

Inhaltsverzeichnis

1 Einführung und Grundbegriffe	1
Gravimetrie und Titrimetrie	1
Einteilung der Titrationen	4
2 Praktische Grundlagen der Maßanalyse	7
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	67
3.1 Säure-Base-Titrationen	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 Titrationskurven	94
Titration starker Säuren und Basen	95
Titration schwacher Säuren und Basen	96
3.1.3 Säure-Base-Indikatoren	99
Indikatorumschlag	99
Indikatorauswahl	104

VIII Inhaltsverzeichnis

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
	Wasserfreie Titrationen	117
	Bestimmung von Nicotinamid	118
	Bestimmung von Fenzlendazol	118
	Bestimmung von Pantoprazol	119
	Bestimmung des Formaldehyds nach dem Sulfitverfahren	119
	Bestimmung starker und schwacher Säuren	120
	Bestimmung von Schwefelsäure	120
	Bestimmung von Essigsäure	121
	Bestimmung von Borsäure	122
	Bestimmung von Magnesium durch Rücktitration	123
	Fällungsverfahren mit Anzeige der pH-Änderung	124
	Bestimmung von Magnesium durch direkte Titration	124
	Bestimmung von Ammoniumsalzen	125
	Bestimmung von Phosphorsäure	125
	Bestimmung nach Ionenaustrausch	126
	Säurezahl, Verseifungszahl und Esterzahl bei der Untersuchung von fetthaltigen Arzneimitteln und Lebensmitteln	130
	Bestimmung der Säurezahl	130
	Bestimmung der Verseifungszahl	131
	Bestimmung von Ethinylestradiol	131
3.2	Fällungstitrationen	131
3.2.1	Theoretische Grundlagen	132
	Lösegleichgewicht	132
	Löslichkeitsprodukt und Löslichkeit	132
3.2.2	Titrationskurven	134
3.2.3	Methoden der Endpunktbestimmung	136
3.2.4	Bestimmung des Silbers und argentometrische Bestimmungen	139
	Herstellung der Maßlösungen	139
	Bestimmung von Silber nach Gay-Lussac	140
	Bestimmung nach Volhard	141
	Bestimmung nach Mohr	144
	Bestimmung nach Fajans	146
	Bestimmung von Cyanid nach Liebig	147
3.3	Oxidations- und Reduktionstitrationen	148
3.3.1	Theoretische Grundlagen	148
	Oxidation und Reduktion	148
	Oxidationszahl	150
	Redoxpotential	153

3.3.2	Permanganometrische Bestimmungen	155
	Herstellung der Kaliumpermanganatlösung	156
	Bestimmung von Eisen in schwefelsaurer Lösung	160
	Bestimmung von Eisen in salzsaurer Lösung	163
	Bestimmung von Uran und von Phosphat	166
	Bestimmung von Oxalat	167
	Bestimmung von Calcium	167
	Bestimmung von Wasserstoffperoxid	168
	Bestimmung von Peroxodisulfat	168
	Bestimmung von Nitrit	168
	Bestimmung von Hydroxylamin	169
	Bestimmung von Mangan(IV)	169
	Bestimmung von Mangan(II)	170
	Bestimmung von Chrom in Stahl.....	172
3.3.3	Dichromatometrische Bestimmungen	173
	Herstellung der Dichromatlösung	174
	Bestimmung von Eisen durch Tüpfelreaktion	175
	Bestimmung von Eisen mit Redoxindikatoren	176
3.3.4	Cerimetrische Bestimmungen	177
	Herstellung der Cer(IV)-sulfatlösung	177
	Bestimmung von Eisen	178
	Bestimmung von Nitrit	178
	Bestimmung von Hexacyanoferrat(II)	179
	Bestimmung von Nifedipin	179
3.3.5	Ferrometrische Bestimmungen	180
	Herstellung der Eisen(II)-sulfatlösung	180
	Bestimmung von Chromat(VI) und Chrom (III)	181
	Bestimmung von Chrom in Stahl.....	181
	Bestimmung von Vanadium	181
3.3.6	Bromatometrische Bestimmungen	182
	Herstellung der Kaliumbromatlösung	183
	Bestimmung von Arsen und Antimon	183
	Bestimmung von Bismut	183
	Bestimmung von Hydroxylamin	184
	Bestimmung von Metallionen als Oxinato-Komplexe	184
	Bestimmung von Aluminium	185
3.3.7	Iodometrische Bestimmungen	185
	Endpunktterkennung	187
	Herstellung der Stärkelösung	188
	Herstellung der Natriumthiosulfatlösung	189
	Einstellung der Natriumthiosulfatlösung	190
	Herstellung der Iodlösung	192
	Bestimmung von Sulfiden	193
	Bestimmung von Sulfiten	194
	Bestimmung von Hydrazin	194
	Bestimmung von Arsen und Antimon	194
	Bestimmung von Zinn	195
	Bestimmung von Quecksilber	196
	Bestimmung von Iodid	196
	Bestimmung des Hypochlorits	197
	Bestimmung von Chlorat, Bromat, Iodat und Periodat	198
	Bestimmung von Wasserstoffperoxid	198

