

Inhaltsverzeichnis

1 Allgemeiner Teil	1
1.1 Einleitung	1
1.2 Reagentien und destilliertes Wasser	2
1.3 Spurenanalyse	3
1.4 Standardreferenzmaterial	3
1.4.1 Herstellung von Spurenelementstandardproben für verdünnte Lösungen	4
1.4.1.1 Spurenelement-Filterpapierstandards	4
1.4.2 Herstellung von Spurenelementstandardproben mit organischer Matrix	5
1.4.2.1 Harnstoff-Matrix	5
1.4.2.2 Gelatine-Matrix	5
1.4.2.3 Cellulose-Matrix	5
1.4.2.4 Metallorganische Verbindungen	6
1.4.3 Herstellung von Spurenelementstandardproben mit Metallmatrix	6
1.4.4 Herstellung von Spurenelementstandardproben mit Mineralstoffmatrix	6
1.4.4.1 CaCO_3 -Matrix	6
1.4.4.2 Kieselgel-Matrix	7
1.5 Richtigkeit der Analysen	8
1.6 Empfindlichkeit, Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze der Analysenmethoden	9
Literatur	11
2 Probenahme, Probenaufbereitung, Probenvorbereitung	13
2.1 Wasser	13
2.1.1 Bindungsform der Elemente in Wässern	13
2.1.2 Probenahme, Probentransport und -aufbewahrung	15
2.1.3 Probenvorbereitung	15
2.1.3.1 Stabilisierung	16
2.1.3.2 Gefriertrocknung	16
2.2 Organisches Material	16
2.2.1 Probenahme und Probentransport	16
2.2.2 Probenaufbereitung	16
2.2.3 Probenvorbereitung — Veraschung	17
2.3 Metalle und Legierungen	20
2.3.1 Probenahme und Probenaufbereitung	20
2.3.2 Probenvorbereitung	20
2.3.3 Bestimmung der Bindungsform	21
2.4 Mineralstoffe	21
2.4.1 Probenahme und Probenaufbereitung	21
2.4.2 Probenvorbereitung	21
2.5 Luft	22
Literatur	23

3 Qualitativer Nachweis	26
3.1 Nachweis durch Fällung	26
3.2 Tüpfeltest	28
3.2.1 Nachweis als Permanganat	28
3.2.2 Nachweis mit 4,4'-Bis(dimethylamino)-diphenylmethan	29
3.2.3 Andere Nachweisreaktionen	30
3.3 Chromatographie-Methoden	30
3.4 Emissionsspektralanalyse	31
Literatur	32
4 Trennungs- und Anreicherungsverfahren	35
4.1 Fällung	35
4.1.1 Fällung im Milligrammbereich	35
4.1.2 Fällung im Mikrogrammbereich	37
4.2 Extraktion	38
4.3 Ionen- und Chelataustauscher	41
4.3.1 Ionenaustauscher	42
4.3.2 Chelataustauscher	46
4.3.3 Anwendungen	49
4.4 Sorption von Elementkomplexen	51
4.5 Chromatographie	52
4.5.1 Verteilungschromatographie	52
4.5.2 Papierchromatographie und andere Chromatographieverfahren	53
4.6 Verschiedenes	53
Literatur	54
5 Gravimetrie	59
5.1 Isolierung des Mn	59
5.1.1 Acetat-Methode	59
5.1.2 Fällung als MnO ₂ mit KBrO ₃	59
5.1.3 Fällung als MnO ₂ mit NaO ₄	60
5.1.4 Fällung als MnO ₂ mit H ₂ O ₂	60
5.2 Bestimmung als Phosphat	60
5.2.1 Bestimmung als Mn ₂ P ₂ O ₇ nach Vorisolierung	60
5.2.2 Bestimmung als MnNH ₄ PO ₄ ·H ₂ O oder Mn ₂ P ₂ O ₇	61
5.2.3 Fällung als MnNH ₄ PO ₄ ·H ₂ O aus homogener Lösung	62
5.3 Elektrolytische Bestimmung als MnO ₂	62
5.4 Andere Bestimmungsformen	62
5.5 Bestimmung mit organischen Reagentien	63
Literatur	63
6 Titrimetrie	64
6.1 Reaktionstyp Mn ²⁺ →Mn ⁷⁺ →Mn ²⁺	65
6.1.1 Oxidationsmittel	65
6.1.2 Reduktionsmittel	66
6.1.3 Iodometrische Bestimmung	67
6.1.4 Analysenverfahren	68
6.2 Reaktionstyp Mn ²⁺ →Mn ³⁺ →Mn ²⁺	70
6.3 Reaktionstyp Mn ²⁺ →Mn ⁴⁺	71

