

Inhaltsverzeichnis

Teil I Probenahme und -präparation

1	Probenahme	3
1.1	Vorbemerkungen	3
1.2	Repräsentative Probe	4
1.3	Probenahme.....	4
2	Probenzerkleinerung	9
2.1	Vorzerkleinerung	10
2.2	Probenteilung	11
2.3	Feinzerkleinerung	12
2.3.1	Die Mikronisiermühle	13
2.3.2	Die Scheibenschwingmühle.....	14
2.3.3	Die Kugelmühle	14
2.3.4	Die Siebmühle	15
2.3.5	Die „Kaffemühle“	15
2.3.6	Manuelles Aufmahlen	16
2.3.7	Die Mahldauer	16
2.3.8	Siebtrennung	16
3	Präparation	19
3.1	Schliffe.....	20
3.2	Pulver und Feststoffe	21
3.2.1	Presstabletten mit Herzog-Presse	21
3.2.2	Präparationen für die PRDA	26
3.2.3	Festproben für die RDA und RFA	32
3.3	Schmelzaufschlüsse	33
3.3.1	Hochtemperatur-Schmelzaufschluss	35
3.3.2	Prozeduren für RFA-Schmelzaufschlüsse	43
3.3.3	Dokimasie.....	48

3.4	Lösungsaufschlüsse	48
3.4.1	Flüssigpräparation für die RFA	49
3.4.2	Säure(druck)aufschlüsse	52
3.4.3	Gasförmige Präparate	76
3.5	Probenkontamination.....	77
3.6	Experimente	77
3.6.1	Sequenzielle Extraktion	77
3.6.2	Sorption/Diffusion	78
3.7	Probenaufbewahrung	79

Teil II Gesamtchemische Analytik

4	Quadrupolmassenspektrometrie	83
4.1	Messprinzip und Geräteaufbau	83
4.1.1	Isotope der Elemente	84
4.1.2	Grundprinzip	86
4.1.3	Interferenzen	87
4.1.4	Physikalische Interferenzen	93
4.1.5	Matrixeffekte.....	93
4.1.6	Entfernung von Interferenzen	94
4.1.7	Nachweisgrenzen	98
4.1.8	Übersicht über den Geräteaufbau	99
4.1.9	Probenzuführungssystem.....	100
4.1.10	Zerstäuber	100
4.1.11	Sprühkammer	101
4.1.12	Hydridgenerator	102
4.1.13	Fließinjektionssysteme/Säulen.....	102
4.1.14	Elektrothermische Verdampfung.....	103
4.1.15	Desolvator.....	103
4.1.16	Trocknung.....	103
4.1.17	Anregung/Ionisierung	104
4.1.18	Interface	104
4.1.19	Ionenoptik.....	105
4.1.20	Reaktions/Kollisionszellen	105
4.1.21	Massenfilter	106
4.1.22	Detektoren	106
4.1.23	Kopplungen	107
4.1.24	(Q)-ICP-MS-Chromatographie	108
4.1.25	Elektrophorese	108
4.1.26	Ortsaufgelöste Analytik	108
4.2	Zählraten und Messzeiten	110

4.3	Optimierung	111
4.3.1	Argonflussraten	112
4.3.2	Aerosolflussrate	113
4.3.3	Induktionsspule	113
4.3.4	Position der Fackel	113
4.3.5	Probenzugangssystem	113
4.3.6	Detektorkalibration	114
4.3.7	Massenkalibration	114
4.3.8	Dynamische Reaktionszelle (DRZ)	114
4.4	Aufschluss	115
4.5	Halbquantitative Auswertung eines Massenspektrums	115
4.6	Kalibration	115
4.6.1	Einleitung	115
4.6.2	Zwischenverdünnung und Kalibrationsstandards	116
4.6.3	Interner Standard	117
4.7	Messung	117
4.7.1	Messserie	117
4.7.2	Memory Effekte	118
4.7.3	Nachweisgrenzen/Optimierung	118
4.7.4	Quantifizierung	119
4.7.5	Anwendungsbeispiele	120
4.8	Verwandte Verfahren	121
4.8.1	Weitere massenspektrometrische Verfahren	121
4.8.2	Chromatographie	123
4.8.3	Kapillarelektrophorese	123
4.8.4	Voltammetrie	123
4.8.5	Atomspektroskopie	124
4.8.6	Atomabsorptionsspektroskopie (AAS)	124
4.8.7	Atomemissionsspektroskopie (AES)/Optische Emissionsspektrometrie (OES)	124
4.8.8	Photometrie	125
5	Röntgenfluoreszenzanalyse	127
5.1	Messprinzip und Geräteaufbau	127
5.1.1	Röntgenstrahlung	129
5.1.2	Grundprinzip	130
5.1.3	Entstehung/Erzeugung von Fluoreszenzlinien	130
5.1.4	Chemische Verschiebung	135
5.1.5	Massenabsorption	136
5.1.6	Berechnung von MAKs	142
5.1.7	Konkurrierende Prozesse	143
5.1.8	Artefakte	145

