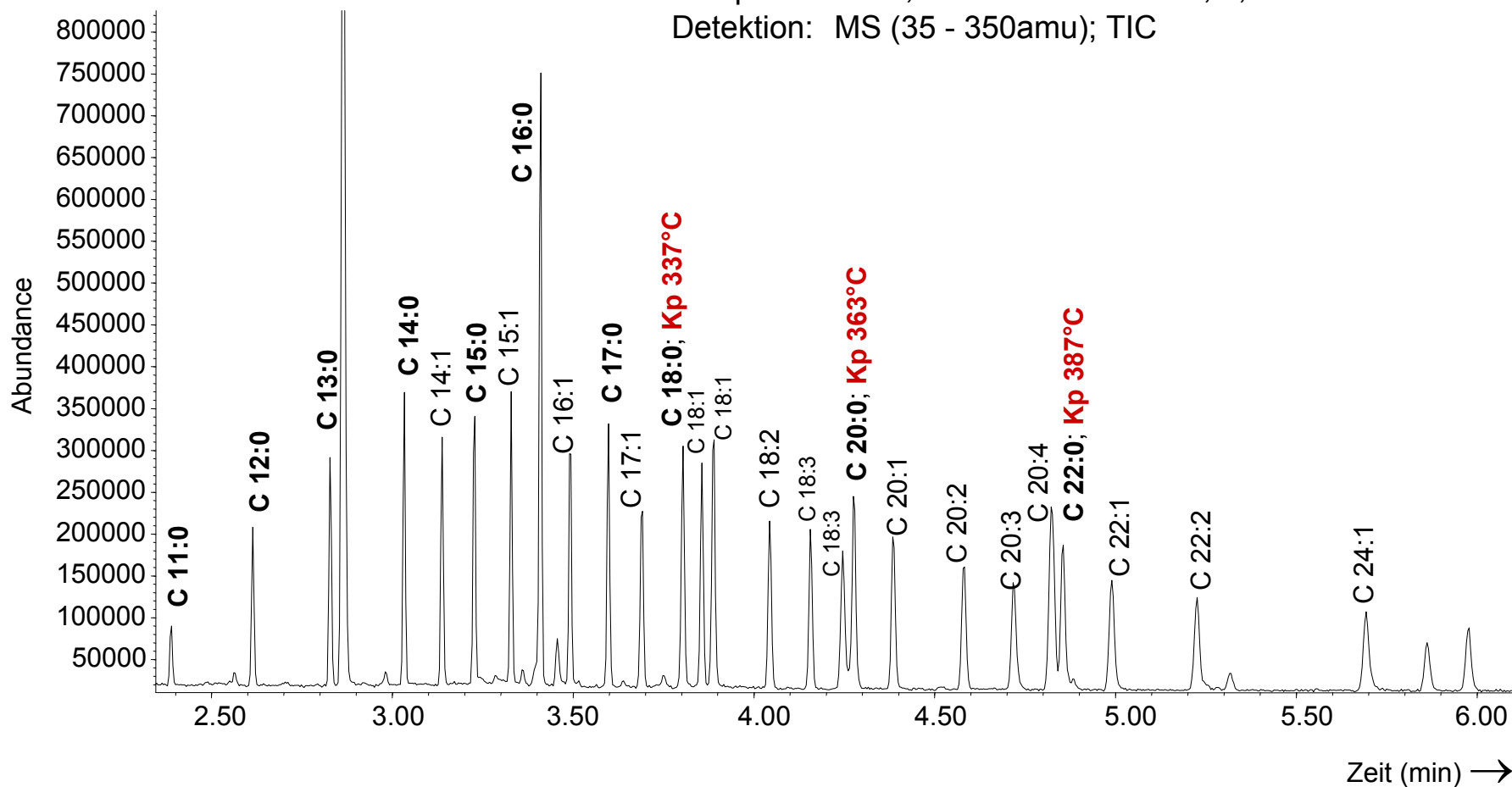
Trärgas: Helium; konst. Fluß; 1,3mL/min

Split: 1:358

Säule: high polarity cyanophase (10m x 0,1mm x 0,1µm)

Temp.: 40°C; 43°C/min → 185°C; 9,5°C/min → 215°C

Detektion: MS (35 - 350amu); TIC



Neuere Entwicklungen in der GC

- Schnelle GC
 - Comprehensive two-dimensional GC (GC x GC)
 - Verbesserte Spurenanalytik
-
- Gerätetechnik
 - neue Gerätegeneration für Labor-GC und GC-MS (seit 1995)
 - Miniaturisierung: mobile GC, Prozeß-GC
 - Trennsäulen
 - verbesserte Eigenschaften
 - Software
 - verbesserte Auswerte-, Simulations- und Optimierungsprogramme

Verbesserte GC-Spurenanalytik

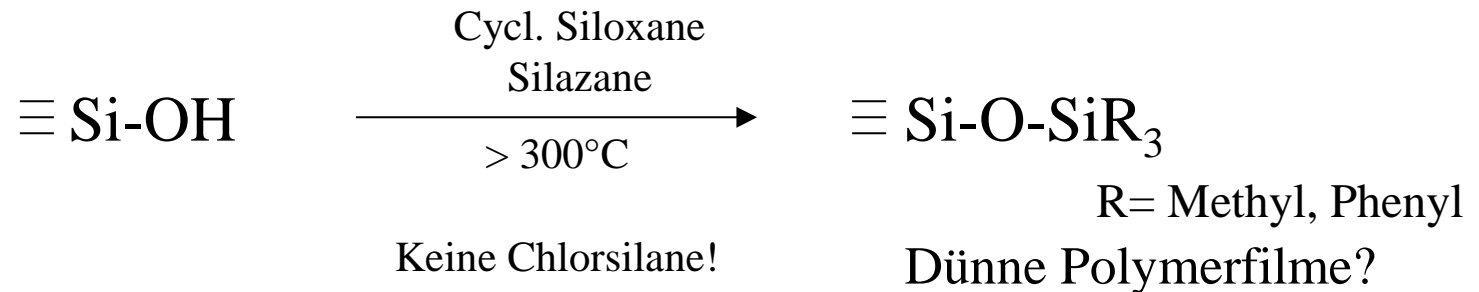
durch eine Reihe von Weiterentwicklungen und Techniken:

- **Schonende (kalte) Probeaufgabetechniken** für verdünnte Lösungen:
 - Cold on-column injection
 - Programmed temperature injection (PTV)
- **Dosierung großer Probevolumina** (large volume injection LVI)
- Direkte Kopplung der GC mit **Extraktionstechniken**
 - HS, SPME, SBSE, Thermodesorption
- **Inerte** (deaktivierte) **Oberflächen** für alle Bauteile und Leitungen, die bei höherer Temperatur mit der Probe in Berührung kommen
- stabilere **Trennsäulen**
- vielseitigere, empfindlichere und robustere **MS-Detektoren**

Desaktivierung von Oberflächen

- **Glas- und Quarzoberflächen (z.B. Liner)**

Hochtemperatursilylierung



- **Metalloberflächen (Leitungen, Fittings)**

Abscheidung einer dünner Beschichtung auf Silica-Basis und Silylierung
(chemical vapour deposition)

→ temperatur-, wasser- und säurebeständig, flexibel

z.B. Silicosteel (Restek)

Schnelle GC

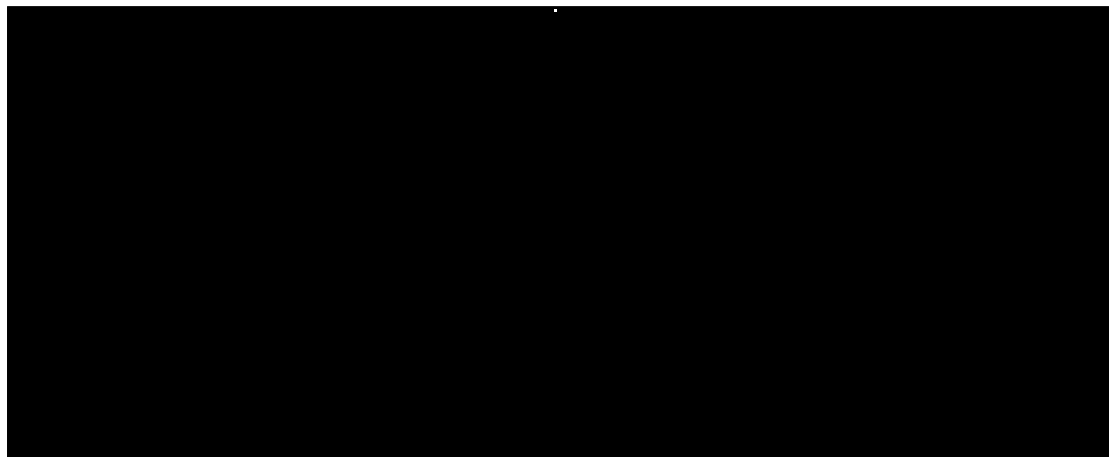
- Zur **Verringerung der Analysenzeit sind verschiedene Wege möglich**

hauptsächlich

- H₂ oder He als Trägergas
 - hohe Trägergasgeschwindigkeiten ($u > u_{\text{opt}}$)
 - kürzere, enge Säulen
 - Temperaturprogramm mit hohen Heizraten
 - Säulenschalten
- Die **einzuschlagende Strategie** ist stark problem- und probebezogen
 - Zielstellung: target oder non-target Analyse?
alle oder nur einige Peaks von Interesse?
erforderliche Auflösung?
Universal- oder selektiver Detektor?
 - Zusammensetzung der Probe: Struktur des Chromatogramms:
wie sind Peaks über das Chromatogramm verteilt?
Siedebereich?

