

# Inhaltsverzeichnis

|   |           |  |           |
|---|-----------|--|-----------|
| <b>Vorwort</b> .....                    | <b>5</b>  | 3.1.2 Fällungs-Titrationen .....         | 27        |
| <b>1 Einleitung</b> .....               | <b>9</b>  | 3.1.3 Redox-Titrationen .....            | 27        |
| 1.1 Probennahme .....                   | 9         | 3.1.4 Komplexometrische Titrationen ..   | 27        |
| 1.2 Analysenmethode .....               | 9         | 3.1.5 Sonstige häufig genannte           |           |
| 1.2.1 Auswahl – grundsätzlich .....     | 9         | Methoden .....                           | 29        |
| 1.2.2 Auswahl – konkret, Benutzungs-    |           | 3.2 Durchführung, Arbeitsvorschrif-      |           |
| anleitung des vorliegenden Buches .     | 10        | ten, Hinweise und Erläuterungen .        | 29        |
| 1.3 Probenvorbereitung .....            | 12        | 3.2.1 Säure-Base-Titrationen .....       | 29        |
| 1.4 Auswertung .....                    | 12        | 3.2.2 Fällungs-Titrationen .....         | 40        |
| 1.5 Beurteilung der Analysenergeb-      |           | 3.2.3 Redox-Titrationen .....            | 41        |
| nisse .....                             | 13        | 3.2.4 Komplexometrische Titrationen ..   | 42        |
|   |           | 3.2.5 Sonstige Methoden (Nitritometrie,  |           |
| <b>2 Gravimetrie</b> .....              | <b>15</b> | Tensid-Titration) .....                  | 43        |
| 2.1 Übersicht über die Anwendbarkeit    |           | 3.3 Theoretische Aspekte .....           | 43        |
| der Methode .....                       | 15        | 3.3.1 Zweiphasen-Titration .....         | 43        |
| 2.1.1 Selektives Herauslösen eines      |           | 3.3.3 Cerimetrische Phenothiazin-Titra-  |           |
| Stoffes aus einer festen Matrix . . .   | 15        | tion .....                               | 44        |
| 2.1.2 Selektives Ausschütteln (Ver-     |           | 3.3.5 Tensid-Titration .....             | 44        |
| teilung zwischen zwei flüssigen         |           |  |           |
| Phasen) .....                           | 17        | <b>4 Volumetrie mit instrumenteller</b>  |           |
| 2.1.3 Fällungen mit einem geeigneten    |           | <b>Endpunktsanzeige</b> .....            | <b>45</b> |
| Reagenz .....                           | 17        | 4.1 Übersicht über die Anwendbarkeit     |           |
| 2.2 Durchführung, Arbeitsvorschrif-     |           | der Methode .....                        | 45        |
| ten, Hinweise und Erläuterungen .       | 18        | 4.1.1 Potentiometrisch indizierte Titra- |           |
| 2.2.1 Selektives Herauslösen eines      |           | tionen .....                             | 45        |
| Stoffes aus einer festen Matrix . . .   | 18        | 4.1.2 Voltametrisch indizierte Titra-    |           |
| 2.2.2 Selektives Ausschütteln .....     | 21        | tionen .....                             | 46        |
| 2.2.3 Fällungen mit einem geeigneten    |           | 4.1.3 Amperometrisch indizierte Titra-   |           |
| Reagenz .....                           | 23        | tionen .....                             | 48        |
| 2.3 Theoretische Aspekte .....          | 24        | 4.1.4 Konduktometrisch indizierte Titra- |           |
| 2.3.1 Verteilung eines Stoffes zwischen |           | tionen .....                             | 48        |
| zwei Phasen .....                       | 24        | 4.1.5 Photometrisch indizierte Titra-    |           |
| 2.3.2 Fällungsvorgang .....             | 25        | tionen .....                             | 48        |
|   |           | 4.2 Durchführung, Arbeitsvorschrif-      |           |
| <b>3 Volumetrie mit visueller</b>       |           | ten, Hinweise und Erläuterungen .        | 48        |
| <b>Endpunktsanzeige</b> .....           | <b>27</b> | 4.2.1 Potentiometrisch indizierte Titra- |           |
| 3.1 Übersicht über die Anwendbarkeit    |           | tionen .....                             | 48        |
| der Methode .....                       | 27        | 4.2.2 Voltametrisch indizierte Titra-    |           |
| 3.1.1 Säure-Base-Titrationen .....      | 27        | tionen .....                             | 50        |
|   |           | 4.2.3 Amperometrisch indizierte Titra-   |           |
|   |           | tionen .....                             | 50        |

|          |  |           |                                       |   |            |
|----------|--|-----------|---------------------------------------|---|------------|
| 4.2.4    | Konduktometrisch indizierte Titrationen . . . . .                                    | 52        | 6.2.2.7                               | Reaktion mit p-Dimethylaminobenzaldehyd . . . . .                       | 91         |
| 4.2.5    | Photometrisch indizierte Titrationen . . . . .                                       | 52        | 6.2.2.8                               | Emerson-Reaktion . . . . .  | 91         |
| <b>5</b> | <b>Voltammetrie und Polarographie . . . . .</b>                                      | <b>53</b> | <b>7</b>                              | <b>Vorgeschaltete chemische Reaktionen . . . . .</b>                    | <b>93</b>  |
| 5.1      | Übersicht über die Anwendbarkeit der Methode . . . . .                               | 53        | 7.1                                   | Übersicht über die Anwendbarkeit der Methode . . . . .                  | 93         |
| 5.1.1    | Voltammetrie . . . . .   | 53        | 7.1.1                                 | Hydrolysen . . . . .  | 93         |
| 5.1.2    | Polarographie . . . . .  | 53        | 7.1.2                                 | Oxidationen und Reduktionen . . . . .                                   | 93         |
| 5.2      | Durchführung, Arbeitsvorschriften, Hinweise und Erläuterungen . . . . .              | 60        | 7.1.3                                 | Umsetzung zu polarographisch aktiven Verbindungen . . . . .             | 93         |
| 5.3      | Theoretische Aspekte . . . . .   | 64        | 7.2                                   | Durchführung, Arbeitsvorschriften, Hinweise und Erläuterungen . . . . . | 93         |
| <b>6</b> | <b>Spektralphotometrie . . . . .</b>   | <b>67</b> | 7.2.1                                 | Hydrolysen . . . . .  | 94         |
| 6.1      | Übersicht über die Anwendbarkeit der Methode . . . . .                               | 68        | 7.2.2                                 | Oxidationen und Reduktionen . . . . .                                   | 95         |
| 6.1.1    | UV-VIS-Spektralphotometrie . . . . .   | 68        | 7.2.3                                 | Umsetzung zu polarographisch aktiven Verbindungen . . . . .             | 98         |
| 6.1.2    | UV-VIS-Spektralphotometrie nach Reaktion zu einem Farbstoff (Kolorimetrie) . . . . . | 68        | <b>8</b>                              | <b>Trennmethoden . . . . .</b>  | <b>101</b> |
| 6.1.2.1  | Reineckat-Methode . . . . .  | 68        | 8.1                                   | Übersicht über die Anwendbarkeit der Methoden . . . . .                 | 101        |
| 6.1.2.2  | Farbstoff-Ionenpaar-Extraktion (Acid dye method) . . . . .                           | 68        | 8.1.1                                 | Extraktionsverfahren . . . . .  | 101        |
| 6.1.2.3  | Hydroxamsäurereaktion . . . . .  | 71        | 8.1.2                                 | Destillationsverfahren . . . . .  | 102        |
| 6.1.2.4  | Reaktionen mit Kationen . . . . .  | 71        | 8.1.3                                 | Chromatographische Verfahren . . . . .                                  | 102        |
| 6.1.2.5  | Reaktion mit salpetriger Säure . . . . .   | 76        | 8.2                                   | Durchführung, Arbeitsvorschriften, Hinweise und Erläuterungen . . . . . | 103        |
| 6.1.2.6  | Diazotierung und Kupplung . . . . .  | 76        | <b>9</b>                              | <b>Anhang . . . . .</b>   | <b>107</b> |
| 6.1.2.7  | Reaktion mit p-Dimethylaminobenzaldehyd . . . . .                                    | 76        | 9.1                                   | Arbeitsbereich . . . . .  | 107        |
| 6.1.2.8  | Emerson-Reaktion . . . . .   | 78        | 9.2                                   | Probenmenge . . . . .   | 108        |
| 6.2      | Durchführung, Arbeitsvorschriften, Hinweise und Erläuterungen . . . . .              | 81        | 9.3                                   | Auswertung . . . . .  | 109        |
| 6.2.1    | Photometrie im UV-VIS-Bereich . . . . .  | 81        | 9.4                                   | Beurteilung von Analyseergebnissen . . . . .                            | 111        |
| 6.2.2    | Kolorimetrie . . . . .   | 85        | <b>Monographien . . . . .</b>         | <b>115</b>  |            |
| 6.2.2.1  | Reineckat-Fällung . . . . .  | 87        | <b>Stichwortverzeichnis . . . . .</b> | <b>185</b>  |            |
| 6.2.2.2  | Ionenpaar-Extraktion (Acid dye method) . . . . .                                     | 88        |                                       |   |            |
| 6.2.2.3  | Hydroxamsäurereaktion . . . . .  | 90        |                                       |   |            |
| 6.2.2.4  | Reaktionen mit Metallkationen . . . . .  | 90        |                                       |   |            |
| 6.2.2.5  | Reaktion mit salpetriger Säure . . . . .   | 90        |                                       |   |            |
| 6.2.2.6  | Diazotierung und Kupplung zu einem Azofarbstoff . . . . .                            | 90        |                                       |   |            |