

# Untersuchung von Arznei- und Hilfsstoffen nach Vorschriften des Europäischen Arzneibuches

## Online Ergänzung 2 zu:

V. Wiskamp, M. Holfeld, W. Proske: Chemie und Gesundheit. –

Impressum:

W. Proske und V. Wiskamp

Fachhochschule Darmstadt, Fachbereich Chemie- und Biotechnologie, Hochschulstraße 2, D-64289 Darmstadt

---

## Inhalt

	Seite
<b>1 Einleitung</b> . . . . .	3
<b>2 Monografien</b> . . . . .	4
Acetylsalicylsäure . . . . .	4
Aluminiumkaliumsulfat . . . . .	5
Aluminiumsulfat . . . . .	6
Ammoniumbromid . . . . .	7
Ammoniumchlorid . . . . .	8
Ammoniumhydrogencarbonat . . . . .	9
Ascorbinsäure . . . . .	10
Benzoessäure . . . . .	11
Borsäure . . . . .	12
Calciumcarbonat . . . . .	13
Calciumchlorid . . . . .	14
Calciumhydroxid . . . . .	15
Calciumsulfat . . . . .	16
Citronensäure . . . . .	17
Eisen(II)-sulfat . . . . .	18
Eisen(III)-chlorid . . . . .	19
Kaliumbromid . . . . .	20
Kaliumcarbonat . . . . .	21
Kaliumchlorid . . . . .	22
Kaliumiodid . . . . .	23
Kaliumhydrogencarbonat . . . . .	24
Kaliumdihydrogenphosphat . . . . .	25
Kaliumpermanganat . . . . .	26
Kupfersulfat . . . . .	27
Magnesiumoxid . . . . .	28

Magnesiumsulfat	.	.	.	.	.	.	.	29
Mangansulfat	.	.	.	.	.	.	.	30
Natriumbromid	.	.	.	.	.	.	.	31
Natriumcarbonat	.	.	.	.	.	.	.	32
Natriumchlorid	.	.	.	.	.	.	.	33
Natriumhydrogencarbonat	.	.	.	.	.	.	.	34
Natriumiodid	.	.	.	.	.	.	.	35
Natriummonohydrogenphosphat	.	.	.	.	.	.	.	36
Natriumsulfit	.	.	.	.	.	.	.	37
Natriumtetraborat	.	.	.	.	.	.	.	38
Natriumthiosulfat	.	.	.	.	.	.	.	39
Salicylsäure	.	.	.	.	.	.	.	40
Wasserstoffperoxid	.	.	.	.	.	.	.	41
Weinsäure	.	.	.	.	.	.	.	42
Zinkacetat	.	.	.	.	.	.	.	43
Zinkoxid	.	.	.	.	.	.	.	44
Zinksulfat	.	.	.	.	.	.	.	45
<b>3</b>	<b>Erforderliche Reagenzien</b>	.	.	.	.	.	.	46
<b>4</b>	<b>Identitätsprüfungen und Komplexometrische Titrationsen</b>	.	.	.	.	.	.	54
4.1	Identitätsprüfungen	.	.	.	.	.	.	54
4.2	Komplexometrische Titrationsen	.	.	.	.	.	.	58
<b>5</b>	<b>Pharmazeutischer Einsatz der Arznei- bzw. Hilfsstoffe</b>	.	.	.	.	.	.	59

# 1 Einleitung

„Analytische Chemie“ und „Arzneimittelchemie“ sind Pflichtthemen des gymnasialen Oberstufenunterrichtes. Die beiden Themen lassen sich kombinieren, indem die Schüler nach (ggf. leicht abgewandelten) Vorschriften aus dem Europäischen Arzneibuch Identitätsprüfungen, qualitative Nachweisreaktionen und Quantitative Bestimmungen durchführen, und zwar von Arznei- bzw. Hilfsstoffen, die *gleichzeitig* gängige Schulchemikalien sind.

Im Kapitel 2 sind 42 *Monografien* aus dem Europäischen Arzneibuch (4. Ausgabe des Grundwerks 2002, Band II, Deutscher Apotheker Verlag, Stuttgart 2002) in alphabetischer Reihenfolge abgeschrieben bzw. etwas modifiziert und/oder gekürzt wiedergegeben. Danach können die Schüler arbeiten, selbstverständlich nur unter Berücksichtigung der schulüblichen Sicherheit- und Entsorgungsrichtlinien, die hier nicht explizit angeführt sind.

An einigen Stellen werden Vorschläge gemacht – kursiv gedruckt –, wie im Schullabor einfacher, schneller oder mit weniger gefährlichen Reagenzien analysiert werden kann.

Das Kapitel 2 informiert über die Herstellung der erforderlichen *Reagenzien* (alphabetische Reihenfolge).

Im Kapitel 3 stehen die Vorschriften zur Durchführung von *Identitätsprüfungen und Komplexometrischen Titrationsen* (alphabetische Reihenfolge) inkl. kurzer Erläuterungen der theoretischen Grundlagen.

Im Kapitel 4 werden wichtige *Anwendungsfelder* der im vorliegenden Werk zur Analyse vorgeschlagenen Arznei- und Hilfsstoffe aufgezeigt.

## 2 Monografien

### Acetylsalicylsäure Acidum acetylsalicylicum

$C_9H_8O_4$        $M = 180,2 \text{ g/mol}$

#### Definition

Acetylsalicylsäure enthält mindestens 99,5 und höchstens 101,0 Prozent 2-(Acetyloxy)-benzoesäure, berechnet auf die getrocknete Substanz.

#### Eigenschaften

Weißes, kristallines Pulver oder farblose Kristalle, schwer löslich in Wasser, leicht löslich in Ethanol, löslich in Ether.

Die Substanz schmilzt bei etwa 143 °C (Sofortschmelzpunkt).

#### Prüfung auf Identität

0,2 g Substanz werden 3 min lang mit 4 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R zum Sieden erhitzt. Wird nach dem Abkühlen mit 5 ml verdünnter Schwefelsäure R versetzt, entsteht ein kristalliner Niederschlag.

Etwa 20 mg des gewonnenen Niederschlages werden unter Erhitzen in 10 ml Wasser R gelöst. Nach dem Abkühlen gibt die Lösung die Identitätsreaktion auf Salicylat.

#### Gehaltsbestimmung

1,00 g Substanz werden in Ethanol gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden in einem 50-ml-Erlenmeyerkolben mit Gummistopfen pipettiert. Nach Zusatz von 1,00 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) wird der Kolben 1 h lang stehen gelassen. Nach Zusatz von 0,2 ml Phenolphthalein-Lösung R wird mit Salzsäure (0,1 mol/l) titriert. Ein Blindversuch wird durchgeführt.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 9,008 mg  $C_9H_8O_4$ .

#### **Ergänzungsvorschrift:**

#### **Bestimmung des Acetylsalicylsäuregehaltes in ASS-Tabletten**

*Eine Acetylsalicylsäure-haltige Tablette (Herstellerangabe: 500 mg Wirkstoff) wird in Wasser gelöst und die Lösung im Maßkolben mit Wasser zu 250 ml aufgefüllt. (ASS löst sich schwer im Wasser, deshalb den Kolben vor dem endgültigen Auffüllen mindestens 1 h stehen lassen.)*

*In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 5 ml Probelösung, 5 ml Wasser und 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung vorgelegt. Mit 0,1 mol/l Natronlauge wird aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ bis zur Rosafärbung titriert.*

## Aluminiumkaliumsulfat

### Alumen

$\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \times 12 \text{H}_2\text{O}$        $M = 474,4 \text{ g/mol}$

### Definition

Aluminiumkaliumsulfat enthält mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \times 12 \text{H}_2\text{O}$ .

### Eigenschaften

Farblose, durchscheinende, kristalline Masse oder körniges Pulver, leicht löslich in Wasser, sehr leicht löslich in siedendem Wasser, löslich in Glycerol, praktisch unlöslich in Ethanol.

### Prüfung auf Identität

**Prüflösung:** 2,5 g Substanz werden in Wasser R zu 50 ml gelöst.

A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Sulfat.

B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Aluminium.

C. 10 ml Prüflösung werden mit 0,5 g Natriumhydrogencarbonat R geschüttelt; anschließend wird filtriert. Das Filtrat gibt die Identitätsreaktion auf Kalium.

### Gehaltsbestimmung

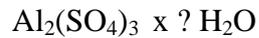
0,900 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

2,00 ml Probelösung werden eingesetzt. Das Aluminium wird nach „Komplexometrische Titrationsen“ bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 47,44 mg  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \times 12 \text{H}_2\text{O}$ .

## **Aluminiumsulfat**

### **Aluminii sulfas**



#### **Definition**

Aluminiumsulfat enthält mindestens 51,0 und höchstens 59,0 Prozent  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  ( $M = 342,1 \text{ g/mol}$ ) und eine wechselnde Menge Kristallwasser.

#### **Eigenschaften**

Farblose, glänzende Kristalle oder kristalline Masse oder körniges Pulver, löslich in kaltem Wasser, leicht löslich in heißem Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 2,5 g Substanz werden in Wasser R zu 50 ml gelöst.

- A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Sulfat.
- B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Aluminium.

#### **Gehaltsbestimmung**

0,500 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

1,00 ml Probelösung werden eingesetzt. Das Aluminium wird nach „Komplexometrische Titrationsen“ bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 17,11 mg  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ .

## **Ammoniumbromid**

### **Ammonii bromidum**

$\text{NH}_4\text{Br}$        $M = 97,9 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Ammoniumbromid enthält mindestens 98,5 und höchstens 100,5 Prozent  $\text{NH}_4\text{Br}$ .

#### **Eigenschaften**

Weißes bis fast weißes, kristallines Pulver oder farblose Kristalle, hygroskopisch, leicht löslich in Wasser, wenig löslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Bromid.

B. 10 ml Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Ammonium.

#### **Gehaltsbestimmung**

1,500 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser R, 0,5 ml verdünnter Salpetersäure R, 1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) und 2 ml 2-Propanol geschüttelt und filtriert. Das Filtrat wird mit Ammoniumthiocyanat-Lösung (0,1 mol/l) unter Zusatz von 0,2 ml Ammoniumeisen(III)-sulfat-Lösung R2 titriert. In der Nähe des Umschlagpunktes wird kräftig geschüttelt.

1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 9,794 mg  $\text{NH}_4\text{Br}$ .

#### **Lagerung**

Vor Licht geschützt.

## **Ammoniumchlorid**

### **Ammonii chloridum**

$\text{NH}_4\text{Cl}$        $M = 53,49 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Ammoniumchlorid enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , berechnet auf die getrocknete Substanz.

#### **Eigenschaften**

Weißes, kristallines Pulver oder farblose Kristalle, leicht löslich in Wasser.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Chlorid.

B. 10 ml Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Ammonium.

#### **Gehaltsbestimmung**

1,00 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt. Nach Zusatz von 0,2 ml Fluorescein-Lösung wird mit Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 5,349 mg  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .

#### **Lagerung**

Vor Licht geschützt.

## **Ammoniumhydrogencarbonat** **Ammonii hydrogenocarbonas**

$\text{NH}_4\text{HCO}_3$      $M = 79,1 \text{ g/mol}$

### **Definition**

Ammoniumhydrogencarbonat enthält mindestens 98,0 und höchstens 101,0 Prozent  $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ .

### **Eigenschaften**

Feines, weißes, kristallines Pulver oder weiße Kristalle, schwach hygroskopisch, leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

Die Substanz verflüchtigt sich rasch bei 60 °C. Die Verflüchtigung beginnt langsam bei Raumtemperatur, wenn die Substanz leicht feucht ist. Die Substanz befindet sich in einem Gleichgewichtszustand mit Ammoniumcarbamat.

### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 14 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Carbonat und Hydrogencarbonat.

B. 50 mg Substanz werden in 2 ml Wasser R gelöst. Die Lösung gibt die Identitätsreaktion auf Ammonium.

### **Gehaltsbestimmung**

1,00 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser und 1,00 ml Schwefelsäure (0,5 mol/l) versetzt, zum Sieden erhitzt und abgekühlt. Der Säureüberschuss wird mit Natriumhydroxid-Lösung (0,5 mol/l) unter Zusatz von 0,1 ml Methylrot-Lösung R titriert.

1 ml Schwefelsäure (0,5 mol/l) entspricht 79,1 mg  $\text{NH}_4\text{HCO}_3$ .

### **Lagerung**

Dicht verschlossen.

## Ascorbinsäure Acidum ascorbicum

$C_6H_8O_6$        $M = 176,1 \text{ g/mol}$

### Definition

Ascorbinsäure enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent (5R)-5-[(1S)-1,2-Dihydroxyethyl]-3,4-dihydroxyfuran-2-(5H)-on-dicarbonsäure, berechnet auf die getrocknete Substanz.

