

Hans Peter Latscha
Helmut Alfons Klein

Analytische Chemie

Chemie – Basiswissen III

Dritte, völlig neu bearbeitete Auflage

Mit 151 Abbildungen und 35 Tabellen



Springer

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	1
Analytische Chemie	1
Vorsichtsmaßnahmen und Unfallverhütung im chemischen Labor	3
Wichtige Laborregeln beim Umgang mit chemischen Stoffen	3
Gesetzliche Vorschriften (Auszug)	4
Sicherheitsmaßnahmen	7
Erste Hilfe bei Unfällen	7
I. Qualitative Analyse anorganischer Verbindungen	9
1 Allgemeine Einführung	9
1.1 Trennungsgänge	9
1.2 Empfindlichkeit einer Nachweisreaktion	10
1.3 Die qualitative Analyse	11
1.4 Gang einer qualitativen Analyse	11
1.5 Muster eines Analysenprotokolls	12
1.6 Arbeitsgeräte für die Halbmikro-Analyse	15
2 Vorproben	17
2.1 Flammenfärbung und Spektralanalyse	17
2.2 Lötrohrprobe	18
2.3 Borax- und Phosphorsalzperle	19
2.4 Hepar-Probe, Hempel-Probe	20
2.5 Lösen der Analysesubstanz	20
2.6 Aufschlußmethoden für schwerlösliche Substanzen..	21
<i>Soda-Pottasche-Aufschluß</i> für Erdalkalisulfate (basischer Aufschluß, Alkalicarbonat-Aufschluß)	22
<i>Aufschluß mit Soda-Pottasche</i> für Silicate	23

	Zerlegung von Silicaten mit Flußsäure.....	23
	Al_2O_3 , Fe_2O_3	24
	<i>Kaliumhydrogensulfat-Aufschluß</i> für Al_2O_3 und Fe_2O_3 (<i>Saurer Aufschluß</i>).....	24
	Cr_2O_3 , FeCr_2O_4	24
	<i>Oxidierender Aufschluß</i> für Cr_2O_3 und FeCr_2O_4 (<i>Oxidationsschmelze</i>).....	24
	<i>Alkalischer Aufschluß</i> für SnO_2	25
	<i>Freiberger Aufschluß</i> für SnO_2	25
	MgO (hochgeglüht).....	25
	Komplexe Cyanide.....	25
	Fluoride.....	25
	Halogenide von Ag, Pb, Hg_2I_2 und HgI_2	26
	Seltenerer Elemente im Rückstand.....	26
2.7	Erkennen organischer Stoffe und komplexer Cyanide.....	26
	Entfernung organischer Stoffe.....	26
	Entfernung von PO_4^{3-}	27
3	Nachweis wichtiger Elementar-Substanzen	28
3.1	Schwefel.....	28
	Hepar-Probe (Hepar-Reaktion).....	28
	Hempel-Probe (Hempel-Reaktion).....	28
3.2	Kohlenstoff.....	29
4	Schnelltests	29
5	Untersuchung von Anionen	31
5.1	Allgemeine Einführung.....	31
	Anionen-Nachweis aus der Ursubstanz.....	31
	<i>Soda-Auszug (S.A.)</i>	31
5.2	Gruppen-Reaktionen.....	32
	Gruppenreagenz: Ag^+	32
	Ca^{2+}	33
	Zn^{2+}	33
	Ba^{2+}	33
	Oxidation mit KMnO_4	33
	Oxidation mit I_2	33
	Reduktion mit HI.....	34
5.3	Trennungsgänge.....	34
5.4	Nachweisreaktionen (Identitätsreaktionen).....	34
	Fluorid (F^-).....	35
	„Ätzprobe“ und „Kriechprobe“ („Tropfenprobe“).....	35
	„Wassertropfenprobe“ (Tetrafluorid-Bleitiegelprobe).....	35
	Entfernung von F^-	36
	Chlorid (Cl^-).....	36
	Bromid (Br^-).....	37