Gaschromatographische Trennung

Auftrennung des Testgemischs 1



Injektor: 240°C, **split: 1:100**, T-Programm: 40°C (1 min) → 10°C/min → 280°C (10 min),
Trärgas: Helium, Vordruck: **41 kPa**, $u = 34,2$ cm/s, Fluß: 0,9 ml/min

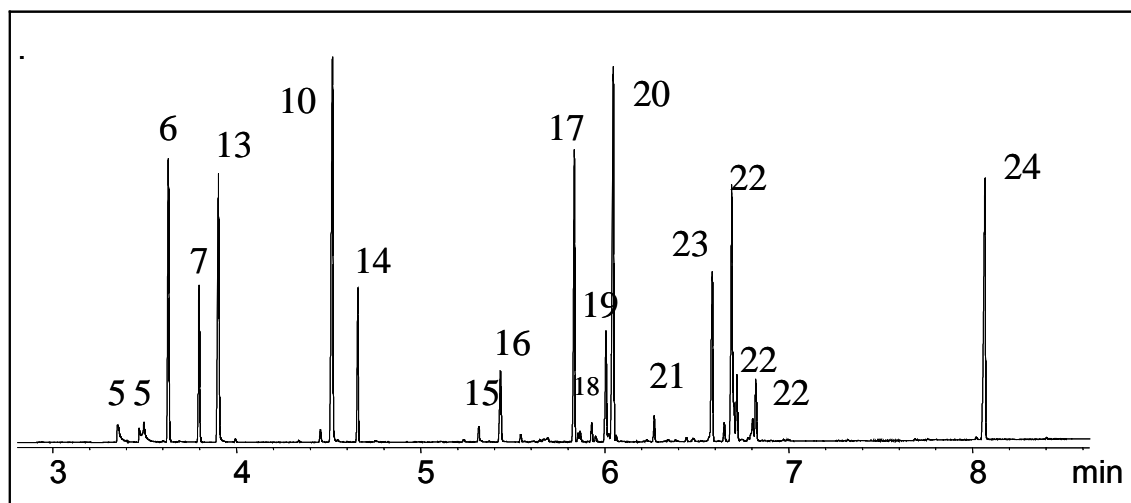
klassisch

Detektor: MSD

Säule: 30 m * 0,25 mm * 0,25 μ m

DB-5

Analysendauer: 25 min - zu lang !



Injektor: 240°C, **split: 1:300**, T-Programm: 40°C (0,5 min) → 26,5°C → 280°C (1 min), Trärgas:
Wasserstoff, Vordruck: **225 kPa**, $u = 47$ cm/sec, Fluß: 0,5 ml/min

schnelle GC

Detektor: FID

Säule: 15 m * 0,1 mm * 0,1 μ m

SPB-5

Analysendauer: 8,5 min

Miniaturisierung in GC

➔ klein, schnell, geringer Gas- und Energieverbrauch

80'er **Chip-GC** (Stanford University/USA)

Gasdosierventil, Säule (1,5 mx0,135 mm) & μ -WLD auf Silicon wafer (\varnothing 5 cm)

90' er • **Mikro-GC's**: meist in 19"-Format: Säule wieder extra, WLD, PID
Gasanalyse

• **mobile GC/MS**: \Rightarrow PKW-Kofferraum

2000' er **Chip-Technologie, Mikrosystemtechnologie**

• **Prozeß-GC**

Micro SAM (Siemens)

• **Mini-GC's**

GCM 5000 (Scheckkartenformat/SLS)

Säule 86 cm x 0,05 mm, μ -WLD

• **Mini-GC/MS**

IR-beheizter Säulenofen (Airsense)

• **Labor-GC**

\Rightarrow Einbausätze für kommerzielle Geräte

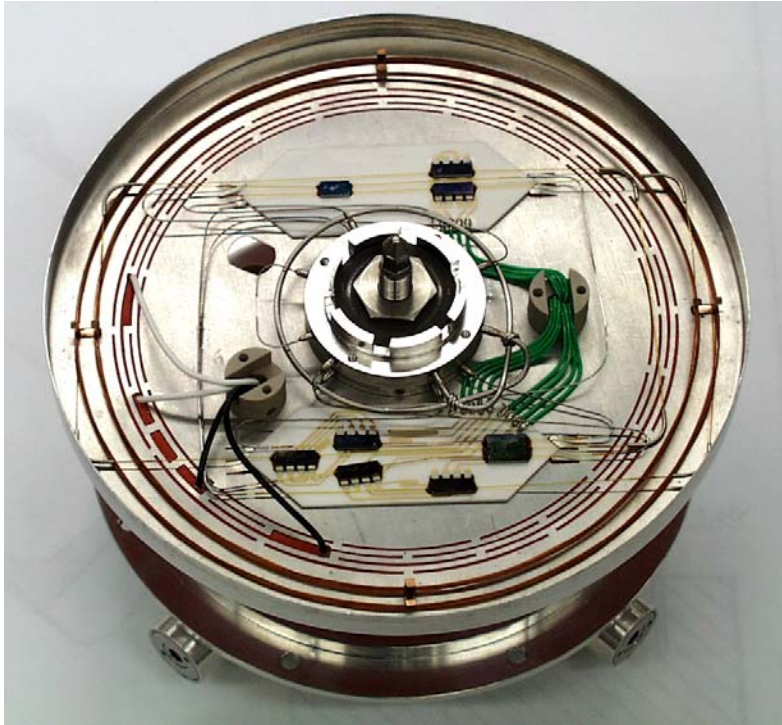
Mikrowellenbeheizung (ANTEK)

\Rightarrow Kompaktgeräte

CSI 200 (Unicam):

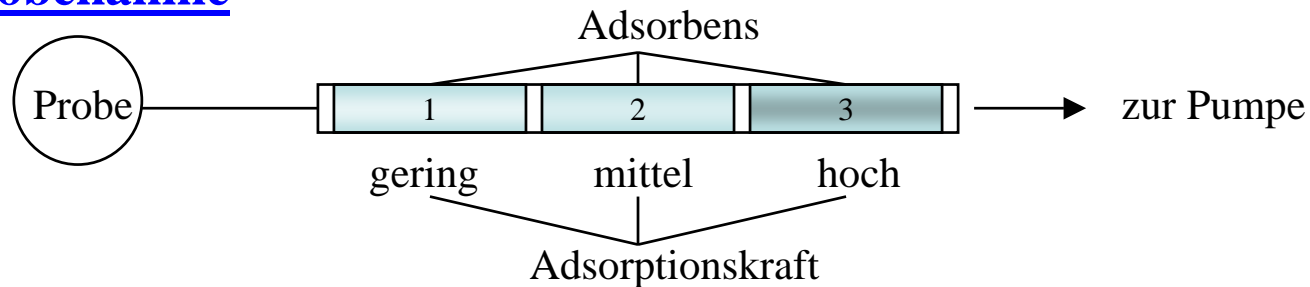
Wärmeaustauscher-Heizung

MicroSAM



Adsorptive Anreicherung-Thermodesorption-KGC

1. Probenahme



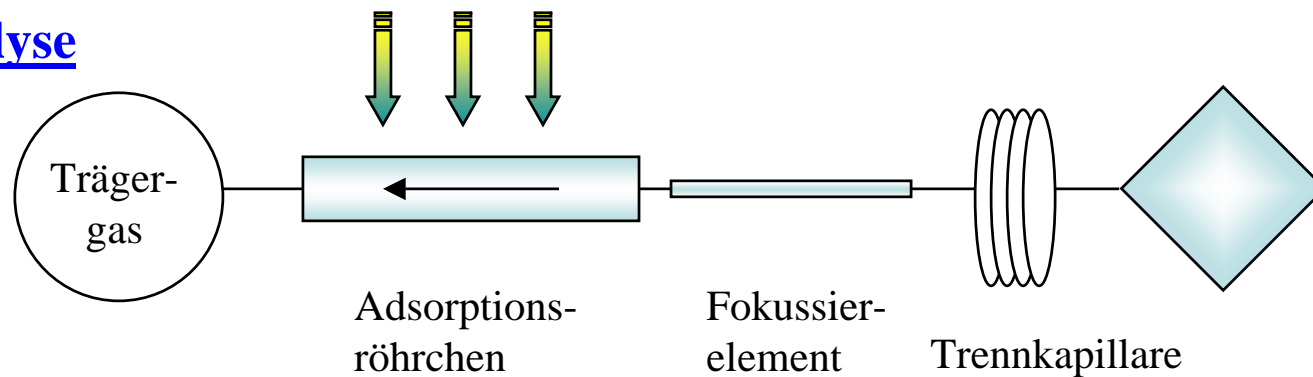
Adsorptionsröhrchen:

6mm A.D. * 4mm I.D. * 115mm
100 - 400 mg Adsorbens

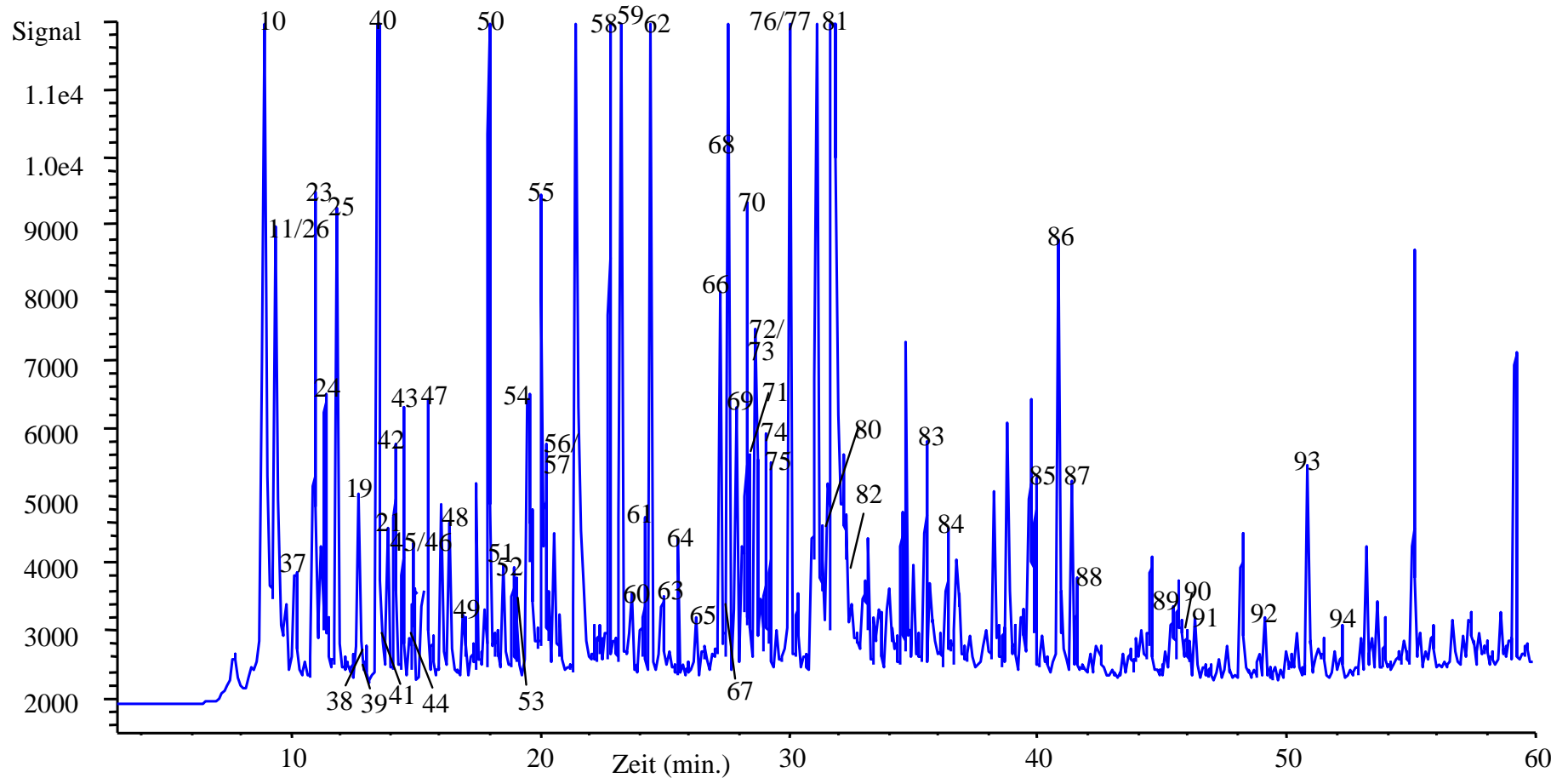
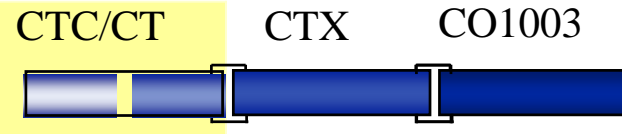
Probenahmeparameter:

$F = 20 - 200 \text{ ml/min}$
 $V = f (\text{BTV, T, abs. NWG})$
 $= 0.5 - 50 \text{ l}$

2. Analyse



Realprobenahme - Mittelflüchtige Verbindungen



19.02.1998, Meßpunkt Universitätshochhaus untere Station , ca. 8 l Luft

Lösungsmittelfreie („trockene“) Dosiervarianten II

- **SPME** **S**olid **p**hase **m**icro**e**xtraction, **Festphasen-Mikroextraktion**
 - 1) Extraktion der Analyten aus wässrigen Proben oder dem Dampfraum an einer beschichteten Faser (z.B. PDMS, Polyacrylat, Carboxen...)
 - 2) Thermodesorption/Verdampfung in heißem GC-Injektor

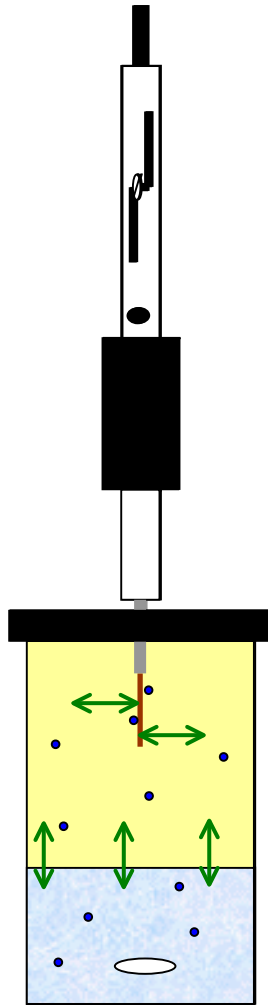
- **SBSE** **S**tir **b**ar **s**orptive **e**xtraction
 - 1) Extraktion an der Beschichtung eines Rührstabes (“Twister“)
 - 2) Desorption in einem Thermodesorber

- **SPDE** **S**olid **p**hase **d**ynamic **e**xtraction (**in-tube SPME**)

Extraktionsphase befindet sich an Innenwand der Kanüle einer Spritze

 - 1) Extraktion durch mehrfache Pumpbewegung der Spritze
 - 2) Desorption im heißen GC-Injektor

Prinzip der HS-SPME



- Extraktion aus dem Gasraum (Kopfraum) über flüssigen, festen oder heterogenen Proben
- Dreiphasensystem aus Probe (S), Gasraum (G) und Faserbeschichtung (F)
- Zweiphasengleichgewichte:
Flüchtige Analyte verteilen sich zwischen den drei Phasen in Abhängigkeit von Verteilungskoeffizient, Temperatur und Volumenverhältnis der Phasen:

$$K_{GS} = \frac{C_G}{C_S}$$

$$K_{FG} = \frac{C_F}{C_G}$$

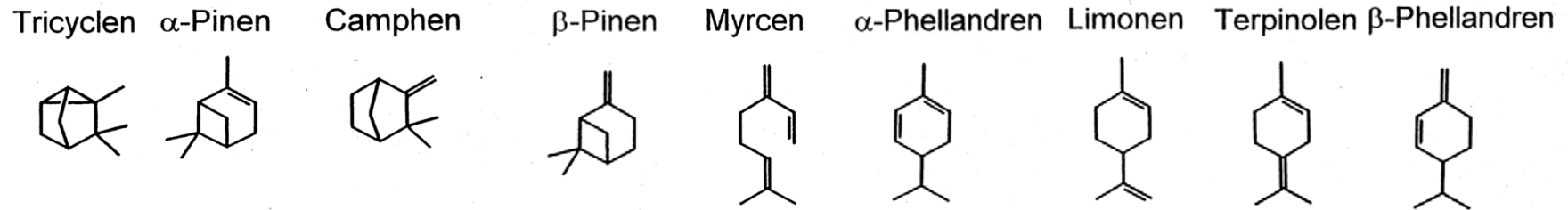
T ↑

K_{GS} ↑

K_{FG} ↓

Unterscheidung von Kiefernarten anhand des Monoterpenkohlenwasserstoff - Musters

- **Probe :** 1 ... 15 einjährige Nadeln von fünfnadligen Kiefern,
in 3 mm große Stücke geschnitten
- **HS-SPME :** 22 ml HS – Vials
2 h bei 40 °C thermostatiert
5 min extrahiert bei 40 °C mit 30 µm PDMS - Faser
- **GC-Analyse :** Desorption: 30 s bei 250 °C
Säule: HP Innowax 30 m x 0,25 mm ID x 0,5 µm d_f
Temperaturprogramm: 45 °C (0,5 min) – 12°C/min – 100 °C

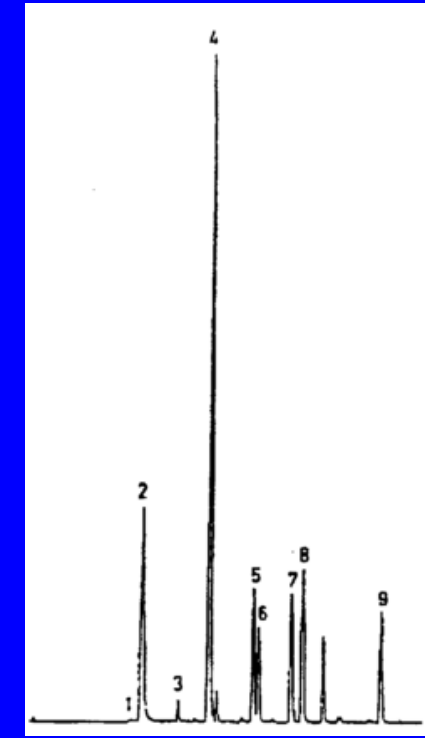
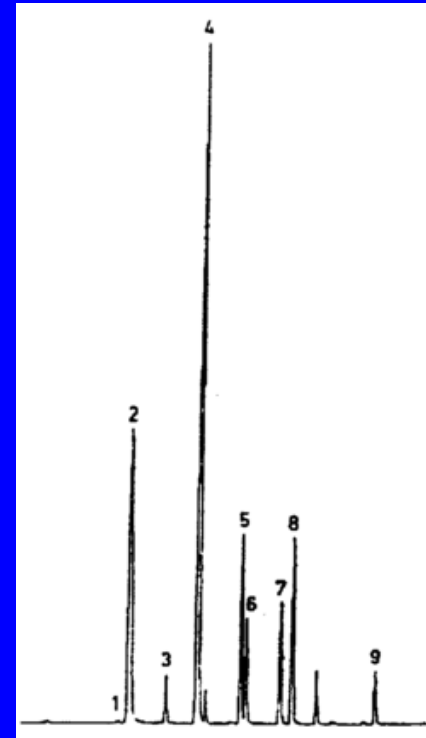
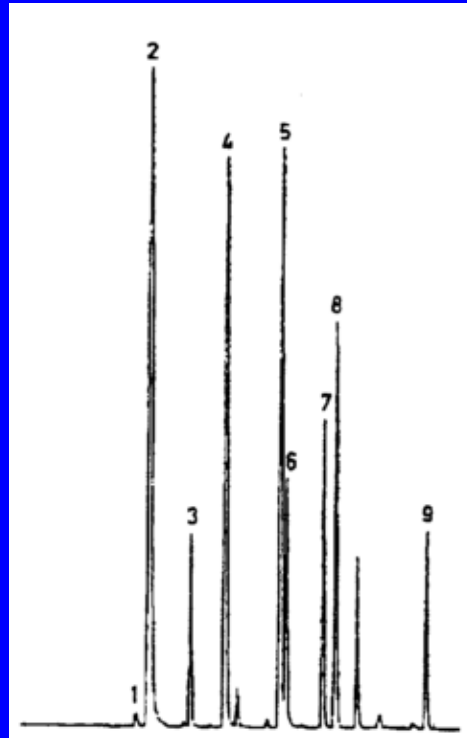
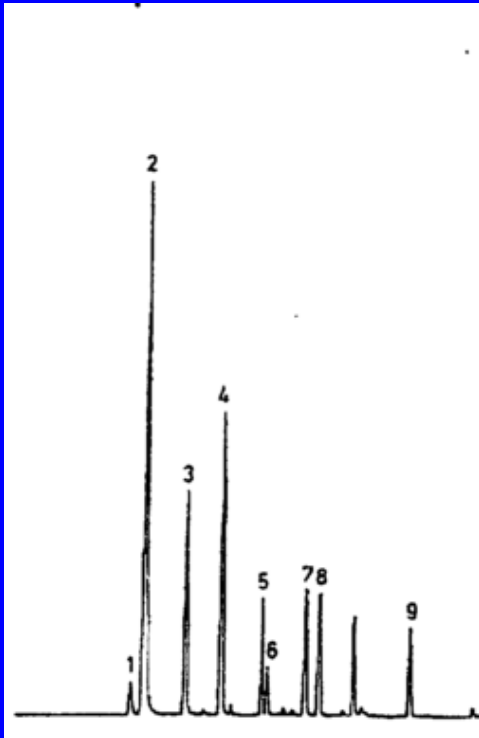