### Eigenschaften

Farblose Kristalle oder weißes bis fast weißes Pulver verfärbt sich an der Luft und bei Feuchtigkeit; leicht löslich in Wasser, löslich in Ethanol, praktisch unlöslich in Ether.

### Prüfung auf Identität

**Prüflösung:** 1 g Substanz werden in destilliertem Wasser zu 20 ml gelöst.

Die Prüflösung ist stark sauer, der pH-Wert liegt zwischen 2,1 und 2,6.

Wird 1 ml Prüflösung mit 0,2 ml verdünnter Salpetersäure R und 0,2 ml Silbernitrat-Lösung R2 versetzt, bildet sich ein grauer Niederschlag.

### Gehaltsbestimmung

0,150 g Substanz werden in Wasser unter Zusatz von 10 ml verdünnter Schwefelsäure R gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt. 5,00 ml Probelösung wird unter Zusatz von 1 ml Stärke-Lösung R mit Iod-Lösung (0,05 mol/l) bis zur bleibenden Blauviolettfröbung titriert.

1 ml Iod-Lösung (0,05 mol/l) entspricht 8,81 mg  $C_6H_8O_6$ .

### Alternativvorschrift:

5,00 ml Probelösung werden unter Zusatz von 1 ml Stärke-Lösung R, 0,1 g Kaliumiodid und 1 ml Salzsäure (3 mol/l) mit Kaliumiodat-Lösung (0,0167 mol/l) bis zur bleibenden Blauviolettfröbung titriert.

1 ml Kaliumiodat-Lösung (0,0167 mol/l) entspricht 8,81 mg  $C_6H_8O_6$ .

### Ergänzungsvorschrift:

#### Ascorbinsäuregehaltbestimmung in Brausetabletten

Eine Vitamin C-Brausetablette (Herstellerangabe: 180 mg Ascorbinsäure) wird in Wasser gelöst und die Lösung (nach Abklingen der Gasentwicklung) im Maßkolben zu 250 ml aufgefüllt.

In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 2 ml dieser Probelösung, 10 ml Wasser, 3 Tropfen Zinkiodidstärke-Lösung, 10 Tropfen 25%ige Schwefelsäure und 10 Tropfen Kaliumiodid-Lösung, falls mit Kaliumiodat-Lösung titriert wird, vorgelegt. Mit 0,05 mol/l Iodid-Iodat-Lösung oder mit 0,0167 mol/l Kaliumiodat-Lösung wird aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ bis zur Blaufärbung titriert.

1 ml 0,05 mol/l Iodid-Iodat oder 0,0167 mol/l  $KIO_3$  entsprechen 8,806 mg Ascorbinsäure.

**Benzoessäure**  
**Acidum benzoicum**

$C_7H_6O_2$        $M = 122,1 \text{ g/mol}$

**Definition**

Benzoessäure enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent Benzolcarbonsäure.

**Eigenschaften**

Weißes, kristallines Pulver oder farblose Kristalle, schwer löslich in Wasser, löslich in siedenden Wasser, leicht löslich in Ethanol, Ether und fetten Ölen.

**Prüfung auf Identität**

A. Schmelztemperatur: 121 bis 124 °C

B. Prüflösung: 5 g Substanz werden in Ethanol 96 % R zu 100 ml gelöst. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Benzoat.

**Gehaltsbestimmung**

0,200g Substanz werden in Ethanol gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung werden unter Zusatz von 0,1 ml Phenolrot-Lösung R mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) bis zum Farbumschlag von gelb nach violettrot titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 12,21 mg  $C_7H_6O_2$ .

## **Borsäure**

### **Acidum boricum**

$\text{H}_3\text{BO}_3$        $M = 61,81 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Borsäure enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent  $\text{H}_3\text{BO}_3$ .

#### **Eigenschaften**

Farblose, glänzende, sich fettig anfühlende Schuppen, weiße Kristalle oder weißes, kristallines Pulver, löslich in Wasser, leicht löslich in siedenden Wasser und Glycerol 85 %, löslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

A. 0,1 g Substanz werden unter leichten Erwärmen in 5 ml Methanol R gelöst. Nach Zusatz von 0,1 ml Schwefelsäure R brennt die angezündete Lösung mit grünesäumter Flamme.

B. Prüflösung: 3,3 g Substanz werden in 80 ml siedenden Wasser gelöst. Nach dem Abkühlen wird mit Wasser zu 100 ml verdünnt. Die Prüflösung ist sauer.

#### **Gehaltsbestimmung**

1,000 g Substanz wird unter Erwärmen in einer Lösung von 15 g Mannitol (oder Glucose oder Glycerol 85 %) in 80 ml Wasser gelöst und mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt. 5,00 ml Probelösung wird unter Zusatz von 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung R mit Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) entspricht 61,8 mg  $\text{H}_3\text{BO}_3$ .

## Calciumcarbonat Calcii carbonas

$\text{CaCO}_3$        $M = 100,1 \text{ g/mol}$

### Definition

Calciumcarbonat enthält mindestens 98,5 und höchstens 100,5 Prozent  $\text{CaCO}_3$ , berechnet auf die getrocknete Substanz.

### Eigenschaften

Weißes Pulver, praktisch unlöslich in Wasser.

### Prüfung auf Identität

**Prüflösung:** 5 g Substanz werden in 80 ml verdünnter Essigsäure R gelöst. Nach Abklingen der Gasentwicklung wird die Lösung 2 min lang zum Sieden erhitzt. Nach dem Erkalten wird sie mit verdünnter Essigsäure R zu 100 ml verdünnt.

A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Carbonat.

B. 0,2 ml Prüflösung geben die Identitätsreaktion auf Calcium.

### Gehaltsbestimmung

0,1500 g Substanz werden in einer Mischung von 3 ml verdünnter Salzsäure R und 20 ml Wasser R gelöst. Die Lösung wird 2 min lang zum Sieden erhitzt und nach dem Abkühlen mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

In 5,00 ml Probelösung wird das Calcium nach „Komplexometrische Titrationen“ bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 10,01 mg  $\text{CaCO}_3$ .

### **Ergänzungsvorschrift:**

#### **Calciumgehalt in Brausetabletten**

*1 Brausetablette (Herstellerangabe: 400 mg Ca) wird in Wasser gelöst und nach Abklingen der Gasentwicklung die Lösung im Maßkolben zu 250 ml aufgefüllt.*

*In einen 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 2 ml Probelösung, 10 ml Wasser, 10 Tropfen 1 mol/l Natronlauge und eine Mikrospatelspitze Calconcarbonsäure-Verreibung vorgelegt.*

*Die entstehende rotviolette Lösung wird aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung bis zum Farbumschlag nach rein tintenblau titriert.*

*1 ml 0,1 mol/l EDTA-Lösung entspricht 4,008 mg Ca.*

## Calciumchlorid Calcii chloridum

## Calciumchlorid-Hexahydrat Calcii chloridum hexahydricum

$\text{CaCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$        $M = 147,0 \text{ g/mol}$

$\text{CaCl}_2 \times 6 \text{H}_2\text{O}$        $M = 219,1 \text{ g/mol}$

### Definition

Calciumchlorid enthält mindestens 97,0 und höchstens 103,0 Prozent  $\text{CaCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ .

Calciumchlorid-Hexahydrat enthält mindestens 97,0 und höchstens 103,0 Prozent  $\text{CaCl}_2 \times 6 \text{H}_2\text{O}$ .

### Eigenschaften

#### Calciumchlorid Calcii chloridum

Weißes, kristallines, hygroskopisches Pulver, leicht löslich in Wasser, löslich in Ethanol.

#### Calciumchlorid-Hexahydrat Calcii chloridum hexahydricum

Weißes, kristalline Masse oder farblose Kristalle, sehr leicht löslich in Wasser, leicht löslich in Ethanol.

Die Substanz erstarrt bei etwa 29 °C.

### Prüfung auf Identität

**Prüflösung:** 10 g Calciumchlorid bzw. 15 g Calciumchlorid-Hexahydrat werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Chlorid.

B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Calcium.

### Gehaltsbestimmung

0,2800 g Calciumchlorid bzw. 0,200 g Calciumchlorid-Hexahydrat werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

2,00 ml Probelösung bei Calciumchlorid bzw. 5,00 ml bei Calciumchlorid-Hexahydrat werden eingesetzt. Das Calcium wird nach „Komplexometrische Titrationsen bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 14,70 mg  $\text{CaCl}_2 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ .

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 21,91 mg  $\text{CaCl}_2 \times 6 \text{H}_2\text{O}$ .

## Calciumhydroxid Calcii hydroxidum

$\text{Ca(OH)}_2$        $M = 74,1 \text{ g/mol}$

### Definition

Calciumhydroxid enthält mindestens 95,0 bis 100,5 Prozent  $\text{Ca(OH)}_2$ .

### Eigenschaften

Feines, weißes Pulver; praktisch unlöslich in Wasser.

### Prüfung auf Identität

A. 0,8 g Substanz werden in einer Reibschale mit 10 ml Wasser R und 0,5 ml Phenolphthalein-Lösung R gemischt. Die Suspension färbt sich rot. Nach Zusatz von 17,5 ml Salzsäure (1 mol/l) entfärbt sich die Lösung ohne zu schäumen. Die rote Färbung tritt wieder auf, wenn die Mischung 1 min lang verrieben wird. Nach Zusatz von weiteren 6 ml Salzsäure (1 mol/l) und Verreiben entfärbt sich die Lösung.

B. Etwa 0,1 g Substanz werden in verdünnter Salzsäure R gelöst. Die Lösung wird mit Wasser zu 10 ml verdünnt. 5 ml dieser Lösung gibt die Identitätsreaktion auf Calcium.

### Gehaltsbestimmung

1,500 g Substanz werden in einer Reibschale mit 20 bis 30 ml Wasser R und 0,5 ml Phenolphthalein-Lösung R versetzt. Mit Salzsäure (1 mol/l) wird unter Verreiben mit einem Pistill titriert, bis die rote Farbe verschwindet.

1 ml Salzsäure (1 mol/l) entspricht 37,5 mg  $\text{Ca(OH)}_2$ .

Carbonat: höchstens 5,0 Prozent  $\text{CaCO}_3$ .

Die titrierte Lösung wird mit 5,0 ml Salzsäure (1 mol/l) versetzt. Der Säureüberschuss wird mit Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) unter Zusatz von 0,5 ml Methylorange-Lösung R titriert.

1 ml Salzsäure (1 mol/l) entspricht 50,05 mg  $\text{CaCO}_3$ .

## **Calciumsulfat-Dihydrat**

### **Calcii sulfas dihydricus**

$\text{CaSO}_4 \times 2 \text{H}_2\text{O}$        $M = 172,2 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Calciumsulfat-Dihydrat enthält mindestens 98,0 und höchstens 102,0 Prozent  $\text{CaSO}_4 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ .

#### **Eigenschaften**

Weißes, feines Pulver, sehr schwer löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 1 g Substanz wird unter 5 min langem Erwärmen bei 50 °C in 50 ml einer 10prozentigen Lösung (V/V) von Salzsäure R gelöst. Die Lösung wird erkalten gelassen.

- A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Sulfat.
- B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Calcium.

#### **Gehaltsbestimmung**

0,15 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung werden eingesetzt. Das Calcium wird nach „Komplexometrische Titrationsen“ bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 17,22 mg  $\text{CaSO}_4 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ .

## **Citronensäure-Monohydrat** **Acidum citricum monohydricum**

$C_6H_8O_7 \times H_2O$        $M = 210,1 \text{ g/mol}$

### **Definition**

Citronensäure-Monohydrat enthält mindestens 99,5 und höchstens 101,0 Prozent 2-Hydroxypropan-1,2,3-tricarbonsäure.

### **Eigenschaften**

Weißes, kristallines Pulver farblose, körnige Kristalle, verwitternd, sehr leicht löslich in Wasser, leicht löslich in Ethanol, wenig löslich in Ether.

### **Prüfung auf Identität**

A. 0,5 g Substanz werden in 5 ml Wasser R gelöst. Die Lösung wird mit etwa 7 ml Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) neutralisiert und mit 10 ml Calciumchlorid-Lösung R versetzt. Beim Erhitzen zum Sieden bildet sich ein weißer Niederschlag.

B. Prüflösung: 1 g Substanz wird in 10 ml Wasser R gelöst. Sie reagiert stark sauer.

### **Gehaltsbestimmung**

0,550 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

1,00 ml Probelösung wird unter Zusatz von 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung R mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 6,403 mg  $C_6H_8O_7$ .

### **Lagerung**

Dicht verschlossen.

