

# Inhaltsverzeichnis

Teil I

## Trennung von Gemischen und Reinigung der Komponenten

<b>A</b>	<b>Beschreibung des Analysenganges</b> . . . . .	<b>1</b>
	Kurzfassung des Trennungsweges . . . . .	2
<b>B</b>	<b>Orientierende Vorproben</b> . . . . .	<b>6</b>
1	Sensorische Beurteilung der Analyse . . . . .	6
2	Siedeverhalten . . . . .	7
3	Probe auf wasserlösliche Anteile . . . . .	7
4	Chemische Stabilität . . . . .	7
5	Probe auf mit Wasserdampf flüchtige Anteile . . . . .	8
<b>C</b>	<b>Trennverfahren</b> . . . . .	<b>9</b>
1	Ethertrennungsgang . . . . .	9
1.1	Vortrennung durch Destillation . . . . .	10
1.2	Trennung in Löslichkeitsklassen . . . . .	10
1.2.1	Der etherunlösliche Rückstand . . . . .	11
1.2.2	Trennung des etherunlöslichen Rückstandes . . . . .	13
1.2.3	Trennung der etherlöslichen Anteile . . . . .	16
2	Trennung vollständig wasserlöslicher Mischungen . . . . .	20
3	Trennung Ester enthaltender wasserlöslicher Mischungen . . . . .	20
4	Ausgewählte Trennprobleme . . . . .	23
4.1	Trennung von Aldehyden und Ketonen . . . . .	25
<b>D</b>	<b>Bestimmung physikalischer Konstanten</b> . . . . .	<b>26</b>
1	Trocknen von Lösungen . . . . .	26
2	Reinigung durch Kristallisation u. Sublimation . . . . .	27
3	Chromatographische Probe auf Einheitlichkeit . . . . .	29
3.1	Fließmittel und Eluotrope Reihe . . . . .	29
3.2	Entwickeln von Chromatogrammen . . . . .	30
4	Messung des Schmelzpunktes . . . . .	31
5	Mischschmelzpunkt . . . . .	32
6	Messung des Siedepunktes . . . . .	33
7	Thermometerkorrektur . . . . .	36
8	Brechzahl . . . . .	37
9	Messung der Optischen Drehung . . . . .	37
10	Kryoskopische Molmassenbestimmung . . . . .	38

<b>E</b>	<b>Orientierungsreaktionen</b>	41
1	Löslichkeitsversuche an Reinsubstanzen	41
2	Brennprobe und Beilstein-Probe	42
3	Reaktion auf Aromaten	43
3.1	Fluoreszenz-Test	43
3.2	Aluminiumchlorid-Test	43
3.3	Test nach <i>Le Rosen</i>	44
4	Probe auf Doppel- und Dreifachbindungen	45
4.1	Addition von Brom	45
4.2	Baeyer-Test (Entfärbung von Permanganat)	45
5	Nachweis von Heteroatomen	46
5.1	Natriumaufschluß ( <i>Lassaigne-Test</i> )	47
5.1.1	Nachweis von Stickstoff	48
5.1.2	Probe auf Chlor, Brom und Iod	49
5.1.3	Nachweis von Chlor neben Brom und Iod	50
5.1.4	Nachweis von Fluor	50
5.1.5	Hinweis auf hydrolysierbares Halogen	51
5.1.6	Nachweis von Schwefel	52
5.2	Nachweis von Sauerstoff ( <i>Ferrox-Test</i> )	52
5.3	Nachweis von Phosphor	52

## Teil II

## Nachweis funktioneller Gruppen

<b>F</b>	<b>Gruppentests</b>	53
1	Reaktion auf Aldehyde oder Ketone (2,4-Dinitrophenylhydrazin-Test)	55
2	Nachweis von Aldehyden durch Bildung <i>Schiffscher Basen</i>	56
3	Fuchsin-Schweflige Säure	57
4	Nachweis von Aldehyden über Pyryliumsalze	58
5	Nachweis aromatischer und $\alpha$ , $\beta$ -ungesättigter Aldehyde	58
6	Probe auf aciden Wasserstoff mit Natrium	59
7	Nachweis von Alkoholen mit Ammonium-cer(IV)-nitrat	59
8	Nachweis von Alkoholen durch Solvatisierung von Vanadiumoxinat	60
9	Nachweis primärer und sekundärer Alkohole durch Oxidation	61
10	Nachweis von prim. und sek. Alkoholen durch Bildung von Xanthogenaten	61
11	Nachweis sekundärer Alkohole durch Dehydrierung mit Schwefel	62
12	Nachweis tertiärer Alkohole durch die <i>Lukas-Reaktion</i>	62
13	Nachweis tertiärer Alkohole mit <i>Deniges Reagenz</i>	63
14	Nachweis mehrwertiger Alkohole durch Komplexbildung von Kupfer	63
15	Reaktion von 1,2-Glycolen mit Borsäure	64
16	Periodsäure-Spaltung	64

