

## Kapitel 6: Probenvorbereitung

Abschnitt 1.2 hat einen kurzen Einblick in den gesamten analytischen Prozess gegeben. Wie wir dort gesehen haben, beginnt dieser mit der **Probenahme** gefolgt vom Transport der Proben ins Labor. Im Allgemeinen haben Probenahme sowie Transport und Lagerung der Proben den grössten Einfluss auf statistische und systematische Fehler des Analysenergebnisses. Man sollte sich deshalb vor einer Probenahme die möglichen Fehlerquellen klar machen, von denen einige Beispiele in Kapitel 1 angesprochen wurden. Sind systematische Fehler bereits während des Transports und der Lagerung der Proben nicht ausgeschlossen, empfiehlt sich die Kalibrierung mit internem Standard (siehe Abschnitt 2.3.2), wobei die Probe durchaus direkt nach der Probenahme mit **internem Standard** versetzt werden kann. Dies betrifft beispielsweise Wasserproben mit hoher mikrobieller Aktivität (Extremfall: Probenahme in einer Abwasserreinigungsanlage). Durch die Stoffwechselaktivität von Mikroorganismen kann die Probenzusammensetzung während Transport und Lagerung auf unvorhersehbare Weise verändert werden. Um Mikroorganismen abzutöten, werden solche Proben häufig mit Natriumazid  $\text{NaN}_3$  versetzt. Eine detaillierte Betrachtung der Probenahme würde über den Rahmen dieser Vorlesung hinausgehen.

Die der eigentlichen Messung (z.B. mit chromatographischen Methoden kombiniert mit geeigneten Detektoren) im Labor vorausgehenden Arbeitsschritte werden unter dem Begriff **Probenvorbereitung** (oder **Probenaufarbeitung**) zusammengefasst. Zu den Zielen der Probenvorbereitung zählen:

- Analyten in Lösung bringen
- Abtrennen von festen oder gelösten Störsubstanzen
- Aufreinigen und Anreichern der Analyten
- Einstellen einer für die Messung geeigneten Konzentration in einem geeigneten Lösungsmittel

Wir sind bisher bei der Betrachtung der chromatographischen Messverfahren davon ausgegangen, dass die Analyten als Lösung in einem mit der Messung kompatiblen Lösungsmittel vorliegen. Das trifft auf die Probe direkt nach der Probenahme meist nicht zu. Im Extremfall können wir es sogar mit einer festen Probe zu tun haben, weshalb die darin vorhandenen Analyten durch ein Extraktionsverfahren in Lösung gebracht werden müssen. Liegen die Analyten in einer flüssigen Probe bereits in Lösung vor, kann es sein, dass Feststoffe (z.B. Partikel, Kolloide, Sand) abgetrennt werden müssen, welche beispielsweise die Chromatographie-Säule beschädigen würden. Hat man durch die Probenvorbereitung eine klare Lösung erhalten, ist es oft erforderlich, die Analyten von uninteressanten Substanzen abzutrennen, die ebenfalls in der Probe vorhanden sind. Diese würden die Analyse unnötig verkomplizieren bzw. können in einigen Fällen das Analysengerät kontaminieren. Hier kommen oft Extraktionsverfahren zum Einsatz, welche häufig auch zu einer Anreicherung der Analytmoleküle führen. Schlussendlich muss man die Analytkonzentration in einen mit dem gewählten Messverfahren kompatiblen Bereich bringen. Im Bereich der Spurenanalytik ist oft das Aufkonzentrieren der Analyten vonnöten. Es kommt aber auch vor, dass die aufgereinigte Probe verdünnt werden muss, um Überladungseffekte in der Chromatographie zu vermeiden. In diesem letzten Schritt der Probenvorbereitung werden die Analyten häufig auch in ein anderes, für die Messung geeignetes Lösungs-

mittel überführt, indem z.B. das ursprüngliche Lösungsmittel abdestilliert wird und man die Analytmoleküle in einem anderen Lösungsmittel aufnimmt. Beispielsweise sollten die Analyten bei der Injektion in eine HPLC im Idealfall in der jeweiligen mobilen Phase gelöst vorliegen. In der GC bevorzugt man Lösungsmittel mit geringem Siedepunkt, da sie im Injektor schnell verdampfen und auf den apolaren Standardphasen einen Lösungsmittelpic bei sehr geringer Retentionszeit erzeugen, welcher die Auswertung der nachfolgenden Analytpeaks nicht stört. Abbildung 6.1 gibt eine Übersicht über ausgewählte Probenvorbereitungstechniken.