## **Eisen(II)-sulfat** **Ferrosi sulfas**

$\text{FeSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$        $M = 278,0 \text{ g/mol}$

### **Definition**

Eisen(II)-sulfat enthält mindestens 98,0 und höchstens 105,0 Prozent  $\text{FeSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$ .

### **Eigenschaften**

Kristallines, hellgrünes Pulver oder bläulichgrüne Kristalle, an der Luft verwitternd, leicht löslich in Wasser, sehr leicht löslich in siedendem Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

### **Prüfung auf Identität**

- A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Sulfat.
- B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Eisen.

### **Gehaltsbestimmung**

2,5 g Natriumhydrogencarbonat werden in einer Mischung aus 75 ml Wasser und 10 ml Schwefelsäure R gelöst. Nach Beendigung der Gasentwicklung werden 0,5 g Substanz zugesetzt, unter vorsichtigem Schütteln gelöst und mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung werden mit 10 ml Wasser versetzt. Nach Zusatz von 0,1 ml Ferroin-Lösung R wird mit Ammoniumcer(IV)-nitrat-Lösung (0,1 mol/l) bis zum Verschwinden der Rotfärbung titriert.

1 ml Ammoniumcer(IV)-sulfat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 27,8 mg  $\text{FeSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$ .

### **Ergänzungsvorschrift:**

#### **Gehaltsbestimmung von Eisen(II)-sulfat**

*Eisen(II)-sulfat oxidiert bei längerer Lagerung. Reines Eisen(II)-sulfat ist hellgrün, Eisen(III)-sulfat gelblich bis braun. Durch manganometrische Titration kann man den Gehalt an zweiwertigen Eisen ermitteln. Es empfiehlt sich, wenn vorhanden, altes und neues Eisensulfat zu untersuchen und die Ergebnisse zu vergleichen.*

*In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 0,5 ml 0,1 mol/l Eisen(II)-sulfat-Lösung, 10 ml Wasser und 10 Tropfen 25%ige Schwefelsäure vorgelegt. Mit 0,02 mol/l Kaliumpermanganat-Lösung wird aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ bis zur bleibenden Rosafärbung titriert.*

*1 ml 0,02 mol/l  $\text{KMnO}_4$  entspricht 27,8 mg  $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ .*

**Eisen(III)-chlorid-Hexahydrat**  
**Ferri chloridum hexahydricum**

$\text{FeCl}_3 \times 6 \text{H}_2\text{O}$        $M = 270,3 \text{ g/mol}$

**Definition**

Eisen(III)-chlorid-Hexahydrat enthält mindestens 98,0 und höchstens 102,0 Prozent  $\text{FeCl}_3 \times 6 \text{H}_2\text{O}$ .

**Eigenschaften**

Kristalline Masse oder Kristalle, orangegelb bis bräunlichgelb, sehr hygroskopisch, sehr leicht löslich in Wasser und Ethanol, leicht löslich in Glycerol.

**Prüfung auf Identität**

- A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Chlorid.
- B. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Eisen.

**Gehaltsbestimmung**

0,200 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung wird mit 1 ml verdünnter Salzsäure R und 10 ml Wasser R in einem Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen versetzt. Nach Zusatz von 0,2 g Kaliumiodid wird der verschlossene Kolben 1 h lang unter Lichtschutz stehen gelassen. Die Titration erfolgt mit Natriumthiosulfat-Lösung unter Verwendung von 0,5 ml Stärkelösung R, die gegen Ende der Titration zugesetzt werden.

1 ml Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 27,03 mg  $\text{FeCl}_3 \times 6 \text{H}_2\text{O}$ .

## **Kaliumbromid**

### **Kalii bromidum**

KBr            M = 119,0 g/mol

#### **Definition**

Kaliumbromid enthält mindestens 98,0 und höchstens 100,5 Prozent KBr.

#### **Eigenschaften**

Farblose Kristalle oder weißes, kristallines Pulver, leicht löslich in Wasser und Glycerol, schwer löslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

- A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Bromid.
- B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Kalium.

#### **Gehaltsbestimmung**

2,00 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser R, 0,5 ml verdünnter Salpetersäure R, 1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) und 2 ml 2-Propanol geschüttelt und filtriert. Das Filtrat wird mit Ammoniumthiocyanat-Lösung (0,1 mol/l) unter Zusatz von 0,2 ml Ammoniumeisen(III)-sulfat-Lösung R2 titriert. In der Nähe des Umschlagpunktes wird kräftig geschüttelt.

1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 11,9 mg KBr.

**Kaliumcarbonat****Kalii carbonas**

$K_2CO_3$        $M = 138,2 \text{ g/mol}$

**Definition**

Kaliumcarbonat enthält mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent  $K_2CO_3$ , berechnet auf die getrocknete Substanz.

**Eigenschaften**

Weißes, körniges, hygroskopisches Pulver, leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

**Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 1 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst. Die Lösung reagiert stark alkalisch.

A. 2 ml Prüflösung geben die Identitätsreaktion auf Carbonat und Hydrogencarbonat.

B. 1 ml Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Kalium.

**Gehaltsbestimmung**

0,5 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

1,00 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt und mit Salzsäure (0,1 mol/l) unter Zusatz von 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung R titriert.

1 ml Salzsäure (0,1 mol/l) entspricht 6,91 mg  $K_2CO_3$ .

**Lagerung**

Dicht verschlossen.

## **Kaliumchlorid**

### **Kalii chloridum**

KCl            M = 74,6 g/mol

#### **Definition**

Kaliumchlorid enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent KCl, berechnet auf die getrocknete Substanz.

#### **Eigenschaften**

Farblose Kristalle oder weißes, kristallines Pulver, leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in wasserfreiem Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

- A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Chlorid.
- B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Kalium.

#### **Gehaltsbestimmung**

1,30 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt. Nach Zusatz von 0,2 ml Fluorescein-Lösung wird mit Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 7,46 mg KCl.

## **Kaliumiodid** **Kalii iodidum**

KI                    M = 166,0 g/mol

### **Definition**

Kaliumiodid enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent KI, berechnet auf die getrocknete Substanz.

### **Eigenschaften**

Farblose Kristalle oder weißes Pulver, sehr leicht löslich in Wasser, leicht löslich in Glycerol, löslich in Ethanol.

### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

- A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Iodid.
- B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Kalium.

### **Gehaltsbestimmung**

1,50 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

1,00 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt. Nach Zusatz von 0,2 ml Eosin-Lösung wird mit Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 16,6 mg KI.

## **Kaliumhydrogencarbonat**

### **Kalii hydrogencarbonas**

$\text{KHCO}_3$        $M = 100,1 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Kaliumhydrogencarbonat enthält mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent  $\text{KHCO}_3$ .

#### **Eigenschaften**

Weißes, kristallines Pulver oder farblose Kristalle, leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

Durch Erhitzen wandelt sich die Substanz in gelöster oder fester Form allmählich in Kaliumcarbonat um.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 5 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

- A. Werden 5 ml Prüflösung mit 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung R versetzt, entsteht eine schwache Rosafärbung. Beim Erhitzen entweicht ein Gas und die Lösung färbt sich rot.
- B. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Carbonat und Hydrogencarbonat.
- C. 1 ml Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Kalium.

#### **Gehaltsbestimmung**

0,8 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

1,00 ml Probelösung wird mit 5 ml Wasser versetzt, nach Zusatz von 0,1 ml Methylorange-Lösung R mit Salzsäure (0,1 mol/l) bis zum beginnenden Farbumschlag von Gelb nach Gelbrosa titriert. Nach sorgfältigen Erhitzen zum Sieden während mindestens 2 min wird die Lösung gelb. Nach dem Abkühlen wird bis zum Farbumschlag nach Gelbrot titriert.

1 ml Salzsäure (0,1 mol/l) entspricht 10,01 mg  $\text{KHCO}_3$ .

## **Kaliumdihydrogenphosphat**

### **Kalii dihydrogenphosphas**

$\text{KH}_2\text{PO}_4$        $M = 136,1 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Kaliumdihydrogenphosphat enthält mindestens 98,0 und höchstens 100,5 Prozent  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , berechnet auf die getrocknete Substanz.

#### **Eigenschaften**

Weißes, kristallines Pulver oder farblose Kristalle, leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 1 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst. Die Lösung reagiert schwach sauer.

- A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Phosphat.
- B. 0,5 ml Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Kalium.

#### **Gehaltsbestimmung**

1,00 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

1,00 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt, und mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) unter Zusatz von 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung R titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 13,61 mg  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ .

#### **Lagerung**

Dicht verschlossen.

## **Kaliumpermanganat**

### **Kalii permanganas**

$\text{KMnO}_4$        $M = 158,0 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Kaliumpermanganat enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent  $\text{KMnO}_4$ .

#### **Eigenschaften**

Dunkelviolette bis bräunlichschwarzes, körniges Pulver oder dunkelviolette bis fast schwarze, metallisch glänzende Kristalle, löslich in kaltem Wasser, leicht löslich in siedenden Wasser.

#### **Prüfung auf Identität**

A. Etwa 50 mg Substanz werden in 5 ml Wasser R gelöst. Nach Zusatz von 1 ml Ethanol 96 % R und 0,3 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R entsteht eine grüne Färbung. Wird die Lösung zum Sieden erhitzt, bildet sich ein dunkelbrauner Niederschlag.

B. Die unter „Prüfung der Identität A“ erhaltene Mischung wird filtriert. Das Filtrat gibt die Identitätsreaktion auf Kalium.

#### **Gehaltsbestimmung**

0,300 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung wird mit 10 ml Wasser R in einem Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen versetzt. Nach Zusatz von 1 ml verdünnter Salzsäure R und 0,2 g Kaliumiodid wird der verschlossene Kolben 1 h lang unter Lichtschutz stehen gelassen. Das ausgeschiedene Iod wird in Gegenwart von 1 ml Stärke-Lösung R mit Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 3,160 mg  $\text{KMnO}_4$ .

## **Kupfersulfat-Pentahydrat** **Cupri sulfas pentahydricus**

$\text{CuSO}_4 \times 5 \text{H}_2\text{O}$        $M = 249,7 \text{ g/mol}$

### **Definition**

Kupfer(II)-sulfat-Pentahydrat enthält mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent  $\text{CuSO}_4 \times 5 \text{H}_2\text{O}$ .

### **Eigenschaften**

Blaues, kristallines Pulver oder durchscheinende blaue Kristalle, leicht löslich in Wasser, löslich in Methanol, praktisch unlöslich in Ethanol.

### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 5 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

A. Wird 1 ml Prüflösung mit einigen Tropfen verdünnter Ammoniak-Lösung R2 versetzt, entsteht ein blauer Niederschlag, der sich auf weiteren Zusatz von verdünnter Ammoniak-Lösung R2 mit dunkelblauer Farbe löst.

B. 1 ml Prüflösung mit Wasser R zu 5 ml verdünnt gibt die Identitätsreaktion auf Sulfat.

### **Gehaltsbestimmung**

0,200 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung wird mit 0,2 ml Schwefelsäure R und 10 ml Wasser R in einem Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen versetzt. Nach Zusatz von 0,3 g Kaliumiodid wird der verschlossene Kolben 1 h lang unter Lichtschutz stehen gelassen. Die Titration erfolgt mit Natriumthiosulfat-Lösung unter Verwendung von 0,5 ml Stärkelösung R, die gegen Ende der Titration zugesetzt werden.

1 ml Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 24,97 mg  $\text{CuSO}_4 \times 5 \text{H}_2\text{O}$ .

## **Magnesiumoxid** **Magnesii oxidum**

MgO            M = 40,30 g/mol

### **Definition**

*Gehalt:* 98,0 bis 100,5 Prozent MgO (geglühte Substanz).

### **Eigenschaften**

*Aussehen:* feines, weißes Pulver.

*Löslichkeit:* praktisch unlöslich in Wasser. Die Substanz löst sich in verdünnten Säuren unter höchstens schwacher Gasentwicklung.

### **Prüfung auf Identität**

A. 15 g Substanz nehmen ein Schüttvolumen von etwa 30 ml ein.

B. Etwa 15 mg Substanz werden in 2 ml verdünnter Salpetersäure R gelöst. Die mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R neutralisierte Lösung gibt die Identitätsreaktion auf Magnesium.

### **Gehaltsbestimmung**

0,3200 g Substanz werden in 20 ml verdünnter Salzsäure R gelöst und mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

In 1,00 ml Probelösung wird das Calcium nach „Komplexometrische Titrations“ bestimmt. 1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 4,030 mg MgO.

