

Inhaltsverzeichnis

1	Die analytischen Eigenschaften des Bors	1
1.1	Analytisch genutzte Reaktionen	1
1.2	Trennverfahren	2
1.3	Bestimmungsverfahren	3
2	Probenvorbereitung	5
2.1	Gefäßmaterialien bei Borbestimmungen	5
	Literatur	5
2.2	Verflüchtigung von Borsäure beim Kochen, Eindampfen, Veraschen	6
2.2.1	Reine wäßrige Lösungen	6
2.2.2	Saure wäßrige Lösungen	6
	Einengen	6
	Eindampfen zur Trockene	7
2.2.3	Verhinderung von Verlusten	8
2.2.4	Konzentrierte Säuren	8
2.2.5	Alkalische Lösungen	9
2.2.6	Fluoridhaltige Lösungen	9
2.2.7	Verluste durch trockene oder nasse Veraschung	9
	Literatur	10
2.3	Veraschung von biologischem Material	10
2.3.1	Nasse Veraschung	10
2.3.1.1	Veraschung mit HNO_3 (+ H_2O_2)	10
2.3.1.2	Veraschung mit H_2SO_4 und Peroxiden	11
	Arbeitsvorschrift nach <i>Cogbill</i> und <i>Yoe</i>	11
	Arbeitsvorschrift nach <i>Ellis, Zook</i> und <i>Baudisch</i>	11
	Arbeitsvorschrift nach <i>Otting</i> mit Peroxodisulfat	11
	Arbeitsvorschrift nach <i>Monnier, Liebich</i> und <i>Marcantonatos</i> für Nano-gramm-Mengen Bor	12
2.3.2	Trockene Veraschung	12
	Arbeitsvorschrift nach <i>Baron</i> für Pflanzenmaterial	12
	Bemerkung. Andere Arbeitsweisen	12
	Arbeitsvorschrift nach <i>Otting</i> für tierisches Material	12
	Literatur	13
2.4	Aufschlußverfahren	13
	Vorbemerkung	13
2.4.1	Verbrennung in Sauerstoff	13
2.4.1.1	Verbrennung im Schöniger-Kolben	13
	Anwendungen: Organoborverbindungen, Borane	13
2.4.1.2	Verbrennung in der Parr-Bombe	14

2.4.1.3 Verbrennung in strömendem Sauerstoff	14
2.4.2 Alkalisch-oxydierende Schmelzaufschlüsse	15
2.4.2.1 Aufschlüsse mit Natriumperoxid	15
Weitere Anwendungen: Ester, Boride, Organoborverbindungen	15
2.4.2.2 Aufschlüsse mit Nitraten (für Bor, Boride, BP)	16
2.4.3 Alkalische Schmelzaufschlüsse (für Organoborverbindungen, BF_3 -Additionsprodukte, Boride)	16
2.4.4 Säure Aufschlüsse (für Borane, Organoborverbindungen, Bor, Boride)	16
Literatur	17
 3 Trennverfahren	19
Vorbemerkung	19
3.1 Trennung durch Destillation von Borsäuremethylester	19
Veresterung	19
Anzahl der Destillationen	19
Apparaturen	20
Eindampfen des Destillates	20
3.1.1 Arbeitsweise nach <i>Roth</i> und <i>Beck</i>	20
Apparatur	20
Probenvorbereitung (für Dünger, Pflanzen, Böden)	21
Bemerkungen	22
I. Borreiche Proben	22
II. Destillation nach Sodaaufschluß	22
III. Bestimmung	22
3.1.2 Arbeitsweise nach <i>Werner</i>	22
Prinzip und Apparatur	22
Aufschluß von Gesteinen	23
Bestimmung	23
3.1.3 Kreislaufdestillation nach <i>Ehrlich</i> und <i>Keil</i>	23
Prinzip und Apparatur	23
Bemerkungen	25
I. Reinigung des Gerätes	25
II. Bestimmung in Gläsern	25
3.1.4 Destillation von Borspuren nach <i>Spicer</i> und <i>Strickland</i>	25
Apparaturen	26
Probenvorbereitung	27
Organisches Material	27
In Methanol oder Wasser lösliche Salze	27
Metalle	27
