Gerhard-Otfried Müller

LEHRBUCH DER ANGEWANDTEN CHEMIE

Band III

Quantitativ-anorganisches Praktikum

4. Auflage

BAND III
QUANTITATIV-ANORGANISCHES PRAKTIKUM

4., bearbeitete Auflage
Mit 66 Abbildungen und 48 Tabellen
S. HIRZEL VERLAG LEIPZIG 1981

© S. Hirzel Verlag, Leipzig 1981
VLN 267 · 245/4/81 · LSV 1254
Lektor: Dr. Rüdiger Thiele
Schutzumschlaggestaltung: Walter Schenk, Leipzig
Printed in the German Democratic Republic
Gesamtherstellung: INTERDRUCK
Graphischer Großbetrieb Leipzig – III/18/97
Bestell-Nr. 796 727 8
DDR 25,50 M

Müller Lehrbuch der angewandten Chemie Band III

试读结束，需要全本PDF请购买 www.ertongbook.com

LEHRBUCH DER ANGEWANDTEN CHEMIE

VON DR. GERHARD-OTFRIED MÜLLER
DIPLOM-CHEMIKER
BITTERFELD

Vorwort zur ersten Auflage

Zur Vermittlung eines komplexen Wissens auf dem Gebiet der praktischen anorganischen Chemie wurde versucht, mit diesem Praktikum einen umfassenden Überblick über die quantitative, chemische Analyse zu geben. Die bekannten, außerordentlich vielseitigen Methoden und Verfahren dieses Arbeitsgebietes übersichtlich zu gestalten, war und ist das Anliegen dieses Lehrbuches. Es hat sich mit seinen bisher 10 erschienenen Auflagen als „Praktikum der quantitativen chemischen Analyse" bewährt. Den steigenden Anforderungen entsprechend war es jedoch notwendig, eine tiefgreifende Überarbeitung vorzunehmen. Darüber hinaus wurde das Buch aus didaktischen Gründen mit der „Grundlage der Stöchiometrie" zu einem mehrteiligen Werk vereinigt. Da weiterhin vorgesehen ist, auch eine Ausarbeitung über die Laborpraxis der qualitativen Analyse erscheinen zu lassen, bot sich die Gliederung in einem zusammenfassenden „Lehrbuch der angewandten Chemie" an, das folgendermaßen aufgebaut sein wird:

Band I Qualitativ-anorganisches Praktikum,
Band II Chemisch-mathematische Übungen,
Band III Quantitativ-anorganisches Praktikum.

Den neuen Vorstellungen der Wissenschaftsorganisation in der Chemie entsprechend erfolgte eine völlige Überarbeitung der letzten Ausgabe besonders in Richtung der ausführlichen Behandlung moderner Verfahren. Den theoretischen Grundlagen der im praktischen Teil erläuterten und beschriebenen Bestimmungsmethoden wurde mehr als bisher breiter Raum gewidmet, wobei die mathematischen Ableitungen strenger und ausführlicher gefaßt sind. Um den Umfang des Buches nicht zu stark anwachsen zu lassen, ließen sich jedoch Beschränkungen nicht umgehen; deshalb bedarf das Studium der theoretischen Zusammenhänge der Einbeziehung des II. Bandes, der die funktionellen und mathematischen Beziehungen erweitert und vertieft.

Besonderer Wert wurde auf die Erweiterung der Anwendung moderner, elektrochemischer Methoden gelegt. Hierzu gehören neben der breiteren Darstellung der Polarographie die Einbeziehung der Coulometrie und der Amperometrie. Auch die immer stärker in den Vordergrund tretende Chelatometrie erfuhr eine Neufassung. Erstmals wurden des weiteren chromatographische Methoden aufgenommen und beschrieben.

Im praktischen Teil wurde die bisher bewährte Form im Prinzip beibehalten. Moderne Bestimmungsmethoden fanden entsprechend der theoretischen Vervollkommnung Aufnahme, um die Vielfalt der Möglichkeiten für jede Arbeitsmethodik

zu gewährleisten. Die beigefügten Literaturangaben erleichtern das Auffinden ausführlicher Abhandlungen der beschriebenen Verfahren.