17	Unterscheidung primärer, sek. und tert. Alkylhalogenide über Nitroalkane . . . . .	65
18	Nachweis von Amiden . . . . .	66
19	Anilide . . . . .	67
20	Aromatische Amine durch Reaktion mit Chloranil . . . . .	67
21	Nachweis primärer aliphatischer und aromatischer Amine durch Umsetzung mit Chloroform (Isonitrilprobe) . . . . .	68
22	Primäre und sekundäre Aminogruppen in Aminen und Aminosäuren . . . . .	68
23	Nachweis primärer Amine über Azomethine . . . . .	69
24	Nachweis primärer Alkylamine mit 2,4-Dinitrochlorbenzol . . . . .	69
25	Nachweis primärer und sekundärer Alkylamine mit Nitroprussidnatrium . . . . .	70
26	Nachweis primärer aromatischer Amine durch Komplexbildung mit Natriumpentacyano-aquoferat(III) . . . . .	70
27	Nachweis primärer aromatischer Amine mit Pyridin . . . . .	71
28	Nachweis primärer Amine durch Diazotierung . . . . .	72
29	Nachweis von primären und sekundären aliphatischen Aminen – Unterscheidung aliphatischer von aromatischen Aminen . . . . .	73
30	Nachweis sekundärer Amine durch Bildung von Dithiocarbamaten . . . . .	74
31	Nachweis sekundärer aliphatischer Amine durch Nitrosaminbildung . . . . .	74
32	Nachweis tertiärer Amine durch Reaktion mit Citronensäure . . . . .	75
33	Nachweis schwachbasischer Amine in der Neutralstoffgruppe . . . . .	76
34	Pyridinderivate . . . . .	76
35	Ninhydrin-Reaktion auf Aminosäuren . . . . .	77
36	Nachweis von Arylhydrazinen . . . . .	79
37	Nachweis von Estern und Carbonsäuren als Hydroxamsäuren; Nachweis von Alkoholen . . . . .	80
38	Nachweis von 1,2-Dicarbonsäuren oder ihren Estern durch Bildung von Phthaleinen . . . . .	81
39	<i>Rojahn</i> -Probe (Hinweis auf alkalisch verseifbare Verbindungen)	82
40	Nachweis aliphatischer Ester durch Acyloin-Kondensation . . . . .	82
41	Nachweis von Ethern . . . . .	83
42	Nachweis von Methylethern und N-Methylaminen . . . . .	85
43	Nachweis von Ethylethern . . . . .	85
44	Haloform-Reaktion (Iodoform-Probe) auf Methylketone und sekundäre Methylcarbinole . . . . .	86
45	Reaktionen auf Methyl- oder $\alpha$ -Methylenketone . . . . .	87
46	Reaktionen auf aktivierte $\alpha$ -Methylenketone mit Brom . . . . .	87
47	Umsetzung von aciden Methylengruppen und Aminen mit 1,2-Naphthochinon-4-sulfonsäure . . . . .	88
48	Nachweis von Methylketonen durch Bildung von Indigo . . . . .	89
49	Chinone . . . . .	89
50	1,2-Diketone und Chinone . . . . .	90
51	Nachweis von 1,3-Dicarbonylverbindungen . . . . .	91

