

Praktikum: Quantitative Pharmazeutische Analytik (10 SWS)
(Modul 3: Quantitative Analytik)

Mögliche Projektstationen und zugehörige Lehrinhalte

1. Propädeutikum

Umgang mit Waagen, Handhabung und Eichung von maanalytischen Gerten, Einfhrung in das SI System unter besonderer Bercksichtigung von Gehaltsangaben.

2. Herstellung und Einstellung von Malsungen

Prinzipien der Maanalyse, Ur­titer, Bestndigkeit von Malsungen

3. Neutralisationstitrationsen

Titrationen (auch nach Arzneibuch-Vorschriften) von starken und schwachen Suren und Basen unter Verwendung von Farbindikatoren, Titrationsen von mehrwertigen Suren unter Verwendung verschiedener Indikatoren, bzw. elektrochemischer Endpunktsbestimmung; Titrationstypen: z.B. Direkte Titration vs. Rcktitration; Einflufaktoren fr die Titrationstrategie; Titrationskurven, Theorie der Farbindikatoren (Strukturelle Basis fr pK_S -Werte und Farbnderungen), Sure-Base-Gleichgewichte, Puffersysteme und deren Bedeutung fr chemische und biologische Systeme, Pufferkapazitt, Hgg-Diagramme; Titrationsen in wasserfreien Medien (protisch/aprotisch), Differenzierender/Nivellierender Effekt, Verdrngungstiteration

4. Redox­titrationen

Titrationen (auch nach Arzneibuch-Vorschriften) mit iodometrischen, manganometrischen und cerimetrischen Verfahren unter Einsatz von Farbindikatoren (Indikatorprinzipien). Redoxpotential, Nernstsche Gleichung, Reaktionshemmung und Induktion, pH-Abhngigkeit von Redoxpotentialen, quivalenzpotential, Titrationskurve, Redoxgleichgewichte und deren Bedeutung in Pharmazie (Antioxidantien) und Umwelt (Trinkwasser-Chlorierung).

5. Komplexometrische Titrationsen

Komplexometrische Bestimmungen von pharmazeutisch relevanten zwei- und dreiwertigen Kationen. Bestimmungen von 2 Kationen nebeneinander, Bestimmung der Wasserhrte. Theorie der Komplexbildung, Chelat-Effekt und Entropie, Stabilitt von Komplexen in Abhngigkeit von pH und konkurrierenden Komplexbildungsreaktionen (Konditionalkonstante); Komplex-/Metallindikatoren (Funktionsprinzip, Farbwechsel); Titrationstypen: Direkte Titration vs. Rcktitration vs. Substitutionstiteration vs. Indirekte Titration (Bedingungen, Voraussetzungen, Durchfhrung, kinetische Aspekte, Nebenreaktionen); Bedeutung von Komplexbildnern in biologischen Systemen, als Arzneistoffe (Antidote), in der Pharmazie (Stabilisatoren) und in der Umwelt (Wasch­hilfsmittel).

6. Fllungstitrationsen

Argentometrische Bestimmungen (auch nach Arzneibuch-Vorschriften): Volhard, Mohr, Fajans, Guy-Lussac, Liebig; Rcktitration von Halogeniden (Reaktionsbedingungen, Zustze). (Adsorptions-)Indikatoren, elektrochemische Endpunktsbestimmung.

Löslichkeitsprodukt, Löslichkeit von Salzen und deren Beeinflussung (Gleich- und Fremdionische Zusätze), Bedeutung der Löslichkeit von Salzen in der Pharmazie.

7. Gravimetrie

Gravimetrische Bestimmungen von Kationen oder Anionen. Die theoretischen Grundlagen von 6. und 7. werden gemeinsam behandelt. Besondere Aspekte: **Vollständigkeit** der Fällung, Fällungsdiagramme, pH-Abhängigkeit von Fällungen, Selektive Fällungen aus Gemischen, Störungen durch Komplexbildung, kinetische und thermodynamische Betrachtung (Keimbildungsrate, Kristallwachstum)

8. Statistische Beurteilung von Analyseverfahren / Betrachtung systematischer Fehler

Grundlagen der Statistik (Mittelwert, Standardabweichung, Gauss Verteilung etc.), Validierung eines Analyseverfahrens anhand einer Analyse, die von allen Praktikumsmitgliedern unter den gleichen Bedingungen durchgeführt wird. Ausführliche Diskussion von zufälligen vs. systematischen Fehlern, ihren Ursachen, sowie ihrer Behandlung. Besonders die Quellen von systematischen Fehlern im Kontext der Projektstationen 1-7 sind zu besprechen. Durch Anleitung und Selbstreflexion sind geeignete Gegenmaßnahmen und Verhaltensvorschriften zu erarbeiten.