Im dritten Teil bin ich dem Wunsch nachgekommen, einige Trennungsverfahren chemischer Systeme im Zusammenhang zu behandeln, um damit die Methodik der Arbeitsverfahren für komplex zusammengesetzte Produkte zu erläutern. Doch konnte ich mich nicht entschließen, dieses Kapitel zu erweitern, da damit eine starke Einseitigkeit zutage tritt und eine solche Verfahrensweise nicht den gegebenen Mitteln und Möglichkeiten der verschiedensten Laboratorien Rechnung tragen könnte.

In diesem Sinne spreche ich die Hoffnung aus, daß dieser III. Band einer praktischen, anorganischen Chemie sowohl den Studierenden als auch wissenschaftlich und praktisch arbeitenden Analytikern wie bisher eine wertvolle Anleitung zum Handeln ist.

Ich möchte nicht versäumen, für die mir gegebenen Hinweise zur Verbesserung und Vervollkommnung dieses Praktikums den Lesern bestens zu danken, wie ich auch dem Verlag Dank sage für das große Verständnis, das mir bei der Neugestaltung des Lehrbuches entgegengebracht wurde.

Bitterfeld, April 1970 Der Verfasser

Vorwort zur vierten Auflage

Die einheitliche Anwendung der IUPAC-Schreibweise ist ab 1979 zur Richtschnur erklärt worden. Weiterhin wurde das internationale Einheitssystem für physikalische Größen (SI-System) ab 1980 verbindlich. Es machte sich deshalb erforderlich, bei der Überarbeitung dieses Lehrbuches die Regeln und Vorschriften dieser Richtlinien allgemein anzuwenden. Dies ist in dieser Auflage geschehen. Außerdem hielt ich es für notwendig, die Atommassen nach den Festlegungen von 1975 grundsätzlich in alle Textteile zu übernehmen. Sämtliche Molekülmassen wurden darauf bezogen, wie auch alle Faktoren und Umrechnungsgrößen für die analytischen Methoden darauf berechnet wurden.

Der Inhalt und Aufbau des Lehrbuches wurden dabei nicht verändert. Nach wie vor geht diese Analytik von den klassischen Bestimmungsmethoden als Grundlage chemischer Verfahrensweise aus.

Die Hinweise der Benutzer und Leser sowie des Verlages wurden weitgehend berücksichtigt. Für die beratende Unterstützung und die Gestaltung der neuen Auflage möchte ich dem Verlag besonders danken.

Bitterfeld, August 1980 Der Verfasser

Inhaltsverzeichnis

1.	**Einleitung**	13
	Teil I	
2.	**Die gravimetrische Analyse**	16
2.1.	Allgemeines	16
2.2.	Theorie der Fällung	17
2.2.1.	Ionenkonzentration	17
2.2.2.	Massenwirkungsgesetz (MWG)	20
2.2.3.	Löslichkeitsprodukt	22
2.2.4.	Fällung von Schwermetallhydroxiden	25
2.3.	Beeinflussung der Fällung	29
2.3.1.	Löslichkeitsbeeinflussung	29
2.3.2.	Auflösen des Niederschlages	32
2.4.	Berechnung der Analyse	36
2.5.	Analytische Geräte	38
2.6.	Allgemeine Arbeitsweise	40
2.6.1.	Einfache Bestimmungen	41
2.6.2.	Trennungen	42
2.6.3.	Indirekte Analyse	43
2.6.4.	Planung und Protokollierung	44
2.7.	Vorbehandlung und Aufschluß der Analysensubstanz	45
2.8.	Bildung des Niederschlages	46
2.9.	Fällen und Filtrieren	48
2.9.1.	Verunreinigungen	48
2.9.2.	Alterung des Niederschlages	50
2.9.3.	Filtrieren	50
2.9.4.	Auswaschen	52
2.10.	Trocknen, Veraschen und Glühen	53
2.10.1.	Trocknen	53
2.10.2.	Veraschen	54
2.10.3.	Glühen	55
2.10.4.	Platin-Geräte	55
2.11.	Die Wägung	56
2.11.1.	Theorie der Wägung	57
2.12.	Spezielle Reagenzien	60
2.12.1.	Schwefelwasserstoff	60
2.12.2.	Thiocarbaminat	62
2.12.3.	Thioharnstoff	63
2.12.4.	Organische Reagenzien	64
3.	**Die volumetrische Analyse**	67
3.1.	Allgemeines	67
3.2.	Die Meßgeräte	68
3.2.1.	Meßkolben	69