52	Nachweis von 1,4-Diketonen . . . . .	91
53	Nachweis von Kohlenwasserstoffen . . . . .	92
54	Nachweis von Nitrilen . . . . .	92
55	Nachweis von Nitro- und Nitrosoverbindungen durch Oxidation von Eisen(II)-hydroxid . . . . .	93
56	Kondensation aliphatischer Nitroverbindungen mit Salpetriger Säure . . . . .	93
57	Nachweis aromatischer Nitro- und Nitrosoverbindungen . . . . .	94
58	<i>m</i> -Dinitroverbindungen . . . . .	95
59	<i>Janowsky</i> -Reaktion auf (aromatische!) <i>m</i> -Dinitro- und Trinitroverbindungen . . . . .	95
60	Nachweis von Nitrosoverbindungen durch die <i>Liebermann</i> -Probe	96
61	Eisenchlorid-Test auf Phenole und Enole . . . . .	96
62	Reaktion auf Phenole durch Bildung von Azofarbstoffen . . . . .	98
63	Phthaleine aus Phenolen . . . . .	99
64	Phenolnachweis durch <i>Reimer-Tiemann</i> -Reaktion . . . . .	99
65	Nachweis von Phenolen durch die <i>Liebermann</i> -Probe . . . . .	100
66	Nachweis primärer und sekundärer Alkylmercaptane . . . . .	100
67	<i>Molisch</i> -Test auf Kohlenhydrate . . . . .	101
68	Reaktion auf Aldosen und Ketosen mit <i>Fehlingscher</i> Lösung . . . . .	102
69	Probe auf reduzierende Zucker und andere stark reduzierende Verbindungen mit <i>Tollens</i> Reagenz . . . . .	103
70	Unterscheidung von Ketoheptosen und Aldoheptosen . . . . .	103
71	Nachweis von Zuckern mit Triphenyltetrazoliumchlorid . . . . .	104

## Teil III

## Synthese von Derivaten

<b>G</b>	<b>Die Identifizierung der Analysenbestandteile durch Derivate</b>	<b>105</b>
1	Derivatisierung von Acetalen und Ketalen . . . . .	107
2	2,4-Dinitrophenylhydrazone aus Aldehyden und Ketonen . . . . .	108
3	<i>p</i> -Nitrophenylhydrazone und Phenylhydrazone aus Aldehyden und Ketonen . . . . .	109
4	Dimedon-Derivate aus Aldehyden . . . . .	110
5	Darstellung von Semicarbazonen und Thiosemicarbazonen aus Aldehyden und Ketonen . . . . .	111
6	Oxime aus Aldehyden und Ketonen . . . . .	112
7	Quantitative Bestimmung von reaktionsfähigen Aldehyden oder Ketonen . . . . .	112
8	Oxidation wasserlöslicher flüchtiger Alkohole und Herstellung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone der gebildeten Aldehyde oder Ketone	113
9	<i>p</i> -Nitro- oder 3,5-Dinitrobenzoate aus prim. und sek. Alkoholen, Phenolen, Aminen und Thiolen . . . . .	114
10	$\alpha$ -Naphthylurethane und Phenylurethane aus Alkoholen und Phenolen . . . . .	115

11	3-Nitrophthalsäurehalbester aus Alkoholen und Phenolen; 3-Nitrophthalsäurehalbamide aus primären und sekundären Aminen . . . . .	116
12	Äquivalentmassenbestimmung von Alkoholen oder Aminen über die sauren Ester der 3-Nitrophthalsäure . . . . .	117
13	Alkylchloride und S-Alkylisothiuroniumpikrate aus tert. Alkoholen	117
14	Hydrolyse von Amiden, Imiden und Nitrilen . . . . .	117
15	Trennung von Amingemischen nach <i>Hinsberg</i> . . . . .	118
16	Trennung von Amingemischen durch Umsetzung mit Nitrophthalsäureanhydrid . . . . .	120
17	Trennung primärer/sekundärer und tertiärer Amine durch Acetylierung . . . . .	122
18	Phenyl- und Naphthyl(thio)harnstoffe aus Aminen . . . . .	122
19	Quaternisierung von tertiären Aminen . . . . .	123
20	Titration von Aminosäuren nach <i>Sørensen</i> ("Formol-Titration")	124
21	Chromatographische Identifizierung von Aminosäuren . . . . .	125
22	Darstellung der Phenyl- und Naphthylharnstoffe von Aminosäuren	128
23	Aminosäuren als Benzamide . . . . .	129
24	Äquivalentmassenbestimmung von Carbonsäuren . . . . .	129
25	Amide aus Säurechloriden, Anhydriden und Carbonsäuren . . . . .	130
26	<i>p</i> -Nitrobenzylester, Phenacyl- und <i>p</i> -Bromphenacylester von Carbonsäuren . . . . .	131
27	Chinone als Hydrochinon-diacetate . . . . .	133
28	Derivatisierung von Estern . . . . .	133
29	Dinitrobenzoate der Alkoholkomponenten von Estern ohne Hydrolyse . . . . .	134
30	Darstellung von Benzylamiden durch Aminolyse von Carbonsäureestern . . . . .	134
31	Anilide oder <i>p</i> -Toluidide aus der Säurekomponente von Estern ohne Hydrolyse . . . . .	135
32	Hydrolyse von Estern . . . . .	135
33	Bestimmung der Äquivalentmasse eines Esters . . . . .	137
34	Etherspaltungen . . . . .	138
35	Etherspaltung mit Zinkchlorid und <i>p</i> -Nitro- oder 3,5-Dinitro-benzoylchlorid . . . . .	139
	Fluorverbindungen . . . . .	140
36	Anilide und Naphthylamide aus Alkylhalogeniden . . . . .	140
37	S-Alkylisothiuroniumpikrate aus Alkylhalogeniden . . . . .	141
38	Geminale Di- und Trihalogenide . . . . .	142
39	Iodoform aus Methylketonen und sekundären Methylcarbinolen	143
40	Oxidation von Cycloalkanen . . . . .	143
41	Derivatisierung von Alkenen und Alkinen durch Oxidation . . . . .	143
42	Derivatisierung von Alkenen und Alkinen durch Additionsreaktionen . . . . .	144
43	Epoxidierung von Alkenen . . . . .	145
44	Aromatische Kohlenwasserstoffe, aromatische Ether und Amine als Pikrate oder CT-Komplexe mit 2,4,7-Trinitrofluorenon . . . . .	146

