

## Laborpraxis Band 4: Analytische Methoden

aprentas  
Herausgeber

# **Laborpraxis Band 4: Analytische Methoden**

6. Auflage

 Springer

*Herausgeber*  
aprentas  
Muttenz, Schweiz

ISBN 978-3-0348-0971-9      ISBN 978-3-0348-0972-6 (eBook)  
DOI 10.1007/978-3-0348-0972-6

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

1. Aufl. © Birkhäuser Basel 1977, 2. Aufl. © Birkhäuser Basel 1983, 3. Aufl. © Birkhäuser Basel 1987, 4. Aufl. © Birkhäuser Basel 1990, 5. Aufl. © Birkhäuser Basel 1996

© Springer International Publishing Switzerland 2017

Mit freundlicher Genehmigung von aprentas

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsgesetz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlags. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Der Verlag, die Autoren und die Herausgeber gehen davon aus, dass die Angaben und Informationen in diesem Werk zum Zeitpunkt der Veröffentlichung vollständig und korrekt sind. Weder der Verlag noch die Autoren oder die Herausgeber übernehmen, ausdrücklich oder implizit, Gewähr für den Inhalt des Werkes, etwaige Fehler oder Äußerungen.

Gedruckt auf säurefreiem und chlorfrei gebleichtem Papier.

Springer ist Teil von Springer Nature

Die eingetragene Gesellschaft ist Springer International Publishing AG Switzerland

## Vorwort zur 6. Auflage

---

Die LABORPRAXIS hat sich seit ersten Anfängen Mitte der Siebzigerjahre des letzten Jahrhunderts immer grösserer Beliebtheit bei der Ausbildung von Laborpraktikern in chemischen Labors erfreut. Ursprünglich war sie als Lehrmittel zur Laborantenausbildung in der Werkschule der Firma Ciba-Geigy AG konzipiert. Sie gilt heutzutage vielerorts als Standardwerk für die grundlegende praktische Arbeit im chemisch-pharmazeutischen Labor. Als Nachfolgeinstitution der Werkschule Ciba-Geigy AG gibt der Ausbildungsverbund aprentas die LABORPRAXIS in der 6. völlig neu überarbeiteten Auflage heraus.

Die vierbändige LABORPRAXIS mit Schwerpunkten bezüglich organischer Synthesemethoden, Chromatographie und Spektroskopie, dient Berufseinsteigern als sehr breit angelegtes Lehrmittel und erfahrenen Fachkräften als Nachschlagewerk mit übersichtlich dargestellten theoretischen Grundlagen und konkreten, erprobten Anwendungsideen.

Die theoretischen Grundlagen für jedes Kapitel sind für Personen mit allgemeiner Vorbildung verständlich abgefasst. Sie zeigen theoretische Hintergründe von praktischen Arbeiten auf und erläutern Gerätefunktionen. Zu jedem Kapitel gibt es Hinweise auf vertiefende und weiterführende Literatur. Arbeitssicherheit und -hygiene sowie die zwölf Prinzipien der nachhaltigen Chemie finden neben den entsprechenden Kapiteln in der ganzen LABORPRAXIS Beachtung. Die im Buch erwähnten praktischen, theoretischen und rechtlichen Grundlagen gründen auf Gegebenheiten bei Kunden von aprentas aus der chemisch-pharmazeutischen Industrie in der Schweiz, haben aber meist allgemeine Gültigkeit. Wenn spezifisch schweizerische Gegebenheiten vorkommen, ist das ausdrücklich erwähnt. Die LABORPRAXIS findet zudem Anwendung in Labors von verwandten Arbeitsgebieten wie biochemischen, klinischen, werkstoffkundlichen oder universitären Einrichtungen.

Die LABORPRAXIS eignet sich für den Einsatz in der Grund- und in der Weiterbildung von Fachpersonal. Der Inhalt entspricht den aktuellen Anforderungen der Bildungsverordnung und des Bildungsplanes zum Beruf Laborantin/Laborant mit eidgenössischem Fähigkeitszeugnis (EFZ), welche vom Staatssekretariat für Bildung, Forschung und Innovation (SBFI) in Bern verordnet wurden.