Iodid (Γ^-).....	38
Halogenide nebeneinander: Cl^- , Br^- , Γ^-	38
Cyanid (CN^-).....	39
Thiocyanat, Rhodanid (SCN^-).....	39
Halogenide und Pseudohalogenide nebeneinander:	
Cl^- , Br^- , Γ^- , CN^- , SCN^-	40
Cl^- , CN^- , SCN^- , $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$	41
CN^- , Cl^- nebeneinander	41
Hypochlorid (ClO^-).....	41
Chlorat (ClO_3^-).....	42
Perchlorat (ClO_4^-).....	42
Bromat (BrO_3^-).....	42
Iodat (IO_3^-).....	43
Chromat (CrO_4^{2-})	43
Permanganat (MnO_4^-)	44
Phosphat (PO_4^{3-}).....	44
Polyphosphat (PO_3^-) _x	45
Phosphonat (HPO_3^{2-}).....	45
Diphosphat ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$).....	45
Arsenat (AsO_4^{3-}).....	45
Arsenit (AsO_3^{3-}).....	46
AsO_3^{3-} und AsO_4^{3-} nebeneinander	46
SiO_2 , Silicate, SiO_3^{2-}	46
Abtrennung löslicher Silicate	47
Siliziumhexafluorid (SiF_6^{2-}).....	47
Nitrit (NO_2^-).....	48
Nitrat (NO_3^-).....	48
NO_3^- neben NO_2^-	49
Sulfid (S^{2-})	49
Entfernung von S^{2-}	50
Thiosulfat ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$).....	50
Sulfit (SO_3^{2-}).....	51
Sulfat (SO_4^{2-}).....	52
Peroxodisulfat ($\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$)	52
Schwefelhaltige Ionen nebeneinander:	
S^{2-} , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_4^{2-}	53
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	53
Carbonat (CO_3^{2-}).....	53
Acetat (CH_3CO_2^-).....	54
Oxalat ($\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$).....	54
Tartrat	55
Citrat, Citronensäure	56
$\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$, H_3BO_3	56
Cyanoferrate $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ und $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$	57
Entfernung der Cyanoferrate	
aus der Analysensubstanz	57
Wasserstoffperoxid (H_2O_2).....	58

6	Untersuchung von Kationen	58
	Liste der erfaßten Kationen.....	58
	Allgemeine Einführung	58
	Analysengang für eine Gesamtanalyse (Vollanalyse), die Kationen aller analytischen Gruppen enthalten kann	59
	Gruppentrennungsgänge.....	59
6.1	Lösliche Gruppe	59
	Ammonium (NH_4^+).....	60
	Lithium (Li^+).....	61
	Natrium (Na^+).....	61
	Kalium (K^+).....	62
	Magnesium (Mg^{2+}).....	62
	Trennung von NH_4^+ , Li^+ , Na^+ , K^+ , Mg^{2+}	63
6.2	Ammoniumcarbonat-Gruppe ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$-Gruppe)	64
	Trennung und Nachweis der Ionen	64
	Einzelnachweise der Ionen	67
	Calcium (Ca^{2+}).....	67
	Strontium (Sr^{2+}).....	67
	Barium (Ba^{2+}).....	68
6.3	Ammoniumsulfid-Gruppe ($(\text{NH}_4)_2\text{S}$-Gruppe)	68
	Abtrennung von Phosphat.....	69
6.3.1	Durchführung des $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -Trennungsgangs <i>ohne</i> seltenere Elemente	70
6.3.2	Durchführung des $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -Trennungsgangs <i>mit</i> selteneren Elementen	72
6.3.3	Hydrolysentrennung (Urotropin-Gruppe)	72
	Vorteile von Urotropin.....	72
	Hydrolysentrennung <i>ohne</i> seltenere Elemente	73
	Hydrolysentrennung <i>mit</i> selteneren Elementen.....	75
	Oxalat-Fällung der „Seltene[n] Erden“	77
	Einzelnachweis der Ionen	80
	Cobalt (Co^{2+}).....	80
	Nickel (Ni^{2+}).....	81
	Eisen(III) (Fe^{3+}).....	81
	Eisen(II) (Fe^{2+}).....	82
	Fe^{2+} neben Fe^{3+}	82
	Mangan (Mn^{2+}).....	82
	Aluminium (Al^{3+}).....	83
	Chrom (Cr^{3+}).....	84
	Zink (Zn^{2+}).....	84
	Titan (Ti^{4+}).....	85
	Beryllium (Be^{2+}).....	85
	Vanadium (V^{5+}).....	86