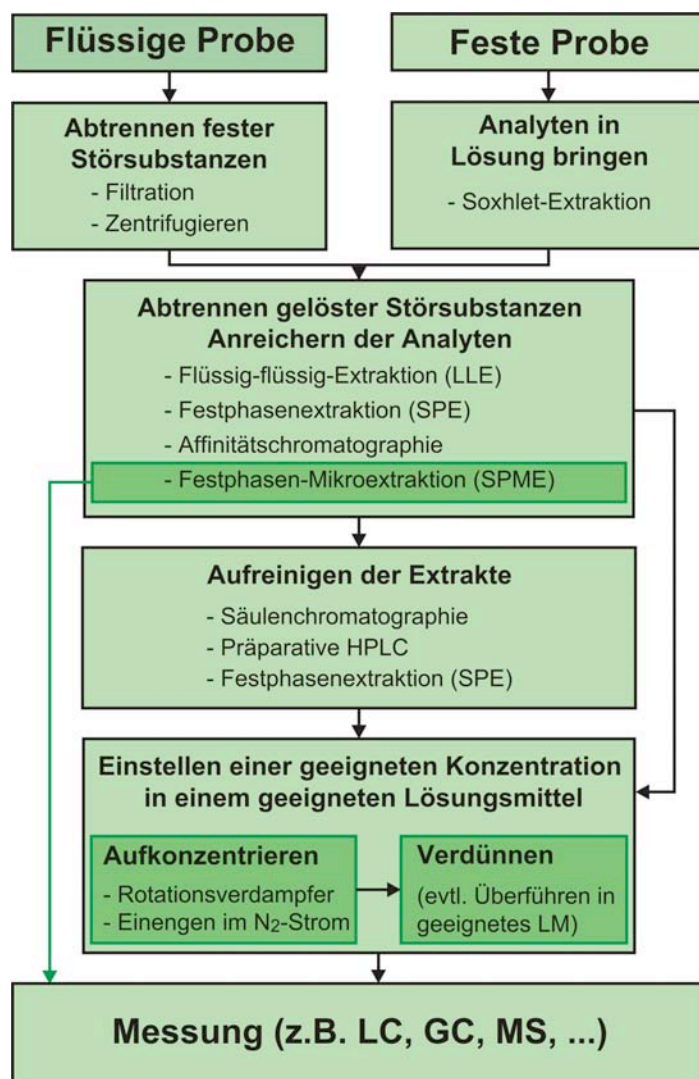


Abb. 6.1:  
Überblick über ausgewählte  
Probenvorbereitungstechniken.  
Das Diagramm zeigt einen  
hypothetischen Ablauf einer  
Probenvorbereitung.  
Der genaue Ablauf und ob alle  
Schritte erforderlich (oder so-  
gar weitere vonnöten) sind,  
hängt vom jeweiligen analyti-  
schen Problem ab.

Die Probenvorbereitung muss auf jedes analytische Problem eigens zugeschnitten werden. Es kommt in seltenen Fällen vor, dass man ohne eine eigene Probenvorbereitung auskommt (z.B. Headspace-Injektion in der GC). Meistens führt man aber eine Probenvorbereitung durch, bei der häufig sogar mehrere Techniken hintereinander angewandt werden. Dabei kann es natürlich zu systematischen Fehlern kommen (z.B. durch Analytverluste bei einer Filtration, siehe auch Abschnitt 2.3.1). Diese können durch die Kalibrierung mit internem Standard (siehe Abschnitt 2.3.2) ausgeglichen werden. Man gibt der Probe vor der Probenaufarbeitung (in einigen Fällen auch direkt nach der Probenahme) einen internen Standard zu, welcher wie die Analyten die komplette Aufarbeitung durchläuft. Im Idealfall hat der interne Standard so ähnliche physikalisch-chemische Eigenschaften wie der Analyt, dass für ihn während

der Probenaufarbeitung die gleichen systematischen Fehler auftreten wie für die Analyten. Bei Kalibrierung und Messung werden die Verhältnisse der Signale von Analyten und internem Standard bestimmt, welche unabhängig von den systematischen Fehlern sind.

Wir werden im Anschluss einige ausgewählte Techniken kennen lernen, die häufig bei der Probenvorbereitung eingesetzt werden. Diese sind den in Abbildung 6.1 aufgeführten Zielen der Probenaufarbeitung zugeordnet.

## 6.1 Analyten in Lösung bringen

Im Falle fester Proben müssen die Analyten vor der Weiterverarbeitung in Lösung gebracht, d.h. aus dem Feststoff herausgelöst werden. So eine Probe könnte z.B. getrockneter Klärschlamm oder eine Bodenprobe sein. Sollen organische Analyten bestimmt werden, so wird die Probe meist mit einem geeigneten Lösungsmittel extrahiert. Die klassische Technik zur Extraktion fester Proben ist die sogenannte **Batch-Extraktion**. Hier wird die Probe mit einer definierten Lösungsmittelmenge versetzt und damit z.B. in einem Schüttler mehrere Stunden behandelt. Dem Vorteil der Einfachheit des Verfahrens stehen Nachteile wie häufig zu geringe Extraktionseffizienz und hoher Zeitaufwand entgegen. Eine deutlich bessere Effizienz liefert meist die **Soxhlet-Extraktion**.