Pinus peuce
Rumelische Kiefer

Pinus strobus
Weymouthskiefer

Pinus schwerinii
Kulturhybride aus
Weymouthskiefer und
Himalaya Kiefer

Pinus monticola
Westamerikanische
Weymouthskiefer



Peak **Substanz**

1	Tricyclen	6	α - Phellandren
2	α - Pinen	7	Limonen
3	Camphen	8	β - Phellandren
4	β - Pinen	9	Terpineolen
5	Myrcen		

aus:

J. High Resol. Chromatogr. 18 (1995) 587-592

Stir Bar Sorptive Extraction (SBSE)

▪ Beschichtetes Rührstäbchen (Twister®)

Rührstäbchen für Magnetrührer, das mit einem 0,5 - 1 mm dicken Mantel aus Polydimethylsiloxan (PDMS) überzogen ist



▪ Durchführung (wässrige Proben)

1. Extraktion: 20 – 120 min Rühren in einem Vial
2. Abspülen mit dest. H₂O und Trocknen
3. Desorption/Verdampfen im Thermodesorber



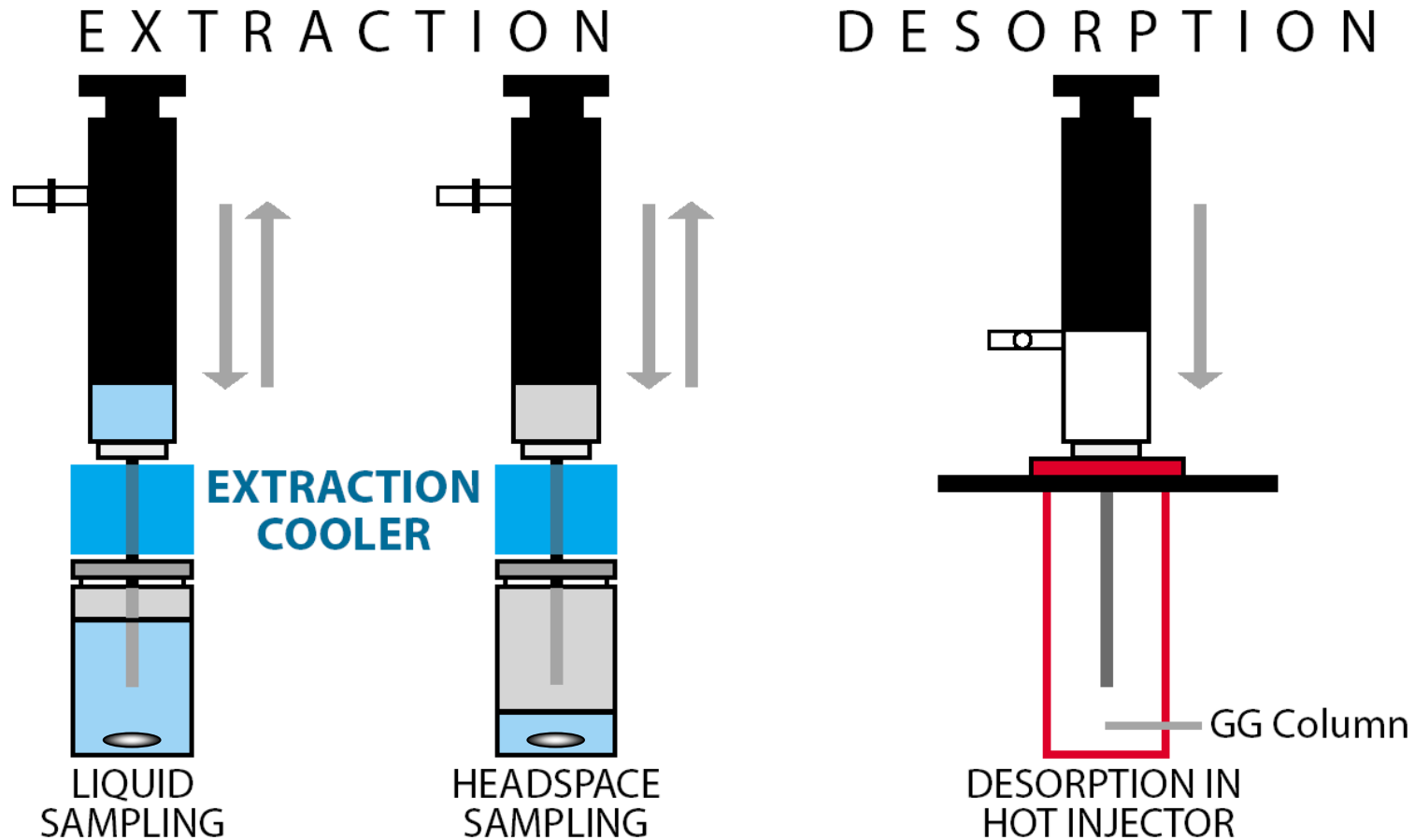
▪ Vergleich mit SPME

- ☺ größere Menge an Extraktionsmittel (50–200 µl)
 - ⇒ günstigeres Phasenverhältnis
 - ⇒ größere Extraktionsausbeute
 - ⇒ 200 – 2000x empfindlicher, Split-Injektion möglich
- ☹ Thermodesorber erforderlich
(noch) nicht vollautomatisierbar

SPDE Solid Phase Dynamic Extraction (in-needle extraction)

- **Gasdichte Spritze** (2,5 μL) mit einer **innen beschichteten Nadel**
Extraktionsmittel befindet sich an der inneren Oberfläche der Nadel:
PDMS, Me-Phenyl-Silikon, Me-Phenyl-Cyanopropyl-Silikon, PEG,
PDMS / CMS (Kohlenstoff-Molekularsieb)
- **Extraktion:**
Wiederholtes (20x oder mehr) Ansaugen und Ausstoßen der Probe
(Flüssigkeit, Dampfraum) in die Spritzennadel bei konstanter Temperatur
- **Desorption:**
GC-Injektor (split/splitless oder PTV-Injektor) im TG-Strom
- **Vorteile (gegenüber SPME):**
 - größere Menge Extraktionsphase (ca 4,5 μL) → **hohe Empfindlichkeit**
 - schneller Stoffaustausch durch Rühren und schnelle Kolbenhübe
→ **kurze Extraktionszeiten**
 - automatischer Ablauf
 - kein Thermodesorber erforderlich
 - Nadel kann gekühlt werden

SPDE Solid Phase Dynamic Extraction (in-needle extraction)