	Wolfram (W^{6+})	86
	Thorium (Th^{4+})	87
	Zirkonium (Zr^{4+})	87
	Cer(III) (Ce^{3+})	88
	Cer(IV) (Ce^{4+})	88
	Uran (U^{6+})	88
6.4	Schwefelwasserstoff-Gruppe (H_2S-Gruppe)	89
6.4.1	Salzsäure-Gruppe (HCl-Gruppe)	90
	Einzelnachweise der Ionen	91
	Silber (Ag^+)	91
	Quecksilber(I) (Hg_2^{2+})	91
	Blei(II) (Pb^{2+})	92
	Thallium(I) (Tl^+)	93
	Thallium(III) (Tl^{3+})	93
6.4.2	Reduktionsgruppe	93
	Einzelnachweise der Ionen	96
	Gold (Au^{3+})	96
	Pt^{4+} neben Au^{3+} und Pd^{2+}	96
	Palladium (Pd^{2+})	96
	Platin (Pt^{4+})	96
	Selen	97
	Selenit (SeO_3^{2-})	97
	Selenat (SeO_4^{2-})	98
	Tellur	98
	Tellurat (TeO_4^{2-})	98
	Tellurit (TeO_3^{2-})	98
	Unterscheidung von Se und Te	98
6.4.3	Kupfergruppe	99
	Einzelnachweise der Ionen	102
	Quecksilber (II) (Hg^{2+})	102
	Blei (Pb^{2+})	102
	Bismut (Bi^{3+})	102
	Kupfer (Cu^{2+})	103
	Cadmium (Cd^{2+})	104
6.4.4	Arsengruppe ohne selteneren Elemente	105
6.4.5	Arsengruppe mit selteneren Elementen	106
6.4.6	Arsengruppe mit Mo, Pt, Au, Se, Te	107
	Einzelnachweis der Ionen	110
	Arsen(III) (As^{3+})	110
	Arsenat (AsO_4^{3-})	111
	Antimon(III) (Sb^{3+})	112
	Antimon(V) (Sb^{5+})	112
	Zinn(II) (Sn^{2+})	113

Zinn(IV) (Sn^{4+}).....	113
Au^{3+}	113
Pt^{4+}	113
Se^{4+}	113
Te^{4+}	113
Molybdän (Mo^{6+}).....	113

II. Qualitative Analyse organischer Verbindungen 115

1 Nachweis der Elemente in organischen Verbindungen	115
Kohlenstoff.....	115
Wasserstoff.....	116
Sauerstoff.....	116
Stickstoff.....	117
Schwefel.....	117
Stickstoff und Schwefel nebeneinander.....	117
Halogene.....	118
Phosphor.....	118
Aufschluß nach Wurzschnitt.....	118
Arsen und Antimon.....	119
2 Ausgewählte Nachweis- und Identitätsreaktionen für funktionelle Gruppen	119
Alkene.....	120
a) Addition von Halogenen.....	120
b) Hydroxylierung mit KMnO_4 (Baeyersche Probe).....	120
c) Epoxidierung.....	120
d) Hydrierung.....	121
Alkine.....	121
Aromaten.....	121
a) Sulfonierung und Sulfochlorierung.....	121
b) Nitrierung.....	122
c) Adduktbildung.....	122
Halogenalkane (Alkylhalogenide).....	122
Alkohole.....	123
Enole.....	125
Phenole.....	126
Ether.....	127
Peroxide.....	128
Amine.....	128
Aldehyde und Ketone.....	131
Mehrfachfunktionelle Gruppen mit einer Carbonylgruppe.....	133

Carbonsäuren und Derivate.....	133
Aminosäuren	136
Sulfonsäuren und Derivate.....	137