### 6.1.1 Soxhlet-Extraktion

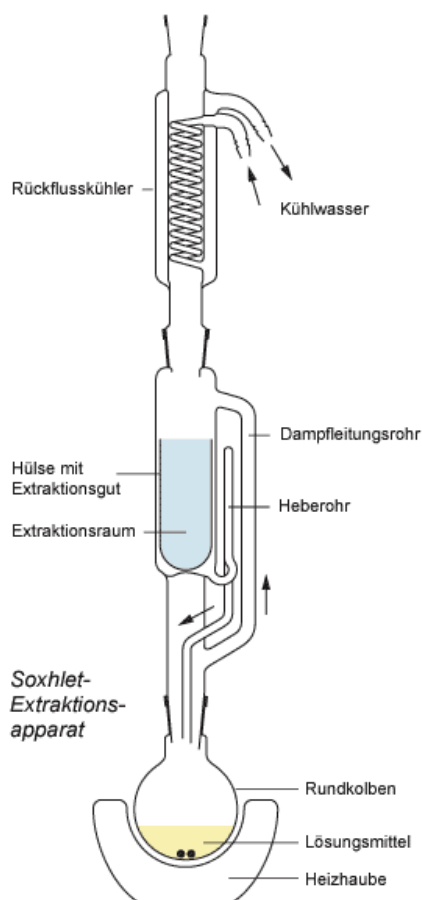


Abb. 6.2:  
*Aufbau einer Soxhlet-Extraktionsapparatur.  
Der Lösungsmitteldampf steigt im Dampfleitungsrohr auf und kondensiert am Rückflusskühler. Heißes Lösungsmittel extrahiert Substanzen aus der Probe (Extraktionsgut) bis der Extraktionsraum mit Lösungsmittel gefüllt ist und dieses über das Heberohr vollständig wieder in den Rundkolben abfließt. So laufen automatisch viele Extraktionszyklen hintereinander ab.*

Bei der Soxhlet-Extraktion wird eine abgewogene Menge einer getrockneten festen Probe in eine Extraktionshülse gefüllt, welche in die in Abbildung 6.2 gezeigte Apparatur gegeben wird. Die Extraktionshülse besteht aus Zellulose und ist damit für Lösungsmittel durchlässig. Im Rundkolben befinden sich 50–250 mL eines Lösungsmittels, welches zum Sieden erhitzt wird. Der Dampf steigt auf und kondensiert am Rückflusskühler. So tropft heisses Lösungsmittel auf die Probe, aus welcher es lösliche Moleküle extrahiert. Der obere Teil der Apparatur inklusive des Heberohres (auch Überlaufrohr genannt) füllt sich immer mehr mit Lösungsmittel bis dieses durch das Heberohr komplett in den Rundkolben zurückfließt. Zu diesem Zeitpunkt beginnt der nächste Extraktionsschritt. Da im Idealfall nur das Lösungsmittel verdampft, kommt die Probe immer wieder mit frischem Lösungsmittel in Kontakt, und die Analyten reichern sich in der Lösung im Rundkolben an. Eine Soxhlet-Extraktion kann über mehrere Stunden durchgeführt werden, wobei durchaus mehrere 100 Zyklen durchlaufen und sehr hohe Extraktionseffizienzen erzielt werden.

## 6.2 Abtrennen fester Störsubstanzen

Zum Abtrennen fester Verunreinigungen in einer Probe, welche die Analyse stören oder das Messinstrument kontaminieren können, eignen sich Filtration und Zentrifugation. Bei der **Filtration** grösserer Probenmengen kommen einfache Faltenfilter oder die Filtration über eine Nutsche zum Einsatz. Bei kleineren Probenmengen eignen sich z.B. Spritzenfilter. Das sind Filtermembranen in Kartuschen, welche vorne auf eine Spritze aufgesetzt werden können, mit deren Hilfe man die Probe durch den Filter drückt.



Abb. 6.3: Faltenfilter (links), Filter auf einer Nutsche (Mitte) und Spritzenfilter (rechts).

Gerade wenn kleine Probenmengen von festen Bestandteilen getrennt werden sollen, ist die **Zentrifugation** vorteilhaft. Im Rotor einer Zentrifuge befinden sich Bohrungen, in die man Probengefässe (oft kleine, verschliessbare Kunststoffröhrchen) stellen kann. Beim Drehen des Rotors werden die festen Bestandteile der Probe durch die Zentrifugalkräfte an den Boden des Gefässes gedrückt. Nach dem Zentrifugieren kann der flüssige Überstand aus dem Gefäss pipettiert werden, wobei der Feststoff am Boden zurückbleibt.



