

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|----------|
| Vorwort zur 4. Auflage..... | V |
| Aus dem Vorwort zur 1. Auflage..... | VII |
| Ausgewertete Arzneibücher..... | XIII |
| Abkürzungen..... | XIV |
| Verzeichnis der Tabellen und Abbildungen..... | XV |
| | |
| 1 Grundzüge der qualitativen anorganischen Analyse..... | 1 |
| 1.1 Begriffsbestimmungen..... | 1 |
| 1.2 Auswahl der zu prüfenden Substanzen..... | 1 |
| 1.3 Analytik der Arzneibücher..... | 2 |
| 1.4 Prinzip des Kationen-Trennungsganges..... | 3 |
| 1.5 Analyse der Anionen..... | 3 |
| 1.6 Analyse von Einzelsubstanzen..... | 4 |
| 1.7 Vergleichsprobe und Blindprobe..... | 4 |
| 1.8 Grundoperationen..... | 5 |
| 1.9 Regeln zu sicherem Arbeiten..... | 5 |
| 1.10 Maßnahmen bei Unfällen und Bränden..... | 6 |
| | |
| 2 Arbeitsanleitung und Arbeitsmittel..... | 8 |
| 2.1 Arbeiten im Halbmikromaßstab..... | 8 |
| 2.2 Erforderliche Grundausrüstung..... | 9 |
| 2.2.1 Sachgemäße Verwendung der Zentrifuge..... | 10 |
| 2.2.2 Sachgemäße Verwendung und Behandlung der Gefäße..... | 10 |
| 2.2.3 Wärmequellen im Labor..... | 12 |
| 2.3 Benötigte Chemikalien..... | 14 |
| 2.3.1 Wasser..... | 15 |
| 2.3.2 Säuren und Basen..... | 15 |
| 2.3.3 Anorganische Probe- und Reagenzlösungen..... | 16 |
| 2.3.4 Organische Reagenzlösung..... | 22 |
| 2.3.5 Feststoffe und organische Lösungsmittel..... | 25 |

| | | |
|----------|---|-----|
| 3 | Vorbereitung der Analyse | 28 |
| 3.1 | Mischen und Zerkleinern der Analysensubstanz | 28 |
| 3.2 | Glühen | 28 |
| 3.3 | Lösen der Analysensubstanz | 29 |
| 3.4 | Unterbrechen der Analyse | 31 |
| 4 | Spezielle Analysenmethoden | 32 |
| 4.1 | Spektralanalyse | 32 |
| 4.1.1 | Flammenfärbung | 32 |
| 4.1.2 | Spektroskopie | 33 |
| 4.2 | Aufschlüsse schwerlöslicher Verbindungen | 36 |
| 4.2.1 | Basischer Aufschluss | 36 |
| 4.2.2 | Saurer Aufschluss | 38 |
| 4.2.3 | Oxidationsschmelze | 39 |
| 4.2.4 | Freiberger Aufschluss | 39 |
| 4.3 | Reihenfolge der Aufschlüsse | 40 |
| 5 | Schwefelwasserstoff als Fällungsmittel | 41 |
| 5.1 | Eigenschaften von Schwefelwasserstoff | 41 |
| 5.2 | Schwefelwasserstoff-Bereitstellung | 42 |
| 5.2.1 | Entnahme aus einer Druckflasche | 42 |
| 5.2.2 | Verwendung von Thioacetamid | 42 |
| 5.3 | Toxikologie | 45 |
| 5.3.1 | Schwefelwasserstoff | 45 |
| 5.3.2 | Thioacetamid | 45 |
| 6 | Analyse der Kationen | 46 |
| 6.1 | Salzsäure- und Schwefelwasserstoff-Gruppe | 46 |
| 6.1.1 | Einzelreaktionen | 46 |
| 6.1.2 | Trennungsgang der HCl/H ₂ S-Gruppe | 85 |
| 6.2 | Ammoniumsulfid-Gruppe | 90 |
| 6.2.1 | Einzelreaktionen | 90 |
| 6.2.2 | Trennungsgang der (NH ₄) ₂ S-Gruppe | 119 |
| 6.3 | Ammoniumcarbonat-Gruppe | 125 |
| 6.3.1 | Einzelreaktionen | 125 |
| 6.3.2 | Trennungsgang der (NH ₄) ₂ CO ₃ -Gruppe | 132 |
| 6.4 | Lösliche Gruppe | 134 |
| 6.4.1 | Einzelreaktionen | 134 |
| 6.4.2 | Trennungsgang der löslichen Gruppe | 147 |

