

Inhalt

TEIL 2 (D—E)

D.	Die chemische Analyse	669
37.	Qualitative Analyse	671
37.1.	Allgemeiner Teil	671
37.1.1.	Die historische Entwicklung und die Aufgaben der qualitativen Analyse . . .	671
37.1.2.	Allgemeine Reaktionen in der qualitativen Analyse	672
37.1.3.	Empfindlichkeit analytischer Reaktionen	673
37.1.4.	Organische Reagenzien in der Analyse	675
37.1.4.1.	Bildung von farbigen inneren Komplexen	676
37.1.4.2.	Bildung von Farblacken	678
37.1.4.3.	Synthese von Farbstoffen durch Reaktion mit dem nachzuweisenden Ion . .	678
37.1.4.4.	Bildung und Zerstörung von Farbstoffen durch Reduktion und Oxydation . .	679
37.1.4.5.	Bildung von schwerlöslichen Salzen	680
37.1.5.	Halbmikroarbeitstechnik	680
37.1.5.1.	Geräte zum Aufbewahren und Transportieren von Flüssigkeiten und Festsub- stanzen	680
37.1.5.2.	Transport von Flüssigkeiten	686
37.1.5.3.	Transport fester Stoffe	687
37.1.5.4.	Erwärmen	688
37.1.5.5.	Das Arbeiten mit Gasen	689
37.1.5.6.	Phasentrennung	692
37.1.5.7.	Arbeiten mit dem Mikroskop	693
37.1.5.8.	Tüpfelreaktion	694
37.1.5.9.	Ionenaustausch	694
37.2.	Spezieller Teil	695
37.2.1.	Der Gang der qualitativen chemischen Analyse	695
37.2.1.1.	Probenahme	696
37.2.1.2.	Vorproben	696
37.2.1.2.1.	Lötrohrprobe	696
37.2.1.2.2.	Flammenfärbung und Handspektroskop	698

37.2.1.2.3.	Borax- bzw. Phosphorsalzperle	701
37.2.1.2.4.	Erhitzen im Glühröhrchen	703
37.2.1.2.5.	Erhitzen mit Schwefelsäure	703
37.2.1.2.6.	Spezielle Vorproben	705
37.2.1.3.	Löseversuche	707
37.2.1.4.	Schmelzaufschlüsse	710
37.2.1.5.	Gruppenreaktionen der Anionen	712
37.2.1.6.	Nachweise der Anionen	713
37.2.1.6.1.	Nachweise aus der Ursubstanz	713
37.2.1.6.2.	Nachweise und Identifizierungsreaktionen aus dem Sodaauszug	716
37.2.1.7.	Gruppenreaktionen der Kationen	724
37.2.1.8.	Abtrennung und Nachweise der Kationen	726
37.2.1.8.1.	HCl-Gruppe	726
37.2.1.8.2.	H ₂ S-Gruppe	726
37.2.1.8.3.	NH ₃ -Gruppe	731
37.2.1.8.4.	(NH ₄) ₂ S-Gruppe	731
37.2.1.8.5.	(NH ₄) ₂ CO ₃ -Gruppe	731
37.2.1.8.6.	Magnesium, Alkalimetalle, Ammonium	734
37.2.2.	Andere Trennungsgänge	737
37.2.2.1.	Verfahren ohne Anwendung gasförmigen Schwefelwasserstoffs	738
37.2.2.2.	Sulfidfreie Trennungsgänge	738
37.2.2.3.	Schnellanalyse nach CHARLOT	739
37.2.2.4.	Verwendung von Dithizon in der qualitativen Analyse	740
37.2.3.	Die Blitzanalyse	741
37.3.	Physikalisch-chemische Methoden in der qualitativen Analyse	742
37.3.1.	Chromatographische Methoden	742
37.3.1.1.	Papierchromatographische Trennung und Identifizierung von Kationen	742
37.3.1.2.	Dünnschichtchromatographie	744
37.3.2.	Mikroanalyse auf Filtrierpapier	746
37.3.2.1.	Tüpfelanalyse	746
37.3.2.2.	Elektrographie	747
37.3.2.3.	Die Ringofenmethode	748
38.	Grundlagen der quantitativen chemischen Analyse	752
38.1.	Allgemeine Erfordernisse der quantitativen chemischen Analyse	752
38.2.	Experimentelle Grundlagen der quantitativen chemischen Analyse	755
38.2.1.	Wägung	755
38.2.2.	Gravimetrie	760
38.2.2.1.	Allgemeine Grundlagen der Gravimetrie	760
38.2.2.2.	Grundoperationen der Gravimetrie	762
38.2.3.	Maßanalyse	764
38.2.3.1.	Allgemeine Grundlagen der Maßanalyse	764
38.2.3.2.	Grundoperationen der Volumetrie	765

