

# Praktikum der quantitativen anorganischen Analyse

Von

**Alfred Stock** und **Arthur Stähler**

Vierte veränderte Auflage

mitbearbeitet von  
**Andreas Hake**

Mit 40 Abbildungen



Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH  
1930

ISBN 978-3-662-42730-9      ISBN 978-3-662-43007-1 (eBook)  
DOI 10.1007/978-3-662-43007-1

**Alle Rechte, insbesondere das der Übersetzung  
in fremde Sprachen, vorbehalten.**

**Copyright 1930 by Springer-Verlag Berlin Heidelberg  
Ursprünglich erschienen bei Julius Springer in Berlin 1930.**

## **Aus dem Vorwort zur ersten Auflage.**

„Angaben über Wägen, Fällern, Filtrieren usw. sind in einem besonderen vorangesetzten Abschnitt vereinigt, auf welchen später verwiesen wird. Die Praktikanten sollen dadurch veranlaßt werden, sich mit diesem wichtigen Kapitel recht oft zu beschäftigen. Eine derartige Anordnung ist auch für diejenigen von Vorteil, welche, wie Mediziner und Lehramtskandidaten, nur eine kleinere Zahl Analysen ausführen wollen, da sie Chemie nicht als Hauptfach treiben. Die allgemeinen Teile, denen eine tabellarische Übersicht über die quantitative Bestimmung der wichtigsten Stoffe beigefügt ist, sind so gehalten, daß sie dieser Kategorie von Studierenden das Studium eines Lehrbuches der quantitativ-analytischen Chemie entbehrlich machen können.

Die beim Laboratoriumsunterricht notwendige Kontrolle der Analysenresultate wird dadurch ermöglicht, daß bei den meisten Aufgaben das Gewicht der Analysesubstanz, welche als Lösung oder, wenn sie fest ist, vom Assistenten abgewogen ausgegeben wird, den Praktikanten unbekannt bleibt. In Instituten, wo dies für Lehrer und Lernende gleich empfehlenswerte Verfahren noch nicht angenommen ist, bereitet seine Einführung einige Umstände. Um diese nach Möglichkeit zu verringern, sind sehr genaue Angaben über die Herstellung und Ausgabe der Lösungen, die erforderlichen Apparate, Chemikalien usw. im ‚Anhang‘ zusammengestellt.“

## **Vorwort zur vierten Auflage.**

Das Buch hat gegenüber den früheren Auflagen eine gründliche Überarbeitung und viele Änderungen erfahren, durch die es den inzwischen erfolgten Fortschritten Rechnung zu tragen sucht, ohne dabei sein ursprüngliches Wesen aufzugeben. Es soll wie bisher nur ein „Praktikum“, kein Lehrbuch sein. Bei der Auswahl der Analysen blieben in erster Linie unterrichtliche Gesichtspunkte maßgebend, der Wunsch, die Studierenden mit recht verschiedenen Verfahren bekannt zu machen.

Neu aufgenommen sind Hinweise auf Originalveröffentlichungen und Buchstellen, aus denen die Praktikanten theoretische und

praktische Belehrung schöpfen und ersehen sollen, daß auch die analytische Chemie heute eine höchst lebendige Wissenschaft ist.

Die Zahl der Aufgaben scheint mir den Anforderungen zu entsprechen, die man unter den heutigen Studienverhältnissen höchstens stellen kann. Neben den übrigen Ausbildungsgebieten behält die quantitative Analyse ihren Wert, weil sie am besten zu Sauberkeit und Genauigkeit erzieht, für jeden Chemiker unentbehrliche Eigenschaften. Ohne längere praktische Übung läßt sich dieses Ziel nun einmal nicht erreichen.

Vielen Fachgenossen habe ich für Verbesserungsvorschläge zu danken, vor allem Herrn Professor Dr. Wilhelm Böttger, dessen wertvolle Anregungen größtenteils Verwendung fanden.

Karlsruhe, Januar 1930.

