

# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Allgemeiner Teil</b>	<b>1</b>
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 <sub>3</sub> -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
 <b>2 Probenahme, Probenaufbereitung, Probenvorbereitung</b>	 <b>13</b>
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

<b>3 Qualitativer Nachweis</b>	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
<b>4 Trennungs- und Anreicherungsverfahren</b>	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
<b>5 Gravimetrie</b>	59
5.1 Isolierung des Mn	59
5.1.1 Acetat-Methode	59
5.1.2 Fällung als $\text{MnO}_2$ mit $\text{KBrO}_3$	59
5.1.3 Fällung als $\text{MnO}_2$ mit $\text{NaIO}_4$	60
5.1.4 Fällung als $\text{MnO}_2$ mit $\text{H}_2\text{O}_2$	60
5.2 Bestimmung als Phosphat	60
5.2.1 Bestimmung als $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ nach Vorisolierung	60
5.2.2 Bestimmung als $\text{MnNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ oder $\text{Mn}_2\text{P}_2\text{O}_7$	61
5.2.3 Fällung als $\text{MnNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ aus homogener Lösung	62
5.3 Elektrolytische Bestimmung als $\text{MnO}_2$	62
5.4 Andere Bestimmungsformen	62
5.5 Bestimmung mit organischen Reagentien	63
Literatur	63
<b>6 Titrimetrie</b>	64
6.1 Reaktionstyp $\text{Mn}^{2+} \rightarrow \text{Mn}^{7+} \rightarrow \text{Mn}^{2+}$	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 $\text{Mn}^{2+} \rightarrow \text{Mn}^{3+} \rightarrow \text{Mn}^{2+}$	70
6.3 Reaktionstyp $\text{Mn}^{2+} \rightarrow \text{Mn}^{4+}$	71

6.3.1	Oxidation in neutraler, Zn-haltiger Lösung (Volhard-Verfahren) .....	71
6.3.1.1	Analysenverfahren .....	71
6.3.2	Oxidation in $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{NaF}$ -Lösung .....	72
6.3.3	Andere Oxidationsmethoden .....	72
6.4	Reaktionstyp $\text{Mn}^{2+} \rightarrow \text{Mn}^{3+}$ .....	72
6.4.1	Titration mit $\text{KMnO}_4$ -Lösung .....	72
6.4.1.1	Analysenverfahren .....	74
6.4.2	Titration mit $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ -Lösung .....	76
6.5	Reaktionstyp $\text{Mn}^{4+} \rightarrow \text{Mn}^{3+}$ .....	76
6.6	Fällungstitrations .....	76
6.7	Komplexometrische Titration .....	77
6.7.1	Analysenverfahren .....	78
6.8	Andere Titrationsmethoden .....	79
6.9	Anwendungen .....	80
Literatur	.....	81
<b>7</b>	<b>Polarographie und Voltammetrie</b> .....	<b>84</b>
7.1	Allgemeines .....	84
7.2	Polarographisches Verhalten des Mn .....	85
7.3	Analysenverfahren .....	86
7.3.1	Gleichstrompolarographische Bestimmung in $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ -Lösung .....	86
7.3.2	Organisches Material .....	87
7.3.3	Metalle und Legierungen .....	88
7.4	Anwendungen .....	89
Literatur	.....	90
<b>8</b>	<b>Photometrie, Fluorimetrie und Chemiluminometrie</b> .....	<b>92</b>
8.1	Allgemeines .....	92
8.2	Natriumdiethyldithiocarbamat .....	93
8.2.1	Allgemeine Arbeitsvorschrift .....	94
8.2.2	Organisches Material .....	94
8.3	Formaloxim .....	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
<b>9</b>	<b>Atomabsorptionsspektrometrie und Atomfluoreszenzspektrometrie .....</b>	<b>123</b>
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
<b>10</b>	<b>Flammenemissionsspektrometrie .....</b>	<b>149</b>
10.1	Analysenverfahren .....	149
10.1.1	Unlegierter und legierter Stahl .....	149
10.2	Anwendungen .....	150
Literatur .....		150
<b>11</b>	<b>Bogen-/Funken-Emissionsspektroskopie .....</b>	<b>152</b>
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 Trennungsv Verfahren .....	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

<b>12 Plasmaemissionsspektrometrie</b>	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 Trennungungsverfahren	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
 <b>13 Röntgenfluoreszenzspektrometrie</b>	 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 Trennungungsverfahren	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

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