9. Stöchiometrie

Einführung in das stöchiometrische Rechnen mit Übungen.

10. Quantifizierung mit Hilfe von Standards, grundlegende Kalibrationsverfahren

Quantifizierung mit einer Kalibriergerade (z.B. anhand einer einfachen kolorimetrischen oder photometrischen Praktikumsaufgabe); alternative Kalibrationsverfahren im Vergleich (interne vs. externe Standards, Standardadditionsmethode)

Vorrangige Zielsetzung ist ein besseres Verständnis und der Aufbau von Anwendungskompetenz von grundlegenden Verfahren zur Kalibrierung und Validierung in der quantitativen Analytik (auch über die Titrationsverfahren hinaus). Deshalb sollen auch die elementaren Grundlagen absorptionsspektroskopischer Messmethoden (siehe 12.) einbezogen werden. (Ggf. Abstimmung mit Lehrinhalten der Instrumentellen Analytik erforderlich!)

11. Quantitative Analytik nach vorhergehender Stofftrennung

Trennprinzipien: Gruppentrennungen (z.B. fraktionierte Fällung), spezifische Fällung, Komplexbildung, Redoxreaktion unter selektiven Bedingungen, Verwendung von Kationen- und Anionenaustauschersäulen, Ionenchromatographie, semiquantitative Dünnschichtchromatographie, Säulenchromatographie (z.B. Trennung von Farbstoffgemischen), Festphasenextraktion etc.

Zielsetzung: Verbindung der Quantifizierung mit einfacher Methodenvorbereitung, Einbeziehen der Grundlagen der chromatographischen Stofftrennung (ggf. Abstimmung mit Lehrinhalten der Instrumentellen Analytik erforderlich !)

12. Spektroskopie

Einfache spektroskopische Quantifizierung (z.B. Photometrie, AAS), Elektronenanregungen in Atomen und Molekülen, Atomorbitale vs. Molekülorbitale, Lambert-Beersches Gesetz, Voraussetzungen für Messungen im linearen Bereich, Technische Verfahren zur Elektronenanregung

Stärkeres Vorziehen von Grundlagen der Absorptionsspektroskopie aus der Instrumentellen Analytik. Didaktische Relevanz im Kontext von Indikatoren und deren Farbänderungen, sowie zur Bestimmung größerer Meßreihen. (Abstimmung mit Instrumenteller Analytik wäre erforderlich!)

13. Elektrochemie

z.B. Konduktometrie (Leitfähigkeit, Grenzäquivalentleitfähigkeit, Überföhrungszahl, Anwendbarkeit: z.B. Neutralisationstötation oder Fällungstötation), Potentiometrie (Elektroden, Elektrodentypen, Einstabmeßkette), Voltametrische Tötation, Dead-stop Tötation (z.B. Karl Fischer).

Vorziehen von Grundlagen der Elektrochemie aus Instrumenteller Analytik möglich und sinnvoll. Vorteil: Direkter Vergleich von alternativen Arten der Endpunktsbestimmung. (Abstimmung mit Instrumenteller Analytik wäre erforderlich!)

Zu allen Projektstationen gehören begleitende Seminare.

Die Auflistung ist beispielhaft.

Die im Praktikum zu bestimmenden Substanzen sollen mit Schwerpunkt aus dem anorganischen Bereich sein. Eine Berücksichtigung von einfachen organischen Verbindungen im Rahmen des Praktikums wird angestrebt. Durch die Integration von Arzneibuchmethoden ist dies auch notwendig. Organisch-chemische Grundlagen sollten deshalb entweder im Rahmen einer vorher oder parallel stattfindenden allgemeinen Vorlesung (z. B. Pharmazeutisch-Medizinische Chemie I: Organische Chemie) oder für das Praktikum spezifisch im Rahmen der begleitenden Seminare vermittelt werden.