Abb. 6.4:  
Laborzentrifuge.  
Das Bild rechts zeigt, wie  
Probengefäße in die Zentri-  
fuge geladen werden.

### 6.3 Abtrennen gelöster Störsubstanzen (Extraktion)

Zum Abtrennen gelöster Störsubstanzen kommen **Extraktionsverfahren** zum Einsatz, welche manchmal auch eine Anreicherung der Menge an Analytmolekülen bewirken. Bei grösseren Probenmengen empfiehlt sich die **Flüssig-Flüssig-Extraktion (liquid liquid extraction = LLE)**, welche wir bereits in Abschnitt 2.1.4 ausführlich kennengelernt haben. Sollen nur wenige Milliliter Probe extrahiert werden, ist der Einsatz der **Festphasenextraktion (solid phase extraction = SPE)** von Vorteil. Von dieser existieren mehrere Varianten, wobei wir neben der SPE die **Festphasen-Mikroextraktion (solid phase micro extraction = SPME)** und die **Affinitätschromatographie** kennenlernen werden. Das Prinzip der letztgenannten Technik wurde bereits in Abschnitt 3.5.4 beschrieben.

#### 6.3.1 Flüssig-Flüssig-Extraktion (LLE)

Die **Flüssig-Flüssig-Extraktion (liquid liquid extraction = LLE)** haben wir bereits in Abschnitt 2.1.4 kennengelernt. Im Bereich der Umwelt- und Lebensmittelanalytik hat man es oft mit wässrigen Lösungen zu tun (z.B. Wasserproben oder Früchte, welche für die Analyse zu Saft verarbeitet werden). Diese werden in einem Scheidetrichter mit einem nicht mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittel versetzt und extrahiert. Gemäss dem Nernst-Verteilungsgesetz (Gleichung (2.1)) verteilen sich die Stoffe in der Probe auf die zwei Phasen, wobei unpolare Substanzen überwiegend in das unpolare organische Lösungsmittel überführt werden.

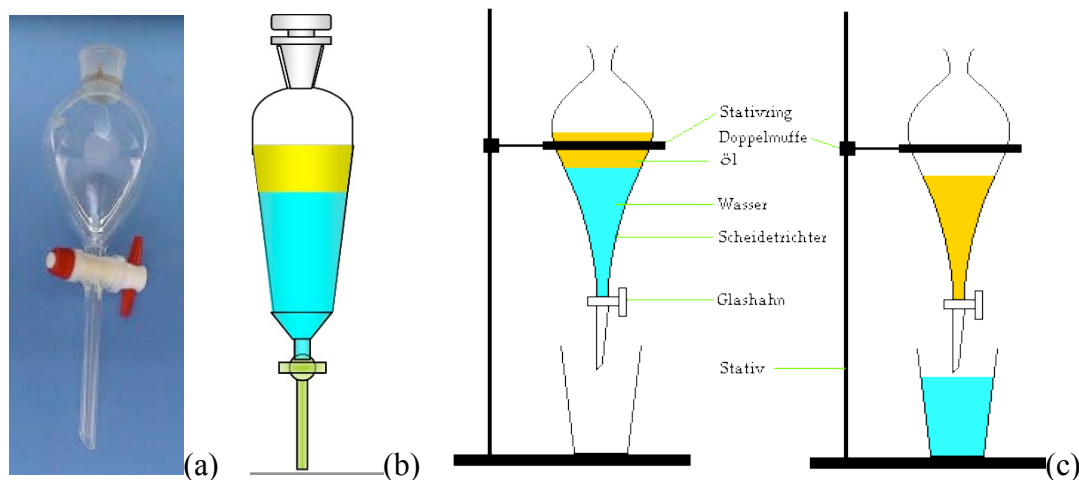


Abb. 6.5: (a) Scheidetrichter (b und c) gefüllt mit Wasser (unten) und einem organischen Lösungsmittel oder Öl (oben). (c) zeigt die Funktionsweise des Scheidetrichters beim Trennen der beiden Phasen.

Der wässrigen Phase werden manchmal Salze (z.B. NaCl) zugesetzt, welche die Extraktionseffizienz für unpolare Stoffe erhöhen. Das Salz bewirkt, dass die Wasserphase noch polarer wird, wodurch der Unterschied zwischen beiden Phasen stärker wird. Ausserdem nimmt durch die zusätzlich gelösten Salze die Löslichkeit der bereits gelösten Analyten ab, wodurch diese in die organische Phase „gedrängt“ werden (Aussalzungseffekt). Auch auf den pH-Wert der Wasserphase ist zu achten. Sollen Substanzen extrahiert werden, welche leicht protoniert oder deprotoniert werden (z.B. organische Säuren), ist der pH-Wert so einzustellen, dass diese in der undissoziierten, ungeladenen Form vorliegen (also z.B.  $-\text{COOH}$  anstelle von  $-\text{COO}^- \text{H}^+$ ). Nur die ungeladene Form wird effizient in die apolare, organische Phase überführt.