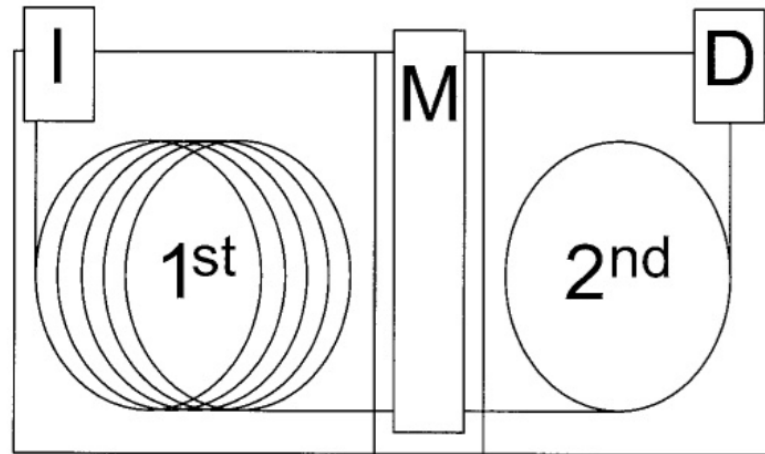


Needle cooling device for volatile compounds

→ simultaneous sample heating and needle cooling

Gerätesystem für die GC x GC

Klassische Säule
Unpolare stat. Phase
TPGC



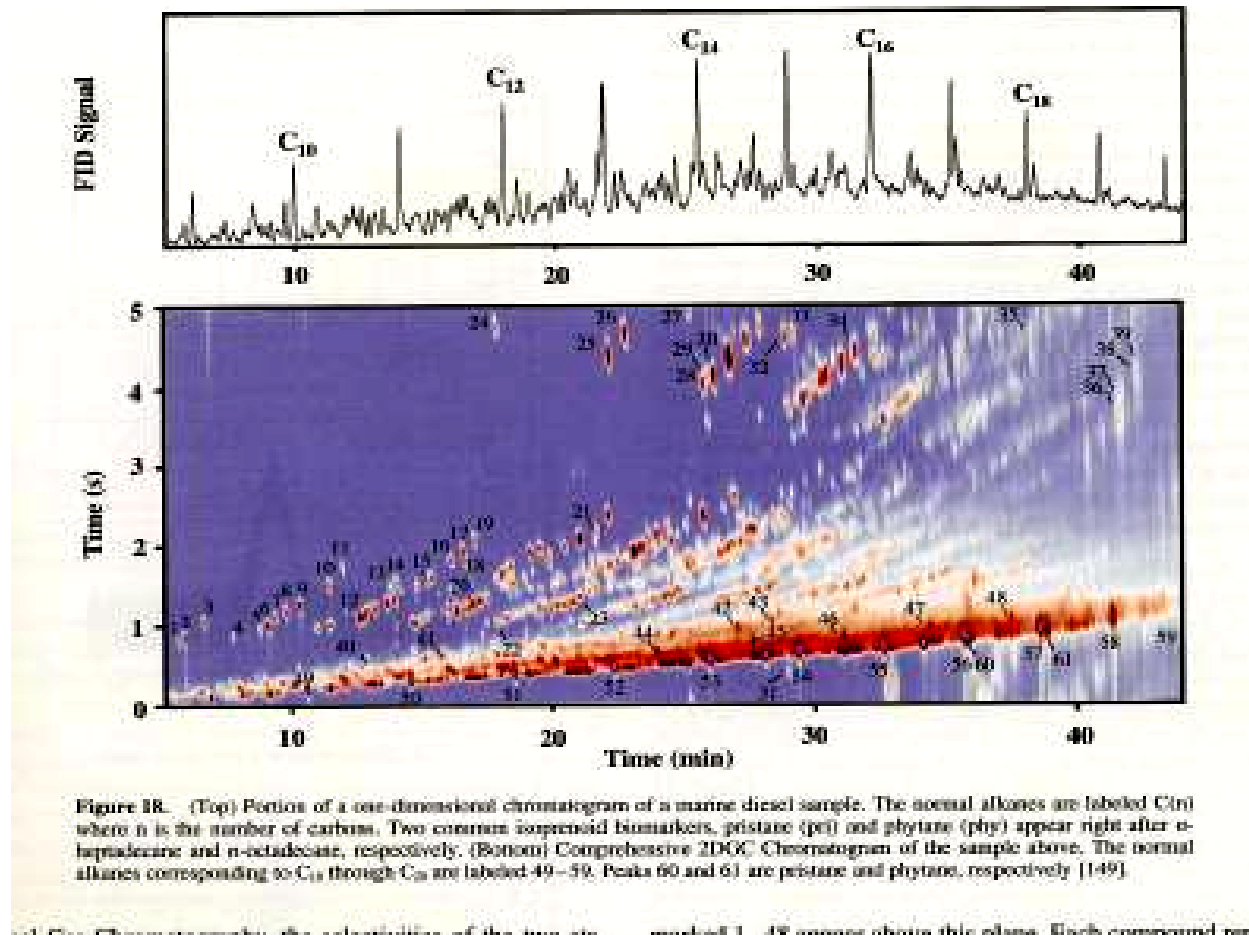
sehr kurze, schnelle Säule
Polare stat. Phase
Extrem schnelle Trennung
(5-10s): isotherm oder
TPGC

Thermomodulator
Kryo-Modulator

⇒ cyclische Folge schmaler cuts

Eluat der 1. Säule wird kontinuierlich in viele kleine Fraktionen zerlegt, die fokussiert und in kurzen Abständen (6-20s) auf die 2. Säule überführt werden

Ein- und zweidimensionales Chromatogramm eines Dieselöls



G.S. Fry singer, Environ. Sci. Technol. 1999, 33, 2106

Comprehensive two-dimensional GC (GC x GC)

▪ Vorteile

– hohe Auflösung:

echte zweidimensionale Trennung über *gesamten* Retentionsbereich
→ vergrößerte Peakkapazität ($n_1 \times n_2$)

– Hohe Empfindlichkeit:

erhöhte Signalintensität durch Fokussierung der Fraktionen im Modulator zu sehr schmalen Banden sowie 2. Säule mit engem ID
→ Absenkung der Nachweisgrenze

– “strukturierte“ Chromatogramme:

erleichterte Zuordnung und Identifizierung der getrennten Verbindungen

▪ Anwendungen

Untersuchung sehr komplexer Gemische

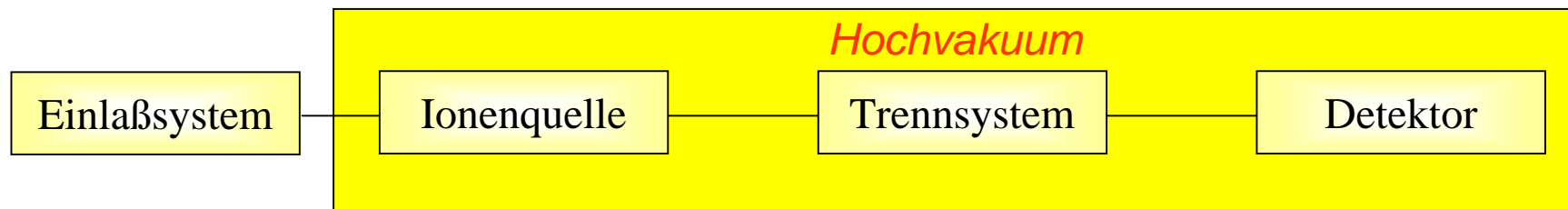
z.B. Erdöldestillate, Nahrungsmittel, Ätherische Öle, Sedimente, Flugasche, Zigarettenrauch, Pyrolyse-GC

Massenspektrometrie (MS)

- **Massenspektrometrie (MS)**

Trennung von Ionen nach ihrem Verhältnis von Masse zu Ladung (m/z) in der Gasphase und Registrierung der relativen Intensitäten der getrennten Ionen

- **Massenspektrometer**



Direkteinlaß

HPLC

GC

CE

Ionisierungstechniken:

EI Elektronenstoß

CI Chemische I.

API Atmospheric Pressure I.

ESI Electrospray I.

APCI Atm. Pressure Chemical I.

Quadrupol (Massenfilter),
Iontrap (Ionenfalle),
TOF-MS (Flugzeit-MS)

Ionisierung, Fragmentierung und Umlagerung

❑ Ionenquelle

1. Ionisierung der Moleküle (10^{-16} s)
→ Molekülionen (Radikalkationen M^+)
2. Zerfall und Umlagerung der Molekülionen (unimolekulare Gasphasenreaktionen, kinetisch oder thermodynamisch kontrollierter Zerfall)
→ mehrere kleinere Ionen : Fragmentionen oder Umlagerungsprodukte

❑ Art und Häufigkeit der gebildeten Ionen hängt ab von

- der Energie, die bei der Ionisierung auf das Molekül übertragen wurde
- der Stabilität des Molekülions
- der Stabilität der beim Zerfall gebildeten Fragmentionen, Radikale und Neutralteilchen

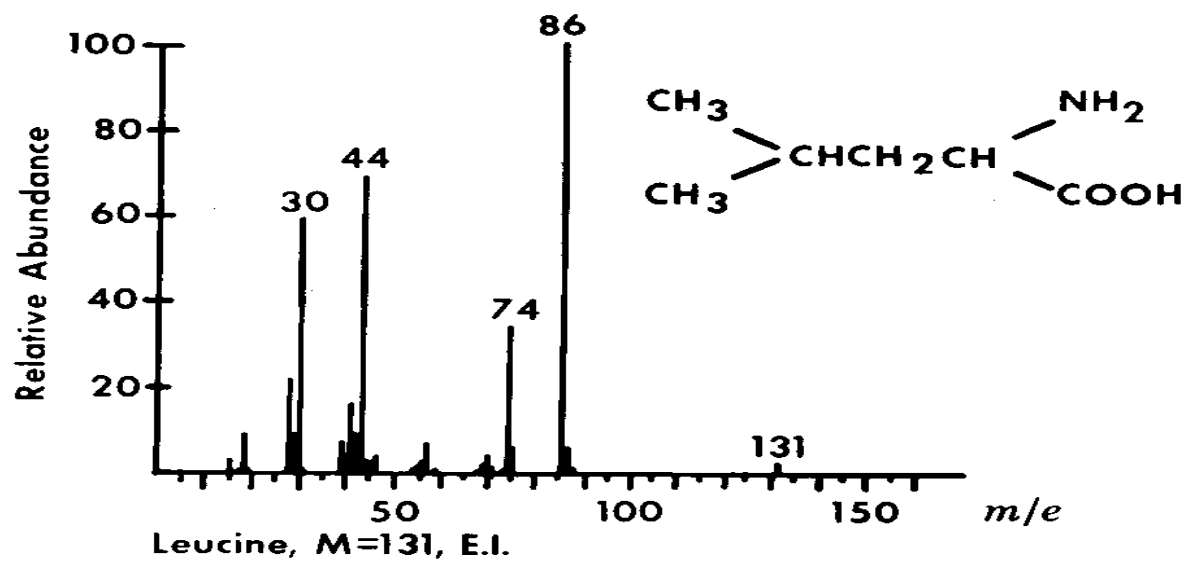
❑ Elektronenstoßionisation bei 70 eV : “harte Ionisation“

strukturtypische Zerfallsreaktionen → reproduzierbare und substanzcharakteristische Spektren (Spektrenbibliotheken)