# Inhaltsübersicht

---

## Inhaltsübersicht Band 1

### ▪ **Das Chemische Labor**

Grundeinrichtungen, Aufbewahren von Chemikalien, Gefässe für die Aufbewahrung von Chemikalien, Handhabung von Chemikalien, Laborunterhalt, Betrieb bei Abwesenheit der Mitarbeitenden

### ▪ **Arbeitsicherheit und Gesundheitsschutz**

Organisation Sicherheit, Gefährdungsbeurteilung im Umgang mit Gefahrstoffen, Generelle Bestimmungen, Spezifische Bestimmungen, Technische Schutzmassnahmen und deren Prüfung

### ▪ **Umgang mit Abfällen und Emissionen**

Gesetzliche Grundlagen, Reduzieren, Rezyklieren, Ersetzen, Grüne Chemie, Entsorgen, Spezielle Chemikalien entsorgen, Übersicht über ausgewählte Stoffklassen

### ▪ **Werkstoffe im Labor**

Metallische Werkstoffe, Nichtmetallische Werkstoffe, Kunststoffe

### ▪ **Protokollführung, Wort- und Zeichenerklärungen**

Grundsätzlicher Aufbau eines Protokolls, GLP- ISO 9001- und Akkreditierungs-Grundsätze für Protokolle, Sicherung der im Labor erarbeiteten Erkenntnisse, Häufig angewandte Terminologie, Fachliteratur

### ▪ **Bewerten von Mess- und Analyseergebnissen**

Einleitung, Begriffe, Fehlerarten, Zusammenhang der Fehlerarten, Statistische Messgrössen, Praktische Anwendungsbeispiele von Messgrössen

### ▪ **Apparaturenbaufür organische Synthesen**

Grundlagen, Schliffverbindungen, Versuchsapparaturen

### ▪ **Zerkleinern, Mischen, Rühren**

Theoretische Grundlagen, Übersicht: Homogene und heterogene Systeme, Zerkleinern und Mischen von Feststoffen, Korngrösse, Rühren von Flüssigkeiten, Mischen von Flüssigkeiten

### ▪ **Lösen**

Theoretische Grundlagen, Lösemittel, Herstellen von Lösungen in der Praxis, Physikalisches Verhalten von Lösungen

### ▪ **Heizen und Kühlen**

Physikalische Grundlagen Heizen und Kühlen, Heizmittel und Heizgeräte, Temperaturregelgeräte, Wärmeübertragungsmittel, Heizmedien, Allgemeine Grundlagen Kühlen, Wärmeübertragungsmittel, Kühlmedien, Kühlgeräte, Spezielle Kühlmethoden, Hilfsmittel

■ **Heizen mit Mikrowellen**

Einsatzgebiete, Energieübertragung, Permittivität ( $\epsilon$ ), dielektrische Leitfähigkeit, Verlustfaktor ( $\tan \delta$ ) und Dissipationsfaktor, Die Mikrowelle, Wärmeübertragung, Sicherheit

■ **Arbeiten mit Vakuum**

Physikalische Grundlagen, Pumpen zum Erzeugen von vermindertem Druck, Pumpenstände und Peripheriegeräte

■ **Arbeiten mit Gasen**

Physikalische Grundlagen, Technisch hergestellte Gase, Umgang mit Gasen, Gaskenndaten

## **Inhaltsübersicht Band 2**

■ **Wägen**

Physikalische Grundlagen, Allgemeine Grundlagen, Waagen

■ **Volumenmessen**

Physikalische Grundlagen, Allgemeine Grundlagen, Volumenmessgeräte in der Praxis, Volumenmessen im Mikrobereich, Hilfsmittel

■ **Dichtebestimmung**

Physikalische Grundlagen, Dichtebestimmung von Flüssigkeiten

■ **Temperaturmessen**

Allgemein, Temperaturskalen, Laborübliche Temperaturmessgeräte, Flüssigkeitsausdehnungsthermometer, Elektrische Temperaturmessfühler, Metallausdehnungsthermometer, Wärmestrahlungsmessgeräte

■ **Thermische Kennzahlen**

Die Aggregatzustände, Aggregatzustandsübergänge

■ **Schmelzpunktbestimmung**

Grundlagen, Anwendung in der Praxis, Ablauf und Dokumentation, Praktische Durchführung, Geräte

■ **Erstarrungspunktbestimmung**

Grundlagen, Bestimmung nach Pharmacopoea (Ph.Helv.VI)

■ **Siedepunktbestimmung**

Grundlagen, Siedepunktbestimmung

■ **Druck- und Durchflussmessung von Gasen**

Grundlagen, Mechanische Manometer, Elektronische Manometer, Anzeige- und Messgeräte für Gasdurchfluss

## Inhaltsübersicht

### ■ Bestimmen der Refraktion

Physikalische Grundlagen, Refraktometer, Messen im durchfallenden Licht von klaren, farblosen Flüssigkeiten, Messen im reflektierten Licht, Elektronische Refraktometer

### ■ pH-Messen

Theoretische Grundlagen, Säuren und Basen, Der pH-Wert, Puffer, Visuelle pH-Messung, Elektrometrische Messung

## Inhaltsübersicht Band 3

### ■ Filtrieren

Allgemeine Grundlagen, Filtrationsmethoden, Filterarten, Filterhilfsmittel, Filtermaterialien, Filtrationsgeräte, Filtration bei Normaldruck, Filtration bei vermindertem Druck, Filtration mit Überdruck, Filtration mit Filterhilfsmitteln, Arbeiten mit Membranfiltern

