

Inhaltsverzeichnis

1 Einführung und Grundbegriffe

Gravimetrie und Titrimetrie	1
Einteilung der Titrationen	4

2 Praktische Grundlagen der Maßanalyse

2.1 Geräte zur Volumenmessung	8
2.1.1 Messgeräte	8
Messkolben	10
Messzylinder	12
Pipetten	14
Büretten	26
2.1.2 Reinigung und Trocknung	37
2.1.3 Prüfung von Messgeräten	39
Temperaturkorrektur	39
Auftriebskorrektur	39
Prüfmittelüberwachung	42
Fehlerbetrachtung	45
2.2 Lösungen für die Maßanalyse	47
2.2.1 Empirische Lösungen, Normallösungen, Maßlösungen	47
Stoffmenge	49
Äquivalentteilchen	50
Molare Masse	52
Gehalt von Lösungen	53
2.2.2 Herstellung von Maßlösungen	60
2.3 Berechnung des Analysenergebnisses	63

3 Maßanalysen mit chemischer Endpunktbestimmung

3.1 Säure-Base-Titrationen	67
3.1.1 Theoretische Grundlagen	67
Säuren und Basen	67
Autoprotolyse des Wassers	72
Wasserstofzionenkonzentration und pH-Wert	76
Starke von Säuren und Basen	78
Berechnung von pH-Werten	82
Pufferlösungen	92
3.1.2 Titrationskurven	94
Titration starker Säuren und Basen	95
Titration schwacher Säuren und Basen	96
3.1.3 Säure-Base-Indikatoren	99

VIII Inhaltsverzeichnis

Indikatorumschlag	99
Indikatorauswahl	104
3.1.4 Praktische Anwendungen	106
Einstellung von Säuren	106
Einstellung von Laugen	109
Bestimmung starker und schwacher Basen	111
Bestimmung des Gesamtalkaligehaltes von technischem Natriumhydroxid	111
Bestimmung von Carbonaten sowie von Hydroxiden und Carbonaten nebeneinander	112
Bestimmung von Carbonat und Hydrogencarbonat nebeneinander	113
Bestimmung von Borax	114
Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl	114
Bestimmung des Stickstoffgehaltes von Salpeter	116
Bestimmung des Stickstoffgehaltes von Steinkohle	117
Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes eines Gartendüngers	117
Bestimmung starker und schwacher Säuren	117
Bestimmung von Schwefelsäure	118
Bestimmung von Essigsäure	119
Bestimmung von Borsäure	119
Bestimmung von Magnesium	121
Bestimmung von Ammoniumsalzen	122
Bestimmung von Phosphorsäure	122
Bestimmung nach Ionenaustausch	123
3.2 Fällungstitrationen	127
3.2.1 Theoretische Grundlagen	127
Lösegleichgewicht	127
Löslichkeitsprodukt und Löslichkeit	128
3.2.2 Titrationskurven	130
3.2.3 Methoden der Endpunktbestimmung	132
3.2.4 Bestimmung des Silbers und argentometrische Bestimmungen	134
Herstellung der Maßlösungen	134
Bestimmung von Silber nach Gay-Lussac	136
Bestimmung nach Volhard	137
Bestimmung nach Mohr	140
Bestimmung nach Fajans	142
Bestimmung von Cyanid nach Liebig	142
3.3 Oxidations- und Reduktionstitrationen	143
3.3.1 Theoretische Grundlagen	143
Oxidation und Reduktion	143
Oxidationszahl	146
Redoxpotential	148
3.3.2 Permanganometrische Bestimmungen	151
Herstellung der Kaliumpermanganatlösung	151
Bestimmung von Eisen in schwefelsaurer Lösung	155
Bestimmung von Eisen in salzsaurer Lösung	158
Bestimmung von Uran und von Phosphat	161
Bestimmung von Oxalat	162
Bestimmung von Calcium	162
Bestimmung von Wasserstoffperoxid	163
Bestimmung von Peroxodisulfat	163
Bestimmung von Nitrit	164

Bestimmung von Hydroxylamin	164
Bestimmung von Mangan(IV)	164
Bestimmung von Mangan(II)	165
3.3.3 Dichromatometrische Bestimmungen	167
Herstellung der Dichromatlösung	169
Bestimmung von Eisen durch Tüpfelreaktion	169
Bestimmung von Eisen mit Redoxindikatoren	170
3.3.4 Cerimetrische Bestimmungen	171
Herstellung der Cer(IV)-sulfatlösung	171
Bestimmung von Eisen	172
Bestimmung von Nitrit	172
Bestimmung von Hexacyanoferrat(II)	173
3.3.5 Ferrometrische Bestimmungen	173
Herstellung der Eisen(II)-sulfatlösung	173
Bestimmung von Chromat(VI) und Chrom (III)	174
Bestimmung von Vanadium	175
3.3.6 Bromatometrische Bestimmungen	175
Herstellung der Kaliumbromatlösung	176
Bestimmung von Arsen und Antimon	176
Bestimmung von Bismut	176
Bestimmung von Hydroxylamin	177
Bestimmung von Metallionen als Oxinato-Komplexe	177
Bestimmung von Aluminium	178
3.3.7 Iodometrische Bestimmungen	179
Endpunktterkennung	180
Herstellung der Stärkelösung	181
Herstellung der Natriumthiosulfatlösung	182
Einstellung der Natriumthiosulfatlösung	183
Herstellung der Iodlösung	185
Bestimmung von Sulfiden	186
Bestimmung von Sulfiten	187
Bestimmung von Hydrazin	187
Bestimmung von Arsen und Antimon	187
Bestimmung von Zinn	188
Bestimmung von Quecksilber	189
Bestimmung von Iodid	189
Bestimmung von Chlorat, Bromat, Iodat und Periodat	189
Bestimmung von Wasserstoffperoxid	191
Bestimmung höherer Oxide	191
Bestimmung von Kupfer	195
3.4 Komplexbildungstitrationen	197
3.4.1 Grundlagen der Komplexbildung	198
Bezeichnungen und Definitionen	198
Aufbau der Komplexe	199
Nomenklaturregeln	201
Stabilitätskonstante	202
3.4.2 Grundlagen der Komplexbildungstitrationen	202
3.4.3 Indikation des Endpunktes	205
3.4.4 Chelatometrische Bestimmungen	207
Herstellung der EDTA-Lösung	207
Bestimmung von Magnesium	207

X Inhaltsverzeichnis

Bestimmung von Calcium	208
Bestimmung der Wasserhärte	209
Bestimmung von Zink und Cadmium	210
Bestimmung von Kupfer	211
Bestimmung von Aluminium	212
Bestimmung von Bismut	212
Bestimmung von Eisen	212
Bestimmung von Phosphat	213
Bestimmung von Sulfat	214

4 Maßanalysen mit physikalischer Endpunktbestimmung

4.1 Übersicht über die Indikationsmethoden	215
4.2 Photometrische Titrationen	217
4.2.1 Theoretische Grundlagen	218
4.2.2 Praktische Anwendungen	220
Bestimmung von Calcium	220
4.3 Konduktometrische Titrationen	222
4.3.1 Theoretische Grundlagen	223
4.3.2 Die Titrervorrichtung	226
4.3.3 Leitfähigkeitsmessung	228
4.3.4 Praktische Anwendungen	230
Säure-Base-Titrationen	230
Fällungstitrationen	332
Leitfähigkeitstitrationen bei erhöhten Temperaturen	233
4.3.5 Hochfrequenztitration	234
4.4 Potentiometrische Titrationen	236
4.4.1 Theoretische Grundlagen	237
4.4.2 Indikatorelektroden	242
Metallelektroden	242
Ionenselektive Elektroden	245
4.4.3 Bezugselektroden	253
4.4.4 Messketten	255
4.4.5 Stromlose Potentialmessung	257
4.4.6 Praktische Anwendungen	260
Fällungs- und Komplexbildungstitrationen	261
Säure-Base-Titrationen	263
Oxidations- und Reduktionstitrationen	264
4.4.7 Auswertung	268
4.5 Titrationen mit polarisierten Elektroden	273
4.5.1 Polarisation von Elektroden	273
4.5.2 Voltametrische Titrationen	275
4.5.3 Amperometrische Titrationen	277
4.5.4 Biamperometrische oder Dead-stop-Titrationen	278
Wasserbestimmung nach Karl Fischer	279
4.6 Coulometrische Titrationen	283
4.6.1 Theoretische Grundlagen	283
4.6.2 Praktische Anwendungen	286
Bestimmung von Arsen mit Dead-stop-Indikation	286

Bestimmung von Thiosulfat	286
Alkalimetrische Titrationen	287
Komplexometrische Titrationen	287
Redoxtitrationen	287
4.7 Fließinjektionsanalyse	288
4.7.1 Die Geräte	288
4.7.2 Das FIA-System (Manifold)	291
4.7.3 Die Detektoren	294
4.7.4 Sequenzielle Injektions Analyse (SIA)	294
4.7.5 Zusammenfassung und Ausblick	295
5 Instrumentelle Maßanalyse	
5.1 Apparative Entwicklung	297
5.2 Registrierende Titratoren	299
5.3 Endpunkt titratoren	301
5.4 Digitale Titriersysteme	302
6 Überblick über die Geschichte der Maßanalyse	307
Anhang	
Gehaltsangaben für gebräuchliche Laborlösungen	317
Chemische Elemente	318
Literaturverzeichnis	321
Namenregister	331
Sachregister	335