5.1.9	Das Spektrometer	146
5.1.10	WDRFA	148
5.1.11	EDRFA	150
5.1.12	Anregung	152
5.1.13	Strahlungsmodifikation und Röntgenoptik	158
5.1.14	Detektion	167
5.1.15	Pulshöhenverteilung	174
5.1.16	Probenzufuhr	179
5.1.17	Zusammenfassung	181
5.2	Methodenentwicklung	183
5.2.1	Messbereich	184
5.2.2	Methodik	187
5.2.3	Messbedingungen	188
5.2.4	Signalkorrektur	189
5.2.5	Kalibration	203
5.3	Spezialverfahren	212
5.3.1	MRFA	212
5.3.2	TRFA	217
5.3.3	Kleinwinkel-RFA	240
5.4	Verwandte Verfahren	243
5.4.1	Röntgenabsorptionsspektroskopie	243
5.4.2	Röntgen-Computertomographie	250
5.4.3	Partikelinduzierte Röntgenemissionspektrometrie	251
5.4.4	Elektronenspektroskopie	252
5.4.5	Elektronenstrahl-Mikroanalyse	252
5.5	Analysenbeispiele	252
5.5.1	Analyse von oxidischen Materialien	252
5.5.2	Analyse von Legierungen	253
5.5.3	Analyse von hydraulischem Zement nach C114 (Version ASTM C114 00 2000)	253
5.5.4	Analyse heterogener Proben – Beispiel RoHS-Analytik mit RFA	255
5.5.5	Flüssigkeitsanalyse – Beispiel Kraftstoffe/Öle	257
5.5.6	Indirekte Li-Bestimmung	259
5.5.7	Speziationsanalyse	259
6	Laborverfahren und Elementaranalytik	261
6.1	Fe(II)-Bestimmung	261
6.2	Elementaranalytik	263
6.3	Glühverlustbestimmung	263

Teil III Phasenanalyse

7	Pulver-Röntgendiffraktionsanalyse (PRDA)	267
7.1	Messprinzip, Geräteaufbau und Grundlagen	267
7.1.1	Kristallographie	270
7.1.2	Röntgenstrahlung	271
7.1.3	Beugung	272
7.1.4	Reziproker Raum	272
7.1.5	Röntgenbeugung und Diffraktion	273
7.1.6	Bragg'sches Gesetz	277
7.1.7	Das Diffraktogramm	281
7.2	Das Pulverdiffraktometer	283
7.2.1	Anregung	285
7.2.2	Strahlungsmodifikation und Röntgenoptik	287
7.3	Detektion	290
7.4	Methodenentwicklung und Auswertung	291
7.4.1	Standardmessbedingungen	291
7.4.2	Peaksuche	293
7.4.3	Qualitative Auswertung	298
7.4.4	Quantitative Auswertung	301
7.5	Spezialverfahren	315
7.5.1	Tonmineralanalyse	315
7.6	Verwandte Verfahren	317
7.6.1	Spannungsanalyse	318
7.6.2	Texturanalyse	318
7.6.3	Klein-/Weitwinkelstreuung	319
7.6.4	Streifender Einfall	320
7.6.5	Justierung und Wartung	320
8	Elektronenstrahl-Mikroanalyse (ESMA)	323
8.1	Messprinzip, Geräteaufbau und Grundlagen	323
8.1.1	Elektronenstrahlung	324
8.1.2	Elektromagnetische Strahlung	325
8.1.3	Grundprinzip	326
8.1.4	Eindringtiefe	327
8.2	Probenaufbereitung	329
8.2.1	Schliffe	329
8.2.2	Pulver	331
8.2.3	FIB und GIS	331
8.2.4	Beschichtung	332
8.3	Die Elektronenstrahlsonde	333
8.3.1	Elektronenkanone	333