**Alfred Stock.**

## Inhaltsverzeichnis.

	Seite
<b>Verzeichnis der Abbildungen</b> . . . . .	IX
<b>Praktische Atomgewichte</b> . . . . .	X
<b>Einleitung</b> . . . . .	1
<b>Allgemeiner Teil</b> . . . . .	3
Das Material der Geräte . . . . .	3
Vorbereitung der Substanzen für die Analyse . . . . .	5
Wägen und Abmessen . . . . .	6
Auflösen, Umfüllen . . . . .	9
Eindampfen . . . . .	10
Fällen von Niederschlägen . . . . .	11
Filtrieren und Auswaschen der Niederschläge . . . . .	12
Trocknen und Glühen der Niederschläge . . . . .	17
Berechnen der Analysenresultate . . . . .	20
Indirekte Analyse . . . . .	21
Literatur über anorganisch-quantitative Analyse . . . . .	23
<b>Spezieller Teil</b> . . . . .	26
Zusammenstellung der notwendigen Geräte usw. . . . .	26
I. Vorbereitende Bestimmungen . . . . .	27
1. Die Eichung des Gewichtssatzes . . . . .	27
2. Bestimmung der Löslichkeit des Glases in Wasser . . . . .	31
II. Maßanalyse . . . . .	32
Allgemeines: Übersicht über die Verfahren . . . . .	32
Die Titerflüssigkeiten . . . . .	33
Das Reinigen der Meßgefäße . . . . .	35
Die Eichung und Benutzung der Meßgefäße . . . . .	36
Die Neutralisationsverfahren (Alkalimetrie und Acidimetrie) . . . . .	38
Die Indikatoren . . . . .	41
Die Urtitersubstanzen . . . . .	41
3. Die Darstellung von reinem Natriumcarbonat als Urtitersubstanz . . . . .	42
4. Herstellung einer $\frac{1}{10}$ -Salzsäure . . . . .	43
5. Alkalibestimmung im krystallisierten Borax . . . . .	46
6. Herstellung einer $\frac{1}{10}$ -Natronlauge . . . . .	47
7. Titration einer verdünnten Schwefelsäure . . . . .	48
8. Titration einer verdünnten Schwefelsäure mit Phenolphthalein als Indicator . . . . .	48
9. Stufenweise Titration der Phosphorsäure . . . . .	49

	Seite
10. Bestimmung des Stickstoffes in einer Kaliumnitratlösung als Ammoniak . . . . .	49
11. Bestimmung von Natriumcarbonat neben -hydroxyd . . . . .	50
Oxydations- und Reduktionsverfahren . . . . .	51
Die Permanganatverfahren (Manganometrie) . . . . .	52
12. Herstellung einer $\frac{n}{10}$ -Kaliumpermanganatlösung . . . . .	53
13. Bestimmung des Eisens in einer salzsauren Eisen III-Lösung . . . . .	55
14. Bestimmung des zwei- und dreiwertigen Eisens im Magnet-eisenstein ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) . . . . .	57
15. Titration einer Wasserstoffperoxydlösung . . . . .	57
16. Bestimmung des Calciums in einer Calciumchloridlösung . . . . .	58
Die Jodometrie . . . . .	59
17. Herstellung einer $\frac{n}{10}$ -Natriumthiosulfatlösung . . . . .	60
18. Herstellung einer $\frac{n}{10}$ -Jodlösung und einer Kaliumjodidlösung . . . . .	61
19. Titration einer Kaliumdichromatlösung . . . . .	61
20. Titration einer Arsen III-oxydLösung . . . . .	62
21. Bestimmung des wirksamen Chlors im Chlorkalk . . . . .	62
22. Analyse des Braunsteins nach Bunsen . . . . .	63
Die Bromometrie . . . . .	64
23. Titration einer Antimon III-chloridlösung . . . . .	65
Fällungsverfahren . . . . .	65
24. Jodometrische Bestimmung des Kupfers in einer Kupfersulfat-lösung . . . . .	66
Die Gay-Lussacsche Silberbestimmung . . . . .	66
25. Einstellung einer $\frac{n}{10}$ -Silbernitratlösung mit einer $\frac{n}{10}$ -Natrium-chloridlösung . . . . .	67
26. Titration einer salpetersauren Silbernitratlösung nach Gay-Lussac . . . . .	67
27. Herstellung einer $\frac{n}{10}$ -Ammoniumrhodanidlösung . . . . .	69
28. Titration einer salpetersauren Natriumchloridlösung . . . . .	69
Die Bestimmung der Blausäure im Kaliumcyanid . . . . .	69
29. Analyse des technischen Cyankaliums . . . . .	70
Beispiel für ein Tüpfelverfahren . . . . .	70
30. Titration einer Zinklösung mit Kalium-Eisen II-cyanid . . . . .	70
III. Gewichtsanalyse: Allgemeines . . . . .	72
31. Bestimmung von Chlor und Natrium in einer neutralen Lösung von Natriumchlorid und Natriumsulfat . . . . .	73
32. Bestimmung von Kupfer und Schwefelsäure in einer Lösung von Kupfersulfat und Natriumsulfat . . . . .	76
33. Bestimmung des Krystallwassers im Kupfervitriol . . . . .	78
34. Analyse des Kupferkieses, $\text{CuFeS}_2$ (zu bestimmen: Gangart, Kupfer, Eisen, Schwefel) . . . . .	79
35. Bestimmung von Chlor und Brom in einer neutralen Lösung von Kaliumchlorid und -bromid . . . . .	83
36. Bestimmung von Kalium und Natrium in einer neutralen Lösung der Chloride . . . . .	83
37. Bestimmung von Eisen und Aluminium in einer Lösung von Eisen III-chlorid und Aluminiumsulfat . . . . .	84

