

Maßanalyse

Theorie und Praxis der klassischen und der
Elektrochemischen Titrierverfahren

Dr. Gerhart Jander †

o. Professor an der Technischen Universität Berlin
und

Dr. Karl Friedrich Jahr

o. Professor an der Freien Universität Berlin

13., unveränderte Auflage

Mit 56 Figuren

mitbearbeitet von

Dr. Heinz Knoll

Freie Universität Berlin

W
DE
G

Sammlung Götschen Band 6221

Walter de Gruyter
Berlin • New York • 1973

INHALT

	Seite
Literatur.....	7
Einführung und Grundbegriffe.....	14
Erster Teil: Die praktischen Grundlagen der Maßanalyse	18
I. Die Praxis der Volumenmessung.....	18
1. Die Meßgefäße.....	18
2. Eichung und Nachprüfung der Meßgefäße.....	23
3. Das Reinigen und Trocknen der Meßgefäße und Glasgerätee.....	30
II. Die Maßflüssigkeiten.....	31
1. Empirische Lösungen und Normallösungen.....	31
2. Die Bereitung und Einstellung der Lösungen.....	35
Zweiter Teil: Die klassischen Methoden der Maßanalyse	40
Erster Abschnitt: Die Oxydations- und Reduktionsanalysen	41
III. Oxydations- und Reduktionsvorgänge.....	41
1. Definition der Begriffe Oxydation und Reduktion.....	41
2. Oxydations- und Reduktionspotentiale.....	44
IV. Die Manganometrie.....	48
1. Die Oxydationswirkung des Kaliumpermanganats.....	48
2. Die Bereitung und Einstellung der Kaliumpermanganatlösung.....	49
3. Die Bestimmung des Eisen(II) und des Eisen(III) in schwefelsaurer Lösung.....	55
4. Die Bestimmung des Eisen (II) und des Eisen(III) in salzsaurer Lösung.....	59
5. Die Bestimmung des Ur3ns und der Phosphate.....	64
6. Die Bestimmung der Oxalate und des Calciums.....	65
7. Die Bestimmung des Wasserstoffperoxids und der Peroxo-disulfate.....	67
8. Die Bestimmung der Nitrite und der Nitrose.....	68
9. Die Bestimmung des Hydroxylaminj.....	69
10. Die Bestimmung des Mangan(IV)-oxids und des Mangans in Eisen, Stahl und manganhaltigen Eisenerzen.....	69
11. Die Bestimmung des Mangan(II).....	70
V. Die Kaliumdichromatmethode.....	74
1. Die Oxydationswiikung des Kaliumdichromats. Die Schwierigkeit der Endpunktserkennung.....	74
2. Die Bereitung der Kaliumdichromatlösung.....	76
3. Die Bestimmung des Eisens mit Kaliumhexacyanoferrat (III) als Tüpfelindikator.....	77
4. Die Bestimmung des Eisens mit Diphenylamin bzw. Natrium-N-Methyldiphenylamin-p-sulfonat als Redoxindikator.....	79

	Seite
VI. Titrationen mit Eisen(II)-sulfat	81
1. Die Bereitung und Einstellung der Eisen(II)-sulfatlösung	81
2. Die Bestimmung der Chromate(VI) und des Chrom(III)	82
3. Die Bestimmung des Vanadin(V).	83
4. Die Bestimmung kleiner Wassernengen nach K. F. Jahr und J. Fuchs.	84
VII. Titrationen mit Kaliumbromat.	89
1. Die Oxydationswirkung des Kaliumbromats.	89
2. Die Bereitung der Kaliumbromatlösung.	90
3. Die Bestimmung des Arsen(III) und des Antimon (III)	91
4. Die Bestimmung des Wismuts.	91
VIII. Die Jodometrie	92
1. Die Grundlagen der Jodometrie.	92
2. Die Erkennung des Endpunktes bei jodometrischen Titrati- onen. Die Bereitung der Hilfslösungen.	95
3. Die Bereitung und Einstellung der Natriumthiosulfat- lösung	98
4. Die Bereitung und Einstellung der Jodlösung.	103
5. Die Bestimmung der Sulfide und der Sulfite.	104
6. Die Wasserbestimmung nach Karl Fischer.	106
7. Die Bestimmung des Hydrazins.	115
8. Die Bestimmung von Verbindungen des Arsen(III), des Antimon(III) und des Zinn(II).	115
9. Die Bestimmung der Quecksilber(I)- und der Queck- silber(II)-salze.	117
10. Die Bestimmung der Jodide.	118
11. Die Bestimmung der Chlorate, Bromate, Jodate und Perjodate.	119
12. Die Bestimmung des Wasserstoffperoxids, der Peroxide, Perkarbonate und Perborate.	120
13. Die Bestimmung der höheren Oxide.	121
14. Die Bestimmung der Hexacyanoferrate.	126
15. Die Bestimmung der Cyanide und der Thiocyanate	127
16. Die Bestimmung des Kupfers.	128
Zweiter Abschnitt: Die Neutralisationsanalysen.	133
IX. Die Grundlagen der Neutralisationsanalysen.	133
1. Der Neutralisationsvorgang.	133
2. Wasserstoffionenkonzentration und Wasserstoffexponent	135
3. Die Bedeutung des Ionenproduktes für den Neutrali- sationsvorgang; Titrationskurven.	137
4. Stärke der Säuren und Basen.	141
5. Die Erscheinung der Hydrolyse.	145
X. Die Farbindikatoren der Neutralisationsanalyse.	148
1. Die gebräuchlichsten Indikatoren.	148
2. Umschlagspunkt und Umschlagsbereich.	151
3. Die praktische Anwendung der Indikatoren in der Neu- tralisationsanalyse.	154
4. Die Theorie der Indikatoren.	158

