

# Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort zur 12. Auflage</b> .....	V
<b>Abkürzungen</b> .....	XIII
<b>Zeichen und Symbole</b> .....	XIX

## Klassische quantitative Analytik

<b>4 Grundlagen und allgemeine Arbeitsweisen der quantitativen pharmazeutischen Analyse</b> .....	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 Analyseverfahren .....	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
<b>5 Gravimetrie</b> .....	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
<b>6</b>	<b>Säure-Base-Titrationen</b> . . . . .	<b>52</b>
6.1	Grundlagen . . . . .	52
6.1.1	Aciditäts- und Basizitätskonstanten . . . . .	52
6.1.2	pH-Wert . . . . .	60
6.1.3	Titrationmöglichkeiten . . . . .	70
6.1.4	Titrationenkurven . . . . .	73
6.1.5	Indizierungmöglichkeiten . . . . .	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
<b>7</b>	<b>Redox titrationen</b> . . . . .	<b>171</b>
7.1	Grundlagen . . . . .	171
7.1.1	Redoxpotential, Redoxreaktionen . . . . .	172
7.1.2	Titrationenkurven von Redox titrationen . . . . .	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

<b>8</b>	<b>Fällungstitrationsen</b> .....	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	Urtitersubstanzen .....	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
<b>9</b>	<b>Komplexometrische Titrationsen</b> .....	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	Titrationsskurven, Endpunkte .....	257
9.1.5	Indizierungsmöglichkeiten .....	258
9.1.6	Maßlösungen .....	261
9.1.7	Urtitersubstanzen .....	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

<b>10</b>	<b>Elektrochemische Analysenverfahren</b> .....	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 Titrationsen .....	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 Titrationsen .....	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 Titrationsen mit einer Indikatorelektrode (Monoamperometrie) .....	324
10.6.2	Amperometrische Titrationsen mit zwei Indikatorelektroden, Dead-stop-Titrationsen (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 Titrationsen .....	336
10.8	Elektrophorese .....	343
10.8.1	Grundlagen der Elektrophorese .....	343
10.8.2	Elektrophoretische Verfahren .....	345
10.8.3	Pharmazeutische Anwendungen .....	352
<b>11</b>	<b>Optische und spektroskopische Verfahren .....</b>	<b>354</b>
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	<sup>13</sup> 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
<b>12</b>	<b>Chromatographische Analyseverfahren .....</b>	<b>488</b>
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
<b>13</b>	<b>Thermische Analysenverfahren (TA) .....</b>	<b>546</b>
13.1	Thermogravimetrie .....	547
13.2	Differenzthermoanalyse .....	548
13.3	Differenzkalorimetrie .....	548
13.4	Dynamisch-mechanische Thermoanalyse .....	548
13.5	Thermomikroskopie .....	548
<b>Anhang</b>	.....	<b>549</b>
14.1	Löslichkeitsprodukte ( $pK_L$ -Werte) .....	549
14.2	Säuredissoziationskonstanten ( $pK_s$ -Werte) .....	550
14.3	Normalpotentiale ( $E^\circ$ -Werte) bei 25 °C (in Volt) .....	551
14.4	Rechenhilfen .....	552
<b>Sachregister</b>	.....	<b>553</b>
<b>Der Autor</b>	.....	<b>619</b>

# Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort</b> .....	V
----------------------	---

## Prüfungsfragen

### Klassische quantitative Analytik

<b>4 Grundlagen und allgemeine Arbeitsweisen der quantitativen pharmazeutischen Analyse</b> .....	3
4.1 Größen und Einheiten .....	3
4.2 Stöchiometrische Grundlagen quantitativer Analysen.....	8
4.3 Chemisches Gleichgewicht, Aktivität.....	8
4.4 Statistische Auswertung von Analysendaten .....	10
4.5 Validierung von Verfahren.....	13
4.6 Kalibrierung quantitativer Analysenverfahren .....	18
4.7 Maßanalyse.....	20
4.8 Standardadditionsverfahren.....	21
<b>5 Gravimetrie</b> .....	22
5.1 Grundlagen.....	22
5.2 Pharmazeutisch relevante gravimetrische Bestimmungen.....	26
<b>6 Säure-Base-Titrationen</b> .....	29
6.1 Grundlagen.....	29
6.2 Titrationen von Säuren und Basen in wässrigen Lösungen, insbesondere nach Arzneibuch .....	58

