

# Inhaltsverzeichnis

<b>I.</b>	<b>Einleitung</b> .....	1
1	<b>Analytische Chemie</b> .....	1
2	<b>Vorsichtsmaßnahmen und Unfallverhütung im chemischen Labor</b> .....	1
2.1	Wichtige Laborregeln beim Umgang mit chemischen Stoffen.....	2
2.2	Gesetzliche Vorschriften (Auszug) .....	3
2.3	Sicherheitsmaßnahmen .....	5
2.4	Erste Hilfe bei Unfällen .....	6
3	<b>Leitfaden zur Verwendung von Kapitel II durch Studierende mit Chemie als Nebenfach</b> .....	8
<b>II.</b>	<b>Qualitative Analyse anorganischer Verbindungen</b> .....	9
1	<b>Allgemeine Einführung</b> .....	9
1.1	Trennungsgänge.....	10
1.2	Empfindlichkeit einer Nachweisreaktion .....	10
1.3	Die qualitative Analyse .....	11
1.4	Gang einer qualitativen Analyse .....	12
1.5	Muster eines Analysenprotokolls .....	12
1.6	Arbeitsgeräte für die Halbmikro-Analyse .....	14
2	<b>Vorproben</b> .....	15
2.1	Flammenfärbung und Spektralanalyse .....	16
2.2	Lötrohrprobe .....	17
2.3	Borax- und Phosphorsalzperle .....	18
2.4	Hepar-Probe (s. S. 28) Hempel-Probe (s. S. 29)	20
2.5	Lösen der Analysesubstanz .....	20
2.6	Aufschlussmethoden für schwerlösliche Substanzen .....	21
2.6.1	Soda-Pottasche-Aufschluss (basischer Aufschluss, Alkalicarbonat-Aufschluss)...	22
2.6.2	Aufschlussverfahren für Oxide .....	23
2.6.3	Aufschluss komplexer Cyanide.....	26

2.6.4	Fluoride.....	26
2.6.5	Halogenide von Ag, Pb, Hg <sub>2</sub> I <sub>2</sub> und HgI <sub>2</sub> .	26
2.7	Erkennen organischer Stoffe und komplexer Cyanide.....	26
<b>3</b>	<b>Nachweis wichtiger Elementar-Substanzen</b> .....	<b>28</b>
3.1	Schwefel .....	28
3.2	Kohlenstoff.....	29
<b>4</b>	<b>Schnelltests</b> .....	<b>29</b>
<b>5</b>	<b>Untersuchung von Anionen</b> .....	<b>31</b>
5.1	Allgemeine Einführung .....	31
5.1.1	Anionen-Nachweis aus der Ursubstanz ..	31
5.1.2	Soda-Auszug (S.A.).....	31
5.2	Gruppen-Reaktionen.....	32
5.3	Trennungsgänge.....	34
5.4	Nachweisreaktionen (Identitätsreaktionen) ....	35
5.4.1	Liste der erfaßten Anionen .....	35
5.4.2	Einzelnachweise und Trennungsgänge ...	35
<b>6</b>	<b>Untersuchung von Kationen</b> .....	<b>58</b>
6.1	Allgemeine Einführung .....	58
6.1.1	Liste der erfassten Kationen .....	58
6.1.2	Gruppenreaktionen und Trennungsgänge	58
6.2	Lösliche Gruppe .....	59
6.2.1	Einzelnachweis der Ionen .....	60
6.3	Ammoniumcarbonat-Gruppe [(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> -Gruppe] .....	64
6.3.1	Einzelnachweise der Ionen .....	67
6.4	Ammoniumsulfid-Gruppe ((NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S-Gruppe)	68
6.4.1	Durchführung des (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S-Trennungsgangs <i>ohne</i> seltenere Elemente .....	70
6.4.2	Durchführung des (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S-Trennungsgangs <i>mit</i> selteneren Elementen.....	71
6.4.3	Hydrolysentrennung (Urotropin-Gruppe)	72
6.4.4	Einzelnachweis der Ionen .....	81
6.5	Schwefelwasserstoff-Gruppe (H <sub>2</sub> S-Gruppe)...	91
6.5.1	Salzsäure-Gruppe (HCl-Gruppe) : Ag <sup>+</sup> , Hg <sub>2</sub> <sup>2+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , (Tl <sup>+</sup> ) .....	92
6.5.2	Einzelnachweise der Ionen .....	93
6.5.3	Reduktionsgruppe:..... Au <sup>3+</sup> , Pd <sup>2+</sup> , Pt <sup>4+</sup> , Se <sup>4+</sup> , Te <sup>4+</sup> .....	95
6.5.4	Einzelnachweise der Ionen .....	97
6.5.5	Kupfergruppe: Hg <sup>2+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Bi <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup> , Cd <sup>2+</sup> .....	99
6.5.6	Einzelnachweise der Ionen .....	103
6.5.7	Arsengruppe <i>ohne</i> seltenere Elemente: As <sup>3+</sup> /As <sup>5+</sup> , Sb <sup>3+</sup> /Sb <sup>5+</sup> , Sn <sup>2+</sup> /Sn <sup>4+</sup> .....	105

