

Niklaus Kläntschi, Peter Lienemann,
Peter Richner, Heinz Vonmont

Elementanalytik

Instrumenteller Nachweis und Bestimmung
von Elementen und deren Verbindungen

Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg · Berlin · Oxford

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	V
Inhaltsverzeichnis	VII
Abkürzungen	XI
1 Einleitung	1
1.1 Analytische Chemie: die Fragestellung	3
1.2 Das modulare Konzept instrumenteller Methoden	8
1.2.1 Die Provokation	11
1.2.2 Die Reaktion	12
1.2.3 Die Detektion	12
1.2.4 Umsetzung in die Praxis	14
2 Systematik einer Analyse	19
2.1 Probenahme	19
2.2 Wahl der analytischen Methode	21
2.3 Probenvorbereitung	23
2.4 Messung, Datenverarbeitung	29
2.5 Interpretation analytischer Resultate	31
3 Kenngrößen spektrometrischer Methoden	33
3.1 Das Spektrum	33
3.2 Linien- und Untergrundintensität	36
3.3 Die Kalibrierung	38
3.4 Präzision und Richtigkeit	46
3.5 Nachweisgrenzen	49
4 Spektrometrische Methoden der Elementanalyse	55
Zerstörende Methoden	55
4.1 Probeneinführungssysteme für zerstörende Methoden	56
4.1.1 Flüssige Proben	57
4.1.2 Gasförmige Proben (Hydrid- und Kaltdampftechnik)	64
4.1.3 Feste Proben	66

VIII Inhaltsverzeichnis

4.2	Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)	71
4.2.1	Atomspektren	72
4.2.2	Provokation, Reaktion, Detektion	73
4.2.3	Apparativer Aufbau	74
4.2.4	Wichtige Einflussparameter in der AAS	78
4.2.5	Untergrundkompensation	85
4.2.6	Atomisierung mit chemischen Flammen (Flammen-AAS)	90
4.2.7	Elektrothermale Atomisierung (ETA-AAS)	90
4.2.8	Spezielle Probeneinführungstechniken	92
4.2.9	Kalibrierung	93
4.2.10	Vor- und Nachteile der AAS	94
4.3	Atomemission (ICP-OES)	97
4.3.1	Instrumenteller Aufbau eines Plasma-Emissionsspektrometers	99
4.3.2	Provokation	111
4.3.3	Reaktion	113
4.3.4	Detektion	118
4.3.5	Charakteristische Merkmale der Plasma-Atomemissionsspektrometrie	119
4.3.6	Typische Anwendungen	126
4.4	Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS)	129
4.4.1	Provokation, Reaktion, Detektion	129
4.4.2	Instrumentelle Grundlagen	130
4.4.3	Datenaquisition und Kalibrierung	133
4.4.4	Matrixeffekte	136
4.4.5	Isotopenverdünnungsanalyse	138
4.4.6	Halbquantitative Übersichtsanalysen	140
4.4.7	Quantitative Analysen	143
4.4.8	Ausblick	144
	Nichtzerstörende Methoden	147
4.5	Röntgenfluoreszenz (XRF)	147
4.5.1	Röntgenfluoreszenzspektren	149
4.5.2	Instrumenteller Aufbau des wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenz-Spektrometers	154
4.5.3	Allgemeine Charakteristiken der wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenz	158
4.5.4	Provokation	164
4.5.5	Reaktion	169
4.5.6	Detektion	176
4.5.7	Quantitative Analysen	178
5	Methoden zur Analyse von Elementspezies	185
5.1	Ionenchromatographie (IC) und Kapillarelektrophorese (CE)	185

5.1.1	Prinzip der Ionenchromatographie (IC)	187
5.1.2	Anionenaustausch-Chromatographie	192
5.1.3	Detektionsarten	198
5.1.4	Quantitative Analysen	200
5.1.5	Prinzip der Kapillarelektrophorese (CE)	204
5.2	Elektrochemische Methoden	207
5.2.1	Grundlagen	207
5.2.2	Potentiometrie	209
5.2.3	Polarographie und Voltammetrie	214
5.3	Röntgendiffraktion (XRD)	221
5.3.1	Röntgendiffraktogramm	222
5.3.2	Instrumenteller Aufbau eines Pulver-Diffraktometers	224
5.3.3	Provokation	230
5.3.4	Reaktion	232
5.3.5	Detektion	234
5.3.6	Charakteristische Merkmale der Pulver-Diffraktometrie	235
6	Oberflächen- und Lokalanalysen an Festkörpern	241
6.1	Oberflächencharakterisierung	243
6.2	Instrumentelle Methoden	245
6.2.1	Messanforderungen	245
6.2.2	Bildgebende Methoden	246
6.2.3	Chemische Identifizierung von Oberflächen	247
7	Weitere Methoden	251
7.1	Methoden mit thermischer Provokation	251
7.1.1	Atomfluoreszenzspektrometrie (AFS)	251
7.1.2	Verbrennungsanalysen (VA) für die Elementanalytik	252
7.1.3	Glimmentladungsspektrometrie (GD-OES, GD-MS)	255
7.2	Methoden mit Teilchenbeschuss als Provokation	256
7.2.1	Kernphysikalische Analysenmethoden	256
7.2.2	Neutronenaktivierungsanalyse (NAA)	257
7.3	Methoden mit elektromagnetischer Strahlung als Provokation	258
8	Vergleichende Bewertung instrumentalanalytischer Methoden	261
8.1	Erfassbarkeit von Elementen und Elementspezies	262
8.2	Probenart und -form	265
8.3	Nachweisgrenzen und Arbeitsbereich	266
8.4	Präzision und Richtigkeit	267
8.5	Messkapazität	269

X Inhaltsverzeichnis

8.6 Kosten und Aufwand	270
8.7 Zusammenfassende Beurteilung	272
9 Zuverlässigkeit in der Analytischen Chemie	273
9.1 Qualitätssicherung (QS)	274
9.2 Validierung	278
9.3 Referenzmaterialien	279
9.4 Messunsicherheit	281
9.5 Laborautomatisierung	285
9.6 Chemometrie	286
10 Standortbestimmung	295
10.1 Historische Entwicklung	295
10.2 Stand der Technik	299
10.3 Zukünftige Entwicklung, Ausblick	301
11 Fallbeispiele	305
11.1 Bestimmung von Zink in einem Abwasser	305
11.2 Analyse einer Elektrofilterasche (EFA) aus einer Müllverbrennungsanlage	308
11.3 Bestimmung von Spurenelementen und organisch gebundenem Chlor (z.B. in Form von PCB in einem Mineralöl)	314
11.4 Bestimmung von Spurenverunreinigungen in Nickel	321
11.5 Analyse von historischen Kupferlegierungen	324
11.6 Qualitative Charakterisierung eines unbekannten Feststoffes	328
11.7 Analyse einer biologischen Probe	332
Stichwortverzeichnis	335