Arbeitsvorschrift für Proben, deren Eindampfrückstand in Methanol löslich ist	27
Arbeitsvorschrift für Proben, die in Methanol nicht oder schlecht löslich sind	27
Arbeitsvorschrift für Proben, aus denen das Wasser nicht vollständig abgedampft werden kann	27
Bemerkungen	28
I. Eindampfen des Destillates	28
II. Aufbewahren des Destillates	28
3.1.5 Weitere Anwendungen der Esterdestillation	28
Verbrennung des Destillates nach <i>Wickbold</i> und <i>Nagel</i>	28
Bestimmung in Be, Th, Zr, U und anderen Metallen	28
Bemerkungen	28
I. Bestimmung im Thorium	28
II. Bestimmung im Beryllium	28
Bestimmung im Titan	29
Aufschluß von Turmalin, Glas, Porzellan nach <i>Stefl</i>	29
Abtrennung großer Mengen Silicate	29
Bestimmung in Fluoriden nach <i>Gaestel</i> und <i>Huré</i>	29
Literatur	29
3.2 Trennung durch Ionenaustausch	30

Kationenaustausch	30
Anionenaustausch	30
Kationen- und Anionenaustausch	30
Borspezifischer Chelataustausch	30
3.2.1 Trennung durch Kationenaustausch	31
3.2.1.1 Arbeitsweise nach <i>Martin</i> und <i>Hayes</i> zur Abtrennung von Schwermetallen	31
Austauschersäule	31
Bemerkungen	32
I. Borbestimmung im Eluat	32
II. Trennleistung und Störungen	32
III. Anwendungen auf Stähle und Nickellegierungen	32
IV. Durchflußgeschwindigkeit	32
V. Anwendung auf Al—Si-Mineralien	32
a) Säurelösliche Borate	32
b) Säureunlösliche Borate	32
3.2.1.2 Arbeitsweise nach <i>Capelle</i> zur Bestimmung im Stahl	33
Austauschersäule	33
Behandlung des Harzes vor seinem erstmaligen Gebrauch	33
Regenerierung	33
Lösegefäß	33
Bemerkungen	34
3.2.1.3 Weitere Anwendungen von Kationenaustauschern	34
Stähle	34
Al- und Al—Si-Legierungen	34
Uran	34
Titan	34
3.2.2 Trennung durch Anionenaustausch	34
Isolierung von Borsäure aus D ₂ O	34
Trennung vom Germanium	34
Trennung vom Uran	35
3.2.3 Trennung durch Kationen- und Anionenaustausch	35
3.2.3.1 Arbeitsweise nach <i>Schütz</i> und <i>Lang</i> zur Bestimmung in Düngern	35
Austauschersäule	35
Bemerkungen	35
Borbestimmung im Eluat	35
Analyse von Dünger	36
3.2.3.2 Weitere Anwendungen	36
Mineralien	36
Bestimmung in Fluoriden	36
3.2.4 Trennung durch einen für Borsäure spezifischen Chelataustausch	37
Wirkungsweise	37
Eigenschaften	37
Anwendungen	37
3.2.4.1 Arbeitsweise nach <i>Deson</i> und <i>Rosset</i> zur Bestimmung in Natronlauge und Salzsolen	38
Austauschersäule	38
Literatur	38
3.3 Trennung durch Extraktion	39
3.3.1 Extraktion als Tetrabutylammoniumtetrafluoroborat	39
Arbeitsbereich	39
Geräte	39
Reagentien	39
Bemerkungen	39
I. Störungen	39
II. Volumenvergrößerung	39
3.3.2 Extraktion als Tetraphenylarsoniumtetrafluoroborat	40
Arbeitsbereich	40
Reagentien	40
Arbeitsvorschrift zur Extraktion	40
Arbeitsvorschrift zur Bestimmung mit Curcumin im Extrakt	40
Bemerkungen	40

I. Fehler	40
II. Wartezeit	40