3.2.2. Meßzylinder ... 69
3.2.3. Pipette ... 70
3.2.4. Bürette ... 71
3.3. Reinigung der Meßgeräte ... 72
3.4. Eichung der Gefäße ... 72
3.4.1. Abgrenzung des Inhalts ... 73
3.4.2. Bestimmung des Wassergewichts ... 73
3.5. Normallösungen ... 74
3.6. Teilgebiete der Volumetrie ... 77
3.6.1. Redoxtitrationen (Oxydimetrie) ... 77
3.6.1.1. Manganometrie ... 82
3.6.1.2. Jodometrie ... 86
3.6.1.3. Jodatometrie ... 91
3.6.1.4. Bromatometrie ... 93
3.6.1.5. Bromometrie und Chromatometrie ... 94
3.6.1.6. Cerimetrie ... 96
3.6.2. Fällungsanalysen ... 96
3.6.2.1. Argentometrie ... 97
3.6.2.2. Andere fällungsanalytische Verfahren ... 108
3.6.2.3. Tüpfelanalysen ... 110
3.6.3. Chelatometrie ... 110
3.6.4. Neutralisationsanalysen ... 117
3.6.4.1. Säure-Base-Reaktion ... 118
3.6.4.2. pH-Wert protolytischer Reaktionen ... 123
3.6.4.3. Titrationskurven ... 125
3.6.4.4. Indikatoren ... 131
3.7. Durchführung und Auswertung der Maßanalysen ... 147
3.7.1. Titrierfehler ... 148

4. Die elektrochemische Analyse ... 151

4.1. Allgemeines ... 151
4.2. Elektrolytische Bestimmungen ... 152
4.2.1. Elektrogravimetrie ... 152
4.2.2. Coulometrie ... 163
4.3. Potentiometrie ... 166
4.3.1. Wendepunktsmethode ... 170
4.3.2. Bezugssysteme ... 173
4.3.3. Potentialmessung ... 175
4.3.4. Simultanbestimmungen ... 180
4.4. Konduktometrie ... 182
4.4.1. Ionenbeweglichkeit und Überführungszahlen ... 184
4.4.2. Titrationskurven ... 186
4.4.3. Messung ... 190
4.5. Polarolytische Verfahren ... 191
4.5.1. Polarographie ... 191
4.5.2. Amperometrie ... 198
4.5.3. Voltametrie ... 200

5. Die kolorimetrische Analyse ... 203

5.1. Theoretische Grundlagen ... 203
5.2. Kolorimetrische Meßgeräte ... 205
5.3. Allgemeine Arbeitsweise ... 208

6. **Phasentrennung** ... 210
6.1. Verteilungsverfahren ... 210
6.1.1. Theoretische Grundlagen ... 210
6.1.2. Einfache und multiplikative Verteilung ... 211
6.1.3. Anwendung der Verteilungsverfahren ... 213
6.2. Chromatographie ... 213
6.2.1. Säulenchromatographie ... 216
6.2.2. Papierchromatographie ... 217

7. **Literaturverzeichnis** ... 218

Teil II

8. **Vorbemerkungen** ... 219

9. **Die Kationen** ... 222
9.1. Gruppe I ... 222
9.1.1. Silber ... 222
9.1.2. Quecksilber ... 229
9.1.3. Blei ... 236
9.1.4. Thallium ... 251
9.2. Gruppe IIa ... 253
9.2.1. Wismut ... 254
9.2.2. Kupfer ... 265
9.2.3. Cadmium ... 288
9.3. Gruppe IIb ... 296
9.3.1. Arsen ... 297
9.3.2. Antimon ... 307
9.3.3. Zinn ... 313
9.3.4. Gold ... 319
9.3.5. Platin ... 321
9.3.6. Palladium ... 323
9.3.7. Molybdän ... 324
9.3.8. Selen ... 329
9.3.9. Tellur ... 332
9.4. Gruppe III ... 333
9.4.1. Lanthan ... 334
9.4.2. Cer ... 334
9.4.3. Zirkonium ... 336
9.4.4. Thorium ... 338
9.5. Gruppe IVa ... 340
9.5.1. Eisen ... 341
9.5.2. Cangan ... 357
9.5.3. Kobalt ... 365
9.5.4. Nickel ... 374
9.5.5. Titan ... 382
9.5.6. Uran ... 385
9.6. Gruppe IVb ... 391
9.6.1. Aluminium ... 391
9.6.2. Beryllium ... 400
9.6.3. Chrom ... 401
9.6.4. Zink ... 409
9.6.5. Indium ... 420
9.6.6. Gallium ... 421