III. Grundlagen der quantitativen Analyse ... 139

1 Analytische Geräte	139
1.1 Waagen	139
Wichtige Begriffe der Wägetechnik	141
1.2 Volumenmeßgeräte für Flüssigkeiten	142
Reinigung der Volumenmeßgeräte	145
2 Konzentrationsmaße	146
2.1 Konzentrationsangaben des SI-Systems	146
2.2 Berechnung der Stoffmengen bei chemischen Umsetzungen (stöchiometrische Rechnungen)	154
Berechnung der Summenformel.....	155
2.3 Aktivität	156
Ionenstärke	157
Ionenaktivität.....	158
3 Statistische Auswertung von Analysendaten	159

IV. Klassische quantitative Analyse..... 163

1 Grundlagen der Gravimetrie.....	163
1.1 Gravimetrische Grundoperationen	164
Lösen.....	164
Fällen	166
Trennen – Filtrieren.....	166
Auswaschen.....	168
Trocknen, Veraschen, Glühen.....	168
1.2 Löslichkeit.....	169
Einfluß der Temperatur auf die Löslichkeit.....	170
Löslichkeitsprodukt (Ableitung).....	172
Fällungsgrad.....	174
Löslichkeit eines Elektrolyten	174
Löslichkeitsbeeinflussung durch Zusatz von Ionen..	175
1.3 Komplexbildung.....	176
1.4 Niederschlagsbildung.....	177
1.5 Berechnung der Analysenwerte.....	179
Empirischer Faktor	181
Fehler	181

2	Gravimetrische Analysen mit anorganischen Fällungsreagenzien	181
3	Gravimetrische Analysen mit organischen Fällungsreagenzien	183
	Spezielle Beispiele für Fällungsreaktionen	183
4	Grundlagen der Maßanalyse	186
	Verwendungsbereich der Maßanalyse	187
	Titrationen	187
	Fehlermöglichkeiten bei Maßanalysen	187
4.1	Maßlösungen, Ursubstanz	188
	Äquivalentlösungen (Normallösungen)	188
	Titerstellung	189
4.2	Berechnung der Analysen	191
	Ermittlung des maßanalytischen Umrechnungsfaktors k	192
4.3	Indikatoren	193
	Säure-Base-Indikatoren	193
	Redoxindikatoren	194
	Metall-Indikatoren	195
	Einfarbige und zweifarbige Indikatoren	196
	Umschlagsintervall	196
	Indikatorbedingte Fehler	199
	Maßanalytische Verfahren	199
5	Säure-Base-Titrationen (Neutralisations- titrationen, Acidimetrie/Alkalimetrie)	199
5.1	Theorie der Säuren und Basen	199
	Säure-Base-Theorie von <i>Brønsted</i>	199
	Kation-Säuren	201
	Kation-Basen	201
	Anion-Säuren	201
	Anion-Basen	201
	Ampholyte	202
5.2	Aciditäts- und Basizitätskonstante	202
	Protolysegrad α	204
5.3	Ionenprodukt des Wassers	205
5.4	pH-Wert	206
	Berechnung von pH-Werten	208
	pH-Wert von starken Basen	208
	pH-Wert einer schwachen Säure	209
	pH-Wert einer schwachen Base	209
	pH-Wert mehrprotoniger Säuren	210
	Isoelektrischer Punkt (I.P.)	211
	Messung von pH-Werten	212