III. Probenvorbereitung für Si, U, Zr, SiO ₂ , BeO	40
3.3.3 Extraktion sonstiger Ionenassoziate	41
3.3.4 Extraktion der Borsäure mit Äther	41
3.3.4.1 Perforation nach <i>Pohl</i> zur Trennung von Kieselsäure	41
Perforator nach <i>Pohl</i>	41
Bemerkungen	43
3.3.4.2 Ausschüttelung nach <i>Ross</i> , <i>Meyer</i> und <i>White</i> zur Trennung von Fluorid	43
Arbeitsbereich	44
Reagentien	44
Bemerkungen	44
I. Carminsäure	44
II. Auswertungsverfahren	44
3.3.5 Extraktion der Borsäure mit sonstigen Extraktionsmitteln	44
Literatur	45
3.4 Trennung durch Mikrodiffusion des Borsäuremethylesters	45
Apparatur	46
Störungen	46
Literatur	47
3.5 Abtrennung des Bors durch Pyrohydrolyse	47
3.5.1 Arbeitsweise nach <i>Morgan</i> (für Bor, Boride, Borcarbid, Stahl, Cermets)	48
Apparatur	48
3.5.2 Weitere Anwendungen (Boride, Zr/U-Legierungen, Stahl u. a.)	48
Literatur	49
3.6 Abtrennung von Störionen durch Elektrolyse	49
3.6.1 Arbeitsvorschrift nach <i>Piper</i> und <i>Hagedorn</i> zur Bestimmung im Stahl	50
Bemerkungen	50
3.6.2 Weitere Anwendungen (Nickel, Silicium)	51
Literatur	51
3.7 Abtrennung von Störionen durch Fällung	51
3.7.1 Fällung der Phosphorsäure in der Düngeranalyse	52
Arbeitsvorschrift zur Fällung mit Bariumchlorid und hydroxid	52
Bemerkungen	52
Arbeitsvorschrift zur Fällung mit Bleinitrat	52
Bemerkung	53
3.7.2 Fällung von Kationen mit Oxin nach <i>Schäfer</i> und <i>Sieverts</i>	53
Reagenslösung	53
3.7.3 Fällung von Kationen durch Hydrolyse	53
Anwendung auf Stahl, Aluminium, Titan, Magnesit, Metallboride	53
Literatur	54
4 Bestimmungsverfahren	55
Vorbemerkung	55
4.1 Gravimetrie	55
4.1.1 Arbeitsweise nach <i>Lucchesi</i> und <i>DeFord</i> zur Bestimmung als Nitrontetra-fluoroborat	56
Reagentien	56
Bemerkungen	56
I. Berechnungsfaktor	56
II. Fehler	56
III. Reproduzierbarkeit	56
IV. Störungen	56
V. Filtertiegel	56

4.1.2 Arbeitsweise nach <i>Gautier</i> und <i>Pignard</i> zur Bestimmung als Bariumtartratoborat	57
Reagentien	57
Bemerkungen	57
I. Berechnungsfaktor	57
II. Störungen	57
III. Bestimmung im Ferrobor	57
Literatur	57
4.2 Maßanalyse	57
4.2.1 Direkte Titration der Borsäure	58
Theoretische Grundlagen	58
Indikatoren	59
Arbeitsvorschrift nach <i>Kolthoff</i> bzw. <i>Prideaux</i>	59
Bemerkungen	59
Literatur	60
4.2.2 Titration als komplexe Borsäure in Abwesenheit von Störionen	60
4.2.2.1 Theoretische Grundlagen	60
Borsäure-Diolkomplexe	60
Verlauf der Titrationskurven; Äquivalenzpunkt	61
4.2.2.2 Eignung verschiedener Komplexbildner	64
Polyalkohole	64
Schlußfolgerung	66
Anhydride von Polyalkoholen	66
Zucker	66
Schlußfolgerung	68
Polypheole und Hydroxysäuren	68
Neutralsalze	69
Zusammenfassung	69
4.2.2.3 Titration gegen Indikatoren	69
4.2.2.3.1 Eignung verschiedener Indikatoren	69
4.2.2.3.2 Reine Borsäure; Makroverfahren (> 1 mg B)	70
Bemerkungen	70
