

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	13
1.1	Metrologie	14
1.1.1	Internationales Einheitensystem SI	14
1.1.2	Rückführbarkeit	14
1.1.3	Analytische Chemie	14
1.1.4	Primärmethoden	15
1.2	Klinische Chemie	15
1.2.1	Serum	16
1.2.2	Anorganische Bestandteile in Humanserum	17
1.2.3	Stand der Meßtechnik	17
2	Theoretische Grundlagen	19
2.1	Probenvorbereitung	19
2.1.1	Aufschluß	19
2.1.2	Chromatographie	20
2.2	Wägung	20
2.2.1	Auftriebskorrektur	20
2.2.2	Differenzwägung	22
2.2.3	Referenzlösungen	23
2.3	Probenmaterial	27
2.4	Massenspektrometrie	27
2.4.1	Aufbau eines Massenspektrometers	27
2.4.2	Probleme bei der Isotopenverhältnismessung	33
2.4.3	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie	34
2.4.4	Messungen mit innerem Standard	42
2.5	Gravimetrie	43
2.6	Titrimetrie	44
2.7	Meßunsicherheit	45
2.7.1	Definition und Hintergrund	45
2.7.2	Ermittlung der Meßunsicherheit	46
3	Experimentelles	49
3.1	Vorbereitende Arbeiten	49
3.1.1	Reinigungsverfahren	49
3.1.2	Serumaufschluß	52
3.1.3	Homogenität des Probenmaterials	59
3.1.4	Trennung der Kationen	59

3.1.5	Abtrennung des Chlorids	62
3.2	Gehaltsbestimmungen in Humanserum	63
3.2.1	Probenmaterial	63
3.2.2	Massenspektrometrie	64
3.2.3	Gravimetrische Natriumbestimmung	83
3.2.4	Titrimetrische Chloridbestimmung	86
4	Auswertung	88
4.1	Meßunsicherheit	88
4.1.1	Wägung	88
4.1.2	Probenmaterial	90
4.1.3	Referenzlösungen	93
4.1.4	Massenspektrometrie	96
4.1.5	Gravimetrie	99
4.1.6	Titrimetrie	102
4.2	Zertifizierte Gehalte im Probenmaterial	105
4.3	Gehalte in den Referenzlösungen	105
4.4	Gehalte in den Spikelösungen	107
4.5	Gemessene Gehalte im Probenmaterial	107
5	Zusammenfassung	116
	Literaturverzeichnis	118
A	Mathematische Herleitungen	126
A.1	Auftriebskorrektur	126
A.1.1	Auftriebskorrekturfaktor	126
A.1.2	Mittlere Dichte	126
A.2	Elementgehalt in NIST SRM 909b	127
A.3	Magnetfeld-Massenanalysator	128
A.4	Rayleigh-Gleichung	129
A.5	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie	132
A.5.1	Grundgleichung	132
A.5.2	Vorausberechnung der Gemische b_x und b_z	136
A.5.3	Blindwert	137
A.6	Innerer Standard	139
A.7	Gravimetrische Natriumbestimmung	141
A.8	Titrimetrische Chloridbestimmung	143
A.9	Meßunsicherheit	144
A.9.1	Numerische Berechnung der Sensitivitätskoeffizienten	144
A.9.2	Rechteckverteilung	146
A.10	Numerische Integration der Mikrowellenleistung	149
B	Abkürzungen, Symbole, Konstanten	150
C	Geräte und Materialien	157