

Inhaltsübersicht

TEIL A

Das Dithizon und die Dithizonate

1.	Das Dithizon	1
1.1.	Allgemeines	1
1.2.	Verhalten gegen anorganische Solventien	2
1.3.	Verhalten gegen organische Solventien	2
1.4.	Verhalten im Zweiphasensystem	4
1.5.	Chemisches Verhalten: Funktionelle Veränderungen	5
1.6.	Literaturergänzung	8
2.	Die Dithizonate	9
2.1.	Allgemeines	9
2.2.	Verhalten gegen anorganische Solventien	11
2.3.	Verhalten gegen organische Solventien	12
2.4.	Verhalten im Zweiphasensystem	14
2.5.	Zersetzung und Zerstörung der Dithizonate	17

TEIL B

Allgemeine analytische Verfahrenstechnik

1.	Die Ausrüstung	19
1.1.	Der Arbeitsplatz	19
1.2.	Die Geräte	19
1.2.1.	Gefäße	19
1.2.2.	Apparate	21
1.3.	Die Reagentien	23
1.3.1.	Hauptreagentien	23
1.3.1.1.	Wasser	23
1.3.1.2.	Ammoniak-Lösung	25
1.3.1.3.	Eichlösungen	25
1.3.1.4.	Organische Solventien	25
	Tetrachlorkohlenstoff — Chloroform	26—28
1.3.1.5.	Dithizon (Diphenylthiocarbazon)	29
1.3.1.6.	Dithizon-Lösungen: Stamm-, Extraktions- und Reagenslösungen	30
1.3.2.	Nebenreagentien	34
1.3.2.1.	Säuren und Laugen	34

X	Inhaltsübersicht	
1.3.2.2.	Indikatoren für die pH-Einstellung	35
1.3.2.3.	Puffer- und Tarnlösungen	35
1.3.2.4.	Reduktionsmittel	38
2.	Die Grundlagen der Bestimmungsverfahren	39
	Allgemeines	39
	Einteilung und Auswahl der Grundmethoden	39
2.1.	Maßanalytische Methoden	40
2.1.1.	Direkte extraktive Titration	42
	Variante: Substitutionstitration	42
2.1.2.	Extraktive Rücktitration	42
	Variante 1: für unedle Dithizonmetalle	43
	weitere Varianten: bromometrisch, Titration mit Pb^{2+} -Lösung	44
2.2.	Colorimetrische Methoden	44
	Extinktionsmoduln für die Spektralphotometrie	45
2.2.1.	Einfarbenmethoden	46
	Gewinnung des Einfarbenextraktes	46
2.2.1.1.	Visuelle Colorimetrie der Einfarbe	46
	Direkte Methode	46
	Variante: Nach Reversion der Einfarbe	47
2.2.1.2.	Spektralphotometrie der Einfarbe	47
	Direkte Methode	47
	Variante: Nach Reversion der Einfarbe	48
2.2.2.	Mischfarbenmethoden	48
	Gewinnung des Misch(farben)extraktes	48
2.2.2.1.	Visuelle Colorimetrie der Mischfarbe	48
2.2.2.2.	Spektralphotometrie der Mischfarbe	49
	Photometrierung des Mischfarbenextraktes	49
	1. Messung des Mischfarbenextraktes gegen Reagenslösung	50
	2. Messung des Mischfarbenextraktes gegen die Reversionslösung	52
	3. Messung des Mischfarbenextraktes bei zwei Wellenlängen gegen das reine Solvens	52
3.	Die Grundlagen der Trennverfahren	54
3.1.	Wechsel der Wertigkeit	54
3.2.	Unterschiede in der Affinität	54
3.3.	Extraktion im definierten pH-Bereich	55
3.4.	Zerlegung im definierten pH-Bereich	58
3.5.	Extraktion und Zerlegung in Gegenwart von Tarnmitteln	59
3.6.	Zerstörung der Dithizonate	63
3.6.1.	durch Schütteln mit Oxidationsmitteln	63
3.6.2.	durch Abrauchen des Trockenrückstandes	64