38.2.3.3.	Grundoperationen der Wägetitration	768
38.2.3.4.	Maßlösungen.	769
38.2.3.5.	Endpunktsindikation	772
38.3.	Theoretische Grundlagen der quantitativen chemischen Analyse	773
38.3.1.	Säure-Base-Reaktionen	773
38.3.1.1.	Allgemeines zu Säure-Base-Gleichgewichten	773
38.3.1.2.	Logarithmische pH-Diagramme einwertiger Säuren und Basen	776
38.3.1.3.	Logarithmische pH-Diagramme mehrwertiger Säuren und Basen	786
38.3.1.4.	Säure-Base-Titrationen	788
38.3.1.5.	pH-Indikatoren	794
38.3.1.6.	Pufferlösungen	798
38.3.1.7.	Indikatorfehler	801
38.3.1.8.	Versuche	807
38.3.2.	Redoxreaktionen	809
38.3.2.1.	Allgemeines zu Redoxreaktionen	809
38.3.2.2.	Redoxtitrationen	812
38.3.2.3.	Redoxindikatoren	820
38.3.2.4.	Versuche zu den Redoxtitrationen	822
38.3.3.	Komplexreaktionen	828
38.3.3.1.	Allgemeines zu komplexchemischen Gleichgewichten	828
38.3.3.2.	Komplexometrische Titrationen	830
38.3.3.2.1.	Die effektive Stabilitätskonstante	830
38.3.3.2.2.	Titrationenkurven	832
38.3.3.2.3.	Chelatbildende Verbindungen	833
38.3.3.3.	Endpunktsindikation	834
38.3.3.4.	Andere Indikationsverfahren	836
38.3.3.5.	Titrationenarten	837
38.3.4.	Fällungsreaktionen	839
38.3.4.1.	Löslichkeitsgleichgewichte	839
38.3.4.1.1.	Die Abhängigkeit der Löslichkeit vom Elektrolytgehalt	839
38.3.4.1.2.	Die Abhängigkeit der Löslichkeit von der Temperatur	846
38.3.4.1.3.	Die Abhängigkeit der Löslichkeit vom Zusatz nichtwäßriger Lösungsmittel	846
38.3.4.2.	Bildung schwerlöslicher Niederschläge	847
38.3.4.3.	Kolloide.	851
38.3.4.4.	Verunreinigungen von Niederschlägen	852
38.3.4.5.	Fällungstitrationen	856
38.3.4.5.1.	Symmetrische Fällungstitrationen	857
38.3.4.5.2.	Asymmetrische Fällungstitrationen	862
38.3.4.5.3.	Simultanfällungen	862
38.3.4.6.	Titrationenfehler bei Fällungstitrationen	863
38.3.4.7.	Adsorptionsindikatoren	870
38.3.5.	Verteilungsverfahren in der quantitativen Analyse	872
38.3.5.1.	Die einfache Verteilung	874
38.3.5.2.	Die multiplikative Verteilung	876
38.3.5.3.	Anwendung von Verteilungsverfahren in der anorganischen Chemie	880

