

Inhalt

| | |
|--|----|
| Vorwort | 5 |
| 1. Einführung | 13 |
| 1.1 Definitionen; Übersicht über die wichtigsten Aufschlussmethoden; allgemeine Literatur | 13 |
| 1.2 Ausführung von Aufschlüssen | 14 |
| 1.2.1 Aufschlüsse mit Gasen | 14 |
| 1.2.2 Lösen und Aufschliessen mit Flüssigkeiten | 16 |
| 1.2.3 Schmelzaufschlüsse | 20 |
| 1.3 Behältermaterialien | 20 |
| 1.3.1 Glas | 20 |
| 1.3.2 Porzellan | 22 |
| 1.3.3 Quarzglas | 23 |
| 1.3.4 Verschiedene Oxide | 23 |
| 1.3.5 Metalle | 23 |
| 1.3.6 Graphit und glasartiger Kohlenstoff | 25 |
| 1.3.7 Hochpolymere Kunststoffe | 27 |
| 1.4 Fehlerquellen beim Lösen und Aufschliessen | 29 |
| 1.4.1 Verluste durch Verspritzen oder Verstäuben | 29 |
| 1.4.2 Verluste durch Verflüchtigung | 30 |
| 1.4.3 Verluste durch Adsorption | 31 |
| 1.4.4 Verluste durch Reaktion mit dem Behältermaterial | 37 |
| 1.4.5 Blindwerte | 37 |
| 1.4.6 Beseitigung von Schaum | 41 |
| 1.5 Beschleunigen von Aufschlüssen | 42 |
| 1.5.1 Erhitzen mit Mikrowellen | 42 |
| 1.5.2 Weitere Massnahmen zum Beschleunigen des Lösens und Aufschliessens | 45 |
| 1.5.3 Automatisierung | 47 |
| 2. Lösen und Aufschliessen durch Energiezufuhr | 48 |
| 2.1 Aufschliessen durch Einwirkung von Wärme | 48 |
| 2.1.1 Aufschlüsse anorganischer Substanzen | 48 |

- 2.1.2 Aufschlüsse organischer Substanzen (Pyrolyse) 48
- 2.2 Aufschliessen durch Einwirkung von elektrischer Energie 58
- 2.3 Aufschliessen durch Einwirkung von elektromagnetischer Strahlung 59
 - 2.3.1 Zersetzen organischer Verbindungen durch UV-Strahlung 59
 - 2.3.2 Spezielle Anwendungen von elektromagnetischer Strahlung 68
- 3. Lösen und Aufschliessen unter Eintritt von chemischen Reaktionen ohne Wertigkeitsänderungen 69**
 - 3.1 Spezielle Löseverfahren 69
 - 3.1.1 Lösen mit Komplexbildnern 69
 - 3.1.2 Lösen mit Ionenaustauschern 70
 - 3.1.3 Solubilisation 71
 - 3.2 Lösen mit Flusssäure 71
 - 3.2.1 Eigenschaften von Flusssäure und von Fluoriden 72
 - 3.2.2 Flusssäure-Aufschlüsse 74
 - 3.2.3 Lösen mit Fluoroborsäure HBF_4 oder Fluorokieselsäure H_2SiF_6 79
 - 3.3 Schmelzaufschlüsse mit Fluoriden 79
 - 3.3.1 Aufschlüsse mit Ammoniumfluorid NH_4F und Ammoniumhydrogendifluorid NH_4HF_2 80
 - 3.3.2 Aufschlüsse mit Kaliumfluorid KF , Kaliumhydrogendifluorid KHF_2 oder NaF -haltigen Gemischen 80
 - 3.3.3 Aufschlüsse mit Natriumsilicofluorid Na_2SiF_6 oder Natriumborofluorid NaBF_4 82
 - 3.3.4 Aufschlüsse mit »Natrium-metafluoborat« oder »Lithium-metafluoborat« 82
 - 3.3.5 Aufschlüsse mit Fluorophosphaten 83
 - 3.4 Lösen mit HCl , HBr oder HI 83
 - 3.4.1 Lösen mit Salzsäure 83
 - 3.4.2 Lösen mit Bromwasserstoffsäure 86
 - 3.4.3 Lösen mit Iodwasserstoffsäure 86
 - 3.5 Abrauchen mit NH_4Cl , NH_4Br oder NH_4I 87
 - 3.6 Nichtoxidierendes Lösen mit Schwefelsäure 89
 - 3.7 Schmelzen mit Disulfaten oder Hydrogensulfaten 92
 - 3.8 Lösen mit Phosphorsäure; Aufschlüsse durch Phosphat-Schmelzen 97
 - 3.8.1 Lösen mit Phosphorsäure 97
 - 3.8.2 Aufschlüsse durch Phosphat-Schmelzen 100
 - 3.9 Schmelzen mit Borsäure, Bortrioxid oder Boraten 101
 - 3.9.1 Allgemeines; Schmelzpunkte der analytisch wichtigsten Borverbindungen 101
 - 3.9.2 Schmelzen mit Borsäure oder Bortrioxid 101
 - 3.9.3 Aufschlüsse mit Natriumtetraborat oder borat-haltigen Gemischen 103
 - 3.9.4 Aufschlüsse mit Lithiumtetraborat oder Lithiummetaborat 105
 - 3.9.5 Aufschlüsse mit weiteren Boraten 107
 - 3.10 Enzymatische Aufschlüsse 108