5.5	Säure-Base-Reaktionen	212
5.6	„Hydrolyse“ (Protolyse) von Salzen	213
5.7	Puffer	214
	pH-Abhängigkeit von Säure- und Base-Gleichgewichten	214
	Pufferkapazität (Pufferwert)	216
6	Titrationen von Säuren und Basen in wäßrigen Lösungen	219
6.1	Titrationenkurven	219
	I. Titration einer starken Säure mit einer starken Base und umgekehrt	219
	II. Titration einer schwachen Säure mit einer starken Base	221
	III. Titration einer schwachen Base mit einer starken Säure	222
	IV. Titrationen schwacher Basen (Säuren) mit schwachen Säuren (Basen)	223
	V. Titration mehrwertiger Basen und Säuren mit unterschiedlichen pK_a bzw. pK_b -Werten	223
	VI. Titration einer schwachen und einer starken Säure mit einer starken Base	224
	VII. Titration einer schwachen und einer starken Base mit einer starken Säure	224
6.2	Endpunkte der Titrationen	225
	Kolorimetrische Endpunktbestimmung	225
	Elektrochemische Endpunktbestimmung	225
6.3	Titrationenmöglichkeiten	225
	Titration von Säuren	225
	Titration von Basen	226
6.4	Anwendungsbeispiele	226
6.4.1	Titration starker Säuren	226
	Phosphorsäure	227
6.4.2	Titration schwacher Säuren	228
	Organische Säuren	228
	Kohlensäure	229
	Borsäure	229
	Kationsäuren	230
	Ammoniumsalze	230
	Anionsäuren	230
6.4.3	Titration starker Basen	230
	Natriumhydroxid	230
6.4.4	Titration schwacher Basen	232
	Ammoniak	232
	Stickstoff-Bestimmung nach <i>Kjeldahl</i>	232
	HNO_3 , NO_3^-	233
	Organische Stickstoffverbindungen	233

	Alkaloide	234
	Anionbasen	234
	Carbonat	234
	Borax	235
6.4.5	Simultantitrationen	235
6.4.6	Bestimmung von Carbonsäurederivaten	235
7	Titrationen von Säuren und Basen	
	in nichtwäßrigen Lösungen	236
7.1	Physikalisch-chemische Grundlagen	236
	Bedeutung der Dielektrizitätskonstante	236
7.2	Lösemittel und ihre Einflüsse	239
	Einteilung von nichtwäßrigen Lösemitteln	239
	Nivellierung und Differenzierung	240
	Homokonjugation – Heterokonjugation	241
	Protolyse	241
7.3	Titration schwacher Basen	243
	Beispiel für die Titration von	
	Basen in Eisessig mit Perchlorsäure	243
	Titrationen in Acetanhydrid	244
	Titrationen in Lösemittelgemischen,	
	die Benzol enthalten	244
7.4	Titration schwacher Säuren	245
	Titration in n-Butylamin	245
	Titration in Dimethylformamid (DMF)	246
	Äquivalentlösungen (Normallösungen)	246
8	Grundlagen der Oxidations- und	
	Reduktionsanalysen	247
8.1	Oxidation und Reduktion	247
8.2	Redoxreaktionen	248
8.3	Redoxpotentiale (Standardpotentiale und	
	Normalpotentiale)	249
	Messung von Redoxpotentialen	250
	<i>Nernstsche Gleichung</i>	252
	Redoxpaar $\text{H}_2/\text{H}_3\text{O}^+$ (Wasserstoffelektrode)	253
	Redoxpaar O_2/OH^- (Sauerstoffelektrode)	254
8.4	Elektroden	255
8.4.1	Bezugselektroden	255
	Kalomelektrode	255
	Silber-Silberchlorid-Elektrode	257
	Quecksilbersulfat-Elektrode	257
8.4.2	Meßelektroden (Indikatorelektroden)	258
	Chinhydronelektrode	258
	Wasserstoffelektrode	258
	Glaselektrode	258
	Polarisierbare und unpolarisierbare Elektroden	258