3.6.3.	durch Verglühen des Trockenrückstandes	64
3.7.	Störungen allgemeiner Art	64
3.7.1.	Störungen durch starke Oxidationsmittel	64
3.7.2.	Störungen durch milde Oxidationsmittel	65
3.7.3.	Störungen durch Fällungen	65

Teil C

Anwendungen des Dithizons in der quantitativen Analyse	67
---	-----------

Vorbemerkungen	67
---------------------------------	-----------

1. Silber	70
1.1. Allgemeines	70
1.2. Grundmethoden der Bestimmung	74
1.2.1. Direkte extraktive Titration	74
1.2.2. Visuelle Colorimetrie der Einfarbe	75
1.2.3. Spektralphotometrie der Einfarbe	76
1.2.4. Visuelle Colorimetrie der Mischfarbe	76
1.2.5. Spektralphotometrie der Mischfarbe	77
1.2.6. Weitere Verfahren	77
1.2.7. Kombinierte Verfahren	77
1.2.8. Indirekte Bestimmungen	77
1.2.9. Einsatz von Dithizonanaloga	77
1.3. Anwendungen	77
1.4. Beispiele	78
1.4.1. Bestimmung von Silber in Kupfer und Kupfersalzen	78
1.4.2. Bestimmung von Silber in Zink und Zinksalzen	79
1.4.3. Indirekte Bestimmung von metallischem Zink neben Zinkoxid	79
1.4.4. Bestimmung von Chlorid in Selen	80
2. Quecksilber	82
2.1. Allgemeines	82
2.2. Grundmethoden der Bestimmung	86
2.2.1. Indirekte extraktive Titration	86
2.2.2. Visuelle Colorimetrie der Mischfarbe	87
2.2.3. Spektralphotometrie der Mischfarbe	87
2.2.4. Spektralphotometrie der Einfarbe	88
2.2.5. Weitere Verfahren	88
2.2.6. Kombinierte Verfahren	89
2.2.7. Einsatz von Dithizonanaloga	89
2.3. Anwendungen	89

XII Inhaltsübersicht

2.4.	Beispiele	90
2.4.1.	Bestimmung von Quecksilber in Silber und Silbersalzen	90
2.4.2.	Bestimmung von Quecksilber in Kupfer und Kupfersalzen	90
2.4.3.	Bestimmung von Quecksilber in Zink und Zinksalzen	91
2.4.4.	Bestimmung von Quecksilber in Harn	92
3.	Palladium	94
3.1.	Allgemeines	94
3.2.	Grundmethoden der Bestimmung	96
3.2.1.	Indirekte extraktive Titration	96
3.2.2.	Spektralphotometrie der Mischfarbe	96
3.2.3.	Spektralphotometrie der Einfarbe	96
3.3.	Anwendungen	97
4.	Platin	98
4.1.	Allgemeines	98
4.2.	Grundmethoden der Bestimmung	99
4.2.1.	Direkte extraktive Titration	99
4.3.	Anwendungen	99
5.	Gold	100
5.1.	Allgemeines	100
5.2.	Grundmethoden der Bestimmung	101
5.2.1.	Direkte extraktive Titration	101
5.2.2.	Spektralphotometrie der Einfarbe	102
5.3.	Anwendungen	103
5.4.	Beispiele	103
5.4.1.	Feingehaltsbestimmung von Goldwaren	103
6.	Polonium	104
7.	Kupfer	105
7.1.	Allgemeines	105
7.2.	Grundmethoden der Bestimmung	108
7.2.1.	Direkte extraktive Titration	108
7.2.2.	Visuelle Colorimetrie der Mischfarbe	109
7.2.3.	Spektralphotometrie der Mischfarbe	109
7.2.4.	Kombinierte Verfahren	110
7.2.5.	Indirekte Bestimmung	110
7.2.6.	Einsatz von Dithizonanaloga	110
7.3.	Anwendungen	110
7.4.	Beispiele	111