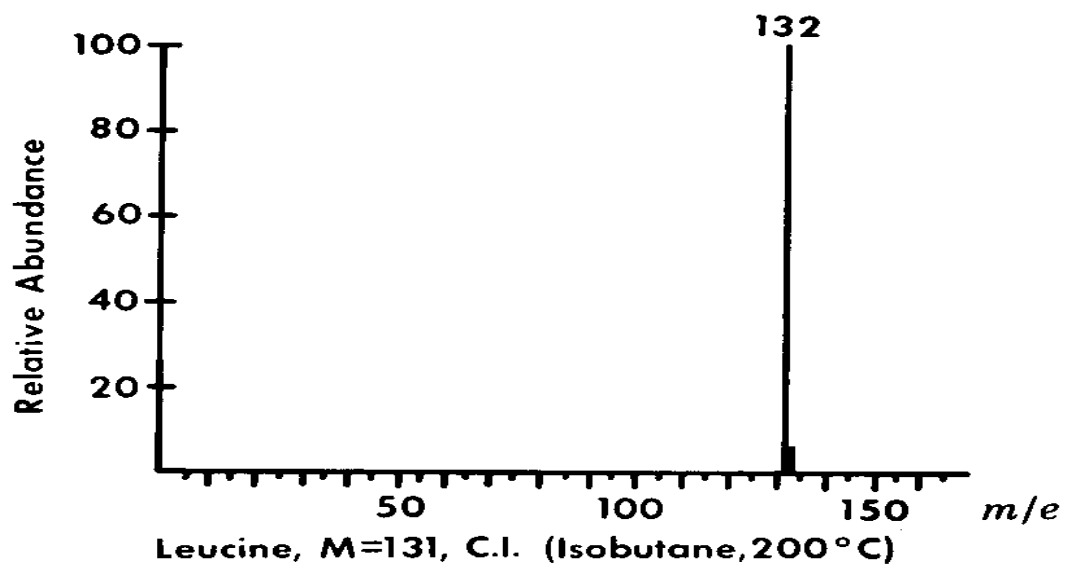
❑ “Weiche Ionisierungstechniken“

Bildung von Molekülionen oder Quasi-Molekülionen ($[M+1]^+$, $[M-1]^-$) oder Adduktionen
kaum Fragmentierung

EI



CI



From: Silverstein, Bassler, and Morrill

GC - MS

- **Ionisierung:**

 - EI Elektronenstoß → starke (strukturtypische) Fragmentierung

 - CI Chemische Ionisation (+/-) → keine / geringe Fragmentierung

 - PCI/NCI → **selektive Spurenbestimmung in matrixreichen Proben**

- **Trennsystem:** Quadrupol, Ion Trap, MS-MS, Flugzeitröhre (TOF)
⇒ „**Nominalmassenauflösung**“ (ganze Massenzahlen)

- **MS als Universaldetektor:** „Scan-Mode“

 - cyclische Registrierung der Massenspektren ⇒ Total-Ionenstrom-Chromatogramm (TIC)

 - Massenspektren ⇒ **Identifizierung:** Spektrenbibliotheken

- **Massenselektive Detektion (wählbar)**

 - Massenchromatogramm, Reconstructed Ion Chromatogramm
aus abgespeicherten Massenspektren

 - Selected Ion Monitoring (SIM-Mode), Registrierung von
ausgewählten Massenzahlen

GC–MS Aufnahmetechniken I

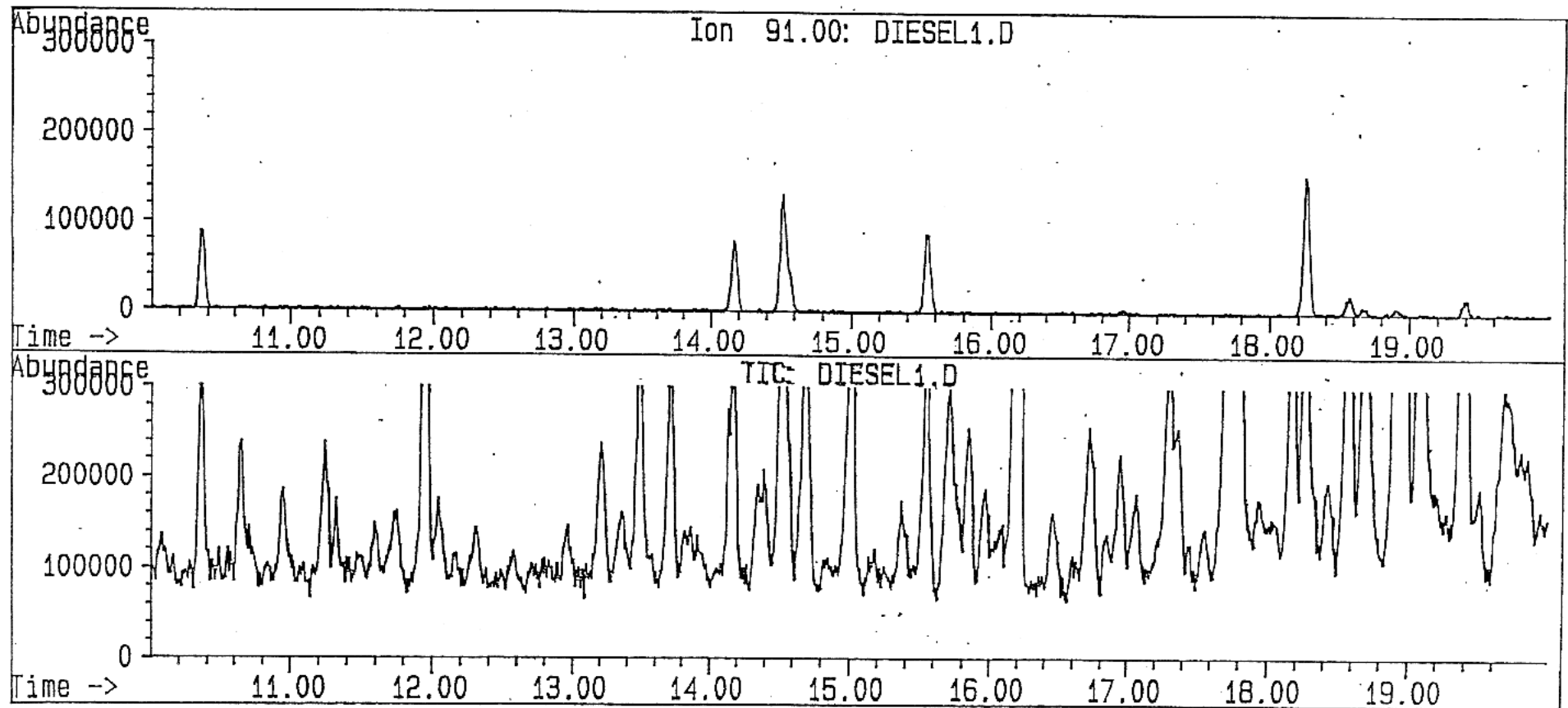
Scan-Modus: MS als Universaldetektor

- **Cyclischer Scan:** fortlaufender Durchlauf des ausgewählten Massenbereiches (z.B. 40-400) in sehr kurzer Zeit
→ 1-10 Massenspektren pro Sekunde, die abgespeichert werden
- Generierung des Chromatogramms durch Darstellung der aufsummierten Signalintensitäten gegen die Zeit
→ **Totalionenstrom-Chromatogramm (TIC)**
- Identifizierung der Substanzen durch Vergleich der gespeicherten Massenspektren mit **Spektrenbibliotheken**
→ Suchalgorithmen, Spektrendeconvolution
- **Massenfragmentographie (Reconstructed/Extracted Ion Chromatogram)**
Registrierung ausgewählter Ionenspuren aus den Scan-Daten
→ Erkennung und Auswertung koeluiender Verbindungen in komplexen Gemischen (massenselektive Detektion)

Total and Extracted Ion Chromatogram

Sample Name:
Misc Info:
ALS vial: 1

0.4 ul Diesel (schwefelarm)
DB-1, 60m*0.32mm ium, split 1:25, TP



GC–MS Aufnahmetechniken II

MS als massenselektiver Detektor

Registrierung des Signals nur für *eine* oder *einige wenige* charakteristische Massenzahlen:

Im Chromatogramm werden nur Verbindungen registriert, deren Massenspektren die eingestellten m/z-Werte aufweisen.

