

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	
Verzeichnis verwendeter Symbole, Abkürzungen und Zeichen, Liste der Präparate	XIII
1 Handhabung von Präparaten unter Schutzbedingungen	1
2 Bestimmung physikalischer Daten	4
2.1 Schmelzpunktbestimmung	4
Begriffe und Definitionen	4
Methoden der Schmelzpunktbestimmung	4
Geräte zur Schmelzpunktbestimmung	5
2.2 Siedepunktbestimmung	8
Einleitung	8
Bestimmung des Siedepunktes	9
2.3 Bestimmung des Brechungsindex (Refraktometrie)	11
2.4 Dichtebestimmung	12
Dichtebestimmung fester Stoffe	12
Dichtebestimmung von Flüssigkeiten	13
Dichtebestimmung von Gasen	15
3 Chromatographische Methoden	17
3.1 Dünnschichtchromatographie	18
Allgemeine Beschreibung der Methode	18
Erforderliche Grundausrüstung	18
Dünnschicht-Platten (Trennschichten)	18
Auftragehilfsmittel	19
Trennkammern	19
Nachweismöglichkeiten der Trennung	20
Durchführung einer dünnschichtchromatographischen Trennung	21
Auswertung	21
Präparative Dünnschichtchromatographie	21
Hinweise für präparative Trennungen	22
3.2 Papierchromatographie	22
Allgemeine Beschreibung der Methode	22
Erforderliche Grundausrüstung	23
Chromatographiepapier	23
Stationäre Phase und Fließmittel	23

Auftragehilfsmittel	24
Trennkammern	24
Nachweismöglichkeiten der Trennung	25
Auswertung	25
3.3 Säulenchromatographie	25
Allgemeine Beschreibung der Methode	25
Erforderliche Grundausrüstung	26
Trennsäulen	26
Säulenfüllmaterial (stationäre Phase)	27
Elutionsmittel (mobile Phase)	27
Aufgeben des Elutionsmittels auf die Säule	28
Vorrichtungen zur Aufnahme der Fraktionen	29
Nachweismöglichkeiten für die in den Fraktionen enthaltenen Bestandteile des Gemisches	29
Durchführung einer säulenchromatographischen Trennung	29
3.4 Hochdruckflüssigkeitschromatographie	30
Allgemeine Beschreibung der Methode	30
Aufbau eines Hochdruckflüssigkeitschromatographen	31
Vorratsgefäß zur Aufnahme des Elutionsmittels	31
Die Pumpe	31
Die Probenaufgabe	31
Die Trennsäule	32
Der Detektor	32
Registrierung	33
Arbeitsweisen der Hochdruckflüssigkeitschromatographie	33
Adsorptionschromatographie	33
Verteilungschromatographie	34
Trennung mit chemisch gebundenen organischen stationären Phasen	34
Weitere Möglichkeiten chromatographischer Trennungen	35
Anwendung der Hochdruckflüssigkeitschromatographie	35
3.5 Gaschromatographie	36
Allgemeine Beschreibung der Methode	36
Aufbau eines Gaschromatographen	37
Das Trägergas	37
Regulierung und Messung des Trägergasstromes	37
Probeneinlaß	38
Die Trennsäule	39
Detektoren	41
Arbeitsweise der Gaschromatographie	43
Auswertung eines Gaschromatogramms	43
Anwendung der Gaschromatographie in der anorganischen Chemie	44

4 Ionenaustauscher	46
Einleitung	46
Aufbau und Wirkungsweise	46
Physikalische Eigenschaften	47
Chemische Eigenschaften	47
Arbeitsweise	49
Auswahl des geeigneten Ionenaustauschers	50
Hinweise zum praktischen Arbeiten	52
Bestimmung der Kapazität des Ionenaustauschers	52
5 Spektroskopische Methoden	56
5.1 Infrarotspektroskopie	56
Präparation der Proben zur Infrarotspektroskopie	56
Untersuchung von Gasen	56
Vorgang des Küvettenfüllens	58
Untersuchung von Flüssigkeiten	58
Untersuchung von Feststoffen	60
Auswertung der Spektren	62
5.2 Ramanspektroskopie	64
Probenpräparation	64
Auswertung der Spektren	65
Polarisationsmessungen	66
5.3 Spektroskopie im ultravioletten und sichtbaren Bereich	67
Probenvorbereitung	67
Aufnahme des Spektrums und Entnahme der Meßdaten	68
5.4 Magnetische Kernresonanz-Spektroskopie (NMR-Spektroskopie)	70
Präparation der Proben	70
Referenzsubstanzen	71
5.5 Massenspektrometrie	73
Hinweise für Probenauswahl und Vorbereitung	73
Untersuchung von Gasen und leichtflüchtigen Flüssigkeiten	74
Untersuchung schwerflüchtiger Flüssigkeiten und Feststoffe	74
Tabellarische und graphische Darstellung des Massenspektrums	75
6 Röntgenstrukturanalyse	78
Einleitung	78
Aufbau einer Apparatur und praktische Durchführung	78
Substanzidentifizierung und Gemischanalyse	83
7 Differentialthermoanalyse	85
Meßanordnung	89
Meßvorgang	89
Auswertung von DTA-Diagrammen	90