试读结束，需要全本PDF请购买 www.ertongbook.com

9.6.7. Niob ... 424
9.6.8. Tantal ... 425
9.7. Gruppe V ... 426
9.7.1. Wolfram ... 427
9.7.2. Vanadium ... 430
9.8. Gruppe VI ... 434
9.8.1. Calcium ... 434
9.8.2. Strontium ... 443
9.8.3. Barium ... 445
9.8.4. Magnesium ... 449
9.9. Gruppe VII ... 454
9.9.1. Natrium ... 454
9.9.2. Kalium ... 462
9.9.3. Ammonium ... 467
9.9.4. Lithium ... 469

10. Die Anionen ... 471

10.1. Gruppe Ia ... 471
10.1.1. Chlor ... 471
10.1.2. Chlorid ... 472
10.1.3. Chlorat ... 477
10.1.4. Perchlorat ... 479
10.1.5. Brom ... 482
10.1.6. Bromid ... 482
10.1.7. Jod ... 483
10.1.8. Jodid ... 483
10.1.9. Jodat ... 486
10.1.10. Perjodat ... 487
10.1.11. Fluorid ... 488
10.2. Gruppe Ib ... 491
10.2.1. Cyanid ... 491
10.2.2. Thiocyanat ... 494
10.2.3. Hexacyanoferrat(II)-Komplex ... 497
10.2.4. Hexacyanoferrat(III)-Komplex ... 499
10.3. Gruppe II ... 500
10.3.1. Sulfit ... 500
10.3.2. Sulfat ... 502
10.3.3. Sulfid ... 504
10.3.4. Thiosulfat ... 506
10.3.5. Dithionat ... 507
10.3.6. Persulfat ... 507
10.4. Gruppe III ... 508
10.4.1. Nitrat ... 509
10.4.2. Nitrit ... 510
10.5. Gruppe IV ... 513
10.5.1. Phosphat ... 513
10.5.2. Hypophosphat ... 521
10.5.3. Phosphit ... 521
10.5.4. Hypophosphit ... 523
10.6. Gruppe V ... 524
10.6.1. Carbonat ... 524
10.6.2. Acetat ... 528
10.6.3. Formiat ... 530
10.6.4. Tartrat ... 531

10.6.5. Oxalat ... 531
10.7. Gruppe VI ... 532
10.7.1. Silikat ... 532
10.7.2. Silicofluorid ... 534
10.7.3. Borat ... 534
10.7.4. Wasserstoffperoxid ... 537

Teil III

11. Gesamtanalysen ... 538
11.1. Dolomit ... 538
11.2. Messing ... 542
11.3. Kupferkies ... 545

12. Spezielle Bestimmungsmethoden ... 548
12.1. Ammoniakmethode ... 548
12.2. Acetatmethode ... 548
12.3. Hexaminmethode ... 549
12.4. Jodid-Jodat-Methode ... 549
12.5. Nitritmethode ... 550
12.6. Sulfatmethode ... 550
12.7. Anthranilsäure ... 550
12.8. Benzoinoxim (Cupron) ... 551
12.9. Chinaldinsäure ... 551
12.10. Diacetyldioxim ... 552
12.11. Diphenylthiocarbazon (Dithizon) ... 552
12.12. Dithiocarbaminat, disubstituiert ... 553
12.13. 8-Hydroxychinolin (Oxin) ... 554
12.14. Kupferron ... 556
12.15. Mercaptobenzthiazol ... 557
12.16. α-Nitroso-β-Naphthol ... 558
12.17. α-Nitro-β-Naphthol ... 558
12.18. Pyridinkomplexe ... 559
12.19. Salicylaldoxim ... 560

