

## Inhalt

<b>Vorwort</b>	5
<b>1. Einführung</b>	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
<b>2. Lösen und Aufschliessen durch Energiezufuhr</b>	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  $\text{HBF}_4$  oder Fluorokieselsäure  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  79
- 3.3 Schmelzaufschlüsse mit Fluoriden 79
  - 3.3.1 Aufschlüsse mit Ammoniumfluorid  $\text{NH}_4\text{F}$  und Ammoniumhydrogendifluorid  $\text{NH}_4\text{HF}_2$  80
  - 3.3.2 Aufschlüsse mit Kaliumfluorid  $\text{KF}$ , Kaliumhydrogendifluorid  $\text{KHF}_2$  oder  $\text{NaF}$ -haltigen Gemischen 80
  - 3.3.3 Aufschlüsse mit Natriumsilicofluorid  $\text{Na}_2\text{SiF}_6$  oder Natriumborofluorid  $\text{NaBF}_4$  82
  - 3.3.4 Aufschlüsse mit »Natrium-metafluoborat« oder »Lithium-metafluoborat« 82
  - 3.3.5 Aufschlüsse mit Fluorophosphaten 83
- 3.4 Lösen mit  $\text{HCl}$ ,  $\text{HBr}$  oder  $\text{HI}$  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  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{NH}_4\text{Br}$  oder  $\text{NH}_4\text{I}$  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  $\text{HNO}_3$ , 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  $\text{H}_2\text{SO}_4$  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  $\text{HClO}_4$  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  $\text{HClO}_4$ -haltigen Säuremischungen 199
- 4.9 Oxidation mit Iodsäure, Iodaten oder Periodaten 200
- 4.9.1 Oxidation mit Iodsäure  $\text{HIO}_3$ , Iodaten oder mit Perjodsäure 200
- 4.10 Unvollständige Aufschlüsse mit Säuren oder Säuregemischen 201
- 4.11 Oxidation mit Permanganat  $\text{KMnO}_4$  oder  $\text{MnO}_2$  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  $\text{CrO}_3$  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  $\text{H}_2\text{O}_2$  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  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lösungen 213
- 4.13.8 Verluste bei Aufschlüssen mit  $\text{H}_2\text{O}_2$  und  $\text{H}_2\text{O}_2$ -haltigen Gemischen 213
- 4.14 Schmelzaufschlüsse mit Peroxiden 214
- 4.14.1 Aufschlüsse mit Natriumperoxid  $\text{Na}_2\text{O}_2$  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,  $\text{H}_2\text{S}$  oder  $\text{S}_2\text{Cl}_2$  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