6.5.8	Arsengruppe <i>mit</i> selteneren Elementen: As, Sb, Sn, Mo, Se, Te, (Ge).....	107
6.5.9	Arsengruppe mit Mo, Pt, Au, Se, Te.....	108
6.5.10	Einzelnachweis der Ionen .....	110

<b>III.</b>	<b>Qualitative Analyse</b>	
	<b>organischer Verbindungen .....</b>	<b>115</b>
<b>1</b>	<b>Nachweis der Elemente in organischen Verbindungen .....</b>	<b>115</b>
<b>2</b>	<b>Ausgewählte Nachweis- und Identitätsreaktionen für funktionelle Gruppen.....</b>	<b>119</b>
2.1	Alkene .....	120
2.2	Alkine.....	121
2.3	Aromaten.....	121
2.4	Halogenalkane (Alkylhalogenide).....	123
2.5	Alkohole.....	124
2.6	Enole .....	126
2.7	Phenole.....	126
2.8	Ether .....	128
2.9	Peroxide .....	128
2.10	Amine.....	129
2.11	Aldehyde und Ketone.....	132
2.12	Carbonsäuren und Derivate.....	134
2.13	Aminosäuren .....	137
2.14	Sulfonsäuren und Derivate.....	138
<b>IV.</b>	<b>Grundlagen der quantitativen Analyse..</b>	<b>139</b>
<b>1</b>	<b>Analytische Geräte.....</b>	<b>139</b>
1.1	Waagen .....	139
1.2	Volumenmessgeräte für Flüssigkeiten .....	142
<b>2</b>	<b>Konzentrationsmaße.....</b>	<b>146</b>
2.1	Konzentrationsangaben des SI-Systems.....	146
2.2	Berechnung der Stoffmengen bei chemischen Umsetzungen (stöchiometrische Rechnungen)	154
2.3	Aktivität .....	157
<b>3</b>	<b>Statistische Auswertung von Analysendaten .....</b>	<b>160</b>
<b>V.</b>	<b>Klassische quantitative Analyse.....</b>	<b>165</b>
<b>1</b>	<b>Grundlagen der Gravimetrie .....</b>	<b>165</b>
1.1	Gravimetrische Grundoperationen .....	166
1.2	Löslichkeit.....	171

1.3	Komplexbildung .....	179
1.4	Betrachtungen zur Niederschlagsbildung .....	181
1.5	Berechnung der Analysenwerte .....	183
<b>2</b>	<b>Gravimetrische Analysen mit anorganischen Fällungsreagenzien</b> .....	<b>185</b>
<b>3</b>	<b>Gravimetrische Analysen mit organischen Fällungsreagenzien</b> .....	<b>186</b>
<b>4</b>	<b>Grundlagen der Maßanalyse</b> .....	<b>191</b>
4.1	Maßlösungen, Urtitersubstanzen .....	192
4.2	Berechnung der Analysen .....	196
4.3	Indikatoren .....	198
<b>5</b>	<b>Säure-Base-Titrationen (Neutralisations-titrationen, Acidimetrie/Alkalimetrie)</b> .....	<b>204</b>
5.1	Theorie der Säuren und Basen .....	204
5.2	Aciditäts- und Basizitätskonstante (Säure- und Basekonstante) .....	207
5.3	Ionenprodukt des Wassers .....	210
5.4	pH-Wert .....	212
5.4.1	Berechnung von pH-Werten .....	214
5.4.2	Isoelektrischer Punkt (I.P.) .....	218
5.4.3	Messung von pH-Werten .....	218
5.5	Säure-Base-Reaktionen .....	218
5.6	Protolyse („Hydrolyse“) von Salzen .....	219
5.7	Puffer .....	220
<b>6</b>	<b>Titrationen von Säuren und Basen in wässrigen Lösungen</b> .....	<b>226</b>
6.1	Titrationenkurven .....	226
6.2	Hägg-Diagramme .....	232
6.3	Endpunkte der Titrationen .....	233
6.4	Titrationmöglichkeiten .....	234
6.5	Anwendungsbeispiele .....	235
6.5.1	Titration starker Säuren .....	235
6.5.2	Titration schwacher Säuren .....	237
6.5.3	Titration starker Basen .....	239
6.5.4	Titration schwacher Basen .....	240
6.5.5	Simultantitrationen .....	243
6.5.6	Bestimmung von Carbonsäurederivaten .....	244
<b>7</b>	<b>Titrationen von Säuren und Basen in nichtwässrigen Lösungen</b> .....	<b>244</b>
7.1	Physikalisch-chemische Grundlagen .....	244
7.2	Lösemittel und ihre Einflüsse .....	248
7.3	Titration schwacher Basen .....	252
7.4	Titration schwacher Säuren .....	255