Wie die Berechnung in Abschnitt 2.1.4 zeigt, ist die LLE sehr viel effizienter, wenn man mehrmals mit einer kleinen Lösungsmittelmenge extrahiert, statt einmal eine grosse Menge zu verwenden. Aus ökologischen aber auch aus Kostengründen ist ohnehin darauf zu achten, den Lösungsmittelverbrauch dieses relativ „lösungsmittelhungrigen“ Verfahrens möglichst gering zu halten.

### 6.3.2 Festphasenextraktion (SPE)

Mit wesentlich geringeren Lösungsmittelmengen kommt die **Festphasenextraktion** (*solid phase extraction* = SPE) aus. Die Analyten werden hier mittels eines festen Adsorbermaterials aus der flüssigen Probe extrahiert. Als **Adsorber** kommen im Wesentlichen die aus der HPLC bekannten stationären Phasen zum Einsatz, also z.B. Kieselgel, modifizierte Kieselgele (Umkehrphasen) und Ionentauscher. Diese befinden sich zwischen zwei Fritten in einer Kunststoff- oder Glaskartusche. Die Kartuschen sind als Wegwerfartikel für die einmalige Verwendung konzipiert. Abbildung 6.6 zeigt einige dieser Kartuschen sowie eine Apparatur, mit welcher flüssige Proben mittels Unterdruck durch die Kartuschen gesaugt werden.

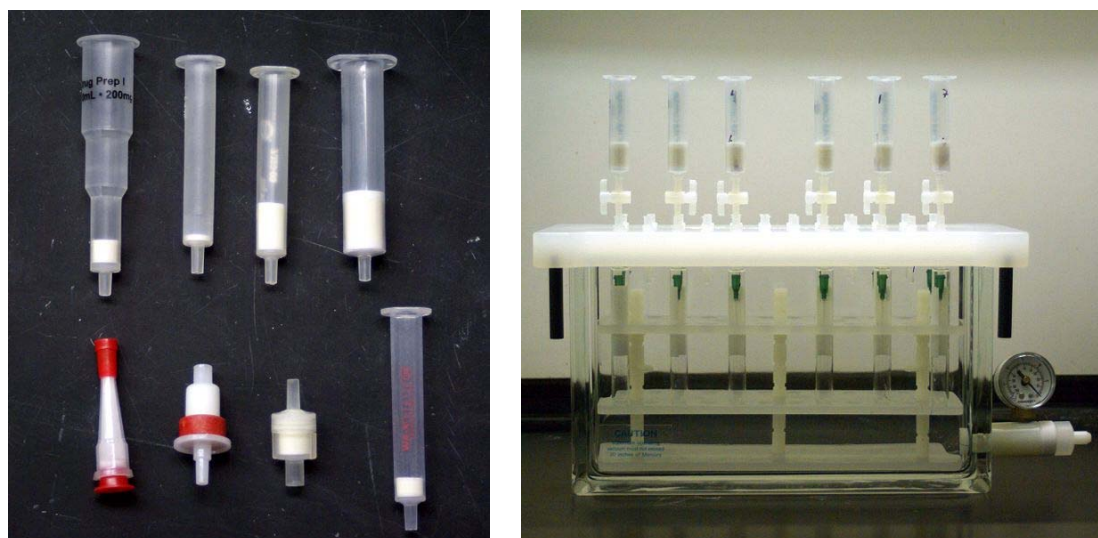


Abb. 6.6: SPE-Kartuschen (links) und Apparatur, mit welcher parallel sechs flüssige Proben durch sechs SPE-Kartuschen gesogen werden können.

Das Prinzip ist ganz ähnlich der Säulenchromatographie. Der Ablauf ist allerdings nicht kontinuierlich und führt nicht zu einer zeitlichen Trennung der Analyten während der Zugabe des Eluenten. Die Extraktion erfolgt vielmehr in zwei Schritten: (1) annähernd vollständige Adsorption der Analyten an den Feststoff und (2) Elution

der Analyten mit einem geeigneten Lösungsmittel. Abbildung 6.7 macht den Ablauf klar. Vor der Adsorption der Analyten wird das Adsorbentmaterial häufig konditioniert, d.h. es wird von Verunreinigungen befreit, welche vom Herstellungsprozess stammen und ggf. mit einem geeigneten Lösungsmittel „aktiviert“. Danach erfolgt die Probenaufgabe bei relativ geringen Flussraten (wenige mL/min), damit möglichst viele Analytmoleküle an die Festphase binden können. Eventuell kann mit reinem Wasser oder einem anderen Lösungsmittel nachgespült werden (Wasch-Schritt), um schwach gebundene Störsubstanzen von der SPE-Kartusche zu waschen. Im anschließenden Elutions-Schritt verwendet man ein Lösungsmittel hoher Elutionskraft, um die aufgereinigten Analyten wieder in Lösung zu bringen.