9	Redox titrationen (Oxidimetrie)	259
9.1	Titrationenkurven.....	260
9.2	Endpunkte der Titration.....	261
	Manganometrie.....	261
	Iodometrie.....	262
	Redoxindikatoren.....	262
	Reversible, zweifarbige Redoxindikatoren.....	262
9.3	Anwendungsbeispiele.....	262
9.3.1	Manganometrie.....	262
	Spezielle manganometrische Bestimmungen.....	264
	Wasserstoffperoxid.....	264
	Elementares Eisen.....	264
	Fe ²⁺	265
	Fe ³⁺	265
	Fe ²⁺ neben Fe ³⁺	265
	Oxalat, Oxalsäure.....	265
	Ca-Salze.....	266
	Natriumnitrit.....	266
9.3.2	Cerimetrie.....	266
	Spezielle cerimetrische Bestimmungen.....	267
	Eisen(II)-sulfat.....	267
	Natriumnitrit.....	268
	Zinkstaub.....	268
9.3.3	Iodometrie.....	268
	Herstellung der Maßlösungen.....	270
	Spezielle iodometrische Verfahren.....	271
	Ascorbinsäure.....	271
	Chlorate.....	271
	Iodate / Periodate.....	272
	Formaldehyd.....	272
9.3.4	Bromometrie.....	273
	Bromometrische Titrationen mit iodometrischer Endpunktbestimmung.....	273
	Phenol.....	274
	Resorcin.....	275
9.3.5	Kaliumdichromat.....	275
	Fe, Fe ²⁺	275
9.3.6	Kaliumbromat.....	276
9.3.7	Periodat.....	276
9.3.8	Hypoiodid.....	277
10	Fällungstitrationen	278
10.1	Titrationenkurven.....	278
10.2	Endpunkte der Titrationen.....	280
10.3	Anwendungsbeispiele.....	280
	Argentometrie der Halogenide nach <i>Mohr, Volhard und Fajans</i>	281
	Bestimmung organisch gebundener Halogene.....	283

11	Komplexometrische Titrationsen (Chelatometrie)	284
11.1	Chelatbildner	284
11.2	Titrationenmöglichkeiten mit Dinatriumethyldiamintetraacetat (EDTA)	287
11.3	Titrationenendpunkte	287
11.4	Komplexometrische Arbeitsweisen	288
	Direkte Titration	288
	Rücktitration	289
	Substitutionstitrationen	289
	Indirekte Titration	290
11.5	Titrationenkurven	290
11.6	Anwendungsbeispiele mit EDTA	292
11.6.1	Bestimmung einzelner Kationen	292
	Bi ³⁺	292
	Ca ²⁺	292
	Cu ²⁺	293
	Mg ²⁺	293
	Pb ²⁺	293
	Zn ²⁺	294
	Al ³⁺	294
	Hg ²⁺	294
11.6.2	Simultantitration von Kationen	295
	Bestimmung der Gesamthärte von Wasser	295
	Raney-Nickel	295
11.6.3	Indirekte Titration von Kationen und Anionen	296
	Na ⁺	296
	Ag ⁺	296
	SO ₄ ²⁻	296
	CN ⁻	297

V. Elektroanalytische Verfahren 299

1	Grundlagen der Potentiometrie	299
1.1	Allgemeines	299
1.2	Meßanordnung (für die Wendepunktmethode)	300
	Meßelektroden (Indikatorelektroden)	301
	Bezugs- oder Vergleichselektroden	301
1.3	Anwendungsbereiche	301
1.4	Anwendungsbeispiele	302
	Fällungsreaktionen und Komplexbildungsreaktionen	302
	Neutralisationsreaktionen (Acidimetrie und Alkalimetrie)	303
	Redox-titrationen	304
	pH-Messung (potentiometrisch)	305

	1. Glaselektrode.....	305
	2. Redoxelektroden.....	307
	3. Ionensensitive Elektroden.....	308
2	Grundlagen der Elektrogravimetrie.....	311
2.1	Allgemeines.....	311
	<i>Faradaysche Gesetze</i>	311
	Strom-Spannungskurve bei einer Elektrolyse.....	312
	Elektrolysen mit polarisierbaren Elektroden.....	312
	Ermittlung der Zersetzungsspannung.....	313
2.2	Trennungen durch Elektrolyse.....	315
	Trennung durch Simultanabscheidung an Kathode und Anode.....	316
	Trennung durch Wahl der Zersetzungsspannung....	316
	Hinweise für die Durchführung von Elektrolysen....	316
2.3	Instrumentelle Anordnung.....	317
	Anordnung mit Potentiostat.....	318
	Elektroden.....	318
	Elektrolytische Zersetzung von Anionen.....	318
2.4	Anwendungen.....	318
	Kathodische Bestimmungen.....	318
	Anodische Bestimmungen.....	319
3	Grundlagen der Coulometrie.....	320
3.1	Allgemeines.....	320
3.2	Durchführung coulometrischer Messungen.....	321
	Elektrolysezellen.....	321
	Messung von Elektrizitätsmengen.....	322
	Potentiostatische Coulometrie (coulometrische Analyse).....	324
	Arbeitsprinzip des Potentiostaten.....	324
3.3	Anwendungsbereiche der potentiostatischen Coulometrie.....	325
	Galvanostatische Coulometrie (coulometrische Titration).....	325
	Zeitmessung.....	326
	Anwendungsbereiche.....	326
	Hilfssubstanz und Zwischenreagenz.....	327
3.4	Anwendungsbeispiele.....	327
	Titration von Säuren und Basen.....	327
	Fällungstitrationsen.....	328
	Komplexbildungsreaktionen.....	328
	Redox-titrationsen.....	328
4	Grundlagen der Polarographie.....	329
4.1	Allgemeines und instrumentelle Anordnung.....	329
	Gleichspannungspolarographie.....	329
	Arbeitselektrode.....	330

