

Inhalt

| | | |
|----------|--|-----------|
| | Vorwort | 11 |
| | Abkürzungsverzeichnis | 12 |
| 1 | Grundlagen und Begriffe | 13 |
| 1.1 | Grundlagen | 13 |
| 1.2 | Begriffe | 16 |
| 1.2.1 | Wer ist beteiligt? | 17 |
| 1.2.2 | Wodurch wird der Verlauf einer Titration beschrieben? | 24 |
| 1.2.3 | Was sind die stöchiometrischen Grundlagen? | 25 |
| 1.2.4 | Welche Geräte finden Verwendung? | 31 |
| 1.3 | Titrationen in der Maßanalyse | 34 |
| 2 | Statistik und Fehler analytischer Ergebnisse | 37 |
| 2.1 | Fehler | 37 |
| 2.2 | Angabe von Mess- oder Analysenergebnissen | 39 |
| 2.3 | Vergleichende Statistik | 41 |
| 2.3.1 | Vergleich von Mittelwerten | 41 |
| 2.3.2 | Vergleich von Varianzen bzw. Standardabweichungen | 43 |
| 2.3.3 | Vergleich zweier Messreihen | 44 |
| 2.4 | Fehlerfortpflanzung | 45 |
| 2.5 | Fehler titrimetrischer Gehaltsbestimmungen | 46 |
| 2.6 | Lineare Regression | 47 |
| 3 | Säure-Base-Titrationen | 50 |
| 3.1 | Der Säure-Base-Begriff | 50 |
| 3.1.1 | Definition von Säuren und Basen nach Brönsted und Lowry | 50 |
| 3.1.2 | Definition von Säuren und Basen nach Lewis | 53 |
| 3.1.3 | HSAB-Konzept nach Pearson | 54 |
| 3.2 | Reaktion von Säuren und Basen in wässriger Lösung | 55 |
| 3.2.1 | Eigendissoziation des Wassers | 55 |
| 3.2.2 | Der pH-Wert | 56 |
| 3.3 | Die Stärke von Säuren und Basen | 57 |
| 3.3.1 | Säure-Base-Reaktion mit Wasser | 57 |
| 3.3.2 | »Säurestärke« von Wasser | 58 |
| 3.3.3 | Stärke mehrwertiger Säuren und Basen | 59 |
| 3.3.4 | Die Beziehung zwischen Säure und korrespondierender Base | 59 |
| 3.3.5 | Der Protolysegrad (Dissoziationsgrad) | 60 |
| 3.4 | pH-Werte von Säuren, Basen und Salzlösungen | 61 |
| 3.4.1 | pH-Wert sehr starker Säuren | 61 |
| 3.4.2 | pH-Wert sehr starker Basen | 61 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 3.4.3 | pH-Wert starker Säuren | 62 |
| 3.4.4 | pH-Wert starker Basen | 62 |
| 3.4.5 | pH-Wert schwacher Säuren | 63 |
| 3.4.6 | pH-Wert schwacher Basen | 63 |
| 3.4.7 | Gemische starker Säuren und Basen | 64 |
| 3.4.8 | Gemische schwacher Säuren und Basen | 64 |
| 3.4.9 | Gemische starker und schwacher Protolyte | 64 |
| 3.4.10 | pH-Werte von Salzlösungen | 65 |
| 3.4.11 | Salze aus starken Säuren und starken Basen | 65 |
| 3.4.12 | Salze aus starken Säuren und schwachen Basen | 66 |
| 3.4.13 | Salze aus schwachen Säuren und starken Basen | 66 |
| 3.4.14 | Salze aus schwachen Säuren und schwachen Basen | 67 |
| 3.4.15 | pH-Wert von Pufferlösungen | 67 |
| 3.4.16 | Die Henderson-Hasselbalch-Gleichung | 68 |
| 3.4.17 | Pufferkapazität | 69 |
| 3.4.18 | Messung des pH-Werts | 69 |
| 3.5 | Theoretische Aspekte von Säure-Base-Titrationsen | 70 |
| 3.5.1 | Titrationenkurven | 70 |
| 3.5.2 | Titration starker Säuren mit starken Basen | 73 |