	Seite
38. Analyse des Dolomits, $\text{CaCO}_3$ , $\text{MgCO}_3$ (zu bestimmen: Gangart, Eisen + Aluminium, Calcium, Magnesium, Kohlensäure) . . . . .	85
39. Bestimmung der Phosphorsäure in einer salpetersauren Lösung von Calciumphosphat . . . . .	89
40. Bestimmung von Eisen und Mangan in einer salzsauren Lösung von EisenIII-chlorid und ManganII-chlorid . . . . .	90
41. Analyse des Kalifeldspats, $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ (zu bestimmen: Kieselsäure, Aluminium, Kalium, Calcium, Magnesium) . . . . .	92
42. Bestimmung von Arsen und Antimon in einer salzsauren Lösung von Kaliumarsenat und AntimonIII-chlorid . . . . .	96
43. Analyse von Antimon-Blei-Sulfid (zu bestimmen: Blei, Antimon, Schwefel) . . . . .	97
Anhang:	
44. Colorimetrische Bestimmung des Bleis in einer sehr verdünnten, neutralen Bleinitratlösung. . . . .	101
IV. Elektroanalyse: Allgemeines . . . . .	103
Der Widerstand . . . . .	104
Die Stromstärke . . . . .	104
Die Spannung . . . . .	105
Stromquellen . . . . .	107
Die Elektroden . . . . .	108
Wahl des Elektrolyten . . . . .	108
Schnellelektrolyse . . . . .	109
45. Elektrolytische Bestimmung von Kupfer in einer Kupfersulfatlösung . . . . .	109
46. Elektrolytische Bestimmung von Kupfer und Nickel in einer Kupfer- und Nickelsulfatlösung . . . . .	111
47. Elektrolytische Trennung von Silber und Kupfer mittels des Edisonakkumulators in einer Lösung von Kupfer- und Silbernitrat . . . . .	112
48. Schnellelektrolytische Bestimmung von Blei in einer Bleinitratlösung . . . . .	113
49. Schnellelektrolytische Bestimmung von Kupfer in einer Kupfernitratlösung . . . . .	114
50. Schnellelektrolytische Bestimmung von Quecksilber in einer schwach salpetersauren Quecksilber I-nitratlösung an einer Quecksilberkathode . . . . .	115
51. Bestimmung von Kupfer, Zink und Zinn in einer Legierung (Verbindung von Gewichts-, Maß- und Elektroanalyse) . . . . .	117
V. Elektrometrische (potentiometrische) Maßanalyse . . . . .	119
52. Elektrometrische Titration einer schwefelsauren Eisen II-Ammoniumsulfatlösung . . . . .	120
53. Elektrometrische Titration von Chlor und Jod in einer neutralen Lösung von Kaliumchlorid und -jodid . . . . .	122
VI. Gasanalyse und Gasvolumetrie: Allgemeines . . . . .	123
Die Gasanalyse . . . . .	124
54. Übungen in der Benutzung der Hempelschen Gasbürette und -pipette . . . . .	125
55. Bestimmung des Sauerstoffes in der Luft . . . . .	128
56. Analyse des Leuchtgases . . . . .	129

	Seite
Die Gasvolumetrie . . . . .	129
57. Gasvolumetrische Bestimmung der Salpetersäure in einer Kaliumnitratlösung . . . . .	130
58. Gasvolumetrische Analyse einer Wasserstoffperoxydlösung . .	132
59. Schlußanalyse . . . . .	133
VII. Die wichtigsten Verfahren zur quantitativen Bestimmung der häufigsten Metalle und Säuren . . . . .	134
<b>Anhang.</b> Angaben über die zu analysierenden Materialien . . . . .	136
Zusammenstellung der für die Analysen auszugebenden Substanz- mengen . . . . .	139
Zusammenstellung der zum allgemeinen Gebrauch bestimmten Apparate und Chemikalien . . . . .	140



