

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 Analysensubstanz	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
	Seltenere 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 ohne seltenere Elemente	70
6.3.2	Durchführung des $(\text{NH}_4)_2\text{S}$-Trennungsgangs mit 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 „Selteneen 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 seltenere 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 Identitäts- reaktionen 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
	Titrationenkurven	187
	Fehlermöglichkeiten bei Maßanalysen	187
4.1	Maßlösungen, Ursubstanzsubstanzen	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_s 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	Titrationmöglichkeiten	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 <i>nichtwässrigen</i> 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
Nernstsche Gleichung	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	Redoxtitrationen (Oxidimetrie)	259
9.1	Titrationsskurven	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	Titrationsskurven	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 Titrationen (Chelatometrie)	284
11.1	Chelatbildner	284
11.2	Titrationmöglichkeiten mit Dinatriumethylenediamintetraacetat (EDTA)	287
11.3	Titrationseindpunkte	287
11.4	Komplexometrische Arbeitsweisen	288
	Direkte Titration	288
	Rücktitration	289
	Substitutionstitrationen	289
	Indirekte Titration	290
11.5	Titrationsskurven	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</i> Gesetze	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
	Fällungstitrationen.....	328
	Komplexbildungsreaktionen	328
	Redoxitationen	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
	Titrationen.....	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
	Voltametrische Titrationskurven.....	353
	Titrierfehler	353
6.2	Prinzipielle Anwendung	353
	Vorteile der voltametrischen 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 Analysenverfahren

415

1	Prinzip und Mechanismen der Chromatographie;	
	Kenngößen.....	415
1.1	Arten der Trennwirkung.....	415
1.2	Auswertung der Daten über Kenngößen	418
	Kenngößen bei der Gas-	
	und Säulenchromatographie.....	419
	Kenngößen 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