→ Suche nach bestimmten Strukturen mit bekannten Massenspektren
(**target analysis**)

2 Varianten:

a) Massenfragmentographie, Extracted Ion Chromatogram

Darstellung aus den gespeicherten Scan-Daten

b) SIM-Modus (Selected Ion Monitoring, Multiple Ion Recording)

Registrierung nur der eingestellten m/z-Werte (bis zu 6 Ionen):

10- bis 100-fach höhere Signalintensität als bei TIC

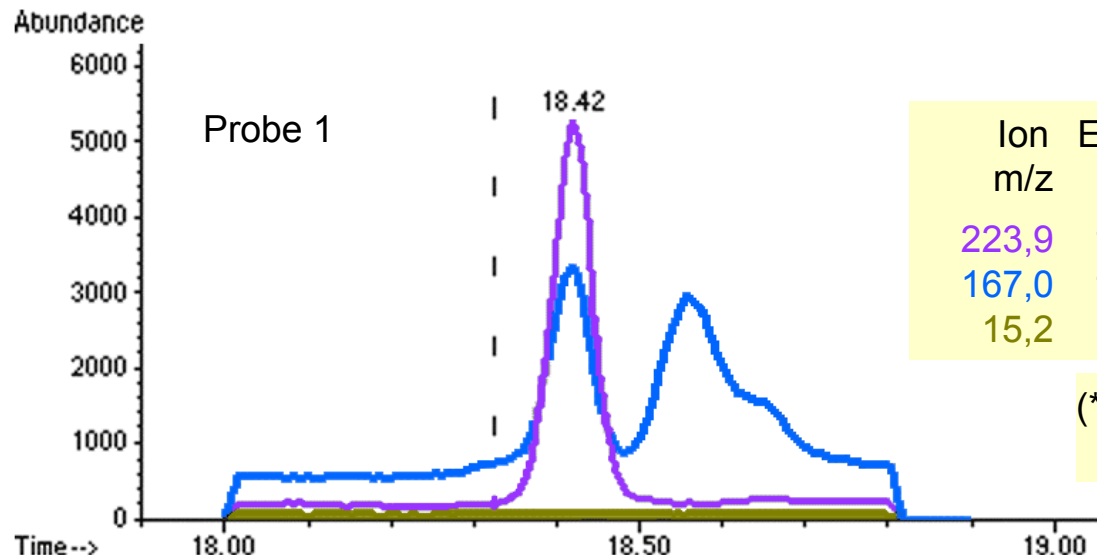
☺ Verbesserte Empfindlichkeit und Selektivität

→ Spurenanalyse von Targetverbindungen

☹ Verlust an molekülspezifischer Information (keine kompletten Massenspektren)

→ zur Identifizierung werden 3 charakteristische Ionen pro Zielanalyt registriert

GC/MS-SIM-Spurenanalyse von Dichlofluorid

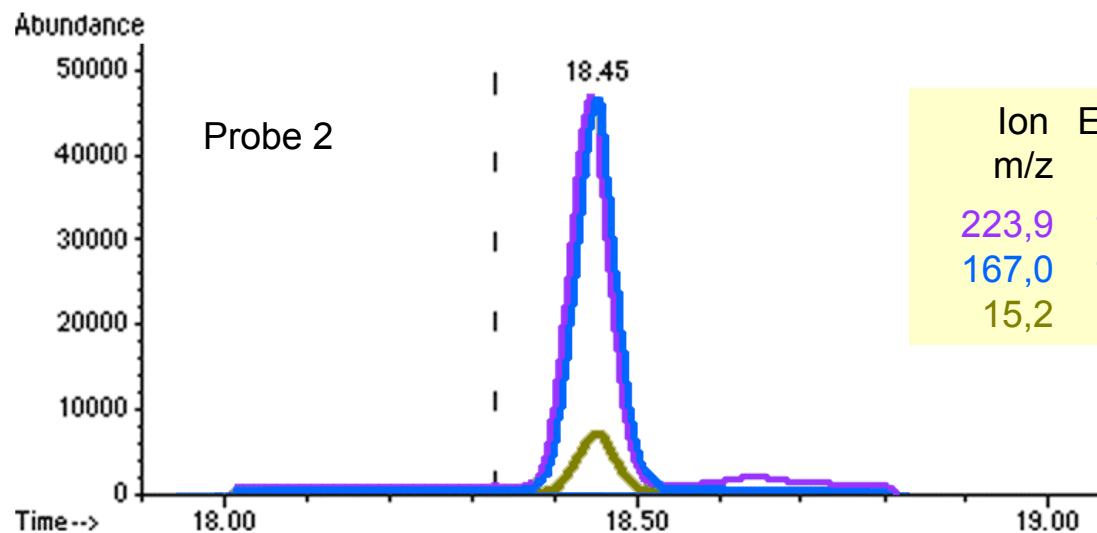


Ion m/z	Expected % (*)	Actual %
223,9	100,00	100,00
167,0	103,70	53,22
15,2	17,40	0,00

Quantifier Ion	+
Qualifier Ion	?
Qualifier Ion	-

(*) Kalibrierstandard

→ **Substanz nicht vorhanden**



Ion m/z	Expected % (*)	Actual %
223,9	100,00	100,00
167,0	103,70	98,27
15,2	17,40	14,59

Quantifier Ion	+
Qualifier Ion	+
Qualifier Ion	+

→ **Substanz vorhanden**

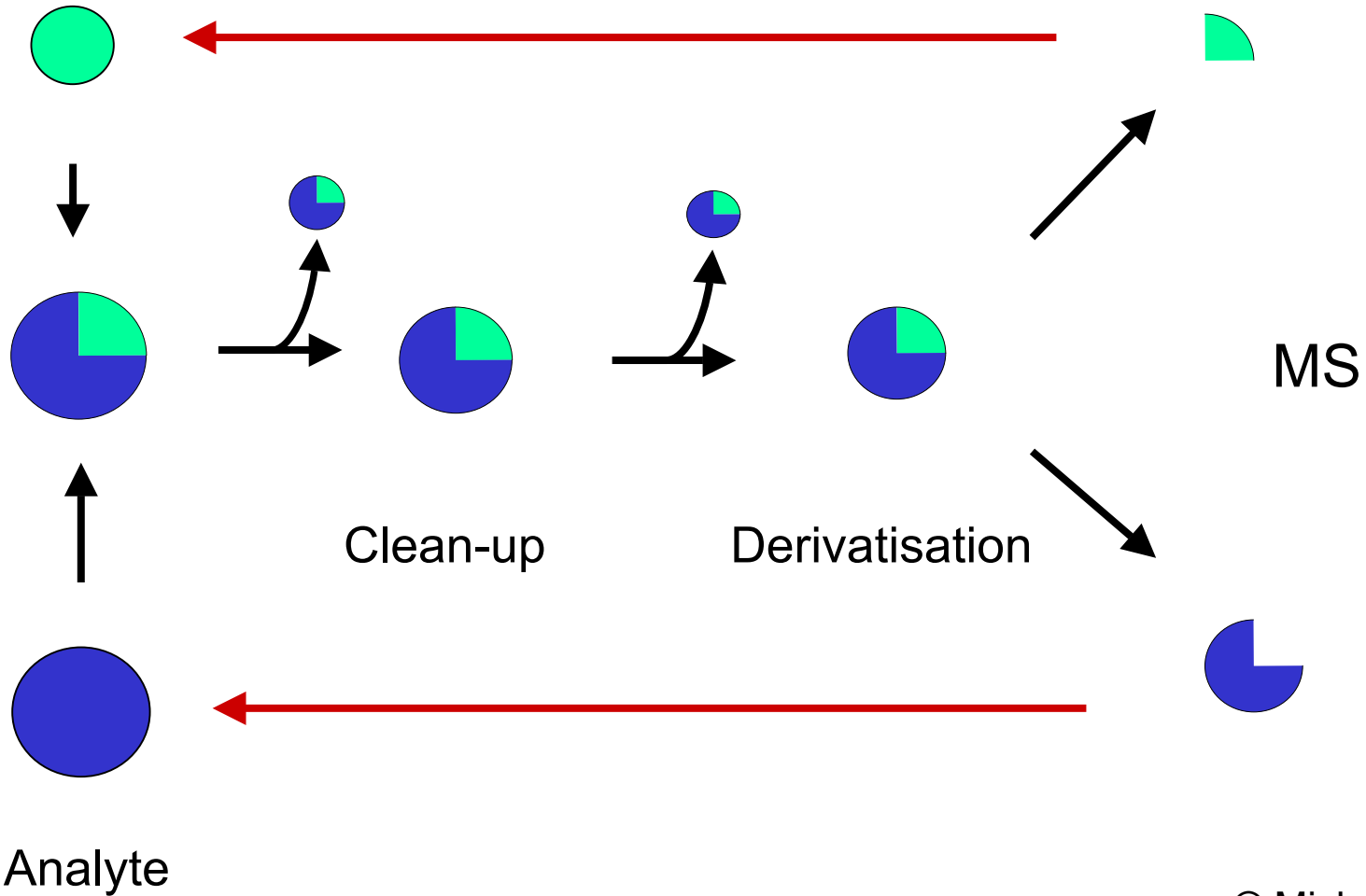
Isotopenverdünnungsanalyse (IVA)

□ Prinzip

- Zugabe einer definierten Menge des isotopmarkierten internen Standards zur Probe (möglichst in einem frühen Stadium der Probenvorbereitung)
- Das sich ergebende **Massenverhältnis Analyt/Standard bleibt während der gesamten analytischen Prozedur konstant**, da beide gleiche Eigenschaften besitzen :
 - Probenaufbereitung, SPE, Derivatisierung, Einengen...
 - Chromatographie, MS-Ionisierung
 - Unregelmäßigkeiten (Dosierfehler) und Verluste betreffen beide Substanzen gleichermaßen
- **Analyt und Standard können massenspektrometrisch** aufgrund ihrer unterschiedlichen Molmassen **unterschieden werden**
- Quantifizierung aus dem Verhältnis der Peakflächen (Intensitäten) von Zielanalyt und Standard

Prinzipie of a stable isotope dilution assay

Isotopologic
Standard



W. Engewald, Leipzig



Analytischer Sachverstand – woher, wozu ?

Ist analytische Kompetenz noch gefragt?

- *Leiter eines analytischen Labors* muß keine Ausbildung in analytischer Chemie nachweisen
- In geregelten Bereichen (Pharmazie, Lebensmittelüberwachung, med.Diagnostik) muß nach *genormten Analyseverfahren* gearbeitet werden (in den Arbeitsvorschriften sind alle Schritte ausführlich beschrieben)
- *Analysengeräte sind* kleiner, einfacher, robuster und *bedienerfreundlicher* geworden und mit umfangreicher Software ausgestattet
 - ⇒ einfachere Meßdatenerzeugung und –verarbeitung
 - ⇒ einfachere Bedienung und Wartung
- Analysengeräte werden als „Werkzeuge“ in anderen Fachdisziplinen eingesetzt
- Gerätehersteller bzw. –vertreiber bieten zunehmend *Problemlösungen* an
- Analytik ist *Kostenfaktor* in der Industrie geworden ⇒ out-sourcing

?Wieso brauchen wir dann noch geschultes und erfahrenes Personal in der Routineanalytik?