6.3.1	Oxidation in neutraler, Zn-haltiger Lösung (Volhard-Verfahren)	71
6.3.1.1	Analysenverfahren	71
6.3.2	Oxidation in H_2SO_4/NaF -Lösung	72
6.3.3	Andere Oxidationsmethoden	72
6.4	Reaktionstyp $Mn^{2+} \rightarrow Mn^{3+}$	72
6.4.1	Titration mit $KMnO_4$ -Lösung	72
6.4.1.1	Analysenverfahren	74
6.4.2	Titration mit $K_2Cr_2O_7$ -Lösung	76
6.5	Reaktionstyp $Mn^{4+} \rightarrow Mn^{3+}$	76
6.6	Fällungstitration	76
6.7	Komplexometrische Titration	77
6.7.1	Analysenverfahren	78
6.8	Andere Titrationsmethoden	79
6.9	Anwendungen	80
Literatur	81
7 Polarographie und Voltammetrie	84
7.1	Allgemeines	84
7.2	Polarographisches Verhalten des Mn	85
7.3	Analysenverfahren	86
7.3.1	Gleichstrompolarographische Bestimmung in $Na_4P_2O_7$ -Lösung	86
7.3.2	Organisches Material	87
7.3.3	Metalle und Legierungen	88
7.4	Anwendungen	89
Literatur	90
8 Photometrie, Fluorimetrie und Chemiluminometrie	92
8.1	Allgemeines	92
8.2	Natriumdiethyldithiocarbamat	93
8.2.1	Allgemeine Arbeitsvorschrift	94
8.2.2	Organisches Material	94
8.3	Formaldoxim	95
8.3.1	Allgemeine Arbeitsvorschrift	96
8.3.2	Wasser	97
8.3.3	Organisches Material	97
8.3.4	Metalle und Legierungen	98
8.3.5	Mineralstoffe	98
8.4	Leukomalachitgrün	99
8.4.1	Pflanzenmaterial	100
8.5	Permanganat	101
8.5.1	Allgemeine Arbeitsvorschrift	106
8.5.2	Wasser, Abwasser	107
8.5.3	Organisches Material	107
8.5.4	Metalle und Legierungen	108
8.5.5	Mineralstoffe	112
8.5.6	Verschiedenes	114
8.6	Andere Reagentien	114
8.7	Fluorimetrie und Chemiluminometrie	114