### ***Ergänzungsvorschrift:***

#### ***Magnesiumbestimmung in Brausetabletten***

*Eine Brausetablette (Herstellerangabe: 150 mg Mg) wird in Wasser gelöst. Nach Abklingen der Gasentwicklung wird die Lösung im Maßkolben zu 250 ml aufgefüllt.*

*In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 2 ml Probelösung, 10 ml Wasser, 10 Tropfen 5%ige Ammoniak-Lösung und eine Spatelspitze Indikatorpuffer-Verreibung vorgelegt. Die entstehende rote Lösung wird mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung bis zum Farbumschlag nach grün titriert. 1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 2,413 mg Mg.*

## **Magnesiumsulfat-Heptahydrat**

### **Magnesii sulfas heptahydricus**

$\text{MgSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$        $M = 246,5 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Magnesiumsulfat-Heptahydrat enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent  $\text{MgSO}_4$ , berechnet auf die getrocknete Substanz.

#### **Eigenschaften**

Weißes, kristallines Pulver oder glänzend, farblose Kristalle, leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

- A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Sulfat.
- B. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Magnesium.

#### **Gehaltsbestimmung**

0,45 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung werden eingesetzt. Das Magnesium wird nach „Komplexometrische Titrationen“ bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 12,04 mg  $\text{MgSO}_4$ .

## **Mangansulfat-Monohydrat**

### **Mangani sulfas monohydricum**

$\text{MnSO}_4 \times \text{H}_2\text{O}$        $M = 169,0 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Mangansulfat-Monohydrat enthält mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent  $\text{MnSO}_4$ , berechnet auf die getrocknete Substanz.

#### **Eigenschaften**

Blassrosafarbenes, kristallines, schwach hygroskopisches Pulver; leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10,0g Substanz werden mit Wasser R zu 100 ml gelöst.

A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Sulfat.

B. 50 mg Substanz werden in 5 ml Wasser R gelöst. Nach Zusatz von 0,5 ml Ammoniumsulfid-Lösung R entsteht ein blassrosafarbener Niederschlag, der sich bei Zusatz von 1 ml wasserfreier Essigsäure R wieder löst.

#### **Gehaltsbestimmung**

0,15 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung wird mit 10 ml Wasser R, 10 mg Ascorbinsäure R, 2 ml Ammoniumchlorid-Pufferlösung pH 10 und 0,1 ml einer Lösung von Eriochromschwarz T R (2 g/l) in Triethanolamin R versetzt. Die Titration erfolgt mit EDTA-Lösung (0,1 mol/l) bis zum Farbumschlag von Violett nach Reinblau.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 15,10 mg  $\text{MnSO}_4$ .

## **Natriumbromid** **Natrii bromidum**

NaBr            M = 102,9 g/mol

### **Definition**

Natriumbromid enthält mindestens 98,0 und höchstens 100,5 Prozent NaBr, berechnet auf die getrocknete Substanz.

### **Eigenschaften**

Weißes, körniges Pulver oder kleine farblose durchsichtige oder durchscheinende Kristalle, schwach hygroskopisch, leicht löslich in Wasser, löslich in Ethanol.

### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

- A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Bromid.
- B. Die Prüflösung geben die Identitätsreaktion auf Natrium.

### **Gehaltsbestimmung**

2,00 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser R, 0,5 ml verdünnter Salpetersäure R, 1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) und 2 ml 2-Propanol geschüttelt und filtriert. Das Filtrat wird mit Ammoniumthiocyanat-Lösung (0,1 mol/l) unter Zusatz von 0,2 ml Ammoniumeisen(III)-sulfat-Lösung R2 titriert. In der Nähe des Umschlagspunktes wird kräftig geschüttelt.

1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 10,29 mg NaBr.

## **Natriumcarbonat-Decahydrat** **Natrii carbonas decahydricus**

$\text{Na}_2\text{CO}_3 \times 10 \text{ H}_2\text{O}$

$M = 286,1 \text{ g/mol}$

### **Definition**

Natriumcarbonat-Decahydrat enthält mindestens 36,7 und höchstens 40,0 Prozent  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

### **Eigenschaften**

Farblose, durchsichtige Kristalle oder weißes, kristallines, Pulver, an der Luft verwitternd; leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 1 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst. Die Lösung reagiert stark alkalisch.

- A. 2 ml Prüflösung geben die Identitätsreaktion auf Carbonat und Hydrogencarbonat.
- B. 1 ml Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Natrium.

### **Gehaltsbestimmung**

2,00 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung wird nach Zusatz von 10 ml Wasser und 0,1 ml Methylorange-Lösung R mit Salzsäure (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Salzsäure (0,1 mol/l) entspricht 5,299 mg  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

### **Lagerung**

Dicht verschlossen.

## Natriumchlorid Natrii chloridum

NaCl            M = 58,44 g/mol

### Definition

Natriumchlorid enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent NaCl, berechnet auf die getrocknete Substanz.

### Eigenschaften

Weißes, kristallines Pulver oder farblose Kristalle oder weiße Perlen, leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in wasserfreiem Ethanol.

### Prüfung auf Identität

**Prüflösung:** 20 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

- A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Chlorid.
- B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Natrium.

### Gehaltsbestimmung

1,00 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt. Nach Zusatz von 0,2 ml Fluorescein-Lösung wird mit Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 5,844 mg NaCl.

### ***Ergänzungsvorschrift:***

#### ***Chloridgehalt nach Fajans in physiologischer Kochsalzlösung***

*0,5 ml physiologische Kochsalzlösung (enthält 0,154 mol/l = 9 g/l NaCl) werden mit 10 ml dest. Wasser und einem Tropfen Fluorescein-Lösung (Fluorescein 2 g/l in Ethanol oder Fluorescein-Na 2 g/l in Wasser) versetzt. Es wird aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ mit 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung bis zum Verschwinden der Fluoreszenz bzw. bis zum Farbumschlag nach orangerosa titriert. (Sollverbrauch : 0,77 ml Silbernitrat-Lösung).*

*1 ml 0,1 mol/l Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 3,545 mg Chlorid.*

## Natriumhydrogencarbonat Natrii hydrogencarbonas

$\text{NaHCO}_3$        $M = 84,0 \text{ g/mol}$

### Definition

Kaliumhydrogencarbonat enthält mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent  $\text{NaHCO}_3$ .

### Eigenschaften

Weißes, kristallines Pulver, leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.  
Beim Erhitzen der Substanz oder der Substanzlösung entsteht allmählich Natriumcarbonat.

### Prüfung auf Identität

**Prüflösung:** 5 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

- A. Werden 5 ml Prüflösung mit 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung R versetzt, entsteht eine schwache Rosafärbung. Beim Erhitzen entweicht ein Gas und die Lösung färbt sich rot.
- B. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Carbonat und Hydrogencarbonat.
- C. 1 ml Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Natrium.

### Gehaltsbestimmung

1,5 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.  
0,50 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt, nach Zusatz von 0,1 ml Methylorange-Lösung R mit Salzsäure (0,1 mol/l) titriert.  
1 ml Salzsäure (0,1 mol/l) entspricht 8,4 mg  $\text{NaHCO}_3$ .

### **Ergänzungsvorschrift:**

#### **Gehaltsbestimmung von Bullrichsalztabletten**

*Eine Tablette Bullrichsalz (Herstellerangabe: 850 mg  $\text{NaHCO}_3$ ) wird in Wasser gelöst und die Lösung im Maßkolben zu 100 ml aufgefüllt.*

*In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 5 ml Probelösung, 5 ml Wasser und 3 Tropfen Mischindikator nach Cooper vorgelegt. Die entstehende blaue Lösung wird aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ mit 1 mol/l Salzsäure bis zur Rotfärbung titriert.*

*1 ml 1 mol/l HCl entspricht 84 mg  $\text{NaHCO}_3$ .*

## **Natriumiodid** **Natrii iodidum**

NaI            M = 149,9 g/mol

### **Definition**

Natriumiodid enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent NaI, berechnet auf die getrocknete Substanz.

### **Eigenschaften**

Farblose Kristalle oder weißes, kristallines Pulver, hygroskopisch; sehr leicht löslich in Wasser, leicht löslich in Ethanol.

### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

- A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Iodid.
- B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Natrium.

### **Gehaltsbestimmung**

1,30 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

1,00 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt. Nach Zusatz von 0,2 ml Eosin-Lösung wird mit Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 14,99 mg KI.

### **Lagerung**

Vor Licht geschützt.

## **Natriummonohydrogenphosphat-Dihydrat** **Dinatrii phosphas dihydricus**

$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 2 \text{H}_2\text{O}$                        $M = 178,0 \text{ g/mol}$

### **Definition**

Natriummonohydrogenphosphat-Dihydrat enthält mindestens 98,0 und höchstens 101,0 Prozent  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , berechnet auf die getrocknete Substanz.

### **Eigenschaften**

Weißes bis fast weißes Pulver oder farblose Kristalle; löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 5 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst. Die Lösung reagiert schwach alkalisch.

A. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Phosphat.

B. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Natrium.

### **Gehaltsbestimmung**

2,00 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden mit 5 ml Wasser versetzt, und mit Salzsäure (0,1 mol/l) unter Zusatz von 0,1 ml Methylorange-Lösung R titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 17,8 mg  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 2 \text{H}_2\text{O}$ .

### **Lagerung**

Dicht verschlossen.



## Natriumtetraborat

### Borax

$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10 \text{H}_2\text{O}$                        $M = 381,4 \text{ g/mol}$

### Definition

Natriumtetraborat enthält mindestens 99,0 und höchstens 103,0 Prozent  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10 \text{H}_2\text{O}$ .

### Eigenschaften

Farblose Kristalle, kristalline Masse oder weißes, kristallines Pulver, verwitternd; löslich in Wasser, sehr leicht löslich in siedendem Wasser, leicht löslich in Glycerol.

### Prüfung auf Identität

**Prüflösung:** 4 g Substanz werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

A. 1 ml Prüflösung wird mit 0,1 ml Schwefelsäure R und 5 ml Methanol R versetzt und angezündet. Die Lösung brennt mit grünesäumter Flamme.

B. 5 ml Prüflösung geben mit 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung R eine Rotfärbung, die nach Zusatz von 5 ml Glycerol 85 % R verschwindet.

C. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Natrium.

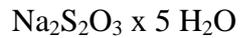
### Gehaltsbestimmung

20 g Mannitol (oder Glucose oder Glycerol 85 %) in 80 ml Wasser unter Erwärmen gelöst. Nach dem Abkühlen werden 0,5 ml Phenolphthalein-Lösung R zugesetzt. Mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) wird bis zur Rosafärbung neutralisiert. 3,000 g Substanz werden zugesetzt und bis zur vollständigen Lösung erwärmt. Nach dem Abkühlen wird im Maßkolben auf 100 ml mit Wasser aufgefüllt. 0,50 ml dieser Probelösung wird nach Zusatz von 10 ml Wasser bis zur erneuten Rosafärbung mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 19,07 mg  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10 \text{H}_2\text{O}$ .

## **Natriumthiosulfat**

### **Natrii thiosulfas**



$$M = 248,2 \text{ g/mol}$$

#### **Definition**

Natriumthiosulfat enthält mindestens 95,0 und höchstens 101,0 Prozent  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}$ .

#### **Eigenschaften**

Durchsichtige, farblose Kristalle, an trockener Luft verwitternd; sehr leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

Die Substanz löst sich in ihrem Kristallwasser bei 49 °C.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 10 g Natriumthiosulfat werden in Wasser R zu 100 ml gelöst.

A. Die Substanz entfärbt Iod-Lösung R.

B. Werden 0,5 ml Prüflösung mit 0,5 ml Wasser und 2 ml Silbernitrat-Lösung R2 versetzt, bildet sich ein weißer Niederschlag, der rasch gelblich, dann schwarz wird.

C. Werden 2,5 ml Prüflösung mit 2,5 ml Wasser R und 1 ml Salzsäure R versetzt, bildet sich ein Niederschlag von Schwefel und entwickelt sich ein Gas, das Kaliumiodat-Stärke-Papier blau färbt.

D. Die Prüflösung gibt die Identitätsreaktion auf Natrium.

#### **Gehaltsbestimmung**

0,5 g Substanz werden in Wasser R gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

2,00 ml Probelösung wird nach Zusatz von 10 ml Wasser mit Iod-Lösung (0,05 mol/l) titriert, wobei gegen Ende der Titration 0,5 ml Stärke-Lösung R zugesetzt werden.

1 ml Iod-Lösung (0,05 mol/l) entspricht 24,82 mg  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5 \text{H}_2\text{O}$ .

## Salicylsäure Acidum salicylicum

$C_7H_6O_3$                        $M = 138,1 \text{ g/mol}$

### Definition

Salicylsäure enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent 2-Hydroxybenzoesäure, berechnet auf die getrocknete Substanz.