| 3.5.3 | Titration starker Basen mit starken Säuren | 74 |
| 3.5.4 | Titration schwacher Säuren mit starken Basen | 75 |
| 3.5.5 | Titration schwacher Basen mit starken Säuren | 76 |
| 3.5.6 | Indikation des Endpunkts von Säure-Base-Titrationsen | 77 |
| 3.5.6.1 | Elektrochemische Indikation | 77 |
| 3.5.6.2 | Acidobasische Farbindikatoren | 79 |
| 3.5.7 | Lösungsmittel | 87 |
| 3.6 | Säure-Base-Titrationsen: Pharmazeutische Anwendungen | 88 |
| 3.6.1 | Titrationsen im Wässrigen | 89 |
| 3.6.1.1 | Titration starker Säuren im Wässrigen | 89 |
| 3.6.1.2 | Titration schwacher Säuren im Wässrigen | 90 |
| 3.6.1.3 | Titration starker Basen im Wässrigen | 99 |
| 3.6.1.4 | Titration schwacher Basen im Wässrigen | 102 |
| 3.6.1.5 | Spezielle Verfahren | 104 |
| 3.6.2 | Wasserfreie Titration | 115 |
| 3.6.2.1 | Lösungsmittel und ihr Einfluss auf Titrationsen | 115 |
| 3.6.2.2 | Titration sehr schwacher Basen in wasserfreien Medien | 117 |
| 3.6.2.3 | Titration sehr schwacher Säuren in wasserfreien Medien | 123 |
| 4 | Redox-titrationsen | 126 |
| 4.1 | Theoretische Grundlagen | 126 |
| 4.1.1 | Ermittlung von Oxidationszahlen | 127 |
| 4.1.2 | Redoxpotenziale | 128 |

| | | |
|---------|--|-----|
| 4.1.2.1 | Standard- und Normalpotenziale | 128 |
| 4.1.2.2 | Nernst-Gleichung. | 129 |
| 4.1.2.3 | Thermodynamische Betrachtungen. | 130 |
| 4.1.2.4 | Redoxamphoterie | 130 |
| 4.1.2.5 | Gleichgewichtslage von Redoxreaktionen. | 131 |
| 4.1.3 | Titrationsskurve. | 131 |
| 4.1.4 | Möglichkeiten der Endpunktanzeige (Indikation) | 134 |
| 4.1.4.1 | Elektrochemische Indikationsverfahren | 135 |
| 4.1.4.2 | Farbindikatoren für Redox titrationen | 139 |
| 4.2 | Methoden | 143 |
| 4.2.1 | Manganometrie/Permanganometrie. | 143 |
| 4.2.1.1 | Allgemeines | 143 |
| 4.2.1.2 | Maßlösung | 144 |
| 4.2.1.3 | Indikation | 145 |
| 4.2.1.4 | Bestimmungen. | 145 |
| 4.2.2 | Iodometrie | 148 |
| 4.2.2.1 | Allgemeines | 148 |
| 4.2.2.2 | Maßlösungen | 148 |
| 4.2.2.3 | Indikation | 149 |
| 4.2.2.4 | Bestimmungen. | 150 |
| 4.2.3 | Iodatometrie | 155 |
| 4.2.3.1 | Allgemeines | 155 |
| 4.2.3.2 | Maßlösung | 155 |
| 4.2.3.3 | Indikation | 155 |
| 4.2.3.4 | Bestimmungen. | 155 |
| 4.2.4 | Periodatometrie. | 156 |
| 4.2.4.1 | Allgemeines | 156 |
| 4.2.4.2 | Maßlösungen | 158 |
| 4.2.4.3 | Bestimmung organischer Verbindungen | 158 |
| 4.2.4.4 | Bestimmungen in den Arzneibüchern | 159 |
| 4.2.5 | Chromatometrie (Dichromatographie) | 159 |
| 4.2.5.1 | Allgemeines | 159 |
| 4.2.5.2 | Maßlösung | 160 |
| 4.2.5.3 | Indikation | 160 |
| 4.2.5.4 | Bestimmungen. | 160 |
| 4.2.6 | Bromometrie/Bromatometrie | 161 |
| 4.2.6.1 | Allgemeines | 161 |
| 4.2.6.2 | Maßlösung | 162 |
| 4.2.6.3 | Indikation | 162 |
| 4.2.6.4 | Bestimmungen. | 162 |