Aber: Analytik ist mehr als die Erzeugung von Meßdaten!

- Die Analytische Chemie befaßt sich mit der

Entwicklung und Anwendung von Methoden, Geräten und Strategien zur Untersuchung der qualitativen und quantitativen Zusammensetzung von Stoffen und chemischen Individuen sowie deren räumlicher Struktur und ihrem dynamischen Verhalten

⇒ Fähigkeit zur **Problemlösung**, d. h.

Erarbeitung einer problem- und objektbezogenen Analysenstrategie

⇒ Kritische **Auswertung und Beurteilung der Daten**

„Ein schlechter Analytiker produziert Meßdaten, ein guter schafft Fakten!“

- **2 Aspekte („bivalenter Charakter“ der Analytik)**

1. Eigenständige wissenschaftliche Disziplin

⇒ erfordert sowohl methodische Breite und als auch Tiefe (Spezialwissen)

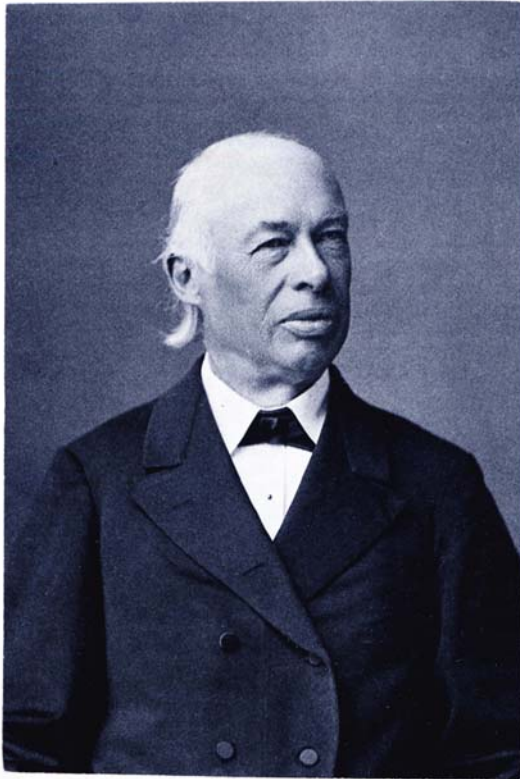
2. Basis von Erkenntnissen und Fortschritt in anderen Bereichen

Analytik a) als „Dienstleistung“ durch Analytiker

b) durch selbstständige Anwendung der Nutzer

stofflicher Fortschritt ⇔ methodischer Fortschritt

Carl Remigius Fresenius (1818-1897)



C. R. Fresenius

ab 1848 Lehre und Forschung im eigenen Chemischen Laboratorium in Wiesbaden

1862: Gründung der „Zeitschrift für Analytische Chemie“

Ankündigung des ersten Bandes:

„Ohne Mühe läßt sich nachweisen, daß alle großen Fortschritte der Chemie in mehr oder weniger direktem Zusammenhang stehen mit neuen oder verbesserten analytischen Methoden.

Den ersten brauchbaren Verfahrensweisen zur Analyse der Salze folgten die Erkenntnisse der stöchiometrischen Gesetze. Die Fortschritte in der Analyse der anorganischen Körper fanden ihren Ausdruck in den immer genaueren Äquivalentzahlen. Der genauen Methode zur Bestimmung der Elemente in organischen Körpern folgte der ungeahnte Aufschwung der organischen Chemie. Die Spektralanalyse führte sofort zur Entdeckung neuer Metalle usw..

Die Entwicklung der analytischen Chemie geht daher der Entwicklung der gesamten chemischen Wissenschaft immer voraus, denn wie frisch gebahnte Wege zu neuen Zielen, so führen bessere analytische Mittel zu neuen chemischen Erfolgen.“


Steigender Bedarf nach Analysendaten

- **Weiterentwicklung** von Chemie, Naturwissenschaften, Technik, Medizin, Lebenswissenschaften....
- **Basis für** politische, medizinische, juristische und wirtschaftliche **Entscheidungen**
⇒ Gesetzgebung, öffentliches Leben, Wirtschaft, Sport ...
- **Wettbewerbsfähigkeit der Industrie**
 - Überwachung von Produktqualität, Rentabilität ...
 - Analytik macht die Entwicklung von Hochtechnologien erst möglich (Bio-, Life-Science, Nanotechnologien, etc.)
- **Globalisierung der Märkte:**
 - freier und ungehinderter Verkehr von Waren und Dienstleistungen erfordert Transparenz über Qualität
 - Überwachung der Einhaltung von internationalen Vereinbarungen/Gesetzen
- **Sicherung/Verbesserung der Lebensqualität:**
Lebensmittelüberwachung, Verbraucherschutz, med. Diagnostik
- **Schutz der Umwelt**
Zunahme der Weltbevölkerung ⇒ Balance zwischen wissenschaftl.-techn. Fortschritt und Risiko (Risikoanalyse, Untersuchung kausaler Zusammenhänge)

Bedeutung der Analytik

- Weltweit werden jährlich über 10 Milliarden Analysendaten erhalten
über 50 % aller Messungen sind chemische Analysen
- 20 % der Publikationen, die jährlich in Chemical Abstracts referiert werden,
behandeln analytische Themen
- 20 % aller Universitäts-Absolventen im Fach Chemie in den USA arbeiten auf dem
Gebiet der Analytischen Chemie
- Analytische Industrie ist ein bedeutender Wirtschaftsfaktor:
jährlicher Umsatz weltweit über 10 Mrd. €
Wachstumsrate über 10 % (gegenwärtig bes. MS)

Analytischer Sachverstand, wozu?

- *Modernes Gerät* ist noch kein Garant für brauchbare analytische Ergebnisse
 - ⇒ Analytik an Leistungsgrenzen
 - komplexe, matrixreiche Proben
 - extreme Spurenanalyse
 - Minorkomponentenanalyse
 - ⇒ Neue Methoden in Routineanalytik z.B. LC-MS/MS
- genormte Analytik
Voraussetzung für vergleichbare Ergebnisse (aber nicht automatisch richtige Ergebnisse)
- zufällige Fehler
ein Kriterium für Erfahrung und Glaubwürdigkeit des Analytikers
- Akkreditierung von Labors
Kompetenzbestätigung für die Durchführung von analytischen Prüfungen für speziell definierte Aufgabenstellungen
 -  erfordert technische, *personelle* und organisatorische Kompetenz

„Analytisches Denken“

- Einhalten von Rand- und Rahmenbedingungen
- Fähigkeit zum Erkennen, Präzisieren und Zergliedern eines Problems
- Logisches Denken und Schlußfolgern
- Überprüfung der Richtigkeit der Prämissen
- Vermeidung von unzulässigen Schritten und Aussagen, von Voreingenommenheiten und Wunschdenken, von Vorurteilen, unzulässigen Verallgemeinerungen, Fehl- und Zirkelschlüssen, falschen Interpretationen, Überschreiten des Anwendungsbereichs, Benutzung von nichtadäquaten Methoden und Nichtberücksichtigung von Störeinflüssen
- Objektive Betrachtungsweise, wahrheitsgetreue Berichterstattung und vollständige Archivierung der Unterlagen
- Denken in vernetzten und komplexen Systemen
- Erkennen und Eingestehen von Fehlern
- Fähigkeit zur Kritik und Selbstkritik (Prüfung auf Irrtümer).

Analytischer Sachverstand, woher?

- Vernachlässigung der analytischen Chemie als Disziplin in Lehre und Forschung in Deutschland:
 - Das Fach „Analytische Chemie“ gibt es nur an der Hälfte aller deutscher Universitäten mit Studienfach Chemie, meist mit Fach „Anorganische Chemie“ verknüpft; zum Teil überholte Lehrkonzepte
 - Stellenstreichungen, Umwidmungen: weniger Absolventen in Analytischer Chemie
 - Chemiestudium nach „Würzburger Modell“ sichert zwar Mindestausbildung in Analytischer Chemie, jedoch im Basisstudium unterhalb der „Eurocurriculum“-Werte
- Abbau analytischer Kapazitäten in der Industrie
- Schere zwischen vorhandenen und ausgeschöpften Leistungspotential wird größer
⇒ Wettbewerbsnachteile, mangelnder Vorlauf

Weiterbildung

- Die Wachstumsphase der Analytik hält weiter an:
 - ⇒ ständige Anpassung der Methoden, Geräte und Zubehör an die Dynamik der Entwicklung
 - ⇒ Diskrepanz zwischen aktuellem Stand und dem bei der „Erstausbildung“ erworbenen Wissen wächst
Entscheidungsträger !
 - ⇒ Bei der Breite des Faches und den vielfältigen Aufgabenstellungen haben selbst Fachleute zunehmend Probleme, den Überblick über die vielen Neuerungen und deren Möglichkeiten zu behalten
 - ⇒ Akkreditierung erfordert auch personelle Kompetenz:
Teilnahme an Weiterbildungen
- ***Weiterbildungsmöglichkeiten***
 - Kurse, Seminare, Workshops der GDCh, Universitäten, Firmen
 - Wissenschaftliche Tagungen
 - Universität Leipzig: Aufbaustudium „Analytik und Spektroskopie“ (seit 1974)

GDCh-Memorandum Analytische Chemie (2002)

Zitate:

Qualitätsansprüche einer hochentwickelten Gesellschaft werden in allen Bereichen wachsen; unsere Wirtschaft kann im internationalen Wettbewerb nur erfolgreich bleiben, wenn „Made in Germany“ auf einer Spitzenstellung der hiesigen analytisch-chemischen Forschung und ihrer Anwendung beruht.

Es liegt daher im langfristigen Interesse von Hochschule, Politik und Wirtschaft, starke Strukturen von Lehre und Forschung in Analytischer Chemie zu sichern.