### Eigenschaften

Weißes, kristallines Pulver oder weiße bis farblose Kristalle, schwer löslich in Wasser, leicht löslich in Ethanol und Ether, wenig löslich in Dichlormethan.

### Prüfung auf Identität

A. Schmelztemperatur: 158 bis 161 °C.

B. Etwa 30 mg Substanz werden in 5 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,05 mol/l) gelöst. Falls erforderlich wird die Lösung neutralisiert und mit Wasser R auf 20 ml verdünnt. 1 ml Lösung gibt die Identitätsreaktion auf Salicylat.

### Gehaltsbestimmung

0,120 g Substanz werden in Ethanol gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung wird unter Zusatz von 0,1 ml Phenolrot-Lösung R mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) bis zum Farbumschlag von gelb nach violettrot titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 13,81 mg  $C_7H_6O_3$ .

### Lagerung

Vor Licht geschützt.

## **Wasserstoffperoxid-Lösung 3 %**

### **Hydrogenii peroxidum 3 per centum**

$\text{H}_2\text{O}_2$              $M = 34,01 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Wasserstoffperoxid-Lösung enthält mindestens 2,5 und höchstens 3,5 Prozent (m/m)  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Ein Volumenteil dieser Lösung entspricht etwa 10 Volumenteilen Sauerstoff. Die Lösung kann einen geeigneten Stabilisator enthalten.

#### **Eigenschaften**

Klare, farblose Flüssigkeit.

#### **Prüfung auf Identität**

A. Werden 2 ml Substanz mit 0,2 ml verdünnter Schwefelsäure und 0,2 ml Kaliumpermanganat-Lösung (0,02 mol/l) versetzt, wird die Lösung innerhalb von 2 min farblos bis schwach rosa.

#### **Gehaltsbestimmung**

10 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

0,50 ml Probelösung werden mit 2 ml verdünnter Schwefelsäure R versetzt und mit Kaliumpermanganat-Lösung (0,02 mol/l) bis zur Rosafärbung titriert.

1 ml Kaliumpermanganat-Lösung (0,02 mol/l) entspricht 13,81 mg  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

#### **Lagerung**

Vor Licht geschützt; wenn die Substanz keinen Stabilisator enthält, unterhalb 15 °C.

#### **Hinweis**

Die Substanz zersetzt sich bei Berührung mit oxidierbaren, organischen Substanzen, beim Kontakt mit bestimmten Metallen und in alkalischer Lösung.

#### **Alternativvorschrift:**

*10 ml Wasserstoffperoxid-Lösung (ca. 3%ig) werden mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.*

*In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 0,5 ml Probelösung, 10 ml Wasser und 10 Tropfen 25%ige Schwefelsäure vorgelegt. Aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ wird mit 0,02 mol/l Kaliumpermanganat-Lösung bis zur bleibenden Rosafärbung titriert.*

*1 ml 0,02 mol/l  $\text{KMnO}_4$  entspricht 1,7 mg  $\text{H}_2\text{O}_2$ .*

## **Weinsäure**

### **Acidum tartaricum**

$C_4H_6O_6$        $M = 159,1 \text{ g/mol}$

#### **Definition**

Weinsäure enthält mindestens 99,5 und höchstens 101,0 Prozent (2R, 3R)-Dihydroxybutandicarbonsäure, berechnet auf die getrocknete Substanz.

#### **Eigenschaften**

Weißes bis fast weißes kristallines Pulver oder farblose Kristalle, sehr leicht löslich in Wasser, leicht löslich in Ethanol.

#### **Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 5,0 g Substanz werden in destilliertem Wasser zu 50 ml gelöst.

Die Prüflösung ist stark sauer.

A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Tartrat.

#### **Gehaltsbestimmung**

0,650 g Substanz werden in Wasser gelöst und zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

1,00 ml Probelösung wird unter Zusatz von 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung R mit Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) bis zur Rosafärbung titriert.

1 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 7,505 mg  $C_4H_6O_6$ .

#### **Lagerung**

Vor Licht geschützt.

**Zinkacetat-Dihydrat**  
**Zinci acetatis dihydricus**

$C_4H_6O_4Zn \times 2 H_2O$                        $M = 219,5 \text{ g/mol}$

**Definition**

Zinkacetat-Dihydrat enthält mindestens 99,0 und höchstens 101,0 Prozent  $C_4H_6O_4Zn \times 2 H_2O$ .

**Eigenschaften**

Weißes, kristallines Pulver oder Blättchen; leicht löslich in Wasser, löslich in Ethanol.

**Prüfung auf Identität**

- A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Acetat.
- B. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Zink.

**Gehaltsbestimmung**

0,200 g Substanz werden in Wasser unter Zusatz von 5 ml verdünnter Essigsäure R gelöst und mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung werden eingesetzt. Die Bestimmung des Zinks erfolgt mit Hilfe der Komplexometrie wird nach „Komplexometrische Titrations“ bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 21,95 mg  $C_4H_6O_4Zn \times 2 H_2O$ .

**Zinkoxid**  
**Zinci oxidum**

ZnO            M = 81,4 g/mol

**Definition**

Zinkoxid enthält mindestens 99,0 und höchstens 100,5 Prozent ZnO, berechnet auf die gegläuhte Substanz.

**Eigenschaften**

Weißes bis gelblichweißes, amorphes, leichtes Pulver, frei von groben Teilen; praktisch unlöslich in Wasser und Ethanol. Die Substanz löst sich in verdünnten Mineralsäuren.

**Prüfung auf Identität**

A. Beim starken Erhitzen der Substanz tritt Gelbfärbung auf, die beim Abkühlen verschwindet.

B. 0,1g Substanz werden in 1,5 ml verdünnter Salzsäure R gelöst. Die Lösung wird mit Wasser zu 5 ml verdünnt. Die Lösung gibt die Identitätsreaktion auf Zink.

**Gehaltsbestimmung**

0,1500 g Substanz werden in 10 ml verdünnter Essigsäure R gelöst und mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

In 5,00 ml Probelösung wird das Zink nach „Komplexometrische Titrationsen“ bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 8,14 mg ZnO.

**Zinksulfat**  
**Zinci sulfas**

$\text{ZnSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$        $M = 287,5 \text{ g/mol}$

**Definition**

Zinksulfat enthält mindestens 99,0 und höchstens 104,0 Prozent  $\text{ZnSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$ .

**Eigenschaften**

Weißes, kristallines Pulver oder farblose, durchscheinende, verwitternde Kristalle; sehr leicht löslich in Wasser, praktisch unlöslich in Ethanol.

**Prüfung auf Identität**

**Prüflösung:** 2,5 g Substanz werden in kohlendioxidfreiem Wasser zu 50 ml gelöst.

A. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Sulfat.

B. Die Substanz gibt die Identitätsreaktion auf Zink.

**Gehaltsbestimmung**

0,500 g Substanz werden in Wasser unter Zusatz von 5 ml verdünnter Essigsäure R gelöst und mit Wasser zu 100 ml im Maßkolben aufgefüllt.

5,00 ml Probelösung werden eingesetzt. Das Zink wird nach „Komplexometrische Titrationen“ bestimmt.

1 ml EDTA-Lösung (0,1 mol/l) entspricht 28,75 mg  $\text{ZnSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$ .

### 3 Erforderliche Reagenzien

R Reagenz nach Pharm-Eur

SCZ Reagenz nach einer erprobter Vorschrift des Schulchemiezentrums in Wittenberg

#### Acetatpuffer pH 5 (gegen Xylenorange) SCZ

30 g Natriumhydroxid (C) in 500 ml Wasser lösen oder 750 ml 1 mol/l Natronlauge (C), 60 ml konz. Essigsäure (C) zugeben und mit dest. Wasser zu 1000 ml auffüllen

#### Ammoniak-Lösung R (C)

67 g konzentrierte Ammoniaklösung R (C, N) mit Wasser zu 100 ml verdünnen

#### Verdünnte Ammoniak-Lösung R1 (C)

41 g konzentrierte Ammoniaklösung R (C, N) mit Wasser zu 100 ml verdünnen

#### verdünnte Ammoniak-Lösung R2 (Xi)

14 g konzentrierte Ammoniaklösung R (C, N) mit Wasser zu 100 ml verdünnen

#### Ammoniaklösung 5 % SCZ (Xi)

20 ml 25%ige Ammoniaklösung (C, N) mit Wasser zu 100 ml verdünnen

#### Ammoniumchlorid R (Xn)

entsprechend Monografie

#### Ammoniumchlorid-Lösung R

107 g Ammoniumchlorid (Xn) mit Wasser zu 1 l lösen

#### Ammoniumchlorid-Pufferlösung pH 10 R (gegen Erio T; C, N)

54 g Ammoniumchlorid (Xn) in 500 ml dest. Wasser lösen, 350 ml 25%ige Ammoniak-Lösung (C, N) zugeben und zu 1000 ml auffüllen

#### Ammoniumeisen(III)-sulfat-Lösung R2

100 g Ammoniumeisen(III)-sulfat R mit Wasser zu 1 l lösen

#### Ammoniumsulfid-Lösung R

120 ml verdünnte Ammoniak-Lösung R1 (C) mit Schwefelwasserstoff R (F, C) sättigen und mit 80 ml verdünnter Ammoniak-Lösung R 1 (C) versetzen (bei Bedarf frisch herstellen)  
*Kann durch handelsübliche Ammoniumsulfid- oder Natriumsulfid-Lösung R ersetzt werden.*

#### Ascorbinsäure R

#### Bariumchlorid-Lösung R1

61 g Bariumchlorid R ( $\text{BaCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ , Xn) mit Wasser zu 1 l lösen

#### Bariumhydroxid-Lösung R

47,3 g Bariumhydroxid R ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \times 8\text{H}_2\text{O}$ ) mit Wasser zu 1 l lösen

**Calciumchlorid-Lösung R**

73,5 g Calciumchlorid R ( $\text{CaCl}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ , Xi) mit Wasser zu 1 l lösen

**Calconcarbonsäureverreibung SCZ**

1g Calconsäure mit 100 g Natriumchlorid oder wasserfreiem Natriumsulfat in einer Reibschale sorgfältig miteinander verreiben

**0,1 mol/l EDTA-Lösung SCZ**

Dinatriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure (Handelsnamen: Idranal III<sup>®</sup>, Titriplex III<sup>®</sup>, Chelaplex III<sup>®</sup>, Komplexon III<sup>®</sup>)

0,1 mol/l EDTA: 37,225g in dest. Wasser lösen und auf 1000 ml auffüllen

Einstellung gegen Calciumcarbonat, Zinkpulver oder Zinksulfat-Lösung

*Es empfiehlt sich hier mit Fixanal<sup>®</sup>-Ampullen zu arbeiten.* (EDTA-Lösung ist unmittelbar nach der Herstellung in eine Kunststoffflasche umzufüllen.)

**Eisen (III)chlorid-Lösung R 1**

105 g Eisen(III)-chlorid R ( $\text{FeCl}_3 \times 6\text{H}_2\text{O}$ , Xn) mit Wasser zu 1 l lösen

**Eisen(II)-sulfat R (10 g/l)**

1 g Eisen(II)-sulfat (Xn) in 100 ml Wasser lösen (frisch herstellen)

**Eosin-Lösung SCZ**

1 g Eosin gelblich (Eosin-Natrium) in 100 ml dest. Wasser lösen

**Eriochromschwarz T in Triethanolamin R**

0,2 g Eriochromschwarz T (Xi, N) in 100 ml Triethanolamin lösen

**Eriochromschwarz T-Verreibung**

1 g mit 100 g Natriumchlorid in einer Reibschale sorgfältig verreiben

**Essigsäure R**

30 g Essigsäure (99 %, C) mit Wasser zu 100 ml auffüllen

**verdünnte Essigsäure R**

12 g Essigsäure (99 %, C) mit Wasser zu 100 ml auffüllen

**Essigsäure 25 % SCZ**

25 ml Essigsäure (99 %) mit Wasser zu 100 ml auffüllen

**Ethanol 96 % R (F)****Ether R (F+, Xn)****Ferroin-Lösung R**

0,7 g Eisen(II)-sulfat R (Xn) und 1,76 g Phenanthrolinhydrochlorid in 70 ml Wasser R lösen und mit Wasser R zu 100 ml verdünnen

**Fluorescein-Lösung S SCZ**

0,2 g Fluorescein in 100 ml Ethanol (F) lösen oder 0,2 Fluorescein-Natrium in 100 ml Wasser lösen

**Glycerol 85 % R****Indikatorpufferverreibung SCZ (Xn)**

*anstelle der Indikator-Puffer-Tabletten bei Mikrotitrationen: 0,2 g Methylorange (T), 0,5 g Erio T (Xi, N), 5 g Magnesiumsalz des EDTA und 195 g Ammoniumchlorid (Xn) sorgfältig in einer Reibschale verreiben*

