

Inhaltsverzeichnis

1	Systematische Identifizierung eines Arzneistoffgemisches	13
2	Vorproben	17
2.1	Aussehen	17
2.2	Geruch	17
2.3	Löslichkeit in Lauge bzw. Säure und auffälliges Verhalten	18
2.3.1	Löslichkeit in 3 N-NaOH	18
2.3.2	Färbungen mit 3 N-NaOH	18
2.3.3	Löslichkeit in 3 N-H ₂ SO ₄	18
2.3.4	Färbungen mit konz. Schwefelsäure	18
2.3.5	Färbungen mit konz. Salpetersäure	19
2.3.6	Froehde-Reaktion	20
2.3.7	Mandelin-Reaktion	22
2.3.8	Marquis-Reaktion	23
2.4	Elementaranalytischer Nachweis von Stickstoff, Schwefel und Halogen	25
2.4.1	Ausführung nach Lassaigne	25
2.4.1.1	Allgemeine Vorschrift	25
2.4.1.2	Nachweis von Stickstoff	25
2.4.1.3	Nachweis von Schwefel	25
2.4.1.4	Nachweis von Halogen	25
2.4.2	Direkter Schwefelnachweis aus der Substanz	26
2.4.3	Direkter Halogennachweis aus der Substanz nach Beilstein	26
3	Trägerstoffe	27
3.1	Übersicht	27

3.2	Anorganische Trägerstoffe	27
3.2.1	Prüfung und Trennung	27
3.2.2	Identifizierung anorganischer Trägerstoffe	29
3.3	Organische Trägerstoffe	29
3.3.1	Trennung von organischen Trägerstoffen	29
3.3.2	Molisch-Reaktion auf Kohlenhydrate	30
3.3.3	Identifizierung von Kohlenhydraten	30
3.3.3.1	Dünnschichtchromatographische Untersuchung einiger Kohlenhydrate	30
3.3.3.2	Sonstige Nachweise	31
3.3.3.2.1	Übersicht	31
3.3.3.2.2	Fructose- und Saccharose-Nachweis (Seliwanoff-Probe)	31
3.3.3.2.3	Lactose-Nachweis (modifizierte Wöhlk-Probe)	32
3.3.3.2.4	Sorbitol-Nachweis	32
3.3.3.2.5	Stärke-Nachweis	32
3.4	Salbengrundlagen	32
3.4.1	Übersicht	32
3.4.2	Nachweise	32
3.4.2.1	Prüfung auf Hydrophile Salbe	32
3.4.2.2	Prüfung auf Lanolin, Wollwachs und Wollwachsalkoholsalbe (Liebermann-Burchard-Reaktion)	33
3.4.3	Dünnschichtchromatographische Identifizierung der Salbengrundlagen	33
3.5	Isolierung von Arzneistoffen aus Hydrophiler Salbe, Lanolin, Vaseline, Wollwachs und Wollwachsalkoholsalbe	34
3.6	Flüssige Trägerstoffe	35
3.6.1	Vortrennung und Siedeintervalle	35
3.6.2	Identitätsreaktionen	35
3.6.2.1	Dichlormethan	35
3.6.2.2	Aceton/IBMK	35
3.6.2.3	Methanol	36
3.6.2.4	Ethanol	36
3.6.2.5	Isopropanol	36
3.6.2.6	Wasser	36
4	Analysengang	37
4.1	Zur Theorie des Stas-Otto-Ganges	37
4.1.1	Prinzip	37