6.3	<b>Titrationen von Säuren und Basen in nichtwässrigen Lösungen, insbesondere nach Arzneibuch</b> .....	76
7	<b>Redox titrationen</b> .....	87
7.1	Grundlagen .....	87
7.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen, insbesondere nach Arzneibuch .....	100
8	<b>Fällungstitrationen</b> .....	116
8.1	Grundlagen .....	116
8.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen, insbesondere nach Arzneibuch .....	118
9	<b>Komplexometrische Titrationen</b> .....	127
9.1	Grundlagen .....	127
9.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen, insbesondere nach Arzneibuch .....	136

## Instrumentelle Analytik

10	<b>Elektrochemische Analysenverfahren</b> .....	143
10.1	Grundlagen der Elektrochemie .....	143
10.2	Potentiometrie .....	153
10.3	Elektrogravimetrie .....	161
10.4	Coulometrie .....	162
10.5	Voltammetrie (Polarographie) .....	166
10.6	Amperometrie/Voltammetrie .....	174
10.7	Konduktometrie .....	180
10.8	Elektrophorese .....	183
11	<b>Optische und spektroskopische Verfahren</b> .....	196
11.1	Grundlagen .....	196
11.2	Grundlagen der Refraktometrie .....	198
11.3	Grundlagen der Polarimetrie .....	204
11.4	Grundlagen der Atomemissionsspektroskopie (AES) .....	214
11.5	Grundlagen der Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) .....	219
11.6	Grundlagen der Molekülspektroskopie im ultravioletten (UV) und sichtbaren (Vis) Bereich .....	224
11.7	Grundlagen der Fluorimetrie .....	248
11.8	Grundlagen der Absorptionsspektroskopie im infraroten Spektralbereich (IR-Spektroskopie) .....	260



11.9	Raman-Spektroskopie .....	281
11.10	Kernresonanzspektroskopie (NMR) .....	284
11.11	Massenspektrometrie (MS) .....	311
11.12	Themenübergreifende Fragen zu optischen und spektroskopischen Analysenverfahren .....	323
<b>12</b>	<b>Chromatographische Analysenverfahren .....</b>	<b>331</b>
12.1	Grundlagen .....	331
12.2	Dünnschichtchromatographie (DC) .....	336
12.3	Papierchromatographie (PC) .....	341
12.4	Gaschromatographie (GC) .....	342
12.5	Flüssigchromatographie (LC) .....	355
12.6	Ausschlusschromatographie (SEC) .....	375
12.7	Ionenchromatographie (IC) .....	376
12.8	Superkritische Flüssigchromatographie (SFC) .....	376
<b>13</b>	<b>Thermische Analysenverfahren (TA) .....</b>	<b>377</b>
<b>14</b>	<b>Themenübergreifende Fragen .....</b>	<b>380</b>
14.1	Anorganische Substanzen .....	380
14.2	Organische Substanzen .....	382

## Kommentare

<b>4</b>	<b>Grundlagen und allgemeine Arbeitsweisen der quantitativen pharmazeutischen Analytik .....</b>	<b>401</b>
4.1	Größen und Einheiten .....	401
4.2	Stöchiometrische Grundlagen quantitativer Analysen .....	406
4.3	Chemisches Gleichgewicht, Aktivität .....	406
4.4	Statistische Auswertung von Analysendaten .....	408
4.5	Validierung von Verfahren .....	411
4.6	Kalibrierung quantitativer Analysenverfahren .....	414
4.7	Maßanalyse .....	415
4.8	Standardadditionsverfahren .....	418