**Kaliumcarbonat R (150 g/l)**

15 g Kaliumcarbonat R (Xn) mit Wasser zu 100 ml lösen

**Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung R**

53 g Kaliumhexacyanoferrat(II) ( $K_4[Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ ) mit Wasser zu 1 l lösen

**Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung R**

5 g Kaliumhexacyanoferrat(III) mit wenig Wasser R abspülen und dann zu 100 ml lösen (frisch herstellen)

**Kaliumhexahydroxoantimonat(V)-Lösung R**

2 g Kaliumhexahydroxoantimonat(V) (Xn, N) in 95 ml heißem Wasser R lösen, anschließend die Lösung schnell abkühlen und eine Lösung von 2,25 g Kaliumhydroxid R (C) in 50 ml Wasser und 1 ml verdünnte Natriumhydroxid-Lösung R zusetzen; nach 24 h filtrieren und das Filtrat mit Wasser R zu 100 ml verdünnen

**Kaliumiodat-Stärkepapier SCZ**

0,1 g Kaliumiodat (O) und 1 g Stärke in 100 ml dest. Wasser lösen, mit dieser Lösung Filterpapier tränken und trocknen lassen

**Kaliumiodid****Kaliumiodid-Lösung R**

166 g Kaliumiodid R mit Wasser zu 1 l lösen

**Kaliumnitrat-Lösung 1 % SCZ**

1g Kaliumnitrat (O) in Wasser lösen und zu 100 ml auffüllen

**Magnesiumspäne (F)****Mannitol R****Methanol R (F, T)****Methylorange-Lösung R**

0,1 g Methylorange R (T) in 80 ml Wasser R lösen und die Lösung mit Ethanol 96 % R (F) zu 100 ml verdünnen

**Methylrot-Lösung R**

50 mg Methylrot R in einer Mischung aus 1,86 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) und 50 ml Ethanol 96 % R (F) lösen und die Lösung mit Wasser zu 100 ml verdünnen

**Mischindikator nach Cooper SCZ**

20 mg Methylrot und 100 mg Bromcresolgrün in 100 ml Ethanol (F) lösen

**Molybdat-Vanadat-Lösung R (C)**

In einem 150 ml Becherglas 4 g feinpulverisiertes Ammoniummolybdat R und 0,1 g Ammoniumvanadat R (T) mischen; Nach Zusatz von 70 ml Wasser R die Kristalle mit Hilfe eines Glasstabes zerstoßen; die innerhalb von wenigen Minuten erhaltene klare Lösung nach Zusatz von 20 ml Salpetersäure R (C) mit Wasser R zu 100 ml verdünnen

**Natriumhydrogencarbonat R****konzentrierte Natriumhydroxid-Lösung R (C)**

42 g Natriumhydroxid R (C) mit Wasser zu 100 ml lösen

**Verdünnte Natriumhydroxid-Lösung R (C)**

8,5 g Natriumhydroxid R (C) mit Wasser zu 100 ml lösen

**Natriummonohydrogenphosphat-Lösung R**

90 g Natriummonohydrogenphosphat R ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 12 \text{H}_2\text{O}$ ) mit Wasser zu 1 l lösen

**Natriumsulfid-Lösung R (C, N)**

12 g Natriumsulfid R (C, N) unter Erwärmen in einer Mischung von 10 Volumenteilen Wasser R und 29 Volumenteilen Glycerin 85 % R lösen, die Mischung nach dem Erkalten mit der gleichen Mischung von Wasser und Glycerin zu 100 ml verdünnen (die Lösung sollte farblos sein)

**Natriumtetraphenylborat-Lösung R (10 g/l) (Xn)**

10 g Natriumtetraphenylborat R mit Wasser zu 1 l lösen (die Lösung ist etwa 1 Woche lang haltbar, falls erforderlich, vor Gebrauch filtrieren)

**Natronlauge 1 mol/l zur Calciumbestimmung bei pH 13 SCZ (C)**

4 g Natriumhydroxid (C) oder 10 ml 32%ige Natronlauge (C) zu 100 ml mit Wasser verdünnen (unbedingt auf Abwesenheit von Calcium prüfen: 5 ml der Lauge mit Essigsäure ansäuern und mit Ammoniumoxalat-Lösung versetzen; die Probe muss klar bleiben)

**Nitritreagenz SCZ (Xi)**

0,3 g Naphthylethylendiammoniumchlorid, 1,5 g Sulfanilsäure (Xi) und 100 g Natriumchlorid sorgfältig in einer Reibschale verreiben

**Perchlorsäure 1 mol/l SCZ (C)**

10,9 ml 60%ige (C, O) oder 8,6 ml 70%ige Perchlorsäure (C, O) mit Wasser zu 100 ml auffüllen

**Phenolphthalein-Lösung R (F)**

0,1 g Phenolphthalein R in 80 ml Ethanol 96 % R (F) lösen und die Lösung mit Wasser zu 100 ml verdünnen

**Phenolrot-Lösung R**

0,1 g Phenolrot R in einer Mischung von 2,82 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l, C) und 20 ml Ethanol 96 % R (F) lösen und die Lösung mit Wasser zu 100 ml verdünnen

**2-Propanol R (F, Xi)****Verdünnte Salpetersäure R (C)**

20 g Salpetersäure R (65 %, C) mit Wasser R zu 100 ml verdünnen

**Salzsäure R 36 % (C)****Salzsäure 3 mol/l (Xi)**

25,5 ml konzentrierte Salzsäure (C) mit Wasser zu 100 ml auffüllen

**verdünnte Salzsäure R (Xi)**

20 g Salzsäure R (36 %, C) mit Wasser R zu 100 ml verdünnen

**verdünnte Salzsäure R 1 (C)**

(enthält 250 g/l HCl) 70 g Salzsäure R (36 %, C) mit Wasser R zu 100 ml verdünnen

**Schwefelsäure R (95-97 %) (C)****verdünnte Schwefelsäure R**

60 ml Wasser R mit 5,5 ml Schwefelsäure R (C) versetzen und die Mischung nach dem Erkalten mit Wasser R zu 100 ml verdünnen

**Schwefelsäure 3 mol/l (C)**

16,8 ml konz. Schwefelsäure (C) zu 100 ml mit dest. Wasser auffüllen

**Silbernitrat-Lösung R 1**

42,5 g Silbernitrat (C, N) mit Wasser zu 1 l lösen

**Silbernitrat-Lösung R 2**

17 g Silbernitrat mit Wasser zu 1 l lösen

**Stärke-Lösung R**

1 g lösliche Stärke R mit 5 ml Wasser R anreiben und die Mischung in 100 ml siedendes Wasser gegeben, das 10 mg Quecksilberiodid enthält; *in der Schule als Alternative Zinkiodidstärke-Lösung verwenden!*

**Thioacetamid-Reagenz R**

0,2 ml Thioacetamidlösung R (40 g/l, T) mit 1 ml einer Mischung aus 5 ml Wasser R, 15 ml Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l, C) und 20 ml Glycerin 85 % R versetzen; die Mischung 20 s im Wasserbad erhitzen (frisch herstellen)

**Wasserstoffperoxid-Lösung 3 % R****Xylenolorangeverreibung SCZ**

1 g Xylenolorange mit 100 g Natriumchlorid oder Kaliumnitrat (O) in einer Reibschale sorgfältig verreiben

**Iodzinkstärke-Lösung** Rezeptur nach DAB 6

4 g lösliche Stärke und 20 g Zinkchlorid (C, N) in 100 g siedendem Wasser lösen und der erkalteten Flüssigkeit eine farblose, durch Erwärmen frisch bereitete Lösung von 1 g Zinkfeilen und 2 g Iod (Xn, N) in 10 ml Wasser hinzufügen und anschließend die Mischung mit Wasser zu 1 l auffüllen

**Maßlösungen****Ammoniumcer(IV)-nitrat-Lösung (0,1 mol/l)**

56 ml Schwefelsäure R und 54,82 g Ammoniumcer(IV)-nitrat R 2 Minuten schütteln und anschließend 5 mal mit je 100 ml Wasser R, jeweils unter Schütteln, versetzen und die klare Lösung mit Wasser R zu 1 l verdünnen, 10 Tage stehen lassen und einstellen (vor Licht geschützt lagern)

Einstellung: 25,0 ml der Ammoniumcer(IV)-nitrat-Lösung nach Zusatz von 150 ml Wasser R, 2,0 g Kaliumiodid R und 1 ml Stärke-Lösung R sofort mit Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l) titrieren

**Ammoniumthiocyanat-Lösung (0,1 mol/l)**

7,612 g Ammoniumthiocyanat R in Wasser R zu 1 l lösen

Einstellung: 20,0 ml Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l) mit 25 ml Wasser R und 2 ml verdünnter Salpetersäure R versetzen und nach Zugabe von 2 ml Ammoniumeisen(III)-sulfat-Lösung R 2 mit der Ammoniumthiocyanat-Lösung bis zur rötlichgelben Färbung titrieren

**EDTA-Lösung (0,1 mol/l)**

siehe Natriumedetat-Lösung (0,1 mol/l)

**Iod-Lösung (0,05 mol/l)**

12,7 g Iod R und 20,0 g Kaliumiodid R in Wasser R zu 1 l lösen

Einstellung: 20,0 ml der Iod-Lösung nach Zusatz von 1 ml verdünnter Essigsäure R und 30 ml Wasser R unter Verwendung von Stärke-Lösung R mit Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l) titrieren

**Kaliumiodat-Lösung (0,0167 mol/l)**

3,5668 g Kaliumiodat R in Wasser R zu 1000 ml lösen

**Kaliumpermanganat-Lösung (0,02 mol/l)**

3,2 g Kaliumpermanganat in Wasser R zu 1 l lösen, die Lösung 1 Stunde auf dem Wasserbad erwärmen und nach dem Erkalten durch einen Glassintertiegel filtrieren (vor Licht geschützt lagern)

Einstellung (unmittelbar vor dem Gebrauch): 20,0 ml der Kaliumpermanganat-Lösung mit 2 g Kaliumiodid R und 10 ml verdünnter Schwefelsäure R versetzen und die Mischung mit Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l) titrieren; gegen Ende der Titration 1 ml Stärke-Lösung zusetzen

**Natriumedetat-Lösung (0,1 mol/l)**

37,5 g Natriumedetat R (Chelaplex III<sup>®</sup>, Idranal III<sup>®</sup>, Titriplex III<sup>®</sup>) in 500 ml Wasser R lösen; nach Zusatz von 100 ml Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) mit Wasser zu 1 l auffüllen  
 Einstellung: 0,120 g Zink RV (Urtitersubstanz von Merck) in 4 ml Salzsäure R unter Zusatz von 0,1 ml Bromwasser R lösen, die Lösung zur Entfernung des Bromüberschusses zum Sieden erhitzen und bis zur schwach sauren oder neutralen Reaktion mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R versetzen; diese Mischung in einem 500-ml-Erlenmeyerkolben mit Wasser R zu 200 ml verdünnen; diese Lösung nach Zusatz von etwa 50 mg Xylenolorange-erreibung R solange mit Methenamin R (Urotropin, Hexamethylentetramin) versetzen, bis die Lösung violettrosa gefärbt ist; nach Zusatz von weiteren 2 g Methenamin R die Lösung mit Natriumedetat-Lösung bis zum Farbumschlag von Violettrosa nach Gelb titrieren

**Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l)**

42 g Natriumhydroxid R mit kohlendioxidfreiem Wasser zu 1 l lösen  
 Einstellung: 20,0 ml der Natriumhydroxid-Lösung unter Verwendung des bei der Titration angegebenen Indikators mit Salzsäure (1 mol/l) titrieren

**Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l)**

100,0 ml Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l) mit kohlendioxidfreiem Wasser zu 1 l verdünnen  
 Einstellung: 20,0 ml der Natriumhydroxid-Lösung (0,1 mol/l) mit Salzsäure (1 mol/l) titrieren (Endpunktbestimmung wie bei der Gehaltbestimmung der Natriumhydroxid-Lösung (1 mol/l))

**Natriumthiosulfat-Lösung (0,1 mol/l)**

25 g Natriumthiosulfat R und 0,2 g Natriumcarbonat R in kohlendioxidfreiem Wasser zu 1 l lösen  
 Einstellung: 10,0 ml Kaliumbromat-Lösung (0,033 mol/l) (besser: 20,0 ml Kaliumiodat-Lösung (0,0167 mol/l)) mit 40 ml Wasser R, 10 ml Kaliumiodid-Lösung R sowie 5 ml Salzsäure R 1 versetzen und mit der Natriumthiosulfat-Lösung titrieren; gegen Ende der Titration 1 ml Stärke-Lösung R zusetzen