8.3.2	Optisches Mikroskop	337
8.3.3	Röntgenoptik/Detektion	337
8.3.4	Elektronenoptik/Detektion	338
8.4	Chemische Analyse	339
8.4.1	Chemische Ortsauflösung	339
8.4.2	Elementverteilung	340
8.4.3	Qualitative Analyse (EDRFA)	340
8.4.4	Quantitative Analyse (WDRFA/EDRFA)	342
8.4.5	Beschleunigungsspannung	344
8.4.6	Matrixkorrektur	344
8.4.7	Anregungsbedingungen	346
8.4.8	Chemische Energieverschiebung	347
8.4.9	Analyse weicher Röntgenstrahlung	348
8.5	Elektronenbilder	349
8.5.1	Sekundärelektronenbilder (SE)	350
8.5.2	Rückstreuelektronenbilder (BSE)	350
8.5.3	Kombinationsbilder	351
8.6	Methodik	351
8.6.1	Kalibration und Referenzmaterialien	351
8.6.2	Grundeinstellungen	353
8.6.3	Analyse	355
8.7	Datenauswertung	357
8.7.1	Mineralformelberechnung	357
8.7.2	Mineralbestand	358
8.7.3	Analyse von Verbindungen mit leichten Elementen	362
8.8	Beispiele	365
8.8.1	Geochemische Fragestellungen	365
8.8.2	Petrologische Fragestellungen	368
8.8.3	Materialanalytik	371
8.8.4	Tailings	371
8.8.5	Indium in Zinkblende	372
8.8.6	Aufbereitung	372
8.9	Justierung und Wartung	373
8.10	Verwandte Verfahren	375
8.10.1	Niederenergetische Röntgenemissionsspektroskopie	375
8.10.2	Augerelektronenspektroskopie (AES)	375
8.10.3	Röntgenphotoelektronenspektroskopie (R-PES, engl. XPS)	376
8.10.4	Rasterelektronenmikroskopie (REM, engl. SEM)	377
8.10.5	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	378
8.10.6	Energieverlust-Elektronenspektroskopie (EES, engl. EELS)	378
8.10.7	Metastabile Einschlag-Elektronenmikroskopie oder -spektroskopie (MEEM, engl. MIEEM, MIES)	378

8.10.8	Kathodenlumineszenz (KL)	379
8.10.9	Elektronenrückstreuungsdiffraktion	379

Teil IV Fehlerberechnung, Referenzen und Materialkunde

9	Auswertung und Überprüfung	383
9.1	Konzentrationsangaben	383
9.2	Stöchiometrische Umrechnungen	384
9.3	Referenzmaterialien	385
9.4	Interne Standards	386
9.5	Methodenüberprüfung	386
9.5.1	Genauigkeit – Reproduzierbarkeit	387
9.5.2	Allgemeine Fehlerquellen	388
9.5.3	Zählstatistischer Fehler	390
9.5.4	Nachweisgrenze (NG) – Bestimmungsgrenze (BG)	391
9.5.5	Fehlerfortpflanzung	392
9.5.6	Monitor und Nachkalibration für die RFA	393
9.5.7	Langzeitkontrolle der Kalibration	395
9.5.8	Regressionsanalyse	396
10	Mehrkomponentensysteme	399
10.1	Binäre Systeme	400
10.1.1	Eutektisches System	400
10.1.2	Eutektisches System mit begrenzter Mischbarkeit	401
10.1.3	Binäres Mischkristallsystem	402
10.1.4	Peritektische Reaktion	403
10.1.5	Thermische Barriere	403
10.2	Ternäre, quarternäre, quinäre Systeme	404

Teil V Anhang

11	Beispiele und Internetseiten	409
11.1	Beispielapplikation Geowissenschaften	410
11.2	Beispiele für Mineral-Identifikationskarten bei der RDA	424
11.3	Messprogramme für die ESMA	426
11.4	Internetseiten (Stand 2023)	426
11.4.1	Periodensystem	426
11.4.2	Literatur/-suche	426
11.4.3	Referenzmaterialien	428
11.4.4	Gesteine/Minerale/Strukturen	428
Literatur		431
Stichwortverzeichnis		449