	a) Quecksilber-Tropfelektrode.....	330
	b) Rotierende Platin-Elektrode.....	331
	Bezugselektrode – Gegenelektrode.....	331
	Vorbereitung der Messung.....	332
	Durchführung der Messung.....	333
	Auswertung von Polarogrammen.....	334
	Diffusionsstrom I_d oder I_g	334
	Polarographische Maxima.....	337
	Verbesserungen der einfachen Gleichspannungspolarographie.....	339
	Anwendungen.....	341
	Inverse Voltammetrie.....	341
5	Grundlagen der Konduktometrie.....	342
5.1	Allgemeines.....	342
	Konduktometrische Titrationsen / Niederfrequenz- Leitfähigkeitsmessungen.....	343
	Meßzelle für konduktometrische Titrationsen.....	344
	Platinieren von Elektroden.....	345
	Durchführung von konduktometrischen Messungen.....	345
	Genauigkeit.....	346
	Anwendungsbereiche.....	346
	Titrationenkurven.....	346
5.2	Prinzipielle Anwendung.....	347
	Neutralisationstitrationsen.....	347
	Verdrängungsreaktionen.....	349
	Redoxstitrationsen.....	350
	Komplexometrische Titrationsen.....	350
	Fällungstitrationsen.....	350
	Hochfrequenz-Leitfähigkeitsmessungen.....	351
6	Grundlagen der Voltammetrie.....	352
6.1	Allgemeines.....	352
	Voltammetrische Titrationskurven.....	353
	Titrierfehler.....	353
6.2	Prinzipielle Anwendung.....	353
	Vorteile der voltammetrischen Titration.....	353
7	Grundlagen der Amperometrie.....	354
7.1	Allgemeines.....	354
	Amperometrische Titration mit einer polarisierbaren Elektrode.....	354
	Instrumentelle Anordnung und Vorbereitung der Messung.....	355
	Ausführung der Endpunktsbestimmung.....	355
7.2	Prinzipielle Anwendung.....	356
	Vorteile.....	356
	Nachteile.....	356
	Genauigkeit.....	356

Amperometrie mit zwei polarisierbaren Elektroden, biamperometrische Titration, Dead-stop-Titration...	356
Beispiele für Titrationskurven.....	357
Anwendungen.....	358
Indizierung der <i>Karl-Fischer</i> -Titration	358
Bestimmung primärer aromatischer Amine.....	358

