

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	V
Abkürzungen	XIII
Zeichen und Symbole	XVIII

Klassische quantitative Analyse

4. Grundlagen und allgemeine Arbeitsweisen quantitativer Analysen und Analysenverfahren	3
4.1 Größen und Einheiten	3
4.1.1 Stoffmengen	3
4.1.2 Zusammensetzung von Mischphasen	4
4.1.3 Konzentrationsangaben des Arzneibuches	9
4.1.4 Maßlösungen	9
4.2 Stöchiometrische Grundlagen quantitativer Analysen	12
4.3 Chemisches Gleichgewicht, Aktivität	13
4.3.1 Massenwirkungsgesetz	13
4.3.2 Ionenstärke, Aktivitätskoeffizienten	15
4.4 Statistische Auswertung von Analysendaten	17
4.4.1 Unsicherheiten, Fehler	17
4.4.2 Mittelwert, Standardabweichung, Varianz	19
4.4.3 Gauß-Verteilung von Messergebnissen	21
4.5 Validierung von Verfahren	22
4.6 Kalibrierung quantitativer Analysenverfahren	22
4.6.1 Eichkurvenverfahren	22
4.6.2 Verwendung von Referenzsubstanzen	25
4.7 Titrationskurvenverfahren	25
4.8 Standardzumischverfahren	28
5. Gravimetrie	30
5.1 Grundlagen	30
5.1.1 Gravimetrische Grundoperationen	30
5.1.2 Löslichkeit, Löslichkeitsprodukt	36

5.1.3	Berechnung der Analyse	42
5.2	Spezielle Bestimmungen	45
5.2.1	Bestimmung von Kationen	45
5.2.2	Bestimmung von Anionen	49
5.2.3	Bestimmungen nach dem Arzneibuch	50
6.	Säure-Base-Titrationsen	54
6.1	Grundlagen	54
6.1.1	Aciditäts- und Basizitätskonstanten	54
6.1.2	pH-Wert	62
6.1.3	Titrationmöglichkeiten	74
6.1.4	Titrationkurven	77
6.1.5	Indizierungmöglichkeiten	89
6.1.6	Maßlösungen	96
6.1.7	Urtitersubstanzen	97
6.2	Titrationen von Säuren und Basen in wässrigen Lösungen, pharmazeutische Anwendungen	98
6.2.1	Titration von Säuren	98
6.2.2	Titration von Basen	111
6.2.3	Titration von Carbonsäure-Derivaten	114
6.2.4	Spezielle Verfahren	120
6.3	Titrationen von Säuren und Basen in nichtwässrigen Lösungen, pharmazeutische Anwendungen	138
6.3.1	Physikalisch-chemische Grundlagen	138
6.3.2	Lösungsmittel	139
6.3.3	Titration von Säuren	141
6.3.4	Titration von Basen	146
7.	Redox-titrationsen	166
7.1	Grundlagen	166
7.1.1	Redoxpotential, Redoxreaktionen	167
7.1.2	Titrationkurven von Redox-titrationsen	177
7.1.3	Redoxindikatoren	181
7.1.4	Maßlösungen	185
7.1.5	Urtitersubstanzen	189
7.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen	189
7.2.1	Permanganometrie	189
7.2.2	Cerimetrie	192
7.2.3	Iodometrie	195
7.2.4	Periodatometrie (Malaprade-Reaktion)	210
7.2.5	Bromometrie (Bromatometrie)	215
7.2.6	Chromatometrie	222
7.2.7	Nitritometrie (Diazotitration)	223
7.2.8	Ferrometrie (Reduktionen mit Eisen(II)-sulfat)	226

8.	Fällungstitrationsen	227
8.1	Grundlagen	227
8.1.1	Physikalisch-chemische Grundlagen	227
8.1.2	Indizierungsmöglichkeiten	229
8.1.3	Maßlösungen	235
8.1.4	Urtitersubstanzen	236
8.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen	236
8.2.1	Argentometrie nach Volhard	236
8.2.2	Argentometrie nach Mohr	239
8.2.3	Argentometrie nach Fajans	239
8.2.4	Bestimmung organisch gebundenen Halogens	239
8.2.5	Argentometrie nach Budde	242
8.2.6	Simultantitration von Halogeniden	243
8.2.7	Bestimmung von Sulfaten	244
9.	Komplexometrische Titrationsen	245
9.1	Grundlagen	245
9.1.1	Chelatbildung	245
9.1.2	Anwendungsmöglichkeiten von Natriumedetat	247
9.1.3	Komplexometrische Methodik	250
9.1.4	Titrationskurven, Endpunkte	253
9.1.5	Indizierungsmöglichkeiten	254
9.1.6	Maßlösungen	257
9.1.7	Urtitersubstanzen	258
9.2	Pharmazeutische Anwendungen	258
9.2.1	Bestimmung einzelner Kationen	258
9.2.2	Simultantitration von Kationen	261
9.2.3	Indirekte Bestimmung von Anionen und Kationen	262

Instrumentelle Analyse

10.	Elektrochemische Analysenverfahren	267
10.1	Grundlagen der Elektrochemie	267
10.1.1	Ladungstransport in Elektrolytlösungen	267
10.1.2	Vorgänge an Elektroden	273
10.1.3	Arten von Elektroden	276
10.1.4	Galvanische und elektrolytische Zellen	280
10.2	Potentiometrie	284
10.2.1	Grundlagen der Direktpotentiometrie	284
10.2.2	Direktpotentiometrische Messungen	286
10.2.3	Potentiometrische Titrationsen	290
10.3	Elektrogravimetrie	291
10.3.1	Grundlagen der Elektrolyse	292