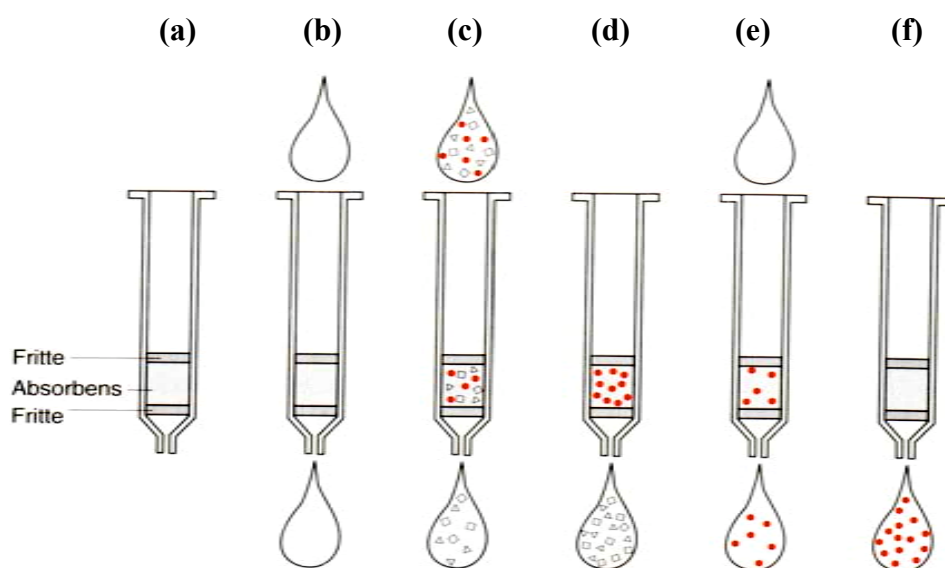


Abb. 6.7: Ablauf einer Festphasenextraktion: (a) Kartusche vor der Extraktion, (b) Konditionieren des Adsorbentmaterials, (c) Auftrag der Probe, wobei Analytmoleküle an den Adsorber binden, (d) Wasch-Schritt zum Entfernen von schwach gebundenen Störsubstanzen (nur die Analyten bleiben adsorbiert), (e) und (f) vollständige Elution der Analyten mittels eines geeigneten Lösungsmittels.

### 6.3.3 Affinitätschromatographie

Die in Abschnitt 3.5.4 beschriebene Affinitätschromatographie wird selten in Form einer kontinuierlichen Chromatographie zur zeitlichen Trennung der Analyten, sondern meist schrittweise (Adsorption–Elution) durchgeführt. Sie stellt damit eine Variante der SPE dar. Im Gegensatz zur normalen SPE kommen aber keine üblichen stationären Phasen der LC als Adsorbentmaterialien zum Einsatz. Vielmehr befinden sich immobilisierte (z.B. an Kieselgel chemisch gebundene) Moleküle in der Kartusche, welche sehr spezifische, meist biochemische Wechselwirkungen mit anderen Molekülen eingehen können. Ein Beispiel sind immobilisierte Antikörper, welche sehr selektiv die entsprechenden Antigene (z.B. Proteine, es sind aber auch Antikörper gegen kleine Moleküle, wie Umweltschadstoffe, erhältlich) aus der Probe „herausfischen“. Die Elution erfolgt durch Denaturieren der Antikörper mit einem geeigneten Lösungsmittel oder Puffer.

### 6.3.4 Festphasen-Mikroextraktion (SPME)

Die **Festphasen-Mikroextraktion** (*solid phase micro extraction* = **SPME**) ist ein Probenvorbereitungsverfahren für die Gaschromatographie. Der Adsorber ist eine Glasfaser, welche sich in der Spitze einer modifizierten Mikroliterspritze befindet. Die Glasfaser kann direkt zur Adsorption von Analyten eingesetzt werden, häufig werden aber modifizierte Glasfasern verwendet. Diese sind mit üblichen stationären Phasen der GC beschichtet, also z.B. mit Polydimethylsiloxan. Die Probe befindet sich in einem Gefäß, das mit einem Septum verschlossen ist. Dieses wird mit der Spritze durchstoßen. Im Inneren wird die Glasfaser aus der Spitze hinausgeschoben und taucht in die flüssige Probe ein. Um reproduzierbare Bedingungen zu erzielen, wird die Probe meist mittels eines Rührfisches durchmischt. Nach einer definierten Zeit wird die Glasfaser wieder in die Spitze zurückgezogen. Die Nadel kann direkt in den Injektor eines Gaschromatographen gebracht werden, wo die Analyten verdampft und in die Säule transportiert werden.