| 4.2.7 | Cerimetrie | 165 |
| 4.2.7.1 | Allgemeines | 165 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 4.2.7.2 | Maßlösung | 165 |
| 4.2.7.3 | Indikation | 166 |
| 4.2.7.4 | Bestimmungen | 166 |
| 4.2.8 | Titanometrie | 168 |
| 4.2.8.1 | Allgemeines | 168 |
| 4.2.8.2 | Maßlösung | 168 |
| 4.2.8.3 | Bestimmungen | 169 |
| 4.2.9 | Ferrometrie | 169 |
| 4.2.9.1 | Allgemeines | 169 |
| 4.2.9.2 | Maßlösung | 169 |
| 4.2.9.3 | Indikation | 169 |
| 4.2.9.4 | Bestimmungen | 169 |
| 4.2.10 | Nitritometrie | 170 |
| 4.2.10.1 | Allgemeines | 170 |
| 4.2.10.2 | Maßlösung | 170 |
| 4.2.10.3 | Indikation | 171 |
| 4.2.10.4 | Bestimmungen | 171 |
| 5 | Komplexometrie (Chelatometrie) | 172 |
| 5.1 | Einführung | 172 |
| 5.2 | Chemische Komplexe | 173 |
| 5.2.1 | Nomenklatur von Komplexverbindungen | 175 |
| 5.2.2 | Komplexbildungskonstante | 176 |
| 5.2.3 | Maskieren | 177 |
| 5.2.4 | Indikatoren | 178 |
| 5.2.5 | Puffersysteme | 181 |
| 5.2.6 | Titrationen | 181 |
| 5.2.7 | Titrationen | 186 |
| 5.2.7.1 | Direkte Titration | 186 |
| 5.2.7.2 | Rücktitration | 186 |
| 5.2.7.3 | Substitutionstitration | 188 |
| 5.2.7.4 | Indirekte Titration | 188 |
| 5.2.8 | Maßlösungen | 188 |
| 5.2.8.1 | Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) | 188 |
| 5.2.8.2 | Alternative Maßlösungen | 191 |
| 5.2.9 | Bestimmungen | 192 |
| 5.2.9.1 | Titrationen der Ph. Eur. | 192 |
| 5.2.9.2 | Titration weiterer Kationen und Anionen | 198 |
| 5.2.9.3 | Mehrfachbestimmungen | 203 |
| 6 | Gravimetrie und Fällungstitrationen | 208 |
| 6.1 | Allgemeines | 208 |

| | | |
|----------|--|------------|
| 6.1.1 | Löslichkeit und Löslichkeitsprodukt | 208 |
| 6.1.1.1 | Löslichkeit. | 208 |
| 6.1.1.2 | Löslichkeitsprodukt | 209 |
| 6.1.1.3 | Berechnung der molaren Löslichkeit (L) | 210 |
| 6.1.1.4 | Löslichkeitsbeeinflussende Faktoren | 212 |
| 6.2 | Gravimetrie | 214 |
| 6.2.1 | Allgemeines | 214 |
| 6.2.2 | Auswertung gravimetrischer Analysen | 214 |
| 6.2.3 | Der Fällungsvorgang | 215 |
| 6.2.3.1 | Homogene Fällung. | 216 |
| 6.2.3.2 | Komplikationen bei Fällungsreaktionen. | 217 |
| 6.2.3.3 | Filtrieren, Waschen und Trocknen der Fällung | 219 |
| 6.2.4 | Gravimetrische Bestimmungen | 219 |
| 6.2.4.1 | Fällungen mit anorganischen Reagenzien | 219 |
| 6.2.4.2 | Fällungen mit organischen Reagenzien | 223 |
| 6.3 | Fällungstitrationen | 224 |
| 6.3.1 | Allgemeines | 224 |
| 6.3.2 | Berechnung der Titrationskurven | 225 |
| 6.3.3 | Maßlösungen | 228 |
| 6.3.4 | Möglichkeiten der Endpunktanzeige | 229 |
| 6.3.4.1 | Verfahren ohne Indikator | 229 |
| 6.3.4.2 | Indikation durch Farbumschläge | 229 |
| 6.3.4.3 | Elektrochemische Endpunktbestimmung | 229 |
| 6.3.5 | Titrationmethoden | 230 |
