

# Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	1
1.1	Bedeutung der Spurenelementanalyse in Kohlen	1
1.2	Instrumentelle Methoden zur Spurenelementanalyse in Kohlen	3
1.3	Aufgabenstellung	5
2.	Röntgenfluoreszenzanalytische Bestimmung von Spurenelementen in Steinkohlen	6
2.1	Physikalische und gerätetechnische Grundlagen	6
2.2	Direktmessung von Spurenelementen an Kohlenpreßlingen	11
2.2.1	Theoretische Grundlagen	11
2.2.2	Kalibrierung:	16
2.2.3	Meßparameter	16
2.2.4	Bestimmung des Massenschwächungskoeffizienten	17
2.2.5	Konzentrationsbestimmung	20
2.2.6	Genauigkeit: Anthrazit	24
2.2.7	Richtigkeit: NBS 1632a-Kohle, SARM-Kohlen	27
2.3	Anreicherung	30
2.3.1	Experimenteller Teil	33
2.3.2	Untersuchungen an Kohlenaufschlußlösungen	33
3.	Aufschlußverfahren von Kohlen	37
3.1	Literaturübersicht über Kohlenaufschlußverfahren	37
3.1.1	Trockene Veraschung	37
3.1.2	Naßaufschlußverfahren	40
3.2	Eigene Untersuchungen	43
3.2.1	AcidoRapid	43
3.2.2	Druckaufschluß	44
3.2.3	Mikrowelle	47

3.2.4	Hoch-Temperatur Verascher (HTA)	48
4.	Analyse der Aufschlußlösungen mit einem Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma	49
4.1	Physikalische und gerätetechnische Grundlagen	49
4.2	Gerätespezifische Parameter	51
4.3	Ermittlung von Empfindlichkeit und Nachweisgrenze der analytischen Bestimmung 54	
4.4	Druckaufschlußverfahren von Kohlen	59
4.4.1	Probenvorbereitung	59
4.5	Ermittlung der Nachweisgrenzen der Analysenverfahren A und B	60
4.6	Genauigkeit: Druckaufschluß Kohle Anthrazit Ibbenbüren	66
4.7	Richtigkeit: Druckaufschluß Kohle NBS 1632a 70	
4.8	Bewertung	72
5.	Untersuchungen zur Vollständigkeit der Mineralisation beim Druckaufschluß von Kohlen	74
5.1	Aufschlußverfahren	74
5.2	Rückstandsanalyse	74
5.2.1	Färbung der Aufschlußlösungen	74
5.2.2	Gesamtkohlenstoffbilanz	75
5.2.3	Hochleistungs-Flüssig-Chromatographie (HPLC)	77
5.2.4	Extraktion der wässrigen Aufschlußlösungen bei verschiedenen pH-Werten	77
5.2.5	Extraktion der gefriergetrockneten Rückstände	78
5.2.6	Gaschromatographie mit massenselektivem Detektor (GC/MS)	78
5.2.7	Kernmagnetische Resonanz-Spektroskopie (NMR)	81
5.2.7.1	<sup>1</sup> H-NMR	81
5.2.7.2	<sup>13</sup> C-NMR	83
5.3	HPA-Aufschlüsse	84
5.4	Literatur	86

5.5	Ergebnisse	87
6.	Anreicherung	88
6.1	Experimenteller Teil	88
6.2	Untersuchungen an Standardlösungen	88
6.3	Untersuchungen an Kohlenaufschlußlösungen	90
7.	Methodenvergleich	93
7.1	Atomabsorptionsspektroskopie	93
7.2	Nachweisgrenze	95
7.3	Genauigkeit	96
7.4	Richtigkeit	99
8.	Zusammenfassung	102
9.	Ausblick	105