

Inhaltsverzeichnis

Vorwort zur 12. Auflage	V
Abkürzungen	XIII
Zeichen und Symbole	XIX

Klassische quantitative Analytik

4 Grundlagen und allgemeine Arbeitsweisen der quantitativen pharmazeutischen Analyse	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	7
4.1.4 Maßlösungen	7
4.2 Stöchiometrische Grundlagen quantitativer Analysen	9
4.3 Chemisches Gleichgewicht, Aktivität	10
4.3.1 Massenwirkungsgesetz	11
4.3.2 Ionenstärke, Aktivitätskoeffizienten	12
4.4 Statistische Auswertung von Analysendaten	14
4.4.1 Grundbegriffe	14
4.4.2 Unsicherheiten, Fehler	15
4.4.3 Mittelwert, Standardabweichung, Varianz	17
4.4.4 Gauß-Verteilung von Messergebnissen	19
4.5 Validierung von Verfahren	20
4.6 Kalibrierung quantitativer Analysenverfahren	21
4.6.1 Kalibrierverfahren	21
4.6.2 Verwendung von Referenzsubstanzen	24
4.7 Maßanalyse	25
4.7.1 Begriffe, Methodik	25
4.7.2 Titrationskurven	25
4.8 Standardadditionsverfahren	28
5 Gravimetrie	30
5.1 Grundlagen	31
5.1.1 Gravimetrische Grundoperationen	31
5.1.2 Löslichkeit, Löslichkeitsprodukt	35
5.1.3 Berechnung der Analyse	41
5.2 Pharmazeutisch relevante gravimetrische Bestimmungen	44
5.2.1 Bestimmung von Kationen	44

5.2.2	Bestimmung von Anionen	48
5.2.3	Bestimmungen nach dem Arzneibuch	48
6	Säure-Base-Titrationen	52
6.1	Grundlagen	52
6.1.1	Aciditäts- und Basizitätskonstanten	52
6.1.2	pH-Wert	60
6.1.3	Titrationsmöglichkeiten	70
6.1.4	Titrationskurven	73
6.1.5	Indizierungsmöglichkeiten	84
6.1.6	Maßlösungen, insbesondere nach Arzneibuch	92
6.1.7	Urtitersubstanzen, insbesondere nach Arzneibuch	93
6.2	Titrationen von Säuren und Basen in wässrigen Lösungen, insbesondere nach Arzneibuch	93
6.2.1	Titration von Säuren	93
6.2.2	Titration von Basen	109
6.2.3	Bestimmung von Carbonsäure-Derivaten	112
6.2.4	Spezielle Verfahren	118
6.3	Titrationen von Säuren und Basen in nichtwässrigen Lösungen, insbesondere nach Arzneibuch	137
6.3.1	Physikalisch-chemische Grundlagen	137
6.3.2	Lösungsmittel	139
6.3.3	Titration von Säuren	141
6.3.4	Titration von Basen	146
7	Redoxtitrationen	171
7.1	Grundlagen	171
7.1.1	Redoxpotential, Redoxreaktionen	172
7.1.2	Titrationskurven von Redoxtitrationen	180
7.1.3	Redoxindikatoren	183
7.1.4	Maßlösungen	187
7.1.5	Urtitersubstanzen	191
7.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen, insbesondere nach Arzneibuch	192
7.2.1	Permanganometrie	192
7.2.2	Cerimetrie	195
7.2.3	Iodometrie	199
7.2.4	Periodatometrie (Malaprade-Reaktion)	214
7.2.5	Bromometrie (Bromatometrie)	218
7.2.6	Chromatometrie	226
7.2.7	Nitritometrie (Diazotitration)	227
7.2.8	Ferrometrie (Reduktionen mit Eisen(II)-sulfat)	230

