

---

# Inhaltsverzeichnis

---

Vorwort .....	V
Abkürzungen .....	XIII
Zeichen und Symbole .....	XVIII

## Klassische quantitative Analyse

<b>4. Grundlagen und allgemeine Arbeitsweisen quantitativer Analysen und Analysenverfahren .....</b>	<b>3</b>
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
<b>5. Gravimetrie .....</b>	<b>30</b>
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
<b>6.</b>	<b>Säure-Base-Titrationsen</b> .....	<b>54</b>
6.1	Grundlagen .....	54
6.1.1	Aciditäts- und Basizitätskonstanten .....	54
6.1.2	pH-Wert .....	62
6.1.3	Titrationsmöglichkeiten .....	74
6.1.4	Titrationskurven .....	77
6.1.5	Indizierungsmöglichkeiten .....	89
6.1.6	Maßlösungen .....	96
6.1.7	Urtitersubstanzen .....	97
6.2	Titrationsen 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	Titrationsen 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
<b>7.</b>	<b>Redox-titrationsen</b> .....	<b>166</b>
7.1	Grundlagen .....	166
7.1.1	Redoxpotential, Redoxreaktionen .....	167
7.1.2	Titrationskurven 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

---

<b>8.</b>	<b>Fällungstitrationsen</b> .....	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
<b>9.</b>	<b>Komplexometrische Titrationsen</b> .....	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	Titrationen, 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**

<b>10.</b>	<b>Elektrochemische Analysenverfahren</b> .....	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
<b>11.</b>	<b>Optische und spektroskopische Analysenverfahren</b>	<b>342</b>
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	<sup>13</sup> 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
<b>12.</b>	<b>Chromatographische Analyseverfahren</b> .....	<b>478</b>
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 ( $E^\circ$ -Werte) .....	531
Rechenhilfen .....	532

<b>Sachregister</b> .....	533
---------------------------	-----