8.8	Anwendungen	116
Literatur		117
 9 Atomabsorptionsspektrometrie und Atomfluoreszenzspektrometrie		123
9.1	Allgemeines	124
9.1.1	Flammen-AAS	124
9.1.2	Flammenlose AAS	125
9.1.3	Atomfluoreszenzspektrometrie	127
9.2	Probenvorbereitung	127
9.2.1	Allgemeines	127
9.2.2	Organische Lösungsmittel, Mineralöle	127
9.2.3	Mineralstoffe	128
9.3	Analyse kleiner Lösungsvolumina	129
9.4	Extraktion	130
9.5	Analysenverfahren	132
9.5.1	Wasser	132
9.5.2	Organisches Material	132
9.5.3	Metalle und Legierungen	134
9.5.4	Mineralstoffe	137
9.5.5	Verschiedenes	140
9.6	Anwendungen	141
9.6.1	AAS	141
9.6.2	FL-AAS	142
9.6.3	AFS	143
Literatur		143
 10 Flammenemissionsspektrometrie		149
10.1	Analysenverfahren	149
10.1.1	Unlegierter und legierter Stahl	149
10.2.	Anwendungen	150
Literatur		150
 11 Bogen-/Funken-Emissionsspektroskopie		152
11.1	Allgemeines	152
11.2	Analysenlinien, spektrale Interferenzen	154
11.2.1	Analysenlinien	154
11.2.2	Matrixeffekte	155
11.3	Probenvorbereitung, Anreicherungs- und Trennungsverfahren	156
11.3.1	Wasser, Lösungen	156
11.3.2	Organisches Material	156
11.3.3	Metalle und Legierungen	157
11.3.4	Mineralstoffe und Salze	158
11.4	Analysenverfahren	158
11.4.1	Wasser	158
11.4.2	Organisches Material	159
11.4.3	Metalle und Legierungen	162
11.4.4	Mineralstoffe	171
11.4.5	Verschiedenes	172
11.5	Anwendungen	179
Literatur		180

12 Plasmaemissionsspektrometrie	186
12.1 Allgemeines	187
12.1.1 Plasmaarten	187
12.1.2 Induktiv gekoppeltes Plasma (ICP)	189
12.1.3 Funktionsteile des Plasmaspektrometers	191
12.1.3.1 HF-Generator	191
12.1.3.2 Plasmabrenner	191
12.1.3.3 Zerstäubungssystem	191
12.1.3.4 Registriereinrichtung	192
12.1.4 Spektrale Interferenzen, Analysenlinien, Nachweisgrenze	192
12.1.5 Fehlerquellen	194
12.1.5.1 Zerstäubungs- und Aerosoltransporteffekte	194
12.1.5.2 Matrixeffekte	195
12.1.5.3 Betriebsstörquellen	195
12.2 Probenvorbereitung	196
12.3 Analyse kleiner Lösungsvolumina	198
12.4 Anreicherungs- und Trennungsverfahren	199
12.4.1 Fällung	199
12.4.2 Ionenaustauscher	199
12.4.3 Extraktion	199
12.5 Analysenverfahren	201
12.5.1 Wasser	201
12.5.2 Organisches Material	203
12.5.3 Metalle und Legierungen	204
12.5.4 Mineralstoffe	207
12.5.5 Verschiedenes	208
12.6 Anwendungen	208
Literatur	209
13 Röntgenfluoreszenzspektrometrie	214
13.1 Allgemeines	214
13.2 Probenvorbereitung	214
13.2.1 Wasser und wässrige Lösungen	215
13.2.2 Organisches Material	215
13.2.3 Metalle und Legierungen	216
13.2.4 Mineralstoffe	216
13.2.5 Verschiedenes	219
13.3 Anreicherungs- und Trennungsverfahren	219
13.3.1 Fällung	220
13.3.2 Extraktion	224
13.3.3 Ionenaustauscher	225
13.4 Totalreflektierende RFA	226
13.5 Analysenverfahren	227
13.5.1 Wasser	227
13.5.2 Organisches Material	229
13.5.3 Metalle und Legierungen	229
13.5.4 Mineralstoffe	232
13.5.5 Verschiedenes	234
13.6 Anwendungen	235
Literatur	236

14 Massenspektrometrie	241
Literatur	242
15 Neutronenaktivierungsanalyse	243
15.1 Allgemeines	243
15.2 Interferenzen und Fehlerquellen	244
15.3 Probenvorbereitung	247
15.4 Anreicherungs- und Trennungsverfahren	247
15.5 Anwendungen	248
Literatur	249
16 Andere Analysenmethoden und -verfahren	253
16.1 Bestimmungsmethoden	253
16.2 Automation	254
Literatur	255
17 Übersicht der Analysenverfahren	257
17.1 Wasser	257
17.2 Organisches Material	258
17.3 Metalle und Legierungen	259
17.4 Mineralstoffe	260
17.5 Verschiedenes	261
Sachverzeichnis	263