

INHALTSVERZEICHNIS

	SEITE
1. Einleitung	1
2. Halogen- und schwefelorganische Verbindungen	5
2.1. Halogenorganische Verbindungen	5
2.2. Schwefelorganische Verbindungen	6
3. Stand der Forschung auf den Gebieten der Summen- und Gruppenparameter	9
3.1. Summenparameter: Total Organic Carbon	9
3.2. Gruppenparameter: Organische Halogenverbindungen	12
3.2.1. Einzelsubstanzanalytik von Organohalogenverbin- dungen	13
3.2.2. Bestimmung von Organohalogenverbindungen: Extraktive Anreicherung	17
3.2.3. Bestimmung von Organohalogenverbindungen: Anreicherung mit Hilfe von Polymeren	18
3.2.4. Bestimmung von Organohalogenverbindungen: Anreicherung über Aktivkohle	24
3.2.5. Mineralisierungsverfahren von Organohalogen- verbindungen	30
3.2.6. Detektion der gebildeten Halogenwasserstoffe	34
3.3. Gruppenparameter: Organische Schwefelverbin- dungen	39
4. Aufgabenstellung und Zielsetzung	43
5. Ionenchromatographie	46
5.1. Grundlagen der Ionenchromatographie	46
5.1.1. Trennsäulen für die Ionenchromatographie	46
5.1.2. Detektionsarten in der IC	48

5.1.2.1.	Leitfähigkeitsdetektion	48
5.1.2.2.	Indirekte UV-Detektion	50
5.1.2.3.	Elektrochemische Detektion	52
5.2.	Geräte und Chemikalien für die Ionenchromatographie	53
5.2.1.	Geräte	54
5.2.2.	Chemikalien und Lösungen	55
5.2.3.	Analysensystem und Aufgabe der IC	56
5.3.	ZIPAX-SAX-Trennsäule und ind. UV-Detektion	58
5.4.	Vydac-Säule und Waters-Säule	65
5.5.	Ionenchromatographie mit Suppressortechnik	67
5.5.1.	Apparative Veränderungen	67
5.5.2.	Charakteristik der Suppressed-Ionenchromatographie	70
5.5.3.	Trennung der Anionen und statistische Daten der Suppressed-IC	72
5.6.	Gynkochrom-Trennsäule und indirekte UV-Detektion	78
5.6.1.	Vergleich von Nachweisgrenzen nach verschiedenen Bestimmungsmethoden	86
5.6.2.	Betrieb der IC in der Routine	90
6.	Bestimmung des Hydrogencarbonat-Anions mit der Ionenchromatographie	91
6.1.	Abhängigkeit der Kapazität der Carbonat-Spezies vom pH-Wert des Eluenten	91
6.2.	Quantitative Bestimmung von Carbonat-Spezies	95
6.3.	Ursache des Systempeaks	100
6.4.	Carbonatbestimmung mit Eluenten höheren pH-Wertes	106

7.	Bestimmung der Halogenide mit elektrochemischer Detektion	109
7.1.	Nachweisempfindlichkeit der Anionen	110
7.2.	Linearität und Stabilität des ECD	112
8.	Stoffübergang von Kohlendioxid	117
8.1.	Arbeitsweise der Verbrennungseinrichtung	117
8.2.	Theorie zum Stoffübergang	119
8.3.	Versuche zur Absorption von CO ₂	125
8.3.1.	Carbonatbestimmung mit Hilfe des Systempeaks	125
8.3.2.	Eintrag von Fremdstoffen durch Cu(II)O	127
8.3.3.	CO ₂ -Absorption weiterer Versuche	129
8.4.	Bestimmung von Absorptionsstromdichten für CO ₂	132
8.4.1.	Theoretische Berechnungen zur CO ₂ -Absorption	132
8.4.2.	Absorptionsstromdichten für CO ₂ unter einfachen Versuchsbedingungen	136
8.5.	Diskussion zum Stoffübergang des CO ₂	140
9.	Umsetzung und Absorption anorganischer Säuren	144
9.1.	Optimierung der Chlorid-Absorption	144
9.2.	Optimierung der Bromid-Absorption	149
9.2.1.	Bromid-Absorption unter reduktiven Bedingungen	150
9.3.	Umsetzung und Absorption von Schwefelsäure	153
10.	Umsetzung organischer chlor- und schwefelhaltiger Modellverbindungen	154
10.1.	Umsetzung von Halogenverbindungen	155
10.2.	Umsetzung von Schwefelverbindungen	156
10.2.1.	Katalytische Oxidation mit Platin	159
10.2.2.	Theoretische Berechnungen zum Gleichgewicht SO ₂ /SO ₃	161

10.2.3.	Apparative Änderungen zur Verbesserung der SO ₂ - Ausbeuten	162
11.	AOCl- und AOB _r -Analyse mit schwefelhaltiger Aktivkohle	168
11.1.	Analysierte Chlor- und Schwefelgehalte von Aktivkohlen	168
11.2.	Kalibrierung nach dem DIN-Verfahren unter Anwendung der Mitsubishi-Aktivkohle	170
11.3.	Thermische Desorption von beladener Kohle	174
12.	Herstellung schwefelarmer Aktivkohlen	176
12.1.	Behandlung der Chemviron F400-Kohle zur Schwefelreduzierung	176
12.2.	Aktivierung der Ringsdorff-Kohle	178
12.3.	Herstellung von Aktivkohle aus Glucose-Hydrat	180
13.	Beladung und Verdrängung von anorganischen Anionen	184
14.	Adsorptionseigenschaften der Aktivkohlen	192
14.1.	Analytik der Modellsubstanzen	192
14.2.	Adsorption in der analytischen Chemie	195
14.3.	Adsorption nach dem DIN-Verfahren unter Anwen- dung der Schüttelmethode	198
14.4.	Anreicherung der Modellverbindungen über die Säulenmethode	201
15.	Kalibrierung des Analysenverfahrens mit schwefelarmer Aktivkohle	207
15.1.	Anreicherung und Umsetzung von Thiobenzamid unter den Verfahrensbedingungen	207
15.2.	Blindwerte des Analysenverfahrens	210
15.3.	Ermittlung der Kalibriergeraden	212

15.4.	Statistische Daten der Kalibrierungen	215
16.	Ermittlung der Erfassungsgrade weiterer organischer Verbindungen	220
16.1.	Wiederfindungsraten einiger Verbindungen nach unterschiedlichen Verfahren	227
17.	Untersuchung von Realproben	230
17.1.	Abwasseruntersuchungen	230
17.1.1.	Untersuchungen zur Unterdrückung der Sulfid-anreicherung	233
17.1.2.	Oxidation des Sulfidschwefels	237
17.2.	Analyse von chlor- und schwefelhaltigen Polymeren	242
17.3.	Analyse einer Ölprobe	244
18.	Zusammenfassung und Ausblick	246
19.	Literaturverzeichnis	253