

Inhaltsverzeichnis

1. Qualitative Analyse	1
Einleitung	1
1.1. Anorganische Verbindungen	6
1.1.1. Nachweis wichtiger Elementarsubstanzen	6
1.1.2. Nachweis wichtiger Anionen	8
1.1.3. Einzelnachweis und Trennungsgänge wichtiger Kationen	34
Lösliche Gruppe	34
$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Gruppe	39
$(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -Gruppe	43
H_2S u. HCl -Gruppe	56
1.1.4. Nachweis besonders wichtiger Ionen neben störenden Fremdionen	73
1.1.5. Aufschlußmethoden für schwerlösliche anorganische Substanzen	77
1.2. Organische Verbindungen	83
1.2.1. Nachweis der Elemente	83
1.2.2. Nachweis funktioneller Gruppen	88
2. Grundlagen der quantitativen Analyse	107
2.1. Analytische Geräte	107
2.1.1. Waagen	107
2.1.2. Volumenmeßgeräte für Flüssigkeiten	111
2.2. Konzentrationsmaße	116
2.3. Stöchiometrische Grundlagen der quantitativen Analyse	123
2.3.1. Grundbegriffe der Stöchiometrie	123
2.3.2. Berechnung der Gewichtsmengen bei chemischen Umsetzungen	126
2.3.3. Chemisches Gleichgewicht	128
2.3.4. Aktivität	131
2.3.5. Faradaysche Gesetze	134
2.4. Statistische Auswertung von Analysendaten	135
3. Klassische quantitative Analyse	139
3.1. Grundlagen der Gravimetrie	139
3.1.1. Gravimetrische Grundoperationen	140
3.1.2. Löslichkeit	145

3.1.3.	Komplexbildung	151
3.1.4.	Niederschlagsbildung	153
3.1.5.	Berechnung der Analysenwerte	156
3.2.	Gravimetrische Analysen mit anorganischen Fällungsreagenzien . . .	159
3.3.	Gravimetrische Analysen mit organischen Fällungsreagenzien . . .	161
3.4.	Grundlagen der Maßanalyse	165
3.4.1.	Konzentrationsmaße	166
3.4.2.	Maßlösungen, Urtitersubstanzen	167
3.4.3.	Berechnungen der Analysen	169
3.4.4.	Indikatoren des Arzneibuches	171
3.5.	Säure-Base-Titrationen	178
3.5.1.	Theorie der Säuren und Basen	178
3.5.2.	Aziditäts- und Basizitätskonstante	182
3.5.3.	Ionenprodukt des Wassers	185
3.5.4.	pH-Wert	187
3.5.5.	Säure-Base-Reaktionen	195
3.5.6.	“Hydrolyse” (Protolyse)	196
3.5.7.	Puffer	197
3.5.8.	Titrationmöglichkeiten für Säuren und Basen	202
3.6.	Titrationen von Säuren und Basen in wäßrigen Lösungen	204
3.6.1.	Titrationenkurven	204
3.6.2.	Endpunkte der Titrationen	211
3.6.3.	Titrationmöglichkeiten	212
3.6.4.	Pharmazeutische Anwendungsbeispiele	213
3.7.	Titrationen von Säuren und Basen in nichtwäßrigen Lösungen . . .	230
3.7.1.	Physikalisch-chemische Grundlagen	230
3.7.2.	Lösungsmittel und ihre Einflüsse	233
3.7.3.	Titration schwacher Basen	237
3.7.4.	Titration schwacher Säuren	241
3.8.	Grundlagen der Oxidations- und Reduktionsanalysen	243
3.8.1.	Oxidation und Reduktion	243
3.8.2.	Redoxreaktionen	244
3.8.3.	Redoxpotentiale	245
3.8.4.	Standardpotentiale und Normalpotentiale	245
3.8.5.	Meßelektroden (Indikatorelektroden)	256
3.9.	Redoxtitrationen	258
3.9.1.	Titrationenkurven	258
3.9.2.	Endpunkte der Titrationen	260
3.9.3.	Pharmazeutische Anwendungsbeispiele	262
3.10.	Fällungstitrationen	284
3.10.1.	Titrationenkurven	284
3.10.2.	Endpunkte der Titrationen	286