Anhang

13. Umrechnungsfaktoren ... 561

14. Periodensystem ... 585

15. Internationale Atommassen der Elemente 1975 ... 586

Sachwörter- und Namenverzeichnis ... 589

1. Einleitung

Moderne theoretische Erkenntnisse in Chemie und Physik bestimmen in zunehmendem Maße die Entwicklung der analytischen Chemie. Die Tendenzen der Analysenmethoden gehen immer mehr von den wissenschaftlichen Informationen auf den Gebieten der physikalisch-chemischen Experimentiertechnik aus, die für die speziellen, meist selektiven Anwendungsgebiete entwickelt und spezialisiert werden. Neben die klassischen Methoden, die auf der Wirkung des Elektronenaustausches der äußeren Orbitale aufbauen, treten in verstärktem Maße spezifische Techniken der Spektralanalyse, der Röntgen-, Kernresonanz- und Massenspektrometrie bis hin zu radiochemischen Methoden. Mathematik, Statistik und Elektronik gebraucht man mehr und mehr, um über Automaten und den Einsatz von Computern neue Techniken in Angriff zu nehmen und einzuführen. Damit wird es möglich, Spurenelemente in Reinststoffen bis zu Größenordnungen von 10^{-8} bis 10^{-10}% zu bestimmen.

Die chemischen Umsetzungen bilden aber nach wie vor die Grundlage aller chemisch analytischen Erkenntnisse, wie sie im Reaktionsmechanismus ionisierter Verbindungen vorliegen. Ionenreaktionen (als Fällungs-, Neutralisations- oder Redoxvorgänge), Elektrochemie, Polarographie und Chromatographie stellen die Basis der chemischen Analytik dar.

Im vorliegenden Buch werden die Methoden der quantitativen, anorganischen Analyse behandelt und die wichtigsten Arbeitsvorschriften für die quantitativen Bestimmungen sowohl der einzelnen Ionen und Ionengruppen als auch der Trennungen von verwandten Ionen angegeben. Dabei soll nach Möglichkeit der Vielseitigkeit der quantitativen Verfahren Rechnung getragen werden, wobei die verschiedenen Teilgebiete im einzelnen eine eingehende Erläuterung erfahren. Andererseits kann man von einem Praktikum nicht verlangen, daß es jede Bestimmungsmethode erwähnt, was wiederum auch das Studium der Literatur beeinflussen würde. Es soll daher versucht werden, eine brauchbare Anleitung zu finden, um auf dieser Grundlage die verschiedenen Arten der quantitativen Bestimmungen methodisch-theoretisch durchzusprechen. Daran schließen sich die einzelnen Arbeitsvorschriften an.

Aus diesen Überlegungen heraus wurde der Band in zwei Hauptteile gegliedert. Im ersten Teil werden neben grundlegenden, allgemeingültigen, praktischen Anweisungen über die Arbeitsweise in der Hauptsache die verschiedenen Verfahren der quantitativen Analyse (wie Gravimetrie, Volumetrie, Elektrometrie, Kolorimetrie u.a.) im Zusammenhang wiedergegeben. Es werden die notwendigen, theoretischen Voraussetzungen für eine erfolgreiche Arbeit geschaffen. Darüber hinaus werden die erforderlichen Meßgeräte und ihre Handhabung geschildert, auch die Herstellung und der Gebrauch der Hilfs- und Meßlösungen werden beschrieben sowie die Fällungsreagenzien erläutert. Dem Arbeitsgang und den allgemeinen Richtlinien wie auch der Berech-

nung und Auswertung der Ergebnisse wurde hier besondere Beachtung geschenkt. Dem Lernenden wird daher angeraten, diese theoretischen Kapitel vor der Durchführung der praktischen Bestimmungen eingehend zu studieren.