## Verzeichnis der Abbildungen.

	Seite
1. Erhitzen eines Platintiegels in der Bunsenflamme . . . . .	4
2. Diamantmörser . . . . .	5
3. Exsiccator . . . . .	6
4. Meßkolben . . . . .	8
5. Pipette . . . . .	9
6. Bürette . . . . .	9
7. Vorrichtung zum Ausgießen aus Bechergläsern . . . . .	10
8. Wasserbad mit Schutzdach . . . . .	10
9. Finkenturm . . . . .	11
10. Erlenmeyerkolben, Philippsbecher. . . . .	11
11. Federfahne, Gummifahne . . . . .	13
12. Filtriergestell mit Trichtern . . . . .	14
13. Dampftrichter . . . . .	14
14. Spritzflasche und Bunsenventil . . . . .	15
15. Filtertiegel . . . . .	16
16. Saugflasche mit Filtertiegel . . . . .	16
17. Aluminiumheizblock . . . . .	18
18. Rosetiegel . . . . .	19
19. Fingertiegel . . . . .	19
20. Graphische Analysenauswertung . . . . .	21
21. Vorrichtung zum Sichtbarmachen des Meniskus an Büretten . . . . .	37
22. Umschlagsintervalle von Indikatoren . . . . .	40
23. Neutralisationskurven von Salzsäure und Essigsäure mit Natron- lauge . . . . .	40
24. Wislicenus-Meßkolben . . . . .	45
25. Apparat für die Destillation des Ammoniaks . . . . .	50
26. Apparat zur Herstellung reinen Wassers . . . . .	53
27. Bunsenscher Apparat für die Bestimmung des Braunsteins . . . . .	63
28. Bunsenscher Kohlensäurebestimmungs-Apparat . . . . .	88
29. Apparat für die Arsendestillation . . . . .	96
30. Apparat zum Chloraufschluß . . . . .	98
31. Elektroden . . . . .	108
32. Apparat für die Elektrolyse . . . . .	110
33. Apparat für die Schnellelektrolyse . . . . .	113
34. Apparat für die Elektrolyse mit Quecksilberkathode . . . . .	115
35. Poggendorfsche Kompensationsschaltung . . . . .	120
36. Elektrodenanordnung . . . . .	121
37. Hempelscher Apparat für die Gasanalyse . . . . .	126
38. Apparat zur $\text{HNO}_3$ -Bestimmung . . . . .	131
39. Apparat für die $\text{H}_2\text{O}_2$ -Analyse . . . . .	132
40. Ausgabepipette . . . . .	137

## Praktische Atomgewichte (1930).

Ag	Silber	107,880	Mo	Molybdän	96,0
Al	Aluminium	26,97	N	Stickstoff	14,008
Ar	Argon	39,94	Na	Natrium	22,997
As	Arsen	74,96	Nb	Niobium	93,5
Au	Gold	197,2	Nd	Neodym	144,27
B	Bor	10,82	Ne	Neon	20,18
Ba	Barium	137,36	Ni	Nickel	58,69
Be	Beryllium	9,02	O	Sauerstoff	16,0000
Bi	Wismut	209,00	Os	Osmium	190,9
Br	Brom	79,916	P	Phosphor	31,02
C	Kohlenstoff	12,000	Pb	Blei	207,21
Ca	Calcium	40,07	Pd	Palladium	106,7
Cd	Cadmium	112,41	Pr	Praseodym	140,92
Ce	Cerium	140,13	Pt	Platin	195,23
Cl	Chlor	35,457	Ra	Radium	225,97
Co	Kobalt	58,94	Rb	Rubidium	85,45
Cp	Cassiopieum	175,0	Re	Rhenium	188,7
Cr	Chrom	52,01	Rh	Rhodium	102,9
Cs	Caesium	132,81	Ru	Ruthenium	101,7
Cu	Kupfer	63,57	S	Schwefel	32,06
Dy	Dysprosium	162,46	Sb	Antimon	121,76
Em	Emanation	222	Sc	Scandium	45,10
Er	Erbium	167,64	Se	Selen	79,2
Eu	Europium	152,0	Si	Silicium	28,06
F	Fluor	19,00	Sm	Samarium	150,43
Fe	Eisen	55,84	Sn	Zinn	118,70
Ga	Gallium	69,72	Sr	Strontium	87,63
Gd	Gadolinium	157,3	Ta	Tantal	181,5
Ge	Germanium	72,60	Tb	Terbium	159,2
H	Wasserstoff	1,0078	Te	Tellur	127,5
He	Helium	4,002	Th	Thorium	232,12
Hf	Hafnium	178,6	Ti	Titan	47,90
Hg	Quecksilber	200,61	Tl	Thallium	204,39
Ho	Holmium	163,5	Tu	Thulium	169,4
In	Indium	114,8	U	Uran	238,14
Ir	Iridium	193,1	V	Vanadium	50,95
J	Jod	126,93	W	Wolfram	184,0
K	Kalium	39,104	X	Xenon	130,2
Kr	Krypton	82,9	Y	Yttrium	88,93
La	Lanthan	138,90	Yb	Ytterbium	173,5
Li	Lithium	6,940	Zn	Zink	65,38
Mg	Magnesium	24,32	Zr	Zirkonium	91,22
Mn	Mangan	54,93			