| | | |
|-----------|---|-----|
| 7 | Analyse der Anionen | 149 |
| 7.1 | Herstellung eines Sodaauszuges | 149 |
| 7.1.1 | Kationen, die in den Sodaauszug gelangen können | 150 |
| 7.2 | Gruppenreaktionen der Anionen | 151 |
| 7.2.1 | Gruppenvorproben | 151 |
| 7.3 | Halogenide und Pseudohalogenide | 152 |
| 7.3.1 | Einzelreaktionen | 153 |
| 7.3.2 | Nachweis der Halogenide und Pseudohalogenide im Gemisch | 177 |
| 7.4 | Schwefelhaltige Anionen | 183 |
| 7.4.1 | Einzelreaktionen | 183 |
| 7.4.2 | Nachweise der schwefelhaltigen Anionen im Gemisch | 192 |
| 7.5 | Kohlenstoffhaltige Anionen | 195 |
| 7.5.1 | Einzelreaktionen | 196 |
| 7.5.2 | Nachweise der kohlenstoffhaltigen Anionen im Gemisch | 210 |
| 7.6 | Borat, Silicat, Nitrit, Nitrat und Phosphat | 213 |
| 7.6.1 | Einzelreaktionen | 213 |
| 7.6.2 | Nachweise von Borat, Silicat, Nitrit, Nitrat und Phosphat im Gemisch | 227 |
| 7.7 | Störende Anionen im Kationen-Trennungsgang | 230 |
| 8 | Analyse sonstiger anorganischer Substanzen in Arzneibüchern | 231 |
| 9 | Durchführung einer Vollanalyse | 238 |
| 9.1 | Gemische | 238 |
| 9.2 | Einzelsubstanzen | 239 |
| 10 | Wichtige Begriffe | 243 |
| 11 | Wichtige Konstanten | 254 |
| 11.1 | Löslichkeitsprodukte | 254 |
| 11.2 | Säurekonstanten | 257 |
| 11.3 | Redoxpotenziale | 259 |
| 11.3.1 | Normalpotenzial, Nernst'sche Gleichung | 259 |
| 11.3.2 | Spannungsreihe | 262 |
| 11.3.3 | Oxidationszahl | 263 |
| 11.3.4 | Redoxgleichungen | 265 |

| | |
|--|-----|
| 12 Die Vollanalyse in Kurzfassung | 271 |
| 12.1 Vorproben | 271 |
| 12.2 Nachweise der Anionen | 272 |
| 12.2.1 Entfernung der Anionen, die den Kationen-Trennungsgang stören | 279 |
| 12.3 Nachweise der Kationen | 281 |
| 12.3.1 Lösen und Behandlung der Rückstände | 282 |
| 12.3.2 Aufschlüsse schwerlöslicher Verbindungen | 284 |
| 12.3.3 Schwefelwasserstoff-Gruppe | 286 |
| 12.3.4 Ammoniumsulfid-Gruppe | 288 |
| 12.3.5 Ammoniumcarbonat-Gruppe | 291 |
| 12.3.6 Lösliche Gruppe | 292 |
| 12.4 Miteinander reagierende Ionen | 293 |
| | |
| 13 Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe | 295 |
| 13.1 Sicheres Arbeiten | 295 |
| 13.2 Arbeitsplatz-Grenzwerte | 295 |
| 13.3 Entsorgung von Abfällen | 296 |
| | |
| <u>Sachverzeichnis</u> | 297 |
| <u>Periodensystem</u> | 310 |

Verzeichnis der Tabellen und Abbildungen

| | | |
|---------|---|-----|
| Tab. 1 | Berücksichtigte Ionen, Substanzen und Elemente | 2 |
| Tab. 2 | Erforderliche Grundausrüstung | 9 |
| Tab. 3 | Gehalte und Konzentrationen von Säuren und Basen | 15 |
| Tab. 4 | Herstellung verdünnter Säuren und Basen | 16 |
| Tab. 5 | Konzentration und Herstellung der Probe- und Reagenzlösungen ... | 16 |
| Tab. 6 | Gehalte und Herstellung der organischen Reagenzien | 23 |
| Tab. 7 | Feststoffe | 25 |
| Tab. 8 | Organische Lösungsmittel und Reagenzien | 26 |
| Tab. 9 | Schmelztemperaturen von Gemischen (4:1) für die Oxidationsschmelze | 39 |
| Tab. 10 | Erreichbare Sulfid-Ionen-Konzentrationen $c(S^{2-})$ | 41 |
| Tab. 11 | Farben von Metall-Dithizonaten in $CHCl_3$ und pH-Bereiche ihrer Bildung | 57 |
| Tab. 12 | Oxidationszahlen von Kohlenstoffatomen | 195 |
| Tab. 13 | Reihenfolge der Nachweise der Anionen und von Ammonium | 238 |
| Tab. 14 | Identifizierung des Kations einer Einzelsubstanz | 240 |
| Tab. 15 | Löslichkeitsprodukte | 256 |
| Tab. 16 | Säurekonstanten | 258 |
| Tab. 17 | Normal- oder Standardpotenziale | 261 |
| Tab. 18 | Spannungsreihe (saure Lösung) | 262 |
| Tab. 19 | Spannungsreihe (basische Lösung) | 263 |
| Tab. 20 | Vorproben | 271 |
| Tab. 21 | Übersicht der günstigsten Nachweisreaktionen für Anionen | 272 |
| Tab. 22 | Entfernung störender Anionen | 279 |
| Tab. 23 | Miteinander reagierende Ionen | 293 |
| Abb. 1 | Bunsenbrenner | 12 |
| Abb. 2 | Heizzonen des Bunsenbrenners | 13 |
| Abb. 3 | Gefahrensymbole und -bezeichnungen | 14 |
| Abb. 4 | Spektrallinien | 35 |