45	Arylmethylketone aus Aromaten . . . . .	147
46	Acylierung aromatischer Kohlenwasserstoffe mit Phthalsäureanhydrid . . . . .	148
47	Chlorsulfonierung von Aromaten . . . . .	149
48	Oxidation von Seitenketten . . . . .	149
49	Nitrierung von Aromaten . . . . .	150
50	Hydrolyse von Nitrilen und Amidn . . . . .	151
51	$\alpha$ -Iminoalkylmerkaptoessigsäure-hydrochloride aus Nitrilen . . . . .	152
52	Reduktion von Nitrilen zu Aminen durch <i>Bouveault-Blanc</i> -Reduktion . . . . .	153
53	Reduktion von Nitro- und Nitrosoverbindungen zu primären Aminen . . . . .	153
54	Chromatographische Identifizierung von Phenolen . . . . .	155
55	Bromierung von Phenolen und Phenoethern . . . . .	156
56	Aryloxyessigsäuren aus Phenolen . . . . .	156
57	Acetylderivate von Alkoholen, Phenolen und primären oder sekundären Aminen (substituierte Acetamide) . . . . .	157
58	Benzoyl-, Toluolsulfonyl- und Benzolsulfonylderivate von Alkoholen, Phenolen und primären oder sekundären Aminen . . . . .	158
59	Sulfonsäuren als Sulfonamide . . . . .	159
60	S-Benzylisothiuroniumsalze von Carbonsäuren und Sulfonsäuren . . . . .	160
61	Darstellung von Aryl-2,4-dinitrophenyl(thio)ethern aus Phenolen, Thiolen und Thiophenolen; subst. Dinitroaniline aus prim. und sek. Aminen . . . . .	161
62	Äquivalentmassenbestimmung von Thiolen . . . . .	162
63	Identifizierung von Zuckern durch chromatographischen Vergleich . . . . .	162
64	Identifizierung von Zuckern durch ihren Drehwert . . . . .	167
65	Umsetzung von Zuckern zu Osazonen . . . . .	169
66	Acetylderivate von Zuckern und Polyolen . . . . .	172

## Teil IV

**Dokumentation und Übungen**

<b>H</b>	<b>Musterprotokolle . . . . .</b>	<b>174</b>
	3-Stoff-Analyse (A) . . . . .	175
	3-Stoff-Analyse (B) . . . . .	179
	5-Stoff-Analyse (C) . . . . .	183
	5-Stoff-Analyse (D) . . . . .	189
<b>I</b>	<b>Übungsaufgaben . . . . .</b>	<b>196</b>
<b>J</b>	<b>Lösungen zu den Übungsaufgaben . . . . .</b>	<b>200</b>
<b>K</b>	<b>Literaturhinweise . . . . .</b>	<b>204</b>
<b>L</b>	<b>Verzeichnis der Reagenzien . . . . .</b>	<b>209</b>
<b>M</b>	<b>Sachwortverzeichnis . . . . .</b>	<b>212</b>