7.4.1.	Bestimmung von Kupfer in Silicatgesteinen	111
7.4.2.	Bestimmung von Kupfer in Reinstaluminium	112
7.4.3.	Bestimmung von Kupfer in Eisen und Stahl	113
7.4.4.	Bestimmung von Kupfer in Feinzink	114
8.	Wismut	116
8.1.	Allgemeines	116
8.2.	Grundmethoden der Bestimmung	118
8.2.1.	Direkte extraktive Titration	118
8.2.2.	Visuelle Colorimetrie der Mischfarbe	119
8.2.3.	Spektralphotometrie der Mischfarbe	119
8.2.4.	Weitere Verfahren	120
8.2.5.	Kombinierte Verfahren	120
8.2.6.	Indirekte Bestimmungen	120
8.2.7.	Einsatz von Dithizonanaloga	120
8.3.	Anwendungen	120
8.4.	Beispiele	121
8.4.1.	Bestimmung von Wismut in Zink-Legierungen	121
8.4.2.	Bestimmung von Wismut in Kupfer	122
8.4.3.	Bestimmung von Wismut in biologischen Materialien	123
9.	Indium	124
9.1.	Allgemeines	124
9.2.	Grundmethoden der Bestimmung	125
9.2.1.	Direkte extraktive Titration	125
9.2.2.	Visuelle Colorimetrie der Mischfarbe	126
9.2.3.	Weitere Verfahren	126
9.2.4.	Kombinierte Verfahren	127
9.2.5.	Einsatz von Dithizonanaloga	127
9.3.	Anwendungen	127
10.	Zinn	128
10.1.	Allgemeines	128
10.1.1.	Reaktionen des zweiwertigen Zinns	128
10.1.2.	Reaktionen des vierwertigen Zinns	128
10.1.3.	Organozinnverbindungen	129
10.3.	Anwendungen	129
11.	Zink	130
11.1.	Allgemeines	130
11.2.	Grundmethoden der Bestimmung	135
11.2.1.	Direkte extraktive Titration	135

XIV Inhaltsübersicht

11.2.2.	Visuelle Colorimetrie der Einfarbe	135
11.2.3.	Spektralphotometrie der Einfarbe	137
11.2.4.	Visuelle Colorimetrie der Mischfarbe	137
11.2.5.	Spektralphotometrie der Mischfarbe	137
11.2.6.	Weitere Verfahren	138
11.2.7.	Kombinierte Verfahren	138
11.2.8.	Indirekte Bestimmung	138
11.2.9.	Einsatz von Dithizonanaloga	138
11.3.	Anwendungen	138
11.4.	Beispiele	140
11.4.1.	Bestimmung von Zink in Silicatgesteinen	140
11.4.2.	Bestimmung von Zink in Gallium	140
11.4.3.	Bestimmung von Zink in Cadmium(salzen)	141
11.4.4.	Bestimmung von Zink in Zinn	142
11.4.5.	Bestimmung von Zink in Weißmetall	142
11.4.6.	Bestimmung von Zink in Kobalt	143
11.4.7.	Bestimmung von Zink in Nickel	144
12.	Cadmium	145
12.1.	Allgemeines	145
12.2.	Grundmethoden der Bestimmung	147
12.2.1.	Indirekte extractive Titration	147
12.2.2.	Visuelle Colorimetrie der Einfarbe	148
12.2.3.	Spektralphotometrie der Einfarbe	149
12.2.4.	Kombinierte Verfahren	149
12.2.5.	Einsatz von Dithizonanaloga	149
12.3.	Anwendungen	149
12.4.	Beispiele	151
12.4.1.	Bestimmung von Cadmium in Feinzink	151
12.4.2.	Bestimmung von Cadmium in biologischen Materialien	151
13.	Kobalt	153
13.1.	Allgemeines	153
13.2.	Grundmethoden der Bestimmung	156
13.2.1.	Direkte extractive Titration	156
13.2.2.	Kombinierte Verfahren	156
13.3.	Anwendungen	156
14.	Nickel	158
14.1.	Allgemeines	158
14.2.	Grundmethoden der Bestimmung	160
14.2.1.	Direkte extractive Titration	160