8	Fällungstitrationen	231
8.1	Grundlagen	231
8.1.1	Physikalisch-chemische Grundlagen.....	231
8.1.2	Indizierungsmöglichkeiten	233
8.1.3	Maßlösungen.....	238
8.1.4	Urtersubstanzen	239
8.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen, insbesondere nach Arzneibuch	239
8.2.1	Argentometrie nach Volhard	239
8.2.2	Argentometrie nach Mohr.....	242
8.2.3	Argentometrie nach Fajans	242
8.2.4	Bestimmung organisch gebundenen Halogens.....	243
8.2.5	Argentometrie nach Budde.....	246
8.2.6	Simultantitration von Halogeniden.....	247
8.2.7	Bestimmung von Sulfaten und Molybdaten	247
9	Komplexometrische Titrationen	249
9.1	Grundlagen	249
9.1.1	Chelatbildung	249
9.1.2	Anwendungsmöglichkeiten von Natriumedetat	251
9.1.3	Komplexometrische Methodik	255
9.1.4	Titrationskurven, Endpunkte	257
9.1.5	Indizierungsmöglichkeiten	258
9.1.6	Maßlösungen.....	261
9.1.7	Urtersubstanzen	263
9.2	Pharmazeutische Anwendungen, insbesondere nach Arzneibuch	263
9.2.1	Bestimmung einzelner Kationen	263
9.2.2	Simultantitration von Kationen	267
9.2.3	Indirekte Bestimmung von Anionen und Kationen	268

Instrumentelle Analytik

10	Elektrochemische Analysenverfahren	273
10.1	Grundlagen der Elektrochemie	273
10.1.1	Ladungstransport in Elektrolytlösungen.....	273
10.1.2	Vorgänge an Elektroden	279
10.1.3	Arten von Elektroden.....	283
10.1.4	Galvanische und elektrolytische Zellen.....	288
10.2	Potentiometrie	291
10.2.1	Grundlagen der Direktpotentiometrie	291

10.2.2	Direktpotentiometrische Messungen	293
10.2.3	Potentiometrische Titrationen	298
10.3	Elektrogravimetrie	300
10.3.1	Grundlagen der Elektrolyse	300
10.3.2	Metallabscheidung.	302
10.3.3	Elektrolytische Trennungen	304
10.4	Coulometrie.	304
10.4.1	Grundlagen der Coulometrie	304
10.4.2	Coulometrische Titrationen.	306
10.5	Voltammetrie (Polarographie)	307
10.5.1	Grundlagen der Polarographie	308
10.5.2	Instrumentelle Anordnung	317
10.5.3	Anwendungen der Polarographie	320
10.6	Amperometrie und Voltammetrie.	324
10.6.1	Amperometrische Titrationen mit einer Indikatorelektrode (Monoamperometrie).	324
10.6.2	Amperometrische Titrationen mit zwei Indikatorelektroden, Dead-stop-Titrationen (Biamperometrie).	327
10.6.3	Instrumentelle Anordnung	329
10.6.4	Pharmazeutische Anwendungen	330
10.6.5	Grundlagen der Voltammetrie	333
10.7	Konduktometrie.	335
10.7.1	Grundlagen der Konduktometrie	335
10.7.2	Instrumentelle Anordnung	335
10.7.3	Konduktometrische Titrationen.	336
10.8	Elektrophorese.	343
10.8.1	Grundlagen der Elektrophorese	343
10.8.2	Elektrophoretische Verfahren	345
10.8.3	Pharmazeutische Anwendungen	352
11	Optische und spektroskopische Verfahren	354
11.1	Grundlagen	354
11.1.1	Elektromagnetische Strahlung.	354
11.2	Grundlagen der Refraktometrie	358
11.2.1	Brechzahl, Messung.	358
11.2.2	Pharmazeutische Anwendungen	361
11.3	Grundlagen der Polarimetrie	362
11.3.1	Optische Drehung, Messung	362
11.3.2	Pharmazeutische Anwendungen	368
11.4	Grundlagen der Atomemissionsspektroskopie (AES)	369
11.4.1	Lichtemission von Atomen	369
11.4.2	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	374
11.4.3	Pharmazeutische Anwendungen	375
11.5	Grundlagen der Atomabsorptionsspektroskopie (AAS)	376
11.5.1	Lichtabsorption von Atomen	376