Der zweite Teil befaßt sich dann mit den Vorschriften für die speziellen Bestimmungen und Trennungen. Es werden, soweit erforderlich, die entsprechenden Literaturstellen, aus denen Einzelheiten zu entnehmen sind, angegeben. Besonders der Studierende sollte nie versäumen, die Literatur daraufhin eingehend und umfassend durchzuarbeiten. Für den praktisch Arbeitenden enthalten die Vorschriften jedoch alle für eine sichere Bestimmung notwendigen Daten. Der Aufbau und die Gliederung des zweiten Teils sind in Anlehnung an die qualitative Analyse erfolgt, er wird daher in die dort bewährten verschiedenen Trennungsgruppen aufgeteilt, da so am ehesten die verwandten Beziehungen der Elemente und Elementgruppen herausgearbeitet werden können. Auch erleichtert diese Einteilung das Auffinden geeigneter Bestimmungsmethoden, die meist durch eine vorangegangene, qualitative Untersuchung bereits vorgegeben sind. Damit wird klar, daß sich die Elementfolge mit der Reihenfolge des qualitativen Trennungsganges deckt. Innerhalb eines jeden Elements folgen nacheinander die gravimetrischen, volumetrischen, elektrometrischen und kolorimetrischen Verfahren der Bestimmung. Trennungsmethoden zwischen zwei und mehreren Elementen sind im Anschluß an die Einzelbestimmungen aufgeführt, wobei Hinweise auf bereits angegebene Vorschriften die Übersicht erleichtern. Den Bestimmungen mit organischen Reagenzien wurde weitestgehend Rechnung getragen, da sie vorrangig Eingang in die quantitative Analyse gefunden und in vielen Fällen die alten, bewährten, klassischen Methoden überholt, vereinfacht und verkürzt haben. Der Studierende sollte sich aber stets zuerst die klassischen Verfahren zu eigen machen, da sie infolge ihrer einfachen und klaren Reaktionskinetik das theoretische Verständnis fördern und viele praktische Erfahrungen zu sammeln gestatten.

Es sei noch erwähnt, daß auf spezielle Trennungsverfahren, wie z. B. auf die Bestimmung definierter Legierungen oder bestimmter Gesteine und Erze, nur kurz eingegangen wird. Einmal würde dies den Umfang dieses Buches zu stark ausweiten, zum anderen soll sich der Analytiker daran gewöhnen, seine Trennungsvorschrift selbst auszuarbeiten. Um aber eine Vollanalyse übersichtlich klarzumachen, wurden im Teil III einige Beispiele eingefügt, die dem Lernenden den Ablauf und die Arbeitsmethodik verständlich werden lassen. Bewußt wurden hier die klassischen Bestimmungsmethoden angewandt, um die Systematik der Arbeitsweise einprägsamer gestalten zu können.

Es ist aus der Praxis bekannt, daß die Art und die Zusammensetzung einer Analyse in weiten Grenzen schwanken können und schon geringfügige Änderungen in der Zusammensetzung oftmals eine völlig abweichende Trennungsmethode als zweckmäßiger erscheinen lassen. Der Analytiker soll daher anhand der zahlreichen Einzelbestimmungen eine Bestimmungsmethode zusammenstellen, die der Art der Analyse entspricht. Hier besonders zeigen sich Können und Erfahrung sowie der Stil des Analytikers.

Die quantitative Analyse gehört zu den schönsten Arbeiten des Anorganikers. Sie verlangt von ihm reiche Erfahrung auf dem Gebiet der qualitativen Chemie, darüber

hinaus besonders sauberes und exaktes Arbeiten. Hier muß wirklich jeder Arbeitsgang, und sei es auch der scheinbar unwichtigste und nebensächlichste, genau überlegt und klar und eindeutig durchdacht und durchgeführt werden. Dafür sind das Einhalten der angegebenen Fällungsbedingungen oder die Art des Auswaschens und Trocknens sowie der Konstanthaltung der notwendigen Temperaturen oder auch das Einhalten bestimmter Spannungen in der Elektrometrie bereits unbedingt zu beachtende Forderungen. Abweichungen, und wenn sie noch so unbedeutend erscheinen, können zu beachtlichen Fehlresultaten Anlaß geben. Der Analytiker muß daher, ehe er derartige Arbeiten in Angriff nimmt, eine allseitige Kenntnis der Reaktionen und Reaktionsmöglichkeiten der in Betracht kommenden Elemente besitzen und über praktische Erfahrung der theoretischen, apparativen und manuellen Grundsätze verfügen. Jede Analyse stellt den Chemiker vor neue Probleme, denn auf keinem Gebiet ist wohl das Festhalten an einer starren Form so fehl am Platze wie gerade hier. Die Möglichkeiten und Variationen sind so vielseitig und unerschöpflich, daß es wert ist, sich mit diesen Problemen eingehend auseinanderzusetzen.