38.3.6.	Chromatographische Verfahren	882
38.3.6.1.	Allgemeines zur Verteilungschromatographie	882
38.3.6.2.	Trennwirkung einer gaschromatographischen Säule	886
38.3.6.3.	Lage und Gestalt der chromatographischen Zonen	887
38.3.6.4.	Methoden der chromatographischen Analyse	889
38.3.6.5.	Geräte und Anwendungen	890
38.3.7.	Austauschverfahren	894
38.3.7.1.	Ionenaustausch	894
38.3.7.2.	Anwendungen des Ionenaustausches	896
38.3.7.3.	Ionen- und Molsiebe	898
38.3.7.4.	Elektronenaustauscher	899
39.	Elektrochemische Methoden in der quantitativen Analyse	901
39.1.	Elektrogravimetrie	902
39.2.	Die Coulometrie	911
39.2.1.	Grundlagen	911
39.2.2.	Die potentiostatische Coulometrie	913
39.2.3.	Die galvanostatische Coulometrie	917
39.2.3.1.	Direkte Coulometrie bei konstanter Stromstärke	918
39.2.3.2.	Coulometrische Titrationsen	918
39.2.4.	Beschreibung der Ausführung an Beispielen	921
39.2.4.1.	Die coulometrische Analyse eines Metalls an einer Quecksilberkatode	921
39.2.4.2.	Die coulometrische Analyse an der Platinanode	922
39.2.4.3.	Die coulometrische Titration	922
39.3.	Gleichstrompolarographie	922
39.3.1.	Allgemeines Ersatzschaltbild elektroanalytischer Meßzellen	922
39.3.2.	Das elektrische Verhalten der gleichstrompolarographischen Zelle	923
39.3.3.	Die Quecksilbertropfelektrode	924
39.3.4.	Apparatives Grundprinzip des Gleichstrompolarographen und Aufnahme von Strom-Spannungs-Kurven	925
39.3.5.	Depolarisationsspannung und Halbstufenpotentiale	928
39.3.6.	Diffusionsgrenzstrom und die quantitative Auswertung von Polarogrammen	930
39.3.7.	Andere polarographische Ströme	934
39.3.8.	Analytischer Anwendungsbereich, Kapazitätsstrom, Derivativpolarographie	935
39.4.	Amperometrie	939
39.4.1.	Grundlagen	939
39.4.2.	Amperometrie mit einer polarisierbaren Elektrode	939
39.4.3.	Dead-stop-Verfahren (Amperometrie mit zwei polarisierbaren Elektroden)	941
39.5.	Neuere polarographische Methoden	942
39.5.1.	Wechselstrompolarographie	942
39.5.2.	Rechteckwellenpolarographie (square wave)	947
39.5.3.	Pulse-Polarographie	948
39.5.4.	Andere voltametrische Me	948

39.5.4.1.	Chronoamperometrie	948
39.5.4.2.	Inverse Voltametrie	950
39.6.	Die potentiometrische Indikation	950
39.6.1.	Grundlagen	950
39.6.2.	Potentialmessung	951
39.6.3.	Die konstante Bezugs­elektrode	952
39.6.4.	Potentiometrische Indizierung von Redox­titrationen	953
39.6.5.	Fällungs- und Komplexbildungst­itrationen	955
39.6.6.	Die potentiometrische Indikation von Säure-Base-Reaktionen	956
39.7.	Die Konduktometrie	959
39.7.1.	Allgemeines	959
39.7.2.	Grundlagen	960
39.7.3.	Die Meßanordnung	961
39.7.4.	Der konduktometrische Kurvenverlauf	964
39.7.5.	Anwendungsbereich und Anwendungsbeispiele	966
39.8.	Oszillometrie	968
39.8.1.	Grundlagen	969
39.8.2.	Kennkurven	971
39.8.3.	Einfluß verschiedener Parameter auf die Kennkurven	974
39.8.4.	Anwendungsbereich	976
39.9.	Titrationen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln	977
39.9.1.	Solventien	978
39.9.2.	Acidität in nichtwäßrigen Solventien	978
39.9.3.	Nivellierung und Protolyse	980
39.9.4.	Einfluß des Dielektrikums	983
39.9.5.	Anwendungsbereich von Titrationen in nichtwäßrigen Medien	984
39.9.5.1.	Säure-Base-Titrationen	984
39.9.5.2.	Redox­titrationen	986
39.9.5.3.	Titrationen in Salzs­chmelzen	986
39.9.5.4.	Fällungst­itrationen	987
39.9.6.	Besonderheiten bei Titrationen in nichtwäßrigen Lösungsmitteln	988
40.	Spektroskopische Analysemethoden	990
40.1.	Grundlagen und Überblick	990
40.2.	Extinktion und Bouguer-Lambert-Beersches Gesetz	992
40.3.	Absorptionsspektrometrie	994
40.3.1.	Spektrophotometer	995
40.3.2.	Photometrische Indikation von Titrationsäquivalenzpunkten	996
40.4.	Kolorimetrie	997
40.4.1.	Meßtechnische Ausführungsformen	998
40.4.2.	Praxis der Kolorimetrie	1001
40.5.	Fluorimetrie	1002

