

Inhaltsverzeichnis

1 Einführung und Grundbegriffe

Gravimetrie und Titrimetrie	1
Einteilung der Titrationsen	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-Titrationsen	67
3.1.1	Theoretische Grundlagen	67
	Säuren und Basen	67
	Autoprotolyse des Wassers	72
	Wasserstoffionenkonzentration und pH-Wert	76
	Stärke von Säuren und Basen	78
	Berechnung von pH-Werten	82
	Pufferlösungen	92
3.1.2	Titrationenkurven	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	Fällungstitrationsen	127
3.2.1	Theoretische Grundlagen	127
	Lösegleichgewicht	127
	Löslichkeitsprodukt und Löslichkeit	128
3.2.2	Titrationenkurven	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 Reduktionstitrationsen	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
	Endpunkterkennung	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 Titrationsen	217
4.2.1 Theoretische Grundlagen	218
4.2.2 Praktische Anwendungen	220
Bestimmung von Calcium	220
4.3 Konduktometrische Titrationsen	222
4.3.1 Theoretische Grundlagen	223
4.3.2 Die Titriervorrichtung	226
4.3.3 Leitfähigkeitsmessung	228
4.3.4 Praktische Anwendungen	230
Säure-Base-Titrationsen	230
Fällungstitrationsen	332
Leitfähigkeitstitrationsen bei erhöhten Temperaturen	233
4.3.5 Hochfrequenztitration	234
4.4 Potentiometrische Titrationsen	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 Komplexbildungstitrationsen	261
Säure-Base-Titrationsen	263
Oxidations- und Reduktionstitrationsen	264
4.4.7 Auswertung	268
4.5 Titrationsen mit polarisierten Elektroden	273
4.5.1 Polarisation von Elektroden	273
4.5.2 Voltametrische Titrationsen	275
4.5.3 Amperometrische Titrationsen	277
4.5.4 Biamperometrische oder Dead-stop-Titrationsen	278
Wasserbestimmung nach Karl Fischer	279
4.6 Coulometrische Titrationsen	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 Titrationsen	287
Komplexometrische Titrationsen	287
Redox titrationen	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 Endpunkttitratoren	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