| 7 | Quantitative anorganische Analyse nach Mineralisierung organischer Verbindungen | 238 |
| 7.1 | Allgemeines | 238 |
| 7.2 | Mineralisierung durch oxidative Zerstörung der organischen Verbindung. | 238 |
| 7.3 | Reduktive Abspaltung von Halogensubstituenten | 241 |
| 7.4 | Hydrolytische Abspaltung von Halogenid | 242 |
| 8 | Titration ionischer Tenside | 244 |
| 8.1 | Theoretische Grundlagen | 244 |
| 8.2 | Methoden | 245 |
| 8.2.1 | Titration anionischer Tenside | 245 |
| 8.2.2 | Titration kationischer Tenside | 246 |
| 9 | Quantitative Bestimmung von Anorganika in pharmazeutischen Zubereitungen | 249 |
| 9.1 | Allgemeines | 249 |

| | | |
|-----------|--|------------|
| 9.2 | Lösungen, Injektionslösungen, Augentropfen | 250 |
| 9.3 | Suspensionen | 250 |
| 9.4 | Tabletten | 251 |
| 9.5 | Hartgelatinekapseln | 251 |
| 9.6 | Halbfeste Arzneiformen | 252 |
| 10 | Arbeitsvorschriften. | 253 |
| 10.1 | Titration starker Säuren im Wässrigen | 253 |
| 10.2 | Titration schwacher Säuren im Wässrigen | 254 |
| 10.3 | Verdrängungstiteration. | 254 |
| 10.4 | Titration starker Basen im Wässrigen | 255 |
| 10.5 | Wasserfreie Titration schwacher Basen | 256 |
| 10.6 | Wasserfreie Titration schwacher Säuren | 257 |
| 10.7 | Permanganometrie | 258 |
| 10.8 | Bromometrie/Bromatometrie | 259 |
| 10.9 | Iodometrie | 260 |
| 10.10 | Iodatometrie | 262 |
| 10.11 | Cerimetrie | 263 |
| 10.12 | Titanometrie | 264 |
| 10.13 | Chromatometrie (Dichromatometrie) | 265 |
| 10.14 | Nitritometrie | 265 |
| 10.15 | Komplexometrie | 266 |
| 10.16 | Gravimetrie | 269 |
| 10.17 | Fällungstiterationen (Argentometrie) | 270 |
| 10.18 | Tensid-Titeration | 272 |
| 11 | Anhang. | 274 |
| | Stichwortverzeichnis | 289 |

| | | |
|-----------|--|------------|
| 9.2 | Lösungen, Injektionslösungen, Augentropfen | 250 |
| 9.3 | Suspensionen | 250 |
| 9.4 | Tabletten | 251 |
| 9.5 | Hartgelatine kapseln | 251 |
| 9.6 | Halbfeste Arzneiformen | 252 |
| 10 | Arbeitsvorschriften | 253 |
| 10.1 | Titration starker Säuren im Wässrigen | 253 |
| 10.2 | Titration schwacher Säuren im Wässrigen | 254 |
| 10.3 | Verdrängungstitrations | 254 |
| 10.4 | Titration starker Basen im Wässrigen | 255 |
| 10.5 | Wasserfreie Titration schwacher Basen | 256 |
| 10.6 | Wasserfreie Titration schwacher Säuren | 257 |
| 10.7 | Permanganometrie | 258 |
| 10.8 | Bromometrie/Bromatometrie | 259 |
| 10.9 | Iodometrie | 260 |
| 10.10 | Iodatometrie | 262 |
| 10.11 | Cerimetrie | 263 |
| 10.12 | Titanometrie | 264 |
| 10.13 | Chromatometrie (Dichromatometrie) | 265 |
| 10.14 | Nitritometrie | 265 |
| 10.15 | Komplexometrie | 266 |
| 10.16 | Gravimetrie | 269 |
| 10.17 | Fällungstitrations (Argentometrie) | 270 |
| 10.18 | Tensid-Titration | 272 |
| 11 | Anhang | 274 |
| | Stichwortverzeichnis | 289 |