Präparate	93
Borverbindungen	95
Diboran	95
Bortrichlorid	96
Bortribromid	98
Bortrifluorid-Etherat	99
Dibrommethylboran.	100
Triphenylboran	102
Chlordiphenylboran	103
Tetrabutylammoniumoctahydridotriborat	105
Borazin(s-Triazatriborin, Borazol)	107
2,4,6-Trichlor-1,3,5-trimethyl-borazin	109
Hexamethylborazin	111
1,4-Di- <i>tert</i> -butyl-1,4-diazabutadien(1,3)	113
1,3-Di- <i>tert</i> -butyl-2-methyl- Δ^4 -1,3,2-diazaborolin	114
Siliciumverbindungen	116
Phenyltrifluorsilan	116
Tetraethoxysilan.	117
Triethylchlorsilan	119
Triphenylsilanol	121
Hexamethyldisilazan.	124
Lithium-bis(trimethylsilyl)-amid.	126
Tris(trimethylsilyl)amin.	127
N-(Trimethylsilyl)acetamid	129
Bis(trimethylsilyl)schwefeldiimid	131
<i>Tert</i> -butyl-trimethylsilyl-amino-difluorphenylsilan	133
Phosphorverbindungen	134
Phosphor(III)-fluorid	134
Phosphor(III)-chlorid	136
Phosphor(V)-oxidtrichlorid	138
Phosphor(V)-sulfidtrichlorid	140
Dichlorphenylphosphin.	141
Phenyltetrafluorphosphoran	142
Kaliumhexafluorophosphat	144
Hypophosphorige Säure	145
Phosphorsulfidtriamid	148
Tetraaminophosphoniumiodid	150
Trimethylphosphonium-trimethylsilyl-methylid	152
Trimethylmethylenphosphoran.	154
Kalium- <i>closo</i> -tetradekanitrogendodekathio-dodekaphosphat- Octahydrat	156
Schwefelverbindungen	160
Schwefeltetrafluorid	160

Dischwefeldichlorid	164
Tetraschwefeltetranitrid	165
Tetraschwefeltetraimid	169
Cyclooctaschwefeloxid	170
Phenylschwefeltrifluorid	173
Amidosulfonsäure	175
Natriumdithionat	177
Nichtmetallhalogenide	179
Xenondifluorid	179
Iod(V)-fluorid	181
Stickstoff(III)-oxidchlorid (Nitrosylchlorid)	183
Stickstoff(V)-oxidchlorid (Nitrylchlorid)	184
Trifluoriodmethan	186
Chlorfluorbenzole	187
Metallhalogenide	190
Arsen(III)-fluorid	190
Arsen(III)-chlorid	191
Antimon(III)-iodid	192
Tellur(IV)-iodid	193
Eisen(III)-chlorid	194
Kupfer(I)-chlorid	196
Wolframoxiddetrachlorid	197
Molybdän(V)-chlorid	198
Metallorganische Verbindungen	199
Zinntetramethyl	199
Bleitetraphenyl	202
Diphenylbleidiiodid	206
Komplexverbindungen	208
Bis(pentahapto-cyclopentadienyl)eisen „Ferrocen“	208
Dibenzolchrom	212
Di-eisen-enneacarbonyl	215
Cyclopentadienylmangan-tricarbonyl	216
Benzalacetoneisentricarbonyl	218
Bis(pentahapto-cyclopentadienyl)-titan(IV)-dichlorid	220
Ammoniumtetrathio-wolframat(VI)	221
Kalium-trioxalatoferrat(III)-trihydrat	222
Kalium-hexacyanocobaltat(III)	225
Chrom(III)-acetylacetonat	227
Verschiedene Verbindungen	229
Wasserfreie Salpetersäure	229
Distickstoffmonoxid	231
Stickstoffdioxid	232
Iodsäure	234

Tellursäure	235
Iodcyanid	237
Chromnitrid	239
Wolfram(IV)-sulfid	240
Titan(IV)-sulfid	242
Magnesiumsilicid	244
Anhang	247
PSE	248
Wellenzahlen der wichtigsten Störbanden im IR-Spektrum	250
IR-Lösungsmittelspektren	251
IR-Materialien für Küvettenfenster	255
IR-Durchlässigkeitswerte für Küvettenmaterial	258
¹ H-NMR-Spektren der gebräuchlichsten Lösungsmittel	259
¹³ C-NMR-Spektren der gebräuchlichsten Lösungsmittel	261
¹ H-NMR-Referenzsubstanzen	265
¹³ C-NMR-Referenzsubstanzen	265
¹⁹ F-NMR-Referenzsubstanzen	265
Reinigungsgerät für NMR-Röhrchen	266
Massenspektren von Lösungsmitteln	267
Massenspektren von Hahnfett	270
Fließmittelstärken (elutrope Reihe)	272
Trockenmittel	273
Trocknung von Lösungsmitteln über Al ₂ O ₃	276
Trocknung von Lösungsmitteln über Molekularsieb	277
Physikalische Eigenschaften üblicher Lösungsmittel	278
Reinigung von Lösungsmitteln	280
UV-Absorptionsgrenze von Lösungsmitteln	286
Gefahrenklassen und Unfallverhütungsvorschriften	287