### ■ Trocknen

Feuchtigkeitsformen, Trockenmittel, Trocknen von Feststoffen, Trocknen von Flüssigkeiten, Trocknen von Gasen, Spezielle Techniken

### ■ Extrahieren

Allgemeine Grundlagen, Extraktionsmittel, Löslichkeit, Verteilungsprinzip, Extraktionsmethoden, Endpunktkontrolle, Extrahieren von Extraktionsgutlösungen in Portionen, Extrahieren mit spezifisch leichteren Extraktionsmitteln nach dem Drei-Scheidetrichterverfahren, Extrahieren mit spezifisch schwereren Extraktionsmittel nach dem Drei-Scheidetrichterverfahren, Kontinuierliches Extrahieren von Extraktionsgut-Lösungen, Kontinuierliches Extrahieren von Feststoffgemischen

### ■ Umfällen

Theoretische Grundlagen, Allgemeine Grundlagen, Durchführung einer Umfällung

### ■ Chemisch-physikalische Trennung

Allgemeine Grundlagen, Trennen durch Extraktion, Trennen durch Wasserdampfdestillation

### ■ Umkristallisation

Physikalische Grundlagen, Allgemeine Grundlagen, Praktische Durchführung einer Umkristallisation, Alternative Umkristallisationsmethoden

### ■ Destillation, Grundlagen

Allgemeine Grundlagen, Siedeverhalten von binären Gemischen, Durchführen einer Destillation

### ■ Gleichstromdestillation

Allgemeine Grundlagen, Destillation von Flüssigkeiten bei Normaldruck, Destillation von Flüssigkeiten bei vermindertem Druck

■ **Abdestillieren**

Der Rotationsverdampfer, Abdestillieren

■ **Gegenstromdestillation**

Allgemeine Grundlagen, Destillationskolonnen, Rektifikation ohne Kolonnenkopf, Rektifikation mit Kolonnenkopf

■ **Destillation azeotroper Gemischen**

Maximumazeotrop-Destillation, Minimumazeotrop-Destillation, Wasserdampfdestillation

■ **Spezielle Destillationen**

Destillation unter Inertgas, Abdestillieren aus dem Reaktionsgefäß, Destillation unter Feuchtigkeitsausschluss, Kugelrohrdestillation

■ **Sublimieren**

Physikalische Grundlagen, Sublimationsapparatur, Lyophilisationsapparatur

■ **Zentrifugieren**

Physikalische Grundlagen, Laborzentrifugen

■ **Chromatographie Grundlagen**

Einleitung, Die chromatographische Trennung, Begriffe und Erklärungen, Physikalische und chemische Effekte, Trennmechanismen, Stationäre Phasen, Entstehung und Verbreiterung von Peaks, Mobile Phasen, Chromatogramm, Kenngrößen, Integration von Chromatogrammen, Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze, Quantifizierungsmethoden

■ **Dünnschichtchromatographie DC**

Einsatzbereich, Dünnschichtplatten, Probelösung und Probenauftragung, Eluiermittel, Entwicklung der DC-Platte, Lokalisierung der Analyten auf der DC-Platte, Auswertung von verschiedenen DC-Anwendungen, Interpretation von DC-Anwendungen, Dokumentation, Spezielle DC-Techniken, Präparative Dünnschichtchromatographie

■ **Flash-Chromatographie**

Mobile Phase, Stationäre Phase, Manuelle Flash-Chromatographie, Instrumentelle Flash-Chromatographie

■ **Flüssigchromatographie, HPLC**

Reversed Phase HPLC, Aufbau HPLC Anlagen, HPLC Pumpen, Einlasssystem bei der HPLC, Detektion in der HPLC, Mobile Phasen, Stationäre Phasen, Trennsysteme, Probenvorbereitung, Behebung von Fehlern, Tipps und Tricks rund um die Basislinie, Tipps rund um die Retentionszeit, Tipps und Tricks rund um den Druck, Wenn Lecks auftreten

■ **Gaschromatographie, GC**

Einleitung, Der Aufbau einer GC Anlage, Trägergasquelle, mobile Phase, Injektor, Einlasssystem, Trennsäule, stationäre Phase, Säulenofen, Detektoren, Auswertung, Probenvorbereitung, GC Troubleshooting



## Inhaltsübersicht Band 4

### ■ Nachweis von Ionen in Lösungen

Allgemeine Grundlagen, Kationen, Anionen, Zusammenfassung des praktischen Vorgehens

### ■ Organisch-quantitative Elementaranalyse

Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl, Weitere Aufschlussmethoden