I. Ähnliche Titrationsverfahren	70
II. Bereitung einer Invertzuckerlösung	70
III. Borsäurekonzentration	71
IV. Mannit-(Invertzucker-)Konzentration	71
V. Kohlendioxid	71
VI. Titriertemperatur	71
VII. Jodometrische Bestimmung	71
4.2.2.3.3 Reine Borsäure; Mikroverfahren (0,02 bis 1 mg B)	72
Bemerkungen	72
I. Titrationsvolumen	72
II. Kochen der Lösung	72
III. Bor- und Kieselsäurefreiheit der Lauge	72
IV. Genauigkeit und Bestimmungsgrenzen	72
4.2.2.4 Potentiometrische Titration	72
4.2.2.4.1 Registrierung der Titrationskurve	72
4.2.2.4.2 Titration auf vorgegebenen pH-Wert	73
Arbeitsvorschrift nach <i>Gräbner</i>	73
Bemerkungen	73
Blindwert	73
I. Legierte Stähle	73
II. Arbeitsweise nach <i>Lang</i> zur Bestimmung in Phosphatdüngern	73
Apparatur	73
4.2.2.4.3 Endpunktsbestimmung aus der differenzierten Titrationskurve	74
Rechnerisches Verfahren	74
Graphisches Verfahren	74
Präzisionsmethode nach <i>Lauer</i> und <i>Le Duigou</i>	74
Apparatur	76
Bemerkungen	77

4.2.2.5 Konduktometrische Titration	77
Arbeitsweise nach <i>Heller</i>	77
Apparatur	77
Genauigkeit	78
4.2.2.6 Amperometrische Titration	78
Arbeitsweise nach <i>Bogovina</i> und <i>Selivanov</i>	78
Apparatur	78
Bemerkungen	78
4.2.3 Titration als komplexe Borsäure neben starken und mittelstarken Säuren (Basen)	79
Zweiindicatorverfahren	79
Einindicatorverfahren	80
4.2.3.1 Bestimmungen nach dem Zweiindicatorverfahren	81
4.2.3.1.1 Allgemeine Arbeitsvorschrift für Makromengen ($> 1 \text{ mg B}$)	81
Bemerkungen	81
4.2.3.1.2 Jodometrische oder potentiometrische Einstellung des 1. Äquivalenzpunktes	81
4.2.3.1.3 Allgemeine Arbeitsweise für Mikromengen (0,02 bis 1 mg B)	82
Bemerkungen	82
Arbeitsvorschrift nach <i>Sumuleanu</i> und <i>Botezatu</i>	82
Bemerkungen	82
4.2.3.2 Bestimmungen nach dem Einindicatorverfahren	83
4.2.3.2.1 Arbeitsvorschrift nach <i>Foote</i> ($< 5 \text{ mg B}$)	83
Bemerkungen	84
4.2.3.2.2 Arbeitsvorschrift nach <i>Schäfer</i> und <i>Siererts</i>	84
Bemerkungen	85
4.2.3.2.3 Titration in Gegenwart anderer Stoffe (Salze, Phosphor-, Arsen- und Kieselsäure)	85
4.2.4 Titration als komplexe Borsäure in Gegenwart von Salzen unter Verwendung von Metallkomplexbildnern	86
Arbeitsvorschrift nach <i>Tereshko</i> zur Bestimmung im Bornitrid und Graphit	86
Bemerkungen	87
Arbeitsvorschrift zur Bestimmung im Titan- und Zirkoniumborid	87
Bemerkungen	87
Literatur	87
4.3 Photometrie	89
Vorbemerkung: Charakterisierung der Empfindlichkeit photometrischer Verfahren	89
4.3.1 Bestimmung mit Derivaten des Anthrachinons	90
4.3.1.1 Bestimmung mit Carminsäure	91
4.3.1.1.1 Arbeitsweise nach <i>Hatcher</i> und <i>Wilcox</i>	92
Arbeitsbereich	92
Reagentien	92
Störungen	92
4.3.1.1.2 Arbeitsweise nach <i>Callicoat</i> und <i>Wolszon</i>	92
Arbeitsbereich	92
Reagentien	92
4.3.1.1.3 Arbeitsweise nach <i>Wiele</i>	92