- 3.11 Pyrohydrolyse 110
- 3.12 Lösen und Aufschliessen mit basischen Lösungen 112
- 3.13 Schmelzen mit Alkalihydroxiden 114
- 3.14 Schmelzaufschlüsse mit Alkalicarbonaten 120
- 3.15 Aufschluss nach Lawrence Smith 126
- 3.16 Weitere Schmelzaufschlüsse 128

- 4. Oxidierende Verfahren 129**
- 4.1 Oxidation mit Sauerstoff, angeregtem Sauerstoff oder Ozon 129
 - 4.1.1 Trockenes Veraschen zur Aschebestimmung 129
 - 4.1.2 Veraschung von organischem Material zur Bestimmung von Hetero- und Spurenelementen 132
 - 4.1.3 Oxidation anorganischer Substanzen durch Luftsauerstoff 139
 - 4.1.4 Verbrennung im geschlossenen Gefäss bei gewöhnlichem Druck (Sauerstoff-Kolben n. Hempel-Schöniger) 139
 - 4.1.5 Verbrennung im geschlossenen Gefäss unter hohem Druck 148
 - 4.1.6 Verbrennung im Sauerstoff- oder Luftstrom 151
 - 4.1.7 Verbrennung in Flammen 159
 - 4.1.8 Oxidation mit angeregtem Sauerstoff 163
 - 4.1.9 Oxidation mit Ozon 167
- 4.2 Oxidation mit Wasserstoff-Ionen 168
- 4.3 Oxidation mit Salpetersäure 169
 - 4.3.1 Eigenschaften der Salpetersäure 169
 - 4.3.2 Oxidation mit HNO_3 , ohne Zusätze 170
 - 4.3.3 Aufschlüsse mit $\text{HNO}_3 + \text{HF}$ 174
 - 4.3.4 Aufschlüsse mit $\text{HNO}_3 + \text{HCl}$ oder mit $\text{HNO}_3 + \text{HCl} + \text{HF}$ 177
 - 4.3.5 Aufschlüsse mit verschiedenen Säuregemischen 178
- 4.4 Schmelzaufschlüsse mit Nitraten 179
- 4.5 Aufschlüsse mit Nitritschmelzen 182
- 4.6 Oxidation mit Schwefelsäure oder mit Schwefelsäure + Salpetersäure 183
 - 4.6.1 Oxidation mit H_2SO_4 183
 - 4.6.2 Aufschlüsse mit $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HNO}_3$ 186
- 4.7 Oxidation mit Chlorsäure, Chloraten, Chlorit oder Hypochlorit 189
 - 4.7.1 Aufschlüsse mit Chlorsäure oder Chloraten 189
 - 4.7.2 Oxidation mit Chlorit oder Hypochlorit 191
- 4.8 Oxidation mit Perchlorsäure 192
 - 4.8.1 Eigenschaften der Perchlorsäure 192
 - 4.8.2 Explosionsgefahr 192
 - 4.8.3 Aufschlüsse mit HClO_4 ohne Zusätze von anderen Säuren 194
 - 4.8.4 Aufschlüsse mit $\text{HClO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$ 196
 - 4.8.5 Aufschlüsse mit $\text{HClO}_4 + \text{HNO}_3$ oder mit $\text{HClO}_4 + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ 196
 - 4.8.6 Aufschlüsse mit phosphorsäurehaltigen Perchlorsäuremischungen 198