Zum Schluß sei betont, daß Inhalt und Aufbau dieses Bandes bewußt die klassischen analytischen Methoden behandeln. Sie vermitteln die spezifischen Kenntnisse der chemischen Analytik. Auch die modernsten Analysenmethoden gehen letztendlich auf die chemischen Verhaltensweisen zurück und sollten auch bei hochmodernen Verfahren vom Analytiker beherrscht werden.

Die wissenschaftliche und praktische Erforschung des so umfangreichen Gebietes verlangt immer wieder neue Anregungen, so daß sich diese Arbeiten stets lohnen. Wir müssen uns klar sein, daß es falsch ist anzunehmen, daß das Gebiet der quantitativen Analytik als abgeschlossen zu betrachten wäre. Sind wir daher bei unseren Arbeiten stets Forscher und Beobachter und untersuchen wir jede Analyse auf ihre erfolgreichen Trennungsmöglichkeiten hin, dann sind wir Schöpfer und Förderer der Wissenschaft.

TEIL I

2. Die gravimetrische Analyse

2.1. Allgemeines

Die Analytik befaßt sich mit der Zerlegung einer gegebenen Substanz und der Erkennung ihrer Bestandteile hinsichtlich Art und Menge. Die stoffliche Zusammensetzung zu klären ist der qualitativen Analyse vorbehalten. Sie läßt den elementaren Aufbau der Probe erkennen, daneben gibt sie bereits Hinweise über das Mengenverhältnis der Bestandteile. Diese Hinweise sind für die sich anschließende genaue Mengenbestimmung oftmals von maßgeblicher Bedeutung für den methodischen Weg der Analyse.

Zur quantitativen Erfassung der Bestandteile der Probe sind verschiedene Verfahren möglich und anwendbar, die sich elastisch in den methodischen Gang der Analyse einfügen lassen. Die Verschiedenartigkeit der Bestandteile, Bedingungen an die Genauigkeit der Analyse, apparative Möglichkeiten und vieles andere können bestimmend sein für den Weg und die Verfahren, die der Analytiker einschlägt. Sie im einzelnen kennenzulernen wird das Ziel der folgenden Kapitel sein.

Einige Grundsätze sind den folgenden Abschnitten vorauszuschicken, die für ein sicheres Arbeiten erforderlich sind. Das Handwerkszeug des Analytikers sind die verwendeten Chemikalien, die Gewichts- und Meßapparaturen sowie chemischen Geräte und Apparate. Sie müssen in einem sauberen, einwandfreien Zustand sein. Schon zerkratzte Bechergläser oder längere Zeit stehende Chemikalienlösungen können Fehlerquellen darstellen. So enthalten Alkalihydroxid- und auch Ammoniaklösungen Silikat aus Glasflaschen und Carbonat aus der Luft. Reagenzien sollen grundsätzlich nur aus Originalflaschen mit einwandfreier Beschriftung entnommen werden, unvollständige oder unklare Angaben auf Etiketten führen leicht zu Verwechslungen. Man sollte sich angewöhnen, eine Identitätsprüfung vorzunehmen, um sicher zu sein, welches Reagens zum Einsatz kommt; in einigen Fällen sind Reinheitsprüfungen angeraten. Die dafür benötigte Zeit wird von der Genauigkeit des Ergebnisses der Analyse aufgewogen.

Die gravimetrische Analyse beruht auf der gewichtsmäßigen Bestimmung genau definierter Verbindungen der zu bestimmenden Substanz, die in Wasser oder einem anderen Lösungsmittel weitgehend unlöslich sind. Die Schwerlöslichkeit ist in den meisten Fällen eine grundlegende Voraussetzung derartiger Bestimmungen. Die daraus resultierenden Bedingungen zu kennen, muß daher die wichtigste Aufgabe sein. In einigen Fällen werden auch lösliche Verbindungen in eine definierte, wägbare Form übergeführt, doch beschränken sich diese Methoden auf die Alkalimetalle.

试读结束，需要全本PDF请购买 www.ertongbook.com