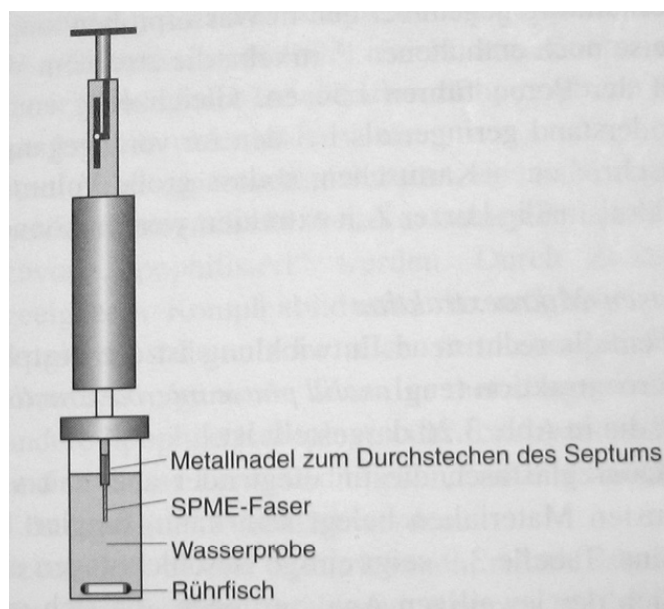


Abb. 6.8: Festphasen-Mikroextraktion (SPME) in einer Wasserprobe. Die Metallnadel mit der SPME-Faser kann anschliessend in einen GC-Injektor eingeführt werden.

Eine Variante der SPME ist die **Headspace-SPME**, bei der die Nadel nicht in die Probenlösung eintaucht, sondern vielmehr zum Anreichern von Analyten aus der Gasphase über der Lösung eingesetzt wird. Mittlerweile existieren auch SPME-Materialien in Form von Rührfischen. Die **Rührfische** sind mit einem geeigneten Adsorbentmaterial beschichtet und werden für eine bestimmte Zeit in die Probe und anschliessend in den GC-Injektorraum gegeben.

### 6.4 Aufreinigen der Extrakte (*clean up*)

In einigen Fällen kann es notwendig sein, die Extrakte z.B. der Flüssig-Flüssig-Extraktion (LLE) weiter aufzureinigen. Die LLE (und die SPE je nach verwendetem Adsorbentmaterial) extrahiert relativ unspezifisch viele verschiedene Substanzen. Mittels LLE mit einem apolaren organischen Lösungsmittel werden im Prinzip alle lipophilen Stoffe aus der Probe extrahiert. Sind darunter Substanzen, welche die Analyse stören würden (da sie z.B. in viel grösserer Konzentration als die eigentlichen



Analyten vorliegen oder da sie die Chromatographiesäule kontaminieren könnten), muss ein zusätzlicher *Clean-up*-Schritt durchgeführt werden.

Für das Aufreinigen der Extrakte können beispielsweise eine **Säulenchromatographie** oder eine **präparative HPLC** durchgeführt werden, welche die Einzelsubstanzen nicht vollständig trennen müssen, aber doch die Störsubstanzen von den interessanten Analyten abtrennen. Ausserdem ist es natürlich möglich, Extrakte mittels **SPE** und Varianten davon aufzureinigen. Vorstellbar ist ein relativ unspezifischer Extraktionsschritt (LLE oder SPE), welcher beispielsweise alle unpolaren Substanzen von Salzen usw. abtrennt. Dieser könnte im *Clean-up*-Schritt von einer sehr selektiven Extraktion z.B. mittels Affinitätschromatographie gefolgt werden.

## 6.5 Einstellen einer geeigneten Analytkonzentration in einem geeigneten Lösungsmittel

Nach dem Aufreinigen und Anreichern der Analyten kann es notwendig sein, eine für das gewählte Messverfahren geeignete Analytkonzentration in einem geeigneten Lösungsmittel einzustellen. In der Spurenanalytik ist häufig das Aufkonzentrieren der Analyten erforderlich. Aber auch das Verdünnen zur Vermeidung von Sättigungs- oder Überladungseffekten kann erforderlich sein. Bei diesem letzten Probenvorbereitungsschritt werden die Analyten auch meist in ein für die Messung geeignetes Lösungsmittel überführt. In der LC ist dies meist die mobile Phase. In der GC bevorzugt man Lösungsmittel mit geringem Siedepunkt, da sie schnell im Injektor verdampfen und einen Lösungsmittelpeak bei sehr niedriger Retentionszeit erzeugen. In den meisten Fällen wird das ursprüngliche Lösungsmittel verdampft (abdestilliert), und die Analyten werden im gewünschten Konzentrationsbereich in einem geeigneten Lösungsmittel aufgenommen.