<b>8</b>	<b>Grundlagen der Oxidations- und Reduktionsanalysen</b> .....	257
8.1	Oxidation und Reduktion .....	257
8.2	Redoxreaktionen .....	258
8.3	Redoxpotentiale (Standardpotentiale und Normalpotentiale) .....	259
8.4	Elektroden .....	266
8.4.1	Bezugselektroden .....	266
8.4.2	Messelektroden (Indikatorelektroden) ...	268
<b>9</b>	<b>Redox titrationen (Oxidimetrie)</b> .....	270
9.1	Titrationenkurven .....	270
9.1.1	Das Potential am Äquivalenzpunkt .....	271
9.1.2	Das Potential vor dem Äquivalenzpunkt	272
9.1.3	Das Potential nach dem Äquivalenzpunkt	272
9.2	Endpunkte der Titration .....	273
9.3	Anwendungsbeispiele .....	274
9.3.1	Manganometrie .....	274
9.3.2	Cerimetrie .....	279
9.3.3	Iodometrie .....	281
9.3.4	Bromometrie .....	285
9.3.5	Chromatometrie .....	288
9.3.6	Kaliumbromat .....	288
9.3.7	Periodat .....	289
9.3.8	Hypoiodid .....	290
<b>10</b>	<b>Fällungstitrationen</b> .....	291
10.1	Titrationenkurven .....	291
10.2	Endpunkte der Titrationen .....	293
10.3	Anwendungsbeispiele .....	293
<b>11</b>	<b>Komplexometrische Titrationen (Chelatometrie)</b> .....	298
11.1	Chelatbildner .....	299
11.2	Titrationenmöglichkeiten mit Dinatriummethylenediamintetraacetat (EDTA)...	302
11.3	Titrationenendpunkte .....	306
11.4	Komplexometrische Arbeitsweisen .....	308
11.5	Titrationenkurven .....	309
11.6	Anwendungsbeispiele mit EDTA .....	312
11.6.1	Bestimmung einzelner Kationen .....	312
11.6.2	Simultantitration von Kationen .....	314
11.6.3	Indirekte Titration von Kationen und Anionen .....	315
<b>VI.</b>	<b>Elektroanalytische Verfahren</b> .....	317
<b>1</b>	<b>Grundlagen der Potentiometrie</b> .....	317
1.1	Allgemeines .....	317

1.2	Messanordnung (für die Wendepunktmethode) und Messelektroden.....	318
1.3	Anwendungsbereiche.....	320
1.4	Anwendungsbeispiele.....	320
<b>2</b>	<b>Grundlagen der Elektrogravimetrie.....</b>	<b>330</b>
2.1	Allgemeines.....	330
2.2	Trennungen durch Elektrolyse.....	335
2.3	Instrumentelle Anordnung.....	337
2.4	Anwendungen.....	338
<b>3</b>	<b>Grundlagen der Coulometrie.....</b>	<b>339</b>
3.1	Allgemeines.....	339
3.2	Durchführung coulometrischer Messungen....	340
3.3	Anwendungsbeispiele coulometrischer Titrationen .....	347
<b>4</b>	<b>Grundlagen der Polarographie.....</b>	<b>349</b>
4.1	Allgemeines und instrumentelle Anordnung ..	349
<b>5</b>	<b>Grundlagen der Konduktometrie.....</b>	<b>363</b>
5.1	Allgemeines .....	363
5.2	Prinzipielle Anwendung .....	369
<b>6</b>	<b>Grundlagen der Voltametrie.....</b>	<b>373</b>
6.1	Allgemeines.....	373
6.2	Prinzipielle Anwendung.....	375
<b>7</b>	<b>Grundlagen der Amperometrie.....</b>	<b>375</b>
7.1	Allgemeines.....	375
7.2	Amperometrische Titration mit einer polarisierbaren Elektrode.....	376
7.3	Amperometrie mit zwei polarisierbaren Elektroden, biamperometrische Titration, Dead-stop-Titration .....	378
<b>VII.</b>	<b>Optische und spektroskopische Analysenverfahren.....</b>	<b>381</b>
<b>1</b>	<b>Einfache optische Analysenmethoden.....</b>	<b>381</b>
1.1	Refraktometrie.....	381
1.2	Polarimetrie .....	383
1.3	Nephelometrie .....	386
<b>2</b>	<b>Gemeinsame Grundlagen von Atom- und Molekülspektren.....</b>	<b>386</b>
2.1	Das elektromagnetische Spektrum.....	386
2.2	Emission von Energie.....	387
2.3	Absorption von Energie.....	389
2.4	Gesetz der Lichtabsorption.....	390