<b>5</b>	<b>Gravimetrie</b> .....	419
5.1	Grundlagen .....	419
5.2	Pharmazeutisch relevante gravimetrische Bestimmungen .....	424
<b>6</b>	<b>Säure-Base-Titrationen</b> .....	426
6.1	Grundlagen .....	426
6.2	Titrationen von Säuren und Basen in wässrigen Lösungen, insbesondere nach Arzneibuch .....	450
6.3	Titrationen von Säuren und Basen in nichtwässrigen Lösungen, insbesondere nach Arzneibuch .....	464
<b>7</b>	<b>Redoxtitrationen</b> .....	470
7.1	Grundlagen .....	470
7.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen, insbesondere nach Arzneibuch .....	482
<b>8</b>	<b>Fällungstitrationen</b> .....	493
8.1	Physikalisch-chemische Grundlagen (Löse- und Fällungsvorgänge) .....	493
8.2	Methoden, pharmazeutische Anwendungen, insbesondere nach Arzneibuch .....	495
<b>9</b>	<b>Komplexometrische Titrationen</b> .....	500
9.1	Grundlagen .....	500
<b>10</b>	<b>Elektrochemische Analysenverfahren</b> .....	511
10.1	Grundlagen der Elektrochemie .....	511
10.2	Potentiometrie .....	520
10.3	Elektrogravimetrie .....	526
10.4	Coulometrie .....	528
10.5	Voltammetrie (Polarographie) .....	532
10.6	Amperometrie/Voltammetrie .....	540
10.7	Konduktometrie .....	544
10.8	Elektrophorese .....	547
<b>11</b>	<b>Optische und spektroskopische Verfahren</b> .....	556
11.1	Grundlagen .....	556
11.2	Grundlagen der Refraktometrie .....	558
11.3	Grundlagen der Polarimetrie .....	562
11.4	Grundlagen der Atomemissionsspektroskopie (AES) .....	570
11.5	Grundlagen der Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) .....	574

<b>11.6</b>	<b>Grundlagen der Molekülspektroskopie im ultravioletten (UV) und sichtbaren (Vis) Bereich</b> .....	577
<b>11.7</b>	<b>Grundlagen der Fluorimetrie</b> .....	593
<b>11.8</b>	<b>Grundlagen der Absorptionsspektroskopie im infraroten Spektralbereich (IR-Spektroskopie)</b> .....	604
<b>11.9</b>	<b>Raman-Spektroskopie</b> .....	614
<b>11.10</b>	<b>Kernresonanzspektroskopie (NMR)</b> .....	616
<b>11.11</b>	<b>Massenspektrometrie (MS)</b> .....	627
<b>11.12</b>	<b>Themenübergreifende Fragen zu optischen und spektroskopischen Analysenverfahren</b> .....	637
<b>12</b>	<b>Chromatographische Analysenverfahren</b> .....	642
<b>12.1</b>	<b>Grundlagen</b> .....	642
<b>12.2</b>	<b>Dünnschichtchromatographie (DC)</b> .....	646
<b>12.3</b>	<b>Papierchromatographie (PC)</b> .....	649
<b>12.4</b>	<b>Gaschromatographie (GC)</b> .....	649
<b>12.5</b>	<b>Flüssigchromatographie (LC)</b> .....	658
<b>13</b>	<b>Thermische Analysenverfahren (TA)</b> .....	672
<b>14</b>	<b>Themenübergreifende Fragen</b> .....	674
<b>14.1</b>	<b>Anorganische Substanzen</b> .....	674
<b>14.2</b>	<b>Organische Substanzen</b> .....	676
	<b>Anhang</b> .....	691
	<b>Erklärung der Aufgabentypen</b> .....	692
	<b>Grundsätzliche Hinweise</b> .....	692
	<b>Lösungen der MC-Fragen</b> .....	693
	<b>Rechenhilfen</b> .....	705