4.1.2	Salzbildungsvorgänge	37
4.1.3	Verteilungsvorgänge	40
4.2	Schema zum modifizierten Analysengang	41
4.3	Hinweise zur praktischen Durchführung des Analysengangs . . .	42
5	Verzeichnis der Arzneistoffe	43
5.1	Alphabetische Anordnung	43
5.2	Arzneistoffe der einzelnen Fraktionen, geordnet nach steigenden Schmelzpunkten	50
6	Gruppenreaktionen	57
6.1	Charakter der Stickstoffverbindungen	57
6.1.1	Nachweis aromatischer Nitroverbindungen	57
6.1.2	Nachweis primärer aliphatischer Amine (Folins Reagenz)	57
6.1.3	Nachweis primärer aromatischer Amine (Diazo-Kupplungsreaktion)	58
6.1.4	Nachweis sekundärer Amine (Analoge Simon-Awe-Reaktion) . . .	58
6.1.5	Nachweis von Aminosäuren (Ninhydrin-Reaktion)	58
6.1.6	Nachweis auf Pyridinderivate	58
6.2	Nachweise auf reduzierende Verbindungen	59
6.2.1	Fehling-Reaktion	59
6.2.2	Baeyersche Probe (auf olefinische Doppelbindungen)	59
6.3	Nachweis organischer Säuren	59
6.4	Nachweis von Estern (Hydroxamsäure-Reaktion)	59
6.5	Nachweis von Aldehyden (Schiff-Reaktion)	60
6.6	Nachweis von abspaltbarem Formaldehyd (Chromotropsäure-Reaktion)	60
6.7	Nachweis aktiver Methylengruppen (Zimmermann-Reaktion) .	61
6.8	Iodoform-Reaktion	61
6.9	Eisen(III)-chlorid-Reaktion	61
6.10	Kupplungsreaktion mit diazotierter Sulfanilsäure	62

7	Spezielle Reaktionen	65
7.1	Murexid-Reaktion	65
7.2	Zwikker-Reaktion	65
7.3	Vitali-Morin-Reaktion	66
7.4	Analoge Helch-Reaktion	66
7.5	Farbkomplex mit Kupfersulfat-Lösung im natronalkalischen Milieu	67
7.6	Steroid-Nachweis (Liebermann-Burchard-Reaktion)	67
8	Dünnschichtchromatographie	69
8.1	Allgemeine Bedingungen	69
8.2	TAV-Schema	70
8.3	Korrigierte R_F-Werte	71
8.4	Sprühreagenzien für die DC	72
8.5	Systematische Dünnschichtchromatographie	74
8.5.1	I: Etherauszug aus schwefelsaurem Milieu	74
8.5.1.1	IA: Säuren, Phenole, Ureide	74
8.5.1.2	IB: Neutralstoffe	79
8.5.2	II: Isobutylmethylketon-Auszug aus weinsaurem Milieu	82
8.5.3	III: Etherauszug aus natronalkalischem Milieu	92
8.5.4	IV: Isobutylmethylketon-Isopropanol-Auszug aus ammoniakalischem Milieu	99
8.5.5	V: Nichtausschüttelbare Substanzen	102
8.6	Detektion der Flecke nach dünn-schichtchromatographischer Entwicklung	108
8.6.1.1	Fraktion IA: Etherauszug aus saurem Milieu (Säuren, Phenole, Ureide)	108
8.6.1.2	Fraktion IB: Etherauszug aus saurem Milieu (Neutralstoffe)	109
8.6.2	Fraktion II: Isobutylmethylketon-Auszug aus weinsaurem Milieu	110
8.6.3	Fraktion III: Etherauszug aus natronalkalischem Milieu	112

8.6.4	Fraktion IV: Isobutylmethylketon-Isopropanol-Auszug aus ammoniakalischem Milieu	114
8.6.5	Fraktion V: Nichtausschüttelbare Substanzen	115
8.7	Detektion durch DC-UV-Kopplung	116
9	Angaben zur quantitativen Bestimmung	141
9.1	Allgemeine Hinweise	141
9.1.1	Methodenauswahl	141
9.1.2	Hinweise zur Durchführung	141
9.2	Vorschriften für die wasserfreie Titration	142
9.2.1	Vorbemerkungen	142
9.2.2	Basentitration	142
9.2.3	Säuretitration	142
9.2.4	Bestimmung von Halogeniden Stickstoffhaltiger Basen	143
9.3	UV-Spektroskopie	143
9.4	Quantitative DC-UV-Spektroskopie	143
9.4.1	Grundlagen	143
9.4.2	Vorgehensweise	144
9.4.2.1	Chromatogramm-Aufnahme	144
9.4.2.2	Erstellen einer Kalibriergerade mit Standardsubstanzen	146
10	Beschreibung der Arzneistoffe / Monographien	149
11	IR-Spektrensammlung	305
12	Verzeichnis der Reagenzien	345
13	Register	348