

Inhaltsübersicht.

Seite

I. Schmelzpunkt-Mikrobestimmung	
A. Allgemeines und Apparaturen	1
1. Wesen und Vorteile	1
2. Apparate des Schrifttums	2
3. Der Kofler-Mikroschmelzpunktapparat: Beschreibung und Bedienung, Genauigkeit der Temperaturablesung, Heiztischmikroskop	4
4. Der Kofler-Mikro-Kühltisch	12
5. Der Kofler-Hochtemperatur-Block (750°)	15
6. Das Kofler-Thermomikroskop	16
B. Verhalten der Substanzen	17
1. Schmelzpunktbestimmung	17
2. Sublimation und Sublimationstemperaturen	18
3. Erstarren der Schmelze	24
4. Schmelzpunktbestimmung stark flüchtiger Stoffe: Verwendung großer Deckgläser, Einkitten des Präparates, Silikonkammer, Salzkammer, Mikroküvette nach Fischer	25
5. Schmelzen unter Zersetzung	28
6. Hydrate	28
C. Die Kofler-Heizbank	33
1. Die normale Heizbank	33
2. Spezial-Heizbänke: Heizbank für tiefere Temperaturen, Heizbank mit gedehntem Temperaturbereich	41
II. Lichtbrechung der Schmelze	
A. Allgemeines	44
B. Immersionsmethode	46
C. Glaspulvermethode	46
III. Gemische	57
A. Allgemeines	57
1. Einfaches Schmelzdiagramm	57
2. Mischschmelzpunkt	58
3. Eutektische Temperatur	60
4. Reinheitsprüfung	64
B. Reinigungsverfahren	69
1. Trennung und Reinigung durch Absaugen der eutektischen Schmelze	69
2. Chromatographische Adsorptionsanalyse	70
3. Die Adsorptionsublimation	71
VI. Arbeitsgang zur Identifizierung	77
A. Identifizierung fester organischer Stoffe	77
B. Identifizierung anorganisch-organischer Verbindungen	78

C.	Identifizierung und Analyse organischer Flüssigkeiten	98
1.	Indirekter Nachweis über feste Derivate	98
2.	Direkte Bestimmung charakteristischer Konstanten: Mikrosiedepunkt, Brechungsindizes, kritische Temperatur	99
3.	Bestimmung der kritischen Mischungstemperatur: Zur Identifizierung, zur quantitativen Bestimmung von Zwei- und Dreistoffgemischen, zur Reinheitsprüfung	100
4.	Identifizierung am Kühltisch	101
V.	Molekulargewichtsbestimmung	101
A.	Untersuchung im Objektträger-Deckglaspräparat	102
B.	Bestimmung im Kapillarröhrchen	103
	Literatur	106
VI.	Mikro-Thermoanalyse	111
A.	Polymorphie	113
1.	Allgemeines	113
2.	Enantiotropie und Monotropie	117
3.	Umwandlungsvorgänge	119
4.	Keimbildung	123
5.	Polymorphieursachen bei organischen Stoffen	125
6.	Polymorphie organischer Molekülverbindungen	126
7.	Flüssige Kristalle	130
8.	Mikroskopische Untersuchung polymorpher Stoffe: Auftreten und Schmelzpunktbestimmung von instabilen Modifikationen	131
B.	Isomorphie	140
C.	Methodik zur Aufnahme von Zustandsdiagrammen	146
1.	Mikroskopische Bestimmung der Punkte der primären Kristallisation	146
2.	Die Kontaktmethode: Systeme ohne Mischkristallbildung (einfaches Eutektikum, Molekülverbindungen, Mischungslücken der flüssigen Phasen); Mischkristallbildung (Isomorphie und Isopolymorphie, stabilisierte Zwischenphasen)	151
3.	Schmelzen und Kristallisieren von Mischkristallen	171
4.	Dreistoffsysteme	175
5.	Analyse von Gemischen: Qualitative Analyse von Zweistoffgemischen, quantitative Analyse von Zweistoffgemischen (mit Hilfe der Lichtbrechung, mit Hilfe des Schmelzdiagramms), Thermoanalyse auf der Heizbank, Mikro-Thermoanalyse ohne Wägung	178
VII.	Orientierte Verwachsungen	201
A.	Molekülverbindungen als Kontaktschicht	202
B.	Mischkristalle als Kontaktschicht	203
	Literatur	204
VIII.	Untersuchungsergebnisse der Mikro-Thermoanalyse	212
A.	Zweistoffsysteme mit Mischkristallbildung	213
B.	Zweistoffsysteme mit einfachem Eutektikum oder mit Molekülverbindungen	226
C.	Schmelzdiagramme mit Inflexionspunkten oder Mischungslücken der flüssigen Phasen	233
IX.	Die Kristallisation unterkühlter Mischschmelzen	
A.	Die Quasi-eutektische Synkristallisation	239
1.	Zweistoffgemische	239
2.	Dreistoffsysteme	250

B. Die Isomeren der Kristallisationsgeschwindigkeit in unerkannten Gemischen	252
C. Die Hofbildung	256
Literatur	261
X. Optische Kristallographie	264
A. Einleitung	264
B. Allgemeine Morphologie	265
C. Kristallsysteme	266
D. Kristallchemie	274
E. Herstellung mikroskopischer Präparate	279
F. Untersuchung im Polarisationsmikroskop	280
1. Einrichtung	280
2. Untersuchung im gewöhnlichen Licht: Form, Messen der Kantewinkel, Spaltbarkeit, Farbe	281
3. Untersuchung im polarisierten Licht: Untersuchung zwischen gekreuzten Nicols (Erkennen der Doppelbrechung, Auslöschung, Interferenzfarben, Charakter der Schwingungsrichtung, optische Indikatritz); Untersuchung im konvergenten Licht (optisch einachsige und optisch zweiachsige Kristalle).	287
Literatur	303
XI. Übungsbeispiele	305
XII. Erläuterungen zur Identifizierungs-Tabelle	333
XIII. Verzeichnis der Substanzen	352
Literatur	367
Sachverzeichnis	369
Berichtigung	373
XIV. Identifizierungstabelle	374