<b>3</b>	<b>Molekülspektroskopische Methoden</b> .....	391
3.1	Absorptionsspektroskopie im ultravioletten und sichtbaren Bereich .....	391
3.1.1	Molekülanregung .....	391
3.1.2	Molekülstruktur und absorbiertes Licht ..	392
3.1.3	Messmethodik .....	394
3.1.4	Darstellung der Messwerte .....	395
3.1.5	Auswertung und Anwendung .....	396
3.2	Absorptionsphotometrie .....	398
3.3	Kolorimetrie .....	399
3.4	Fluoreszenz- und Phosphoreszenzanalyse .....	401
3.5	Infrarot-Absorptionsspektroskopie und Raman-Spektroskopie .....	403
3.5.1	Molekülanregung .....	403
3.5.2	Absorptionsbereich .....	404
3.5.3	Messmethodik .....	406
3.5.4	Anwendungen und Auswertung .....	409
3.6	Raman-Spektroskopie .....	409
3.7	Kernresonanzspektroskopie – NMR .....	411
3.7.1	Grundlagen .....	411
3.7.2	Chemische Verschiebung .....	415
3.7.3	Interpretation der Signale .....	417
3.7.4	Zuordnung der Signale .....	419
3.7.5	Intensität der Signale .....	419
3.7.6	Spin-Spin-Kopplung .....	419
3.7.7	Interpretation der Spin-Spin-Aufspaltung ..	422
3.7.8	Messung und Anwendung .....	424
3.8	Elektronenspinresonanz-Spektroskopie (ESR)	425
<b>4</b>	<b>Atomspektroskopie</b> .....	426
4.1	Flammenphotometrie .....	426
4.2	Emissions-Spektroskopie .....	427
4.3	Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) .....	428
<b>5</b>	<b>Röntgen- und Elektronenspektroskopie</b> .....	429
5.1	Röntgenfluoreszenzspektroskopie (RFA) .....	429
5.2	Elektronenstrahl-Mikroanalyse (Mikrosonde)	430
5.3	Photoelektronenspektroskopie (PS und ESCA)	430
<b>6</b>	<b>Massenspektrometrie (MS)</b> .....	432
<b>7</b>	<b>Röntgenstrukturanalyse</b> .....	435
<b>8</b>	<b>Strukturbestimmung mit spektroskopischen Methoden</b> .....	436
8.1	Aufgabenstellung und Analysenplanung .....	436
8.2	Auswertung der Spektren .....	437
8.3	Praktische Anwendungen .....	439

<b>VIII. Grundlagen der chromatographischen Analysenverfahren</b> .....	445
<b>1 Prinzip und Mechanismen   der Chromatographie; Kenngrößen</b> .....	445
1.1 Arten der Trennwirkung .....	445
1.2 Auswertung der Daten über Kenngrößen .....	448
1.3 Charakterisierung der Trennleistung bei der Säulen-Chromatographie .....	450
1.4 Zonenbildung.....	452
<b>2 Papierchromatographie (PC)</b> .....	453
<b>3 Dünnschichtchromatographie (DC)</b> .....	456
<b>4 Säulenchromatographie (SC)</b> .....	458
<b>5 Gaschromatographie (GC)</b> .....	462
<b>6 Hochleistungsflüssigkeitschromatographie   (HPLC)</b> .....	466
<b>7 Ionenaustauschchromatographie (IEC)</b> .....	467
<b>8 Gelchromatographie   (Gelpermeationschromatographie)</b> .....	474
<b>9 Affinitätschromatographie</b> .....	477
<b>IX. Reinigung und Trennung von Verbindungen</b> .....	481
<b>1 Charakterisierung von Verbindungen   durch Schmelz- und Siedepunkt</b> .....	481
1.1 Schmelztemperatur .....	481
1.2 Siedetemperatur .....	481
<b>2 Trennung und Reinigung von Lösungen</b> .....	482
2.1 Destillation .....	482
2.2 Rektifikation .....	483
2.3 Azeotrope Destillation; Wasserdampfdestillation .....	485
<b>3 Reinigung von festen Stoffen</b> .....	486
3.1 Kristallisation .....	486
3.2 Sublimation.....	487
<b>4 Extraktion</b> .....	487
<b>5 Trennung aufgrund kinetischer Effekte</b> .....	489
5.1 Dialyse .....	489
5.2 Ultrazentrifugation (Sedimentation).....	490
5.3 Elektrophorese.....	491



<b>Literaturnachweis und weiterführende Literatur</b> .....	495
<b>Abbildungsnachweis</b> .....	501
<b>Sachverzeichnis</b> .....	503