3.10.3.	Pharmazeutische Anwendungsbeispiele:	287
	Titrationen nach Mohr, Vollhard und Fajans	287
	Titrationen nach Budde	292
3.11.	Komplexometrische Titrationsen	294
3.11.1.	Chelatbildner	294
3.11.2.	Titrationmöglichkeiten mit EDTA	297
3.11.3.	Titrationendpunkte	298
3.11.4.	Komplexometrische Arbeitsweisen	299
3.11.5.	Titrationenkurven	301
3.11.6.	Pharmazeutische Anwendungsbeispiele mit Dinatrium-ethylen-diamin-tetraacetat	303
4.	Elektroanalytische Verfahren	310
4.1.	Grundlagen der Potentiometrie	310
4.1.1.	Allgemeines	310
4.1.2.	Meßanordnung (für die Wendepunktmethode) und Meßelektroden	312
4.1.3.	Anwendungsbereiche	313
4.1.4.	Anwendungsbeispiele	313
4.2.	Grundlagen der Elektrogravimetrie	320
4.2.1.	Allgemeines	320
4.2.2.	Trennungen durch Elektrolyse	325
4.2.3.	Instrumentelle Anordnung	327
4.2.4.	Anwendungen	329
4.3.	Grundlagen der Coulometrie	331
4.3.1.	Allgemeines	331
4.3.2.	Durchführung coulometrischer Messungen	332
4.3.3.	Anwendungsbereiche der potentiostatischen Coulometrie	337
4.3.4.	Anwendungsbeispiele	340
4.4.	Grundlagen der Polarographie	343
4.4.1.	Allgemeines und instrumentelle Anordnung	343
4.4.2.	Pharmazeutische Anwendungsbeispiele	357
4.5.	Grundlagen der Konduktometrie	358
4.5.1.	Allgemeines	358
4.5.2.	Prinzipielle Anwendung	364
4.6.	Grundlagen der Voltametrie	368
4.6.1.	Allgemeines	368
4.6.2.	Prinzipielle Anwendungen	370
4.7.	Grundlagen der Amperometrie	371
4.7.1.	Allgemeines	371
4.7.2.	Prinzipielle Anwendung	374

5.	Optische und spektroskopische Analysenverfahren	378
5.1.	Grundlagen der Refraktometrie	378
5.1.1.	Allgemeine Grundlagen	378
5.1.2.	Anwendungsbereich	380
5.2.	Grundlagen der Polarimetrie	381
5.3.	Gemeinsame Grundlagen der Kolorimetrie, Photometrie und Spektroskopie	384
5.3.1.	Das elektromagnetische Spektrum	384
5.3.2.	Lichtemission	385
5.3.3.	Absorption	386
5.3.4.	Gesetz der Lichtabsorption	387
5.4.	Grundlagen der Kolorimetrie	389
5.5.	Grundlagen der Photometrie	390
5.5.1.	Flammenphotometrie	391
5.6.	Grundlagen der Absorptionsspektroskopie und -photometrie im ultravioletten und sichtbaren Bereich	396
5.6.1.	Molekülanregung	396
5.6.2.	Molekülstruktur und absorbiertes Licht	396
5.6.3.	Meßmethodik	399
5.6.4.	Auswertung und Anwendung	401
5.7.	Grundlagen der Infrarot - Absorptionsspektroskopie	402
5.7.1.	Molekülanregung	402
5.7.2.	Absorptionsbereich	404
5.7.3.	Meßmethodik	408
5.7.4.	Anwendungen und Auswertung	408
6.	Grundlagen der chromatographischen Analysenverfahren	420
6.1.	Prinzip und Mechanismen der Chromatographie; Kenngrößen	420
6.2.	Papierchromatographie (PC)	429
6.3.	Dünnschichtchromatographie (DC)	433
6.4.	Säulenchromatographie (SC)	436
6.5.	Gaschromatographie (GC)	439
6.6.	Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC)	441
6.7.	Ionenaustauscher	443
6.8.	Gelchromatographie	447
6.9.	Affinitätschromatographie	449
7.	Spezielle Methoden des DAB 7 und der Ph.Eur.	451
7.1.	Physikalische Kennzahlen	451
7.1.1.	Temperaturmessungen mit Thermometern	451

7.1.2.	Dichte	455
7.1.3.	Viskosität	461
7.1.4.	Ethanolgehalt	461
7.1.5.	Trocknungsverlust und Trockenrückstand	461
7.1.6.	Wassergehalt	462
7.2.	Chemische Kennzahlen	463
7.2.1.	Asche	463
7.2.2.	Säurezahl: Definition, Bestimmung, Bedeutung	464
7.2.3.	Buchnerzahl	464
7.2.4.	Verseifungszahl	464
7.2.5.	Hydroxylzahl	465
7.2.6.	Iodzahl	466
7.2.7.	Unverseifbare Anteile	467
7.2.8.	Esterzahl	467
7.2.9.	Verhältniszahl	468
7.2.10.	Peroxidzahl	468
7.3.	Nachweisreaktionen und Identitätsprüfungen	470
7.4.	Grenzprüfungen	473
7.5.	Prüfung auf Verunreinigung	475
7.6.	Quantitative Bestimmungsmethoden	476
7.6.1.	Elemente (S, N, Hal)	476
7.6.2.	Wasser (nach Karl Fischer)	478
7.6.3.	Funktionelle Gruppen (-NH ₂ , -OH)	478
8.	Literaturnachweis und weiterführende Literatur	479
9.	Abbildungsnachweis	485
10.	Sachverzeichnis	487