### 6.5.1 Der Rotationsverdampfer

Den Rotationsverdampfer (siehe Abbildung 6.9, links) findet man in vielen analytischen und organischen Laboratorien. Er eignet sich zum **Abdestillieren grösserer** (einige 10 bis einige 100 mL) **Lösungsmittelmengen**, wobei eine konzentrierte Analytlösung zurückbleibt. Ein Rundkolben mit der Lösung befindet sich in einem beheizten Wasserbad. Der Kolben wird kontinuierlich rotiert, um eine Durchmischung während der Destillation zu erreichen und Siedeverzüge zu vermeiden, welche zu Analytverlusten führen könnten. Mittels einer Pumpe wird Unterdruck an die Apparatur angelegt, um niedrigere Siedetemperaturen zu erreichen. Die aufsteigenden Lösungsmitteldämpfe kondensieren an einem Rückflusskühler und werden in einem zweiten Rundkolben aufgefangen.

### 6.5.2 Einengen der Analytlösung im N<sub>2</sub>-Strom

Im Rotationsverdampfer kann das Lösungsmittel oft nicht vollständig abgedampft werden, da bei kleinen Lösungsvolumina am Ende des Destillationsprozesses die Gefahr besteht, dass Analyten vom verdampfenden Lösungsmittel mitgerissen werden. Die Lösung kann natürlich in einen kleineren Kolben überführt und der letzte Destillationsschritt sehr vorsichtig durchgeführt werden. Der letzte Rest des Lösungsmittels sollte aber bei Raumtemperatur entfernt werden. Bei **kleinen Volumina der Analytlösung** empfiehlt sich, das Verdunsten des Lösungsmittels bei Raumtemperatur durch

einen kontinuierlichen Strom an Stickstoff-Gas zu beschleunigen. Es werden oft Spitzkolben verwendet, in deren spitz zulaufendem Ende sich die Analyten sammeln können. In einer wie in Abbildung 6.9 (rechts) gezeigten Apparatur werden mehrere Spitzkolben gleichzeitig an einen kontinuierlichen Stickstoffstrom angeschlossen und so das Lösungsmittel entfernt.

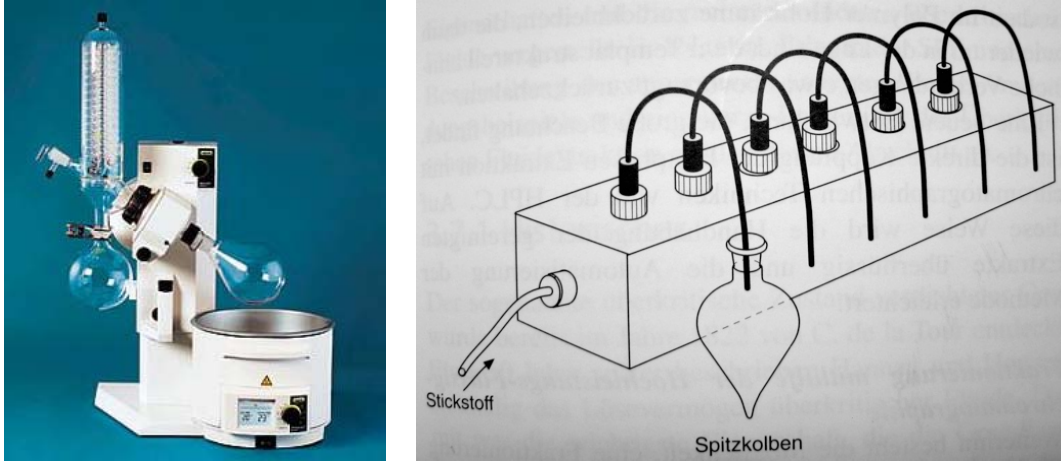


Abb. 6.9: Rotationsverdampfer (links) und Apparatur zum Einengen von Analytlösungen im Stickstoffstrom (rechts).

Nach dem Entfernen des ursprünglichen Lösungsmittels kann die Probe in geeigneter Konzentration in einem für die Messung geeigneten Lösungsmittel aufgenommen und z.B. in eine GC- oder LC-Anlage injiziert werden.

Bei der kompletten Probenvorbereitung ist natürlich darauf zu achten, mit genau bekannten Proben- und Lösungsmittelmengen (Gewicht, Volumen) zu arbeiten und dies exakt zu protokollieren, um eine genaue Quantifizierung bei der Messung zu gewährleisten. Da die Probenvorbereitung zu systematischen Fehlern führen kann, empfiehlt sich die Kalibrierung mit internem Standard. Dieser wird vor der Probenvorbereitung zugegeben und ist wie die Analyten den diversen Fehlerquellen ausgesetzt. Quantifiziert wird dann basierend auf den Signalverhältnissen von Analyten und internem Standard.