Reagentien	93
Bestimmung im Borglühphosphat und Borrhekaphos	93
Bestimmung im Borsuperphosphat	93
Bestimmung im Eluat von Ionenaustauschern	93
Bemerkungen	93
4.3.1.1.4 Bestimmung nach <i>Ross</i> und <i>White</i> neben viel Nitrationen	93
Geräte	93
Reagentien	93
Bemerkungen	94
Literatur	94
4.3.1.2 Bestimmung mit Derivaten des Chinizarins, Anthrarufins und Chrysazins	94

4.3.1.2.1	Bestimmung mit Diaminochrysazin nach <i>Cogbill</i> und <i>Yoe</i>	96
	Arbeitsbereich	96
	Gerät	96
	Reagentien	96
	Bemerkungen	97
	I. Ausschluß von Feuchtigkeit	97
	II. Reproduzierbarkeit	97
	III. Störungen	97
	IV. Empfindlichkeit	97
	V. Diaminoanthrarufin, Tribromanthrarufin	97
4.3.1.2.2	Bestimmung mit Diaminochrysazin nach <i>Eberle</i> und <i>Lerner</i>	97
	Arbeitsbereich	97
	Reagens	97
	Bemerkungen	98
4.3.1.2.3	Bestimmung mit Diaminochrysazin nach <i>Wünsch</i> zur Analyse wässriger Lösungen	98
	Arbeitsbereich	98
	Reagentien	98
	Bemerkungen	98
	I. Eichkurve	98
	II. Anwendungen	98
4.3.1.2.4	Bestimmung mit Chinalizarin nach <i>Jones</i>	99
	Arbeitsbereich	99
	Reagentien	99
	Anwendungen	99
	Literatur	99
4.3.1.3	Bestimmung mit Dianthrimid	100
	Bildung und Eigenschaften des Komplexes	100
	Derivate des Dianthrimids	101
	Störungen	101
4.3.1.3.1	Arbeitsweise nach <i>Brewster</i> zur Bestimmung im Aluminium	102
	Arbeitsbereich	102
	Geräte	102
	Reagentien	102
	Bemerkungen	102
	I. Fehler	102
	II. Störungen	102
	III. Hantieren mit konz. H_2SO_4	102
4.3.1.3.2	Beseitigung von Störungen nach <i>Langmyhr</i> und <i>Skaar</i>	103
4.3.1.3.3	Weitere Anwendungen (Stahl, Nickel, Titan)	103
4.3.1.3.4	Arbeitsweise zur Bestimmung im Anschluß an die Destillation des Borsäuremethylesters	103
	Arbeitsbereich	104
	Geräte	104
	Reagentien	104
	Arbeitsvorschrift nach <i>Werner</i>	104
	Eichkurve	104
	Literatur	104
4.3.2	Bestimmung mit Curcumin	104
	Natur der Chelate	104
	Mechanismus der Chelatbildung	104
	Optische Eigenschaften der Chelate	105
	Bildungsbedingungen des Rubrocurcumins	105
	Bildungsbedingungen des Rosocyanins	105
	Arbeitsweisen zur Isolierung des Rosocyanins	106
	Anwendungen	106
4.3.2.1	Bestimmung als Rubrocurcumin nach <i>Dible</i> , <i>Truog</i> und <i>Berger</i>	106
	Anwendung auf Dünger und Böden	106
	Arbeitsbereich	106
	Geräte	106
	Reagentien	106
	Bemerkungen	107

I. Eichkurve	107
II. Stabilität	107
III. Störungen	107
IV. Weitere Anwendungen (nach Isolierung des Bors als Methylester)	107
4.3.2.2 Bestimmung als Rubrocucumin nach <i>Philipson</i>	107
4.3.2.3 Makrochemische Bestimmung als Rosocyanin nach <i>Umland</i>	107
Arbeitsbereich	108
Geräte	108
Reagentien	108
Bemerkungen	109
I. Blindwert	109
II. Störungen	109
4.3.2.4 Mikrochemische Bestimmung als Rosocyanin nach <i>Umland</i>	109
Arbeitsbereich	110
Geräte	110
Reagentien	110
Bemerkungen	111
