

Inhaltsverzeichnis

1	Systematische Identifizierung eines Arzneistoffgemisches	1
2	Vorproben	3
2.1	Aussehen/Eigenfarbe (Beispiele)	3
2.2	Geruch (Beispiele)	3
2.3	Löslichkeit und Verhalten in Lauge und Säure	4
2.3.1	Löslichkeit in 3 N NaOH	4
2.3.2	Färbung mit 3 N NaOH	4
2.3.3	Löslichkeit in 3 N H ₂ SO ₄	4
2.3.4	Färbung mit 3 N H ₂ SO ₄	4
2.3.5	Löslichkeit in konz. H ₂ SO ₄	5
2.3.6	Färbung mit konz. H ₂ SO ₄	5
2.3.7	Löslichkeit in konz. HNO ₃	6
2.3.8	Färbung mit konz. HNO ₃	7
2.4	Froehde-, Mandelin- und Marquis-Reaktion	8
2.4.1	Froehde-Reaktion	8
2.4.2	Mandelin-Reaktion	10
2.4.3	Marquis-Reaktion	12
2.5	Fluoreszierende Arzneistoffe	13
2.6	Elementaranalytischer Nachweis von Stickstoff, Schwefel und Halogen	14
2.6.1	Ausführung nach Lassaigne	14
2.6.2	Direkter Schwefelnachweis aus der Substanz	15
2.6.3	Direkter Halogennachweis aus der Substanz nach Beilstein	15
3	Trägerstoffe	16
3.1	Übersicht	16
3.2	Anorganische Trägerstoffe	17
3.2.1	Prüfung und Trennung	17
3.2.2	Identifizierung anorganischer Trägerstoffe	18
3.3	Organische Trägerstoffe	18
3.3.1	Trennung von organischen Trägerstoffen	18
3.3.2	Molisch-Reaktion auf Kohlenhydrate	18
3.3.3	Identifizierung von Kohlenhydraten	19
3.4	Salbengrundlagen	21
3.4.1	Übersicht	21
3.4.2	Nachweise	21
3.4.3	Dünnschichtchromatographische Identifizierung der Salbengrundlagen	21

3.5	Isolierung von Arzneistoffen aus Hydrophiler Salbe, Lanolin, Vaseline, Wollwachs und Wollwachsalkoholsalbe	22
3.6	Flüssige Trägerstoffe.....	22
3.6.1	Vortrennung und Siedeintervalle.....	22
3.6.2	Identitätsreaktionen	23
4	Analysengang (Stas-Otto-Trennungsgang).....	25
4.1	Theorie	25
4.1.1	Prinzip	25
4.1.2	Salzbildungsvorgänge und Fraktionen des Stas-Otto-Trennungsganges.....	25
4.2	Stas-Otto-Trennungsgang, modifiziert nach H. Auterhoff und K. A. Kovar	28
4.3	Hinweise zur praktischen Durchführung	29
5	Gruppenreaktionen	30
5.1	Charakter der Stickstoffverbindungen	30
5.1.1	Nachweis aromatischer Nitroverbindungen	30
5.1.2	Nachweis primärer aliphatischer Amine (Folin-Reagenz).....	30
5.1.3	Nachweis primärer aromatischer Amine (Diazokupplungs-Reaktion)	30
5.1.4	Nachweis sekundärer Amine (Analoge Simon-Awe-Reaktion).....	31
5.1.5	Nachweis von Aminosäuren (Ninhydrin-Reaktion).....	31
5.1.6	Nachweis von Pyridinderivaten (Zincke-König-Spaltung)	31
5.2	Nachweis reduzierender Verbindungen	31
5.2.1	Fehling-Reaktion.....	31
5.2.2	Baeyer-Probe (auf olefinische Doppelbindungen)	31
5.3	Nachweis organischer Säuren.....	31
5.4	Nachweis von Estern (Hydroxamsäure-Reaktion)	32
5.5	Nachweis von Aldehyden (Schiff-Reaktion)	32
5.6	Nachweis von absplaltbarem Formaldehyd (Chromotropsäure-Reaktion)	32
5.7	Nachweis aktiver Methylengruppen (Zimmermann-Reaktion)	33
5.8	Iodoform-Reaktion.....	33
5.9	Eisen(III)-chlorid-Reaktion.....	33
5.10	Kupplungsreaktionen mit diazotierter Sulfanilsäure.....	33

6	Spezielle Reaktionen	48
6.1	Murexid-Reaktion	48
6.2	Zwicker-Reaktion	48
6.3	Vitali-Morin-Reaktion	48
6.4	Analoge Helch-Reaktion	49
6.5	Farbkomplexe mit Kupfersulfat-Lösung	49
6.6	Steroid-Nachweis (Liebermann-Burchard-Reaktion)	49
7	Dünnschichtchromatographie	59
7.1	Allgemeine Bedingungen	59
7.2	TAV-Schema	60
7.3	Korrigierte hR_f -Werte (= hR_{f0} -Werte)	60
7.4	Sprühreagenzien für die DC	61
7.5	Systematische Dünnschichtchromatographie	76
7.5.1	IA: Säuren, Phenole, Ureide	76
7.5.2	IB: Neutralstoffe	79
7.5.3	II: IBMK lösliche Arzneistoffe in weinsaurem Milieu	82
7.5.4	III: Basen	86
7.5.5	IV: Phenolbasen	90
7.5.6	V: Nichtausschüttelbare Substanzen	92
8	Angaben zur quantitativen Bestimmung	95
8.1	Allgemeine Hinweise	95
8.1.1	Methodenauswahl	95
8.1.2	Hinweise zur Durchführung	95
8.2	Vorschriften für die wasserfreie Titration	95
8.2.1	Vorbemerkung	95
8.2.2	Basentitration	96
8.2.3	Säuretitration	96
8.2.4	Bestimmung von Halogeniden stickstoffhaltiger Basen	97
8.3	UV-Spektroskopie	97
8.4	Quantitative DC-UV-Spektroskopie	97
8.4.1	Grundlagen	97
8.4.2	Vorgehensweise	98

9	Beschreibung der Arzneistoffe	101
10	IR-Spektren-Sammlung.....	285
11	Reagenzienverzeichnis	324
	Der Autor	327