- 4.8.7 Aufschlüsse mit flusssäure-haltigen Perchlorsäure-Mischungen 199
- 4.8.8 Katalysatoren bei der Zerstörung organischer Substanzen mit HClO_4 -haltigen Säuremischungen 199
- 4.9 Oxidation mit Iodsäure, Iodaten oder Periodaten 200
- 4.9.1 Oxidation mit Iodsäure HIO_3 , Iodaten oder mit Perjodsäure 200
- 4.10 Unvollständige Aufschlüsse mit Säuren oder Säuregemischen 201
- 4.11 Oxidation mit Permanganat KMnO_4 oder MnO_2 203
- 4.12 Oxidation mit Chrom(VI) oder mit $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{KIO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$ 204
- 4.12.1 Oxidation mit CrO_3 oder mit Kaliumdichromat 204
- 4.12.2 Aufschlüsse mit $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{KIO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$ 205
- 4.13 Oxidation mit Wasserstoffperoxid 206
- 4.13.1 Eigenschaften des Wasserstoffperoxids 206
- 4.13.2 Aufschlüsse mit H_2O_2 ohne Zusätze 208
- 4.13.3 Aufschlüsse mit $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{HCl}$ 209
- 4.13.4 Aufschlüsse mit $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4$ 209
- 4.13.5 Aufschlüsse mit $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{HNO}_3$ und anderen Säuren 211
- 4.13.6 Aufschlüsse mit $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{HF}$ und anderen Säuren 212
- 4.13.7 Aufschlüsse mit alkalischen H_2O_2 -Lösungen 213
- 4.13.8 Verluste bei Aufschlüssen mit H_2O_2 und H_2O_2 -haltigen Gemischen 213
- 4.14 Schmelzaufschlüsse mit Peroxiden 214
- 4.14.1 Aufschlüsse mit Natriumperoxid Na_2O_2 214
- 4.14.2 Aufschlüsse mit anderen Peroxiden 220
- 4.15 Oxidation mit Peroxoverbindungen 221
- 4.15.1 Oxidation mit Kaliumperoxodisulfat $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 221
- 4.15.2 Oxidation mit Peroxosäuren 223
- 4.16 Sulfurierende Aufschlüsse 224
- 4.16.1 Freiburger Aufschluss 224
- 4.16.2 Aufschlüsse mit Schwefel, H_2S oder S_2Cl_2 225
- 4.17 Aufschlüsse mit Halogenen oder Halogenverbindungen 226
- 4.17.1 Fluorierung 226
- 4.17.2 Chlorierung 230
- 4.17.3 Bromierung 236
- 4.17.4 Oxidation mit Iod 240
- 4.18 Weitere oxidierende Aufschlüsse 240
- 4.18.1 Oxidationsmittel für anorganische Substanzen 240
- 4.18.2 Oxidationsmittel für organische Substanzen 241
- 4.19 Elektrolytische Oxidation 243
- 4.19.1 Elektrolytische Oxidation von Metallproben 243
- 4.19.2 Elektrolytische Isolierung von Einschlüssen oder Gefügebestandteilen 245
- 5. **Reduzierende Aufschlussmethoden** 248
- 5.1 Reduktion mit Wasserstoff oder mit Ammoniak 248

| | | |
|-------|---|-----|
| 5.2 | Reduktion mit Kohlenstoff | 252 |
| 5.3 | Aufschlüsse mit Metallen oder metallorganischen Verbindungen | 254 |
| 5.3.1 | Umsetzen der Probe mit einem Metall | 254 |
| 5.3.2 | Aufschliessen mit einem Metall und einer basischen Verbindung | 256 |
| 5.3.3 | Aufschliessen mit einem in Ammoniak oder einem Amin gelösten Metall | 257 |
| 5.3.4 | Zersetzen von Proben mit metallorganischen Verbindungen | 258 |
| 5.4 | Weitere reduzierende Aufschlüsse | 258 |
| 5.4.1 | Reduktion von Sulfat zu H_2S | 258 |
| 5.4.2 | Verschiedene reduzierende Aufschlüsse | 259 |

Literatur 261

Sach- und Personenverzeichnis 304