14.2.2.	Spektralphotometrie der Einfarbe	160
14.2.3.	Spektralphotometrie der Mischfarbe	161
14.2.4.	Kombinierte Verfahren	161
14.3.	Anwendungen	161
15.	Blei	162
15.1.	Allgemeines	162
15.2.	Grundmethoden der Bestimmung	169
15.2.1.	Direkte extraktive Titration	171
15.2.2.	Indirekte extraktive Titration	172
15.2.3.	Visuelle Colorimetrie der Einfarbe	173
15.2.4.	Spektralphotometrie der Einfarbe	173
15.2.5.	Visuelle Colorimetrie der Mischfarbe	174
15.2.6.	Spektralphotometrie der Mischfarbe	175
15.2.7.	Weitere Verfahren	176
15.2.8.	Kombinierte Verfahren	176
15.2.9.	Indirekte Bestimmungen	177
15.2.10.	Einsatz von Dithizonanaloga	177
15.3.	Anwendungen	177
15.4.	Beispiele	179
15.4.1.	Bestimmung von Blei in Silicatgesteinen	179
15.4.2.	Bestimmung von Blei in Feinzink	179
15.4.3.	Bestimmung von Blei in Kupfer	180
15.4.4.	Bestimmung von Blei in Eisen	182
15.4.5.	Bestimmung von Blei in Chrom-Nickelstahl	183
15.4.6.	Bestimmung von Blei in Zinn	184
15.4.7.	Bestimmung von Blei in Harn	185
16.	Eisen	187
17.	Mangan	188
18.	Thallium	189
18.1.	Allgemeines	189
18.2.	Grundmethoden der Bestimmung	191
18.2.1.	Visuelle Colorimetrie der Einfarbe	191
18.2.2.	Spektralphotometrie der Einfarbe	192
18.2.3.	Kombinierte Verfahren	192
18.3.	Anwendungen	192

Teil D

Anwendung des Dithizons in der qualitativen Analyse

(Tropfennachweis, Oberflächenreaktion, qualitativer Analysengang, Einzelnachweise)	193
---	-----

Teil E**Das Dithizon in Kombination mit anderen Verfahren**

1.	Das Dithizon als Titrationsindikator	195
1.1.	Acidimetrische Titrationen	195
1.2.	Fällungstitrationen	195
	a) Titration von Cl^- mit Ag^+	196
	b) Titration von SO_4^{2-} mit Pb^{2+}	197
1.3.	Komplexometrische Titrationen	198
2.	Das Dithizon in der Emissionsspektralanalyse, Flammenphotometrie und Röntgenfluoreszenzanalyse	198
3.	Das Dithizon in der Atomabsorptionsanalyse	199
4.	Das Dithizon in der polarographischen Analyse	200
5.	Das Dithizon in der radiometrischen Analyse	201
6.	Das Dithizon in der chromatographischen Analyse	203
6.1.	Chromatographische Trennung von Dithizonaten	203
6.2.	Entwicklungschromatographie	203
6.3.	Reaktionschromatographie	203
6.4.	Sonstige Verfahren	203
7.	Das Dithizon bei indirekten Bestimmungsverfahren	209
Anhang		
	Analoge des Dithizons	210
	Sonderanwendungen des Dithizons	211
	Literaturverzeichnis	215
	Autorenverzeichnis	301
	Sachregister	323