**Salzsäure (1 mol/l)**

103 g Salzsäure R mit Wasser zu 1 l verdünnen  
 Einstellung: 1,00 g Natriumcarbonat RV (Urtitersubstanz von Merck) in 50 ml Wasser R lösen; nach Zusatz von 0,1 ml Methylorange-Lösung R mit der Salzsäure bis zur beginnenden Farbveränderung nach Gelblichrot titrieren, 2 Minuten zum Sieden erhitzen und nach dem Abkühlen die wieder gelb gefärbte Lösung bis zum Farbumschlag nach Gelblichrot titrieren (1 ml Salzsäure (1 mol/l) entspricht 53,00 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

**Salzsäure (0,1 mol/l)**

100 ml Salzsäure (1 mol/l) mit Wasser R zu 1000,0 ml verdünnen  
 Einstellung: wie bei Salzsäure (1 mol/l), unter Verwendung von 0,1000 g Natriumcarbonat RV, gelöst in 20,0 ml Wasser R (1 ml Salzsäure (0,1 mol/l) entspricht 5,300 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

**Schwefelsäure (0,5 mol/l)**

28 ml Schwefelsäure R in Wasser lösen und mit Wasser zu 1 l verdünnen  
 Einstellung: 1,00 g Natriumcarbonat RV (Urtitersubstanz von Merck) in 50 ml Wasser R lösen; nach Zusatz von 0,1 ml Methylorange-Lösung R mit der Schwefelsäure bis zur beginnenden Farbveränderung nach Rötlichgelb titrieren, 2 Minuten zum Sieden erhitzen und nach dem Abkühlen die wieder gelb gefärbte Lösung bis zum Farbumschlag nach Rötlichgelb titrieren (1 ml Schwefelsäure (0,5 mol/l) entspricht 53,00 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

**Schwefelsäure (0,05 mol/l)**

100 ml Schwefelsäure (0,5 mol/l) mit Wasser R zu 1 l verdünnen

Einstellung: wie bei Schwefelsäure (0,5 mol/l), unter Verwendung von 0,1000 g Natriumcarbonat RV, gelöst in 20,0 ml Wasser R (1 ml Schwefelsäure (0,05 mol/l) entspricht 5,300 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

**Silbernitrat-Lösung (0,1 mol/l)**

17,0 g Silbernitrat R in Wasser R zu 1 l lösen

Einstellung: 0,1 g Natriumchlorid RV (Urtitersubstanz von Merck) in 30 ml Wasser R lösen und die Lösung mit der Silbernitrat-Lösung titrieren (Endpunktbestimmung mit Hilfe der Potentiometrie, notfalls nach Mohr mit Kaliumchromat oder nach Fajans mit Fluorescein)

**Zinksulfat-Lösung (0,1 mol/l)**

29 g Zinksulfat werden in Wasser R zu 1 l lösen

Einstellung: 20 ml der Zinksulfatlösung mit 5 ml verdünnter Essigsäure versetzen; diese Mischung in einem 500-ml-Erlenmeyerkolben mit Wasser R zu 200 ml verdünnen und nach Zusatz von etwa 50 mg Xylenorange-Verreibung R solange mit Methenamin R (Urotropin, Hexamethylentetramin) versetzen, bis die Lösung violettrosa gefärbt ist; nach Zusatz von weiteren 2 g Methenamin R die Lösung mit Natriumedetat-Lösung bis zum Farbumschlag von Violettrosa nach Gelb titrieren

## 4 Identitätsprüfungen und Komplexometrische Titrationsen

### 4.1 Identitätsprüfungen

#### Acetat

Wird die Substanz mit der gleichen Menge Oxalsäure R erhitzt, so werden sauer reagierende Dämpfe mit charakteristischem Geruch nach Essigsäure freigesetzt.

#### Aluminium

Die Lösung von etwa 20 mg Substanz in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Zu dieser Lösung werden etwa 0,5 ml verdünnte Salzsäure R und etwa 0,5 ml Thioacetamid-Reagenz R zugesetzt, wobei sich kein Niederschlag bilden darf. Nach tropfenweisem Zusatz von verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R entsteht ein weißer, gallertartiger Niederschlag, der sich bei weiterem Zusatz von verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R wieder löst. Bei allmählichem Zusatz von Ammoniumchlorid-Lösung R bildet sich wieder ein weißer, gallertartiger Niederschlag.<sup>1</sup>

#### Ammonium

Die Lösung von etwa 20 mg Substanz in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Zu dieser Lösung werden 2 ml verdünnte Natriumhydroxid-Lösung R zugesetzt. Die beim Erhitzen der Lösung gebildeten Dämpfe können durch ihren Geruch oder ihre alkalische Reaktion identifiziert werden.<sup>2</sup>

#### Benzoat

a) Wird 1 ml der vorgeschriebene Lösung mit 0,5 ml Eisen(III)-chlorid-Lösung R1 versetzt, entsteht ein beigefarbener, in Ether R löslicher Niederschlag.<sup>3</sup>

b) 0,2 g Substanz, ggf. wie vorgeschrieben behandelt, werden in einem Reagenzglas mit 0,2 bis 0,3 ml Schwefelsäure angefeuchtet. Beim schwachen Erhitzen des Reagenzglasbodens entsteht ein weißes Sublimat, das sich an der Innenwand des Glases niederschlägt.

#### Bromid

Die Lösung einer Menge Substanz, die etwa 3 mg Bromid entspricht, in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Die Lösung wird mit verdünnter Salpetersäure R angesäuert. Nach Zusatz von 0,4 ml Silbernitrat-Lösung R wird geschüttelt und stehen gelassen, wobei sich ein zusammenballender, blassgelber Niederschlag bildet. Danach wird die Mischung zentrifugiert und der Niederschlag 3 mal mit je 1 ml Wasser R gewaschen. Dies muss rasch und bei gedämpften Licht erfolgen, wobei die überstehende Lösung nicht vollständig klar sein muss. Der Niederschlag wird in 2 ml Wasser R suspendiert, löst sich nach Zusatz von 1,5 ml Ammoniak-Lösung R nur schwer.

<sup>1</sup> Der Nachweises beruht auf der Amphoterie des Aluminiums. Verdünnte Natronlauge fällt aus Aluminiumsalzen weißes, gallertartiges Aluminiumhydroxid aus,  $\text{Al}^{3+} + 3 \text{OH}^- \rightarrow \text{Al}(\text{OH})_3$ , welches sich in überschüssiger Natronlauge unter Aluminatbildung wieder löst:  $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{OH}^- \rightarrow [\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ . Wenn eine Aluminat-Lösung mit einer schwachen Säure, z. B. Ammoniumchlorid versetzt wird, flockt Aluminiumhydroxid wieder aus:  $[\text{Al}(\text{OH})_4]^- + \text{H}^+ \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{Al}(\text{OH})_3$ . Da auch andere Kationen, z. B. Blei, amphoterer Verhalten zeigen, wird Thioacetamid zugesetzt, welches derartige Kationen im stark sauren Medium als Sulfid fällen würde.

<sup>2</sup> Der klassische Nachweis (Lackmuskreuz) sollte aus Sicherheitsgründen (Siedeverzug) bevorzugt werden.

<sup>3</sup> Es entsteht ein beigefarbener Komplex (Hexabenzooatdihydroxotriferribenzoat)  $[\text{Fe}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{COO})_6(\text{OH})_2][\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}]$ , der etherlöslich ist. Auf Prüfen der Etherlöslichkeit kann in der Schule verzichtet werden.

### Calcium

Werden etwa 20 mg Substanz oder die vorgeschriebene Menge in Essigsäure R gelöst und mit 0,5 ml Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung R versetzt, so bleibt die Lösung klar. Nach Zusatz von etwa 50 mg Ammoniumchlorid R entsteht ein weißer, kristalliner Niederschlag.<sup>4</sup>

### Carbonat, Hydrogencarbonat

Die Suspension von 0,1 g Substanz in 2 ml Wasser oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Die Lösung wird mit 3 ml verdünnter Essigsäure R versetzt und das Reagenzglas rasch mit einem durchbohrten Stopfen, der ein 2mal im rechten Winkel gebogenes Glasrohr trägt, verschlossen. Die Mischung braust auf und liefert ein farb- und geruchloses Gas. Wird schwach erhitzt und das Gas in 5 ml Bariumhydroxid-Lösung R geleitet, entsteht ein weißer Niederschlag, der sich in überschüssiger Salzsäure R löst.

### Chlorid

Die Lösung einer Menge Substanz, die etwa 2 mg Chlorid entspricht, in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Die Lösung wird mit verdünnter Salpetersäure R angesäuert. Nach Zusatz von 0,4 ml Silbernitrat-Lösung R wird geschüttelt und stehen gelassen, wobei sich ein weißer, zusammenballender Niederschlag bildet. Danach wird die Mischung zentrifugiert und der Niederschlag 3 mal mit je 1 ml Wasser R gewaschen. Dies muss rasch und bei gedämpften Licht erfolgen, wobei die überstehende Lösung nicht vollständig klar sein muss. Der Niederschlag wird in 2 ml Wasser R suspendiert, löst sich bis auf einige große Teilchen, die sich langsam lösen, nach Zusatz von 1,5 ml Ammoniak-Lösung R leicht auf.

### Eisen

a) Die Lösung einer Menge Substanz, die etwa 10 mg zweiwertigem Eisen entspricht, in 1 ml Wasser R oder 1 ml der vorgeschriebenen Lösung wird verwendet. Wird die Lösung mit 1 ml Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung R versetzt, entsteht ein tiefblauer Niederschlag, der sich auf Zusatz von 5 ml verdünnter Salzsäure R nicht löst.<sup>5</sup>

b) Wird eine in 1 ml Wasser R gelöste Menge Substanz, die mindestens 1 mg dreiwertiges Eisen enthält, oder 1 ml der vorgeschriebenen Lösung mit 1 ml Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung R versetzt, entsteht ein blauer Niederschlag, der sich auf Zusatz von 5 ml verdünnter Salzsäure R nicht löst.<sup>6</sup>

### Iodid

Die Lösung einer Menge Substanz, die etwa 4 mg Iodid entspricht, in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Die Lösung wird mit verdünnter Salpetersäure R angesäuert. Nach Zusatz von 0,4 ml Silbernitrat-Lösung R wird geschüttelt und stehen gelassen, wobei sich ein zusammenballender, blassgelber Niederschlag bildet. Danach wird die Mischung zentrifugiert und der Niederschlag 3 mal mit je 1 ml Wasser R gewaschen. Dies muss rasch und bei gedämpften Licht erfolgen, wobei die überstehende Lösung nicht vollständig klar sein muss. Der Niederschlag wird in 2 ml Wasser R suspendiert, löst sich nach Zusatz von 1,5 ml Ammoniak-Lösung R nicht.

<sup>4</sup> Calciumionen reagieren mit Kaliumhexacyanoferrat(II) in Gegenwart von Ammonium unter Bildung eines weißen Niederschlages von Calciumammoniumhexacyanoferrat(II):  $\text{Ca}^{2+} + 2 \text{NH}_4^+ + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{2-} \rightarrow (\text{NH}_4)_2[\text{CaFe}(\text{CN})_6]$

<sup>5</sup> Beim Nachweis von Eisen(II)-Ionen mit Kaliumhexacyanoferrat(III) (rotes Blutlaugensalz) entsteht ein blauer Niederschlag (Turnbulls Blau):  $\text{Fe}^{2+} + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-} \rightarrow \text{Fe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]^-$

<sup>6</sup> Beim Nachweis von Eisen(III)-Ionen mit Kaliumhexacyanoferrat(II) (gelbes Blutlaugensalz) entsteht ein blauer Niederschlag (Berliner Blau):  $\text{Fe}^{3+} + [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} \rightarrow \text{Fe}[\text{Fe}(\text{CN})_6]^-$

## Kalium

a) Die Lösung einer Menge Substanz, die etwa 100 mg Kalium entspricht, in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 1 ml 1 mol/l Perchlorsäure SCZ versetzt, entsteht ein weißer Niederschlag.<sup>7</sup>

b) Die Lösung einer Menge Substanz, die etwa 100 mg Kalium entspricht, in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 0,5 ml Natriumtetraphenylborat-Lösung R versetzt, entsteht eine weiße Trübung.<sup>8</sup>

## Magnesium

Die Lösung einer Menge Substanz, die etwa 15 mg Magnesium entspricht, in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 1 ml verdünnter Ammoniak-Lösung R1 versetzt, entsteht ein weißer Niederschlag, der sich nach Zusatz von 1 ml Ammoniumchlorid-Lösung R löst. Nach Zusatz von 1 ml Natriummonohydrogenphosphat-Lösung R entsteht ein weißer, kristalliner Niederschlag.<sup>9</sup>

## Natrium

Die Lösung von 0,1 g Substanz in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Die Lösung wird mit 2 ml Kaliumcarbonat R (150 g/l) versetzt und zum Sieden erhitzt. Dabei bildet sich kein Niederschlag. Nach Zusatz von 4 ml Kaliumhexahydroxoantimonat(V)-Lösung R wird erneut zum Sieden erhitzt. Wird in einer Eis/Wasser-Mischung gekühlt und falls erforderlich die Innenwand des Reagenzglases mit einem Glasstab gerieben, entsteht ein weißer, dichter Niederschlag.<sup>10</sup>

## Nitrat

2 Tropfen Probelösung werden auf einer Tüpfelplatte mit einem Tropfen Essigsäure versetzt und es wird ein kleiner Magnesiumspan dazu gegeben. Nach zwei Minuten entfernt man den Magnesiumspan und gibt eine Mikrospatelspitze Nitritreagenz dazu. Bei Anwesenheit von Nitrat färbt sich die Lösung nach 1-2 Minuten rotviolett.<sup>11</sup>

## Phosphat (Orthophosphat)

a) Werden 5 ml der vorgeschriebenen Lösung, falls erforderlich neutralisiert, mit 5 ml Silbernitrat-Lösung R1 versetzt, entsteht ein gelber Niederschlag, dessen Farbe sich beim Erhitzen zum Sieden nicht verändert und sich nach Zusatz von Ammoniak-Lösung R löst.<sup>12</sup>

b) Wird 1 ml der vorgeschriebenen Lösung mit 2 ml Molybdat-Vanadat-Lösung R versetzt, entsteht eine gelbe Färbung.<sup>13</sup>

<sup>7</sup> Kalium reagiert mit Perchlorsäure zu schwerlösliches Kaliumperchlorat.