11.5.2	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	378
11.5.3	Pharmazeutische Anwendungen	379
11.6	Grundlagen der Molekülspektroskopie im ultravioletten (UV) und sichtbaren (VIS) Bereich	381
11.6.1	Grundlagen der Lichtabsorption durch Moleküle im UV- und VIS-Bereich	381
11.6.2	Beziehungen zwischen Molekülstruktur und Lichtabsorption	388
11.6.3	Gesetz der Lichtabsorption	399
11.6.4	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	406
11.6.5	Zirkulardichroismus	411
11.6.6	Pharmazeutische Anwendungen	413
11.7	Grundlagen der Fluorimetrie	424
11.7.1	Prinzip der Methode	424
11.7.2	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	431
11.7.3	Pharmazeutische Anwendungen	432
11.8	Grundlagen der Absorptionsspektroskopie im infraroten Spektralbereich (IR-Spektroskopie)	434
11.8.1	Grundlagen der Lichtabsorption im IR-Bereich	434
11.8.2	Beziehungen zwischen Molekülstruktur und absorbiertem Licht	442
11.8.3	Messmethodik und instrumentelle Anordnung	446
11.8.4	Pharmazeutische Anwendungen	449
11.8.5	Spektroskopie im nahen IR-Bereich (NIR-Spektroskopie)	450
11.9	Raman-Spektroskopie	452
11.9.1	Raman-Effekt	452
11.9.2	Raman-Spektrum	453
11.10	Kernresonanzspektroskopie (NMR)	454
11.10.1	Grundlagen der NMR-Spektroskopie	454
11.10.2	Instrumentelle Anordnung	459
11.10.3	NMR-Spektrum	461
11.10.4	^{13}C-NMR-Spektroskopie	476
11.11	Massenspektrometrie (MS)	477
11.11.1	Grundlagen der Methode	478
11.11.2	Aufbau eines Massenspektrometers	479
11.11.3	Fragmentierungsreaktionen	484
11.12	Elektronenspinresonanzspektroskopie (ESR)	486
12	Chromatographische Analysenverfahren	488
12.1	Grundlagen	488
12.1.1	Chromatographische Trennmechanismen	489
12.1.2	Wahl des chromatographischen Milieus, chromatographische Phasen	493
12.1.3	Chromatographische Größen	500
12.2	Dünnschichtchromatographie (DC)	506
12.2.1	Prinzip und Durchführung der Dünnschichtchromatographie	506
12.2.2	Auswertung des Dünnschichtchromatogramms	508

12.2.3	Pharmazeutische Anwendungen	509
12.3	Papierchromatographie (PC)	511
12.3.1	Prinzip und Durchführung der Papierchromatographie	511
12.3.2	Auswertung des Papierchromatogramms	512
12.3.3	Pharmazeutische Anwendungen	512
12.4	Gaschromatographie (GC)	512
12.4.1	Prinzip und Durchführung der Gaschromatographie	512
12.4.2	Gaschromatographische Apparatur	513
12.4.3	Auswertung eines Gaschromatogramms	518
12.4.4	Pharmazeutische Anwendungen	527
12.5	Flüssigchromatographie (LC)	531
12.5.1	Prinzip und Durchführung der Säulenchromatographie (SC)	531
12.5.2	Methoden der Flüssigchromatographie	533
12.5.3	Pharmazeutische Anwendungen	539
12.6	Ausschlusschromatographie (SEC)	540
12.6.1	Pharmazeutische Anwendungen	545
13	Thermische Analysenverfahren (TA)	546
13.1	Thermogravimetrie	547
13.2	Differenzthermoanalyse	548
13.3	Differenzkalorimetrie	548
13.4	Dynamisch-mechanische Thermoanalyse	548
13.5	Thermomikroskopie	548
Anhang	549
14.1	Löslichkeitsprodukte (pK_L-Werte)	549
14.2	Säuredissoziationskonstanten (pK_s-Werte)	550
14.3	Normalpotentialle (E°-Werte) bei 25 °C (in Volt)	551
14.4	Rechenhilfen	552
Sachregister	553
Der Autor	619