### ■ Grundlagen der Massanalyse

Einleitung, Masslösung, Titrationsarten und Methoden, Arbeitsvorbereitung, Berechnungen, Endpunktbestimmung, Potentiometrie, Voltammetrie / Ampèrometrie, Elektrodentypen, Potentiometrische Titration mit automatisierten Systemen, Praxistipps Titration

### ■ Neutralisationstiteration in wässrigen Medium

Theoretische Grundlagen, Äquivalenzpunktbestimmung, Titration von Säuren oder Basen, Allgemeine Arbeitsvorschrift direkte Titration, Allgemeine Arbeitsvorschrift indirekte Titration, Allgemeine Arbeitsvorschrift Rücktitration

### ■ Neutralisations-Titrations in nichtwässrigem Medium

Allgemeine Grundlagen, Neutralisation in nichtwässrigem Medium, Wahl des Lösemittels, Titration von schwachen Basen mit  $\text{HClO}_4$ , Endpunktbestimmung, Allgemeine Arbeitsvorschrift, Titration von schwachen Säuren mit TBAOH, Endpunktbestimmung, Allgemeine Arbeitsvorschrift Geräte

### ■ Redoxitrationen in wässrigem Medium

Chemische Grundlagen, Titration von oxidierbaren Stoffen mit Kaliumpermanganat, Titration von oxidierbaren Stoffen mit Iod, Bestimmung von reduzierbaren Stoffen mit Iodid

### ■ Fällungs-Titrations

Allgemeine Grundlagen, Masslösung, Endpunktbestimmung, Bestimmung von Halogenidionen mit Silbernitrat, Allgemeine Arbeitsvorschriften

### ■ Komplexometrische Titration

Chemische Grundlagen, Allgemeine Grundlagen, Direkte Titration von Kupfer-II-Ionen, Direkte Titration von Magnesium- oder Zink-Ionen, Direkte Titration von Calcium-Ionen, Substitutions-Titration von Barium-Ionen, Bestimmung der Wasserhärte

### ■ Wasserbestimmung nach Karl Fischer

Einführung, Chemische Reaktionen, Masslösung, Detektionsmethoden, Praktische Durchführung, Literatur

### ■ Spektroskopie

Theoretische Grundlagen, Absorptionsspektren, Emissionsspektren, Elektromagnetische Strahlung, Physikalische Zusammenhänge, Absorption, Absorptionsgesetze, Anwendung des Lambert-Beer'schen Gesetzes, Spektroskopischen Methoden: häufig verwendete Methoden in der organischen Chemie

■ **UV-VIS Spektroskopie**

Grundlagen, UV-VIS Spektrophotometer, Geräteparameter, Gerätetests, Probenvorbereitung, Lösemittel, Küvetten, Messmethoden, Qualitative Interpretation von Spektren organischer Verbindungen

■ **IR-Spektroskopie**

Physikalische Grundlagen, IR-Spektrometer, Aufnahmetechniken, Das IR Spektrum, Auswerten eines Spektrums, Interpretation eines Spektrums

■ **<sup>1</sup>H-NMR-Spektroskopie**

Einführung in die <sup>1</sup>H-NMR-Spektroskopie, Zur Geschichte der NMR-Spektroskopie, Grundlagen, Das NMR-Gerät, Spektreninterpretation, Probenvorbereitung, Kriterien zur Auswertung von Spektren, Gehaltsbestimmungen, Interpretationshilfen

■ **Massenspektroskopie**

Grundlagen, Begriffe und Erklärungen, Ionen-Erzeugung, Analysatoren, Detektoren, Kopplungen MS mit anderen Methoden, Aufbau und Aussagen eines Massenspektrums, Isotopen-Verhältnis bei Chlor und Brom, Verzeichnis von charakteristischen Massendifferenzen

# Inhaltsverzeichnis

---

1	<b>Nachweis von Ionen in Lösungen</b> .....	1
2	<b>Organisch-quantitative Elementaranalyse</b> .....	15
3	<b>Grundlagen der Massanalyse</b> .....	21
4	<b>Neutralisations-Titration in wässrigem Medium</b> .....	49
5	<b>Neutralisations-Titrationsen in nichtwässrigem Medium</b> .....	61
6	<b>Redox-titrationsen in wässrigem Medium</b> .....	71
7	<b>Fällungs-Titrationsen</b> .....	89
8	<b>Komplexometrische Titration</b> .....	95
9	<b>Wasserbestimmung nach Karl Fischer</b> .....	105
10	<b>Spektroskopie</b> .....	113
11	<b>UV-VIS Spektroskopie</b> .....	125
12	<b>IR-Spektroskopie</b> .....	157
13	<b>H-NMR-Spektroskopie</b> .....	181
14	<b>Massenspektroskopie</b> .....	243
	<b>Serviceteil</b> .....	261
	Nachwort zur 6. Auflage .....	262
	Stichwortverzeichnis .....	264