VI. Optische und spektroskopische Analysenverfahren	361
1 Einfache optische Analysenmethoden.	361
1.1 Refraktometrie.....	361
1.2 Polarimetrie.....	363
1.3 Fluoreszenzspektroskopie	366
1.4 Nephelometrie	366
2 Molekülspektroskopische Methoden	367
2.1 Gemeinsame Grundlagen von Atom- und Molekülspektren	367
2.1.1 Das elektromagnetische Spektrum	367
2.1.2 Emission von Energie	368
2.1.3 Absorption von Energie	368
2.1.4 Gesetz der Lichtabsorption.....	370
2.2 Absorptionsspektroskopie im ultravioletten und sichtbaren Bereich	371
2.2.1 Molekülanregung.....	371
2.2.2 Molekülstruktur und absorbiertes Licht.....	371
2.2.3 Meßmethodik.....	373
2.2.4 Darstellung der Meßwerte.....	375
2.2.5 Auswertung und Anwendung.....	375
2.3 Absorptionsphotometrie.....	378
2.4 Kolorimetrie	380
2.5 Infrarot-Absorptionsspektroskopie und Raman-Spektroskopie	380
2.5.1 Molekülanregung.....	380
2.5.2 Absorptionsbereich	382
2.5.3 Meßmethodik.....	385
2.5.4 Anwendungen und Auswertung.....	386
2.6 Raman-Spektroskopie	387
2.7 Kernresonanzspektroskopie (NMR, nuclear magnetic resonance).....	388
2.7.1 Chemische Verschiebung.....	389
2.7.2 Interpretation der Signale	390
2.7.3 Zuordnung der Signale	393
2.7.4 Intensität der Signale.....	393
2.7.5 Spin-Spin-Kopplung.....	393

2.7.6	Interpretation der Spin-Spin-Aufspaltung	395
	Protonenaustausch	397
2.7.7	Messung und Anwendung	398
2.8	Elektronenspinresonanz-Spektroskopie (ESR)	399

3	Atom- und Ionenspektroskopie;	
	Röntgenstrukturanalyse	399
3.1	Flammenphotometrie	399
3.2	Emissions-Spektroskopie	400
3.3	Atomabsorptionsspektroskopie (AAS)	401
3.4	Röntgenfluoreszenzspektroskopie	402
3.5	Elektronenstrahl-Mikroanalyse (Mikrosonde)	403
3.6	Photoelektronenspektroskopie (PE und ESCA)	403
3.7	Massenspektrometrie (MS)	404
3.8	Röntgenstrukturanalyse	406

4	Strukturbestimmung mit	
	spektroskopischen Methoden	407
4.1	Aufgabenstellung und Analysenplanung	407
4.2	Auswertung der Spektren	408
	UV/VIS-Spektrum	408
	IR-Spektrum	409
	MS-Spektrum	409
	NMR-Spektren	409
4.3	Praktische Anwendungen	410

VII. Grundlagen der chromatographischen Analyseverfahren

415

1	Prinzip und Mechanismen der Chromatographie;	
	Kenngroßen	415
1.1	Arten der Trennwirkung	415
1.2	Auswertung der Daten über Kenngroßen	418
	Kenngroßen bei der Gas-	
	und Säulenchromatographie	419
	Kenngroßen bei der Papier-	
	und Dünnschicht-Chromatographie	419
1.3	Charakterisierung der Trennleistung	
	bei der Säulen-Chromatographie	419
	Experimentelle Bestimmung der Trennleistung	420
1.4	Zonenbildung	422

2	Papierchromatographie (PC)	423
3	Dünnschichtchromatographie (DC)	425
	Präparative Dünnschichtchromatographie.....	427
4	Säulenchromatographie (SC)	428
5	Gaschromatographie (GC)	431
6	Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC)	435
7	Ionenaustauscher (IEC)	436
8	Gelchromatographie (Gelpermeationschromatographie)	441
9	Affinitätschromatographie	444

VIII. Reinigung und Trennung von Verbindungen..... 447

1	Charakterisierung von Verbindungen durch Schmelz- und Siedepunkt	447
1.1	Schmelztemperatur	447
1.2	Siedetemperatur.....	447
2	Trennung und Reinigung von Lösungen	448
2.1	Destillation	448
2.2	Rektifikation.....	449
2.3	Azeotrope Destillation; Wasserdampfdestillation	451
3	Reinigung von festen Stoffen	452
3.1	Kristallisation	452
3.2	Sublimation	452
4	Extraktion	453
5	Trennung aufgrund kinetischer Effekte	455
5.1	Dialyse	455
5.2	Ultrazentrifugation (Sedimentation)	456
5.3	Elektrophorese.....	456

IX.	Literaturnachweis und weiterführende Literatur	459
X.	Abbildungsnachweis.....	465
XI.	Sachverzeichnis	467