

Inhaltsverzeichnis

I.	Einleitung	1
1	Analytische Chemie	1
2	Vorsichtsmaßnahmen und Unfallverhütung im chemischen Labor	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	Leitfaden zur Verwendung von Kapitel II durch Studierende mit Chemie als Nebenfach	8
II.	Qualitative Analyse anorganischer Verbindungen	9
1	Allgemeine Einführung	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	Vorproben	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 ₂ I ₂ und HgI ₂ .	26
2.7	Erkennen organischer Stoffe und komplexer Cyanide.....	26
3	Nachweis wichtiger Elementar-Substanzen	28
3.1	Schwefel	28
3.2	Kohlenstoff.....	29
4	Schnelltests	29
5	Untersuchung von Anionen	31
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
6	Untersuchung von Kationen	58
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 ₄) ₂ CO ₃ -Gruppe]	64
6.3.1	Einzelnachweise der Ionen	67
6.4	Ammoniumsulfid-Gruppe ((NH ₄) ₂ S-Gruppe)	68
6.4.1	Durchführung des (NH ₄) ₂ S-Trennungsgangs <i>ohne</i> seltenere Elemente	70
6.4.2	Durchführung des (NH ₄) ₂ 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 ₂ S-Gruppe)...	91
6.5.1	Salzsäure-Gruppe (HCl-Gruppe) : Ag ⁺ , Hg ₂ ²⁺ , Pb ²⁺ , (Tl ⁺)	92
6.5.2	Einzelnachweise der Ionen	93
6.5.3	Reduktionsgruppe:..... Au ³⁺ , Pd ²⁺ , Pt ⁴⁺ , Se ⁴⁺ , Te ⁴⁺	95
6.5.4	Einzelnachweise der Ionen	97
6.5.5	Kupfergruppe: Hg ²⁺ , Pb ²⁺ , Bi ³⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺	99
6.5.6	Einzelnachweise der Ionen	103
6.5.7	Arsengruppe <i>ohne</i> seltenere Elemente: As ³⁺ /As ⁵⁺ , Sb ³⁺ /Sb ⁵⁺ , Sn ²⁺ /Sn ⁴⁺	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

III.	Qualitative Analyse	
	organischer Verbindungen	115
1	Nachweis der Elemente in organischen Verbindungen	115
2	Ausgewählte Nachweis- und Identitätsreaktionen für funktionelle Gruppen.....	119
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
IV.	Grundlagen der quantitativen Analyse..	139
1	Analytische Geräte.....	139
1.1	Waagen	139
1.2	Volumenmessgeräte für Flüssigkeiten	142
2	Konzentrationsmaße.....	146
2.1	Konzentrationsangaben des SI-Systems.....	146
2.2	Berechnung der Stoffmengen bei chemischen Umsetzungen (stöchiometrische Rechnungen)	154
2.3	Aktivität	157
3	Statistische Auswertung von Analysendaten	160
V.	Klassische quantitative Analyse.....	165
1	Grundlagen der Gravimetrie	165
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
2	Gravimetrische Analysen mit anorganischen Fällungsreagenzien	185
3	Gravimetrische Analysen mit organischen Fällungsreagenzien	186
4	Grundlagen der Maßanalyse	191
4.1	Maßlösungen, Urtitersubstanzen	192
4.2	Berechnung der Analysen	196
4.3	Indikatoren	198
5	Säure-Base-Titrationen (Neutralisations-titrationen, Acidimetrie/Alkalimetrie)	204
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
6	Titrationen von Säuren und Basen in wässrigen Lösungen	226
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
7	Titrationen von Säuren und Basen in nichtwässrigen Lösungen	244
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

8	Grundlagen der Oxidations- und Reduktionsanalysen	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
9	Redox titrationen (Oxidimetrie)	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
10	Fällungstitrationen	291
10.1	Titrationenkurven	291
10.2	Endpunkte der Titrationen	293
10.3	Anwendungsbeispiele	293
11	Komplexometrische Titrationen (Chelatometrie)	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
VI.	Elektroanalytische Verfahren	317
1	Grundlagen der Potentiometrie	317
1.1	Allgemeines	317

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

3	Molekülspektroskopische Methoden	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
4	Atomspektroskopie	426
4.1	Flammenphotometrie	426
4.2	Emissions-Spektroskopie	427
4.3	Atomabsorptionsspektroskopie (AAS)	428
5	Röntgen- und Elektronenspektroskopie	429
5.1	Röntgenfluoreszenzspektroskopie (RFA)	429
5.2	Elektronenstrahl-Mikroanalyse (Mikrosonde)	430
5.3	Photoelektronenspektroskopie (PS und ESCA)	430
6	Massenspektrometrie (MS)	432
7	Röntgenstrukturanalyse	435
8	Strukturbestimmung mit spektroskopischen Methoden	436
8.1	Aufgabenstellung und Analysenplanung	436
8.2	Auswertung der Spektren	437
8.3	Praktische Anwendungen	439

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

Literaturnachweis und weiterführende Literatur	495
Abbildungsnachweis	501
Sachverzeichnis	503