40.6.	Die Emissionsspektralanalyse	1004
40.6.1.	Allgemeines Prinzip, Empfindlichkeit und Genauigkeit	1004
40.6.2.	Die Erzeugung der Lichtemission	1005
40.6.3.	Die Zerlegung des emittierten Lichtes in das Spektrum und dessen Registrierung	1006
40.6.4.	Die Bedeutung der letzten Linien	1006
40.7.	Flammenphotometrie	1007
40.8.	Atomabsorptionsspektrophotometrie	1011
41.	Radiochemische Analysenmethoden	1015
41.1.	Über das Arbeiten mit radioaktivem Material	1016
41.2.	Nachweis der Strahlung	1016
41.3.	Auswertung der Messungen	1019
41.4.	Analytische Anwendungen	1020
42.	Thermische Analysenmethoden	1023
42.1.	Thermogravimetrie	1023
42.2.	Thermoanalyse und Differentialthermoanalyse	1027
42.3.	Thermometrische Titration	1033
43.	Methoden und Probleme der Spurenanalytik	1035
43.1.	Gegenstand der Spurenanalytik	1035
43.2.	Biochemische und geochemische Ergebnisse der Spurenanalyse	1037
43.3.	Spurenanalytische Umweltüberwachung	1038
43.4.	Reinstoffanalytik	1039
43.5.	Bestimmungsmethoden der Spurenanalytik	1043
43.6.	Trenn- und Anreicherungsverfahren in der Spurenanalytik	1047
44.	Meßtheorie in der analytischen Chemie	1054
44.1.	Grundbegriffe der Meßtheorie	1054
44.2.	Fehlerarten, Fehlerquellen und Fehlerangaben	1058
44.3.	Zufallsstreuung von Meßwerten	1060
44.4.	Fehlerfortpflanzung und Korrelation von Meßwerten	1067
44.5.	Registrierbedingungen von Meßwerten	1069
44.6.	Meßbereich und Erfassungsgrenze	1073
44.7.	Meßmethodik bei der quantitativen Analyse	1075
44.8.	Meßtheoretische Bewertung von Analysenverfahren und Analyseergebnissen	1080

E.	Laboratoriumsausrüstung und Präparatives Praktikum	1091
E.I.	Laboratoriumsausrüstung und Laboratoriumsmethoden	1093
45.	Werkstoffe und Geräte	1093
45.1.	Glas	1093
45.2.	Glasgeräte	1095
45.3.	Keramiken und Quarz als Gerätematerialien	1097
45.4.	Metalle und Graphit als Gefäßmaterialien	1097
45.5.	Kunststoffe im Laboratorium	1098
45.6.	Laboratoriumsgeräte und Zubehör	1099
45.7.	Hilfsmittel für Laborarbeiten	1099
45.8.	Reinigen der Geräte	1100
46.	Erzeugung, Messung und Regelung von Temperaturen	1101
46.1.	Temperaturerzeugung	1101
46.1.1.	Wärmeerzeugung und Geräte	1101
46.1.2.	Kälteerzeugung und Kältemittel	1102
46.2.	Temperaturmessung	1102
46.3.	Temperaturregelung	1103
47.	Laborarbeiten	1103
47.1.	Zerkleinern	1104
47.2.	Lösen und Mischen	1104
47.3.	Trennen	1105
47.3.1.	Abdampfen	1105
47.3.2.	Kristallisation	1106
47.3.3.	Sorption und Ionenaustausch	1107
47.3.4.	Dekantieren, Zentrifugieren, Filtrieren	1109
47.3.5.	Destillieren	1111
47.3.6.	Sublimieren	1114
47.3.7.	Extrahieren und Verteilen	1115
47.3.8.	Trocknen	1117
47.4.	Erzeugung und Behandlung von Gasen	1119
47.4.1.	Gaserzeugung	1119
47.4.2.	Reinigen und Trocknen der Gase	1120
47.4.3.	Gase aus Stahlflaschen	1121
47.4.4.	Mengenmessung von Gasen	1122
47.5.	Versuche unter veränderten Druckbedingungen	1123
47.5.1.	Anwendung von Vakuum	1123