10.3.2	Metallabscheidung	293
10.3.3	Elektrolytische Trennungen	295
10.4	Coulometrie	296
10.4.1	Grundlagen der Coulometrie	296
10.4.2	Coulometrische Titrationsen	299
10.5	Voltammetrie (Polarographie)	300
10.5.1	Grundlagen der Polarographie	300
10.5.2	Instrumentelle Anordnung	310
10.5.3	Anwendungen der Polarographie	312
10.6	Amperometrie und Voltammetrie	316
10.6.1	Amperometrische Titrationsen mit einer Indikatorelektrode (Monoamperometrie)	316
10.6.2	Amperometrische Titrationsen mit zwei Indikatorelektroden, Dead-stop-Titrationsen (Biamperometrie)	319
10.6.3	Instrumentelle Anordnung	321
10.6.4	Pharmazeutische Anwendungen	322
10.6.5	Grundlagen der Voltammetrie	324
10.7	Konduktometrie	325
10.7.1	Grundlagen der Konduktometrie	325
10.7.2	Instrumentelle Anordnung	326
10.7.3	Konduktometrische Titrationsen	326
10.8	Elektrophorese	332
10.8.1	Grundlagen der Elektrophorese	332
10.8.2	Elektrophoretische Verfahren	335
10.8.3	Pharmazeutische Anwendungen	341
11.	Optische und spektroskopische Analysenverfahren	342
11.1	Grundlagen	342
11.1.1	Elektromagnetische Strahlung	342
11.2	Grundlagen der Refraktometrie	346
11.2.1	Brechzahl, Messung	346
11.2.2	Pharmazeutische Anwendungen	348
11.3	Grundlagen der Polarimetrie	349
11.3.1	Optische Drehung, Messung	349
11.3.2	Pharmazeutische Anwendungen	356
11.4	Grundlagen der Atomemissionsspektroskopie (AES)	357
11.4.1	Lichtemission von Atomen	357
11.4.2	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	361
11.4.3	Pharmazeutische Anwendungen	362
11.5	Grundlagen der Atomabsorptionsspektroskopie (AAS)	363
11.5.1	Lichtabsorption von Atomen	363
11.5.2	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	366
11.5.3	Pharmazeutische Anwendungen	367
11.6	Grundlagen der Molekülspektroskopie im ultravioletten (UV) und sichtbaren (VIS) Bereich	369

11.6.1	Grundlagen der Lichtabsorption durch Moleküle im UV- und VIS-Bereich	369
11.6.2	Beziehungen zwischen Molekülstruktur und Lichtabsorption	375
11.6.3	Gesetz der Lichtabsorption	387
11.6.4	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	398
11.6.5	Pharmazeutische Anwendungen	404
11.7	Grundlagen der Fluorimetrie	414
11.7.1	Prinzip der Methode	414
11.7.2	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	421
11.7.3	Pharmazeutische Anwendungen	422
11.8	Grundlagen der Absorptionsspektroskopie im infraroten Spektralbereich (IR-Spektroskopie)	424
11.8.1	Grundlagen der Lichtabsorption im IR-Bereich	424
11.8.2	Beziehungen zwischen Molekülstruktur und absorbiertem Licht ...	432
11.8.3	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	437
11.8.4	Pharmazeutische Anwendungen	441
11.8.5	Spektroskopie im nahen IR-Bereich (NIR-Spektroskopie)	442
11.8.6	Raman-Spektroskopie	443
11.9	Kernresonanzspektroskopie (NMR)	445
11.9.1	Grundlagen der NMR-Spektroskopie	445
11.9.2	Instrumentelle Anordnung	449
11.9.3	NMR-Spektrum	451
11.9.4	¹³ C-NMR-Spektroskopie	465
11.10	Massenspektrometrie (MS)	466
11.10.1	Grundlagen der Methode	468
11.10.2	Aufbau eines Massenspektrometers	469
11.10.3	Fragmentierungsreaktionen	472
11.11	Elektronenspinresonanzspektroskopie (ESR)	475
11.12	Thermoanalyse (TA)	476
12.	Chromatographische Analysenverfahren	478
12.1	Grundlagen	478
12.1.1	Chromatographische Trennmechanismen	479
12.1.2	Wahl des chromatographischen Milieus, chromatographische Phasen	483
12.1.3	Chromatographische Größen	489
12.2	Dünnschichtchromatographie (DC)	494
12.2.1	Prinzip und Durchführung der Dünnschichtchromatographie	494
12.2.2	Auswertung des Dünnschichtchromatogramms	496
12.2.3	Pharmazeutische Anwendungen	497
12.3	Papierchromatographie (PC)	498
12.3.1	Prinzip und Durchführung der Papierchromatographie	498
12.3.2	Auswertung des Papierchromatogramms	499
12.3.3	Pharmazeutische Anwendungen	499
12.4	Gaschromatographie (GC)	500

12.4.1	Prinzip und Durchführung der Gaschromatographie	500
12.4.2	Gaschromatographische Apparatur	501
12.4.3	Auswertung eines Gaschromatogramms	506
12.4.4	Pharmazeutische Anwendungen	514
12.5	Flüssigchromatographie (LC)	518
12.5.1	Prinzip und Durchführung der Säulenchromatographie (SC)	518
12.5.2	Methoden der Flüssigchromatographie	519
12.5.3	Pharmazeutische Anwendungen	524

Anhang

Löslichkeitsprodukte (pK_L -Werte)	529
Säuredissoziationskonstanten (pK_s -Werte)	530
Normalpotentiale (E° -Werte)	531
Rechenhilfen	532

Sachregister	533
---------------------------	------------