<sup>8</sup> Kalignost (Natriumtetraphenylborat) reagiert mit Kaliumionen zu weißem, unlöslichen Kaliumtetraphenylborat:  $K^+ + (C_6H_5)_4B^- \rightarrow KB(C_6H_5)_4$

<sup>9</sup> Magnesiumionen reagieren mit Ammonium- und Phosphationen in ammoniakalischer Lösung zu Magnesiumammoniumphosphat, welches als weißer Niederschlag ausfällt:  $Mg^{2+} + NH_4^+ + OH^- + 5 H_2O + HPO_4^{2-} \rightarrow (NH_4)MgPO_4$

<sup>10</sup> Natriumionen reagieren mit Kaliumhexahydroxoantimonat(V) zu Natriumhexahydroxoantimonat(V), welches als weißer, körniger Niederschlag ausfällt:  $K[Sb(OH)_6] + Na^+ \rightarrow K^+ + Na[Sb(OH)_6]$

<sup>11</sup> Der im Europäischen Arzneibuch abgegebene Nitratnachweis mit Nitrobenzen ist wegen der extremen Giftigkeit des Nitrobenzens im Schulbereich indiskutabel. Die hier vorgeschlagene Alternativreaktion beruht darauf, dass Nitrat durch naszierenden Wasserstoff, welcher bei der Reaktion von Magnesium mit Essigsäure entsteht, zum Nitrit reduziert wird. Das Nitrit diazotiert Sulfanilsäure, welche mit Naphthylethylendiammoniumdichlorid zu einem rotvioletten Azofarbstoff koppelt. Das Nitritreagenz ist eine Verreibung der beiden Stoffe mit Natriumchlorid und ist im Gegensatz zu Lösungen jahrelang haltbar.

<sup>12</sup> Silbernitrat reagiert in neutraler Lösung mit Phosphationen unter Bildung von gelben Silberphosphat, welches in Ammoniak unter Komplexbildung löslich ist:  $3 Ag^+ + PO_4^{3-} \rightarrow Ag_3PO_4$ ;  $Ag_3PO_4 + 6 NH_3 \rightarrow [Ag(NH_3)_2]_3PO_4$

**Salicylat**

Wird 1 ml der vorgeschriebenen Lösung mit 0,5 ml Eisen(III)-chlorid-Lösung R1 versetzt, entsteht eine Violettfärbung, die nach Zusatz von 0,1 ml Essigsäure R bestehen bleibt.<sup>14</sup>

**Sulfat**

Die Lösung von 45 mg Substanz in 5 ml Wasser R oder 5 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 1 ml verdünnter Salzsäure R und 1 ml Bariumchlorid-Lösung R1 versetzt, entsteht ein weißer Niederschlag.

**Tartrat**

Die Lösung von 15 mg Substanz in 5 ml Wasser R oder 5 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 0,05 ml Eisen(II)-sulfat R (10 g/l) und 0,05 ml Wasserstoffperoxid-Lösung 3 % R versetzt, entsteht vorübergehend eine Gelbfärbung. Wird nach Verschwinden der Gelbfärbung tropfenweise mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R versetzt, entsteht eine intensive Blaufärbung.<sup>15</sup>

**Zink**

Die Lösung von 0,1g Substanz in 5 ml Wasser R oder 5 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 0,2 ml konzentrierter Natriumhydroxid-Lösung R versetzt, entsteht ein weißer Niederschlag, der sich nach weiterem Zusatz von 2 ml konzentrierter Natriumhydroxid-Lösung R wieder löst. Die Lösung bleibt nach Zusatz von 10 ml Ammoniumchlorid-Lösung klar. Nach Zusatz von 0,1 ml Natriumsulfid-Lösung R entsteht ein weißer, flockiger Niederschlag.<sup>16</sup>

---

<sup>13</sup> Phosphat reagiert in saurer Lösung mit Molybdat- und Vanadat unter Bildung einer orangegelben löslichen Heteropolysäure.

<sup>14</sup> Salicylat reagiert mit Eisen(III)-chlorid zu einer violetten Komplexverbindung.

<sup>15</sup> Tartrat wird durch Wasserstoffperoxid in Gegenwart von Eisen(II)-sulfat zu Dihydroxifumarat oxidiert, das in alkalischer Lösung mit Eisenionen einen blau gefärbten Komplex bildet.

<sup>16</sup> Der Nachweis basiert auf dem amphoteren Verhalten des Zinks. Verdünnte Natronlauge fällt aus Zinksalzen weißes, gelatinöses Zinkhydroxid,  $\text{Zn}^{2+} + 2 \text{OH}^- \rightarrow \text{Zn}(\text{OH})_2$ , welches sich in überschüssiger Natronlauge unter Zinkatbildung wieder löst,  $\text{Zn}(\text{OH})_2 + 2 \text{OH}^- \rightarrow [\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ . Wenn eine Zinkat-Lösung mit Ammoniumchlorid-Lösung versetzt wird, bleibt das Zink als Tetramminkomplex in Lösung,  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-} + 4 \text{NH}_4^+ \rightarrow 4 \text{H}_2\text{O} + [\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ . Durch Sulfid wird der Tetramminkomplex zerstört, und es fällt Zinksulfid als weißer Niederschlag aus:  $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+} + \text{S}^{2-} \rightarrow 4 \text{NH}_3 + \text{ZnS}$

## 4.2 Komplexometrische Titrationen

### Aluminium

*In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 0,5 ml der vorgeschriebenen Lösung, 10 ml Wasser, 1 ml 0,1 mol/l EDTA-Lösung und 2 ml Acetatpuffer vorgelegt und aufgeköcht. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird ein blauer Messlöffel Xylenolorange zugesetzt. Die gelb gefärbte Lösung wird mit 0,1 mol/l Zinksulfat aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ bis zum Farbumschlag nach rotviolett titriert.<sup>17</sup>*

*1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 2,7 mg Al*

*(EDTA-Verbrauch (Al) = 1 ml – Verbrauch (ZnSO<sub>4</sub>)).*

### Calcium

*In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 0,5 ml der vorgeschriebenen Lösung, 10 ml Wasser, 10 Tropfen Natronlauge und ein grauer Messlöffel Calconcarbonsäure vorgelegt. Die entstehende rotviolette Lösung wird mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ bis zum Farbumschlag nach tintenblau titriert.*

*1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 4,008 mg Ca.*

### Magnesium

*In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 0,5 ml der vorgeschriebenen Lösung, 10 ml Wasser, 10 Tropfen Ammoniak-Lösung sowie ein grüner Messlöffel Indikatorpuffermischung vorgelegt. Die entstehende rote Lösung wird mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ bis zum Farbumschlag nach grün titriert. Bitte langsam titrieren, da der Umschlag etwas schleppend ist.*

*1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 2,413 mg Mg.*

*Alternativmethode: In einem 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 0,5 ml der vorgeschriebenen Lösung, 10 ml Wasser, 10 Tropfen Ammoniakpuffer pH 10 sowie ein grüner Messlöffel Erio T vorgelegt. Die entstehende rote Lösung wird mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung aus einer Tuberkulinspritze bis zum Farbumschlag nach blau titriert. Bitte langsam titrieren, da der Umschlag etwas schleppend ist.*

### Zink

*In einen 25-ml-Erlenmeyerkolben werden 0,5 ml 0,1 mol/l Zinksulfat-Lösung, 10 ml Wasser, 20 Tropfen Acetatpuffer und ein blauer Messlöffel Xylenolorange vorgelegt. Die entstehende rotviolette Lösung wird mit 0,1 mol/l EDTA-Lösung aus einer Tuberkulinspritze als „Bürette“ bis zum Farbumschlag nach gelb titriert.*

*1 ml 0,1 mol/l EDTA entspricht 6,54 mg Zn.*

---

<sup>17</sup> Aluminium bildet im Bereich von pH 5-10 farblose Komplexe. Die Komplexbildung erfolgt sehr langsam, und es gibt für Aluminium keine spezifischen Indikatoren. Deshalb wird die Probe mit einer bekannten Menge EDTA im Überschuss versetzt und aufgeköcht. Der Überschuss des EDTA wird bei pH 5, der im Europäischen Arzneibuch mit Urotropin eingestellt wird, mit Zinksulfat gegen Xylenolorange zurück titriert. Hier wird Urotropin durch den Acetatpuffer ersetzt.

## 5 Pharmazeutischer Einsatz der Arznei- bzw. Hilfsstoffe

Acetylsalicylsäure	Analgetikum, Antipyretikum, Antiphlogistikum,
Aluminiumkaliumsulfat	Gurgelmittel, Blutstillstifte (Eiweißfällung)
Aluminiumsulfat	Ausgangsstoff für „Essigsäure Tonerde“
Ammoniumbromid	Sedativa, Antiepileptika
Ammoniumchlorid	Expectoranz, Mixtura solvens und Salmiakpastillen
Ammoniumhydrogencarbonat	
Ascorbinsäure	verbessert die Abwehrsituation
Benzoessäure	Konservierungsmittel
Borsäure	früher in der Augenheilkunde
Calciumcarbonat	Antacidum, Osteoporosemittel, Phosphatbinder
Calciumchlorid	Calciumsubstitutionsmittel
Calciumhydroxid	Atemkalk (CO <sub>2</sub> -Adsorption)
Calciumsulfat	Gipsverband
Citronensäure	Acidum (Ansäuerungsmittel)
Eisen(II)-sulfat	Antianämikum
Eisen(III)-chlorid	Blutstillstifte
Kaliumbromid	Antiepilepticum
Kaliumcarbonat	Alkalisierungsmittel (Hilfsstoff)
Kaliumchlorid	Kaliumsubstitutionsmittel
Kaliumiodid	Schilddrüsentherapeuticum
Kaliumhydrogencarbonat	Kaliumsubstitutionsmittel
Kaliumdihydrogenphosphat	Elektrolytinfusionslösungen
Kaliumpermanganat	Desinfektionsmittel
Kupfersulfat	Brechmittel
Magnesiumoxid	Magnesiumsubstitutionsmittel
Magnesiumsulfat	Magnesiumsubstitutionsmittel, Abführmittel
Mangansulfat	Spurenelement
Natriumbromid	Sedativa
Natriumcarbonat	Alkalisierungsmittel (Hilfsstoff)
Natriumchlorid	Ionisierungsmittel
Natriumhydrogencarbonat	Alkalisierungsmittel
Natriumiodid	Iodsubstitutionsmittel, Schilddrüsentherapeuticum
Natriummonohydrogenphosphat	Abführmittel (schwach)
Natriumsulfit	Reduktionsmittel (Hilfsstoff)
Natriumtetraborat	Dermaticum (Soor-Behandlung heute obsolet)
Natriumthiosulfat	Antidot für Cyanid und Schwermetalle
Salicylsäure	Analgeticum, Antisepticum, Keratolyticum
Wasserstoffperoxid	Desinfektionsmittel
Weinsäure	Hilfsstoff