47.5.2.	Anwendung von Druck	1125
47.6.	Protokollführung	1126
48.	Arbeitsschutz	1127
E.II.	Präparatives Praktikum	1131
49.	Präparationstechnik	1131
49.1.	Allgemeine Anleitung zum chemisch-präparativen Arbeiten	1131
49.1.1.	Reaktionen in Lösungen	1131
49.1.2.	Reaktionen in Schmelzen	1134
49.1.3.	Umsetzungen unter Beteiligung von Festkörpern	1135
49.1.4.	Sublimation	1136
49.1.5.	Ausschluß von Atmosphärlinien	1136
49.1.6.	Elektrolyse	1137
49.2.	Arbeiten in Lösungen	1137
49.2.1.	Einfache Umsetzungen	1137
49.2.1.1.	Arbeiten in Bechergläsern, Kolben und Schalen	1137
49.2.1.2.	Arbeiten mit Rührern, Büretten und Tropftrichtern	1146
49.2.1.3.	Arbeiten unter Rückfluß	1149
49.2.1.4.	Arbeiten in Platingefäßen	1150
49.2.2.	Arbeiten unter vermindertem Druck	1151
49.2.3.	Destillationstechnik	1153
49.2.3.1.	Unter Normaldruck	1153
49.2.3.2.	Unter vermindertem Druck	1155
49.2.4.	Extraktionstechnik	1157
49.2.5.	Elektrolyse	1159
49.3.	Sublimationstechnik	1161
49.4.	Arbeiten unter Feuchtigkeitsausschluß	1163
49.5.	Arbeiten in nichtwäßrigen Lösungsmitteln	1167
49.6.	Reaktionen in fester Phase und in Schmelzen	1169
49.7.	Arbeiten mit Gasen	1171
49.8.	Kolloidale Verteilung	1176
49.8.1.	Kondensationsverfahren	1176
49.8.2.	Dispersionsverfahren	1177
49.9.	Arbeiten bei tiefen Temperaturen	1178
50.	Präparationsmethoden	1180
50.1.	Methoden zur Darstellung von Elementverbindungen	1181
50.1.1.	Reduktionsreaktionen	1181

50.1.1.1.	Reduktion durch Wasserstoff	1181
50.1.1.2.	Reduktion durch Kohlenstoff und Cyanide	1182
50.1.1.3.	Reduktion durch Metalle	1183
50.1.2.	Darstellung durch Elektrolyse	1187
50.1.3.	Darstellung durch Zerfallsreaktionen	1190
50.1.4.	Darstellung unter Verwendung von Oxydationsmitteln	1192
50.1.5.	Spezielle Aufgaben zur Darstellung von Elementverbindungen	1192
50.1.5.1.	Reinigung von Elementverbindungen	1192
50.1.5.2.	Darstellungen von Legierungen.	1194
50.2.	Methoden zur Darstellung von Oxiden	1195
50.2.1.	Metalloxide	1195
50.2.1.1.	Oxydationsreaktionen	1195
50.2.1.2.	Hydrolyse	1195
50.2.1.3.	Thermische Zersetzung	1196
50.2.1.4.	Reaktionen mit Säuren	1199
50.2.1.5.	Reduktion	1199
50.2.2.	Nichtmetalloxide	1200
50.3.	Methoden zur Darstellung von Sulfiden	1203
50.3.1.	Elementarsynthese von Sulfiden	1203
50.3.2.	Darstellung von Sulfiden durch Reaktion mit Schwefelwasserstoff	1205
50.4.	Methoden zur Darstellung von Wasserstoffverbindungen.	1208
50.4.1.	Synthese aus den Elementen	1208
50.4.2.	Umsetzung mit wasserstoffhaltigen Verbindungen	1208
50.5.	Besondere Stoffklassen	1213
50.5.1.	Boride, Carbide, Nitride, Silicide	1213
50.5.2.	Chelate, Clathrate	1215
Sach- und Namensverzeichnis		1217