I. Eichkurve	111
II. Empfindlichkeit	111
III. Störungen	111
IV. Bestimmungsgrenze	111
Literatur	111
4.3.3 Bestimmung durch Extraktion von Ionenassoziaten des Tetrafluoroborats	112
Natur der Assoziate	112
Verteilungsverhalten	112
Zeitbedarf	113
Geeignete Farbstoffkationen	113
4.3.3.1 Arbeitsweise nach <i>Bljum</i> zur Bestimmung mit Kristallviolett	114
Anwendungen (Silicate, Salze, Mineralien von Fe, Mn, Zr, Ti)	114
Arbeitsbereich	114
Gerät	114
Reagentien	114
Probenvorbereitung	114
Bemerkungen	115
I. Eichkurve	115
II. Analyse sonstiger Materialien	115
III. Störungen	115
4.3.3.2 Arbeitsweise nach <i>Pasztor, Bode</i> und <i>Fernando</i> mit Methylenblau zur Bestimmung in Eisen und Stahl	115
Arbeitsbereich	115
Geräte	115
Reagentien	115
Bemerkungen	116
I. Geringe Borgehalte	116
II. Ferrobor	116
III. Arbeitsweise nach <i>Bhargava</i> und <i>Hines</i>	116
IV. Störungen und weitere Anwendungen (legierte Stähle, Wasser)	116
Literatur	117
4.3.4 Bestimmung mit sonstigen photometrischen Reagentien	117
4.3.4.1 Bestimmung in wässriger Lösung mit Azomethin H	117
Darstellung von Azomethin H	118
Reagentien	118
Bemerkungen	118
I. Auswertung	118
II. Störungen	119
III. Anwendungen (Organoborverbindungen, Stahl)	119
IV. Arbeitsweise nach <i>Hofer</i> für Dünger	119
4.3.4.2 Azoderivate der Chromotropsäure	119
Chromotrop 2 B	119
Arsenazo II	119
Neothorin	119
SPADNS	120
4.3.4.3 Abkömmlinge des Flavons	120

4.3.4.4 Polyphenole und Polycarbonsäuren	120
Tiron	120
Protocatechusäure	120
Alizarin S	120
Stilbazo	120
Brenzkatechinviolett	121
Bestimmung in wäßriger Lösung mit Brenzkatechinviolett nach <i>Hiroy</i>	121
Reagentien	121
Bemerkungen	121
I. Temperatur	121
II. Störungen	121
III. Blindeextinktion	121
Indirekte Bestimmungen mit Polyphenolen	121
Extrahierbare Ionenassoziate	121
4.3.4.5 Indirekte Bestimmung mit Fluorokomplexen	121
Literatur	122
4.4 Fluorimetrie	122
4.4.1 Bestimmung mit Dihydroxybenzophenon	123
4.4.2 Bestimmung im Nanogrammbereich mit 2-Hydroxy-4-methoxy-4'-chlorbenzophenon (HMCB)	123
Störungen und Anwendungen (NaOH, Stahl, Pflanzen)	124
Arbeitsweise zur Bestimmung in NaOH p.a.	124
Arbeitsbereich	124
Geräte	124
Reagentien	124
Bemerkungen	125
I. Auswertung	125
II. Reproduzierbarkeit	125
III. Bestimmung in Wässern	125
4.4.3 Bestimmung mit Resacetophenon	125
4.4.4 Bestimmung mit Benzoin	126
4.4.5 Bestimmung mit Dibenzoylmethan	126
4.4.6 Bestimmung mit Thorin	126
4.4.7 Bestimmung mit Hydroxyanthrachinonen	126
4.4.8 Bestimmung mit Rhodaminfarbstoffen	127
Literatur	127
4.5 Flammenphotometrie	127
4.5.1 Probenvorbereitung und Isolierung des Bors (Nickel, Schmieröl, bororganische Verbindungen, Dünger)	128
4.5.2 Arbeitsweise nach <i>Dean</i> und <i>Thompson</i> zur Bestimmung in wäßrig-methanolischer Lösung	129
Reagentien und Gerät	130
Bemerkungen	130
I. Störionen	130
II. Eichkurve	130
III. Reproduzierbarkeit	130
IV. Störungen	130
4.5.3 Arbeitsweise nach <i>Agazzi</i> zur Bestimmung nach Extraktion	131
Reagentien und Gerät	131
Bemerkungen	132
I. Eichkurve	132
II. Standardabweichung	132
III. Störungen	132
4.5.4 Sonstige Verfahren	132
Literatur	132

4.6 Spektralanalyse	133
Spektrale Eigenschaften	133
Verdampfungsverhalten	133
Anwendungen	134
4.6.1 Bestimmung im Stahl	134
4.6.1.1 Spektrographische Analyse fester Stahlproben	135
Arbeitsweise nach <i>Blum</i> und <i>Eder</i>	135
Arbeitsweise nach <i>Corliss</i> und <i>Scribner</i> (mit Alkalipuffer)	135
Bemerkungen	136
Arbeitsweise nach <i>Koch</i> und <i>Sauer</i> (in CO-Atmosphäre)	136
Bemerkungen	137
4.6.1.2 Spektrometrische Analyse fester Stahlproben	137
Arbeitsvorschrift nach <i>Bruch</i>	137
Bemerkungen	138
Arbeitsvorschrift nach <i>Eckhard</i>	138
Bemerkungen	138
Arbeitsvorschrift nach <i>Höller</i> und <i>Slickers</i>	138
Ergebnisse	139
4.6.1.3 Analyse von Lösungen nach <i>Eckhard</i>	140
Probenvorbereitung	140
Aufnahmedaten	140
Weitere Arbeitsweisen	140
4.6.2 Bestimmung in siliciumhaltigem Material	140
Arbeitsweise nach <i>Vecsernyes</i> zur Analyse von Silicium	141
Arbeitsweise nach <i>Kawasaki</i> und <i>Higo</i> zur Analyse von Siliciumhalogeniden	142
Weitere Anwendungen (Si, SiO ₂ , Halogenide, Gesteine)	143
4.6.3 Bestimmung im Graphit	143
Arbeitsweise nach <i>Brandenstein</i> , <i>Janda</i> und <i>Schroll</i>	143
Probenvorbereitung	144
Bemerkungen	144
4.6.4 Bestimmung in verschiedenen Materialien	144
I. Wässer	144
II. Magnesit	144
III. Uran und Plutonium	144
IV. Germanium	144
V. Nickellegierungen	145
Literatur	145
4.7 Radiochemische Methoden	146
Meßverfahren	146
4.7.1 Neutronenabsorption	146
Meßverfahren	147
4.7.1.1 Arbeitsvorschrift nach <i>Christianov</i> und <i>Panov</i> zur Bestimmung in Mineralien	147
Bemerkungen	148
4.7.1.2 Sonstige Anwendungen der Neutronenabsorption (auf Lösungen, Gase, Waschmittel)	148
4.7.1.3 Arbeitsvorschrift nach <i>Frevert</i> , <i>Cless-Bernert</i> und <i>Donhoffer</i>	149
Bemerkungen	149
4.7.2 Aktivierungsverfahren	149
4.7.2.1 Aktivierung mit Neutronen	149
A. Messung der α -Strahlung	149
B. Messung der γ -Strahlung	150
4.7.2.2 Aktivierung mit geladenen Teilchen	150
Literatur	151
4.8 Polarimetrie	151
Störungen	152
Verfahren nach <i>De Ford</i> , <i>Blonder</i> und <i>Braman</i> (zur Bestimmung von Milligramm-Mengen Bor neben Fluorid)	152
Literatur	152

4.9	Polarographie	153
	Literatur	153
4.10	Potentiometrie	153
4.10.1	Bestimmung aus pH-Änderungen	154
	Bemerkung	154
4.10.2	Bestimmung als Tetrafluoroborat nach <i>Carlson und Paul</i>	154
	Elektrode	154
	Bildung des Tetrafluoroborations	155
	Geräte	155
	Ionenaustauscher	155
	Arbeitsvorschrift zur Bestimmung in Wässern	155
	Bemerkungen	156
	Literatur	156
4.11	Thermometrie	156
A.	Titration von Borsäure mit Natronlauge	156
B.	Umsetzung von Borsäure mit Flußsäure	156
	Literatur	157
4.12	Atomabsorptionsphotometrie	157
4.12.1	Bestimmung in wässriger Lösung	157
	Vorbereitung biologischer Proben	157
	Technische Daten	157
4.12.2	Bestimmung in organischer Lösung	158
	Vorbereitung von Düngerproben	158
	Bemerkungen	158
	I. Eichwert	158
	II. Technische Daten	158
	III. Eichkurve	158
	IV. Vollständigkeit der Extraktion	158
	V. Störungen	158
	Literatur	158
4.13	Massenspektrometrie	158
A.	Bestimmung in Lösungen	158
	Bemerkungen	159
B.	Bestimmung in Festkörpern	159
	Literatur	159
4.14	Sonstige Verfahren	159
4.14.1	Röntgenfluoreszenz und Elektronenstrahlmikrosonde	159
	Literatur	159
4.14.2	Hall-Effekt	160
	Literatur	160
5	Borbestimmung in speziellen Materialien	161
5.1	Flußsäure und Fluoride	161
	Arbeitsvorschrift nach <i>Gallus-Olander</i>	161
	Literatur	162
5.2	Germanium und Germaniumverbindungen	162
	Arbeitsvorschrift nach <i>Malkova und Mitarbeitern</i>	162
	Arbeitsvorschrift nach <i>Šafran und Kuraeva</i>	162
	Sonstige Arbeitsweisen	162
	Literatur	162
5.3	Glas	163
	Probenvorbereitung durch Destillation; Extraktion; Fällung	163
5.3.1	Arbeitsvorschrift nach <i>Schäfer und Sieverts</i>	163
	Bemerkungen	164

5.3.2 Arbeitsweise nach <i>Doering</i>	164
Reagentien	164
Apparatur	164
Bemerkungen	165
Literatur	165
5.4 Silicium und Siliciumhalogenide	165
5.4.1 Isolierung des Bors aus hochreinem Silicium nach <i>Pohl, Kokes</i> und <i>Bonsels</i>	166
Bemerkungen	166
5.4.2 Sonstige Arbeitsweisen zur Bestimmung im Silicium	166
5.4.3 Arbeitsweise zur photometrischen Bestimmung in SiCl_4	167
Reagentien	167
Geräte	167
Bemerkungen	167
5.4.4 Sonstige Arbeitsweisen zur Bestimmung in Halogeniden	168
Literatur	168
5.5 Stahl und seine Gefügebestandteile	168
5.5.1 Gesamtbor	168
5.5.2 Borgehalt von Gefügebestandteilen	169
5.5.3 Säurelösliches und säureunlösliches Bor	169
Literatur	170
5.6 Titan	170
Literatur	170
6 Bestimmung spezieller Borverbindungen	171
Vorbemerkungen	171
6.1 Bestimmung von Phenylborsäuren	171
6.1.1 Bestimmung mit Silbersalzen	171
6.1.2 Bestimmung mit Quecksilbersalzen	172
6.1.2.1 Arbeitsweise nach <i>Heyrovsky</i>	172
Reagentien	172
Geräte	173
Störungen	173
6.1.3 Chelate der Phenylborsäuren mit Curcumin und Diphenylcarbazon	173
6.2 Bestimmung von Borwasserstoffverbindungen	173
6.2.1 Arbeitsweise nach <i>Harzdorf</i> zur oxidimetrischen Bestimmung von Boranat	174
Reagentien	174
Bemerkungen	174
6.2.2 Sonstige Verfahren	174
Argentometrie	174
Jodometrie	175
IR-Photometrie	175
6.3 Bestimmung sonstiger Borverbindungen	175
Bortrifluorid	175
Bortrialkyle	175
Bor-organische Verbindungen	175
Literatur	175
Verzeichnis der Zeitschriften und ihrer Abkürzungen	177