XI. Alkalimetrie und Acidimetrie.	167
1. Die Bereitung und Einstellung der Säuren.	167
2. Die Bereitung und Einstellung der Laugen.	173
3. Die Bestimmung starker und schwacher Basen.	176
4. Die Bestimmung der Karbonate, sowie die Bestimmung von Hydroxiden und Karbonaten nebeneinander.	178
5. Die Bestimmung von Alkalikarbonat und Alkalihydrogenkarbonat nebeneinander.	179
6. Die Bestimmung der vorübergehenden und der bleibenden Härte des Wassers.	180
7. Die Verdrängung schwacher Säuren und schwacher Basen	182
8. Die Bestimmung des Ammoniaks in Ammoniumsalzen, der Salpetersäure in Nitraten und des Stickstoffgehaltes organischer Substanzen.	183
9. Die Bestimmung starker und schwacher Säuren. Die Gehaltsermittlung von Acetaten und Boraten.	188
10. Die Bestimmung mehrbasiger Säuren und saurer Salze	193
11. Die Bestimmung von Salzen durch Anwendung von Ionenaustauschern.	194
 Dritter Abschnitt: Die Fällungs- und Komplexbildungs- Analysen.	198
XII. Die Grundlagen der Fällungsanalysen.	198
1. Der Fällungsvorgang.	198
2. Die Änderung der Ionenkonzentration im Verlauf einer Fällungsanalyse. Die Titrationskurven.	202
3. Die Methoden der Endpunktsbestimmung.	205
XIII. Die hydrolytischen Fällungsverfahren.	209
1. Ihre Grundlage und ihre Bedeutung.	209
2. Die Bereitung und Einstellung der Kaliumpalmitatlösung	211
3. Die Bestimmung der Gesamthärte und der Magnesia- härte des Wassers.	212
XIV. Die fällungsanalytische Bestimmung des Silbers und die Argentometrie.	214
1. Die Bereitung und Einstellung der Maßlösungen.	214
2. Die Bestimmung des Silbers nach Gay-Lussac.	217
3. Die Bestimmung des Silbers und des Kupfers, der Halogenid-, Thioeyanat- und Cyanidionen in saurer Lösung nach J. Volhard.	219
4. Die Bestimmung der Halogenidionen in neutralen Lösungen löslicher Halogenide nach Fr. Mohr.	224
5. Die Bestimmung der Halogenid-, der Thioeyanat- und der Silberionen nach K. Fajans.	227
XV. Tüpfelanalysen.	228
1. Die Bestimmung des Zinks mit Kaliumhexacyanoferrat (II).	229
2. Die Bestimmung des Bleis mit Ammoniummolybdat	230
XVI. Komplexometrie.	233
1. Die Bestimmung der Cyanide nach J. v. Liebig.	234
2. Die Grundlagen der Chelatometrie.	235

	Seite
3. Die Bestimmung des Magnesiums und des Calciums sowie die Bestimmung der Gesamthärte des Wassers	240
4. Die Bestimmung des Zinks und des Cadmiums.	246
Dritter Teil: Die elektrochemischen Methoden der Maßanalyse.	247
XVII. Übersicht über die elektrochemischen Indikationsverfahren der Maßanalyse.	247
Erster Abschnitt: Die Konduktometrie.	249
XVIII. Theorie und Praxis der Leitfähigkeitstiteration.	250
1. Die Grundlagen der Leitfähigkeitstiteration.	250
2. Die Titriervorrichtung.	253
3. Die Methoden der Leitfähigkeitsmessung.	255
XIX. Anwendungsmöglichkeiten und Kurventypen Iconduktometrischer Titerationen.	261
1. Neutralisationsvorgänge.	261
2. Konduktometrische Fällungsanalysen.	265
3. Leitfähigkeitstiterationen in siedenden Lösungen.	266
XX. Die Hochfrequenztitration.	268
Zweiter Abschnitt: Die Potentiometrie.	271
XXI. Die theoretischen Grundlagen der Potentiometrie.	272
1. Die Elektrodenpotentiale und ihre Abhängigkeit von der Konzentration.	272
2. Die Änderung des Elektrodenpotentials im Verlauf potentiometrischer Titerationen.	281
XXII. Die Praxis der Potentiometrie.	287
1. Die Meßkette.	287
2. Die Potentialmessung.	297
3. Verschiedene Methoden der praktischen Durchführung potentiometrischer Titerationen.	297
XXIII. Beispiele für die Anwendungsmöglichkeit potentiometrischer Titerationen.	300
1. Fällungs- und Komplexbildungsanalysen.	301
2. Neutralisationsanalysen.	307
3. Oxydations- und Reduktionsanalysen.	314
Dritter Abschnitt: Die Indikation mit polarisierten Elektroden.	320
XXIV. Die Polarisation der Elektroden.	320
XXV. Die Polarisationsspannungstiteration und die Polarisationsstromtiteration.	323
1. Die Voltametrie und die Amperometrie.	323
2. Die Deadstop-Methode.	327
Anhang: Kurzer Überblick über die Geschichte der Maßanalyse.	330
Atomgewichte.	335
Namenregister.	336
Sachregister.	338