X Inhaltsverzeichnis

Bestimmung der Peroxidzahl	199
Bestimmung höherer Oxide	200
Bestimmung von Kupfer	203
Bestimmung von Sauerstoff nach Winkler	205
Bestimmung von Iodzahl	206
3.3.8 Bestimmung von Mangan in Stahl mit Arsenit-Maßlösung	207
Herstellung der Natriumarsenitlösung	207
Bestimmung von Mangan in Stahl	207
3.3.9 Bestimmungen mit Formiat-Maßlösung	208
Herstellung der Natriumformiatlösung	209
Bestimmung von Hypophosphit (Phosphinat)	209
Bestimmung von Phosphit (Phosphonat)	209
3.3.10 Weitere Möglichkeiten der Redoxtitration	210
3.4 Komplexbildungstitrationen	210
3.4.1 Grundlagen der Komplexbildung	211
Bezeichnungen und Definitionen	211
Aufbau der Komplexe	212
Nomenklaturregeln	214
Stabilitätskonstante	214
3.4.2 Grundlagen der Komplexbildungstitrationen	215
3.4.3 Indikation des Endpunktes	218
3.4.4 Chelatometrische Bestimmungen	220
Herstellung der EDTA-Lösung	220
Bestimmung von Magnesium	220
Bestimmung von Calcium	221
Bestimmung der Wasserhärte	222
Bestimmung von Zink und Cadmium	223
Bestimmung von Kupfer	224
Bestimmung von Aluminium	225
Bestimmung von Bismut	225
Bestimmung von Eisen	225
Bestimmung von Phosphat	226
Bestimmung von Sulfat	227
Carbamatometrische Titrationen	227
Bestimmung von Quecksilber	228
4 Maßanalysen mit physikalischer Endpunktbestimmung	229
4.1 Übersicht über die Indikationsmethoden	229
4.2 Photometrische Titrationen	231
4.2.1 Theoretische Grundlagen	232
4.2.2 Praktische Anwendungen	234
Bestimmung von Calcium	234
4.3 Konduktometrische Titrationen	236
4.3.1 Theoretische Grundlagen	237
4.3.2 Die Titrivorrichtung	240
4.3.3 Leitfähigkeitsmessung	242
4.3.4 Praktische Anwendungen	244
Säure-Base-Titrationen	244

Fällungstitrationen	246
Leitfähigkeits titrationen bei erhöhten Temperaturen	247
4.3.5 Hochfrequenztitration	248
4.4 Potentiometrische Titrationen	250
4.4.1 Theoretische Grundlagen	251
4.4.2 Indikatorelektroden	256
Metallelektroden	256
Ionenselektive Elektroden (ISE)	259
4.4.3 Bezugselektroden	267
4.4.4 Messketten	269
4.4.5 Stromlose Potentialmessung	271
4.4.6 Praktische Anwendungen	274
Fällungs- und Komplexbildungstitrationen	275
Säure-Base-Titrationen	277
Oxidations- und Reduktionstitrationen	278
4.4.7 Auswertung	282
4.5 Titrationen mit polarisierten Elektroden	287
4.5.1 Polarisation von Elektroden	287
4.5.2 Voltametrische Titrationen	289
4.5.3 Amperometrische Titrationen	291
4.5.4 Biamperometrische oder Dead-stop-Titrationen	292
Wasserbestimmung nach Karl Fischer	293
4.6 Coulometrische Titrationen	297
4.6.1 Theoretische Grundlagen	297
4.6.2 Praktische Anwendungen	300
Bestimmung von Arsen mit Dead-stop-Indikation	300
Bestimmung von Thiosulfat	300
Alkalimetrische Titrationen	301
Komplexometrische Titrationen	301
Argentometrische Titration	301
Redoxtitrationen	302
Coulometrische Wasserbestimmung nach Karl Fischer	302
4.7 Fließinjektionsanalyse	304
4.7.1 Die Geräte	305
4.7.2 Das FIA-System (Manifold)	307
4.7.3 Die Detektoren	310
4.7.4 Sequenzielle Injektions Analyse (SIA)	311
4.7.5 Zusammenfassung und Ausblick	311
5 Instrumentelle Maßanalyse	313
5.1 Apparative Entwicklung	313
5.2 Registrierende Titratoren	315
5.3 Endpunkt titratoren	317
5.4 Digitale Titriersysteme	318
6 Überblick über die Geschichte der Maßanalyse	323

XII Inhaltsverzeichnis

Anhang

Anhang	
Gehaltsangaben für gebräuchliche Laborlösungen	333
Chemische Elemente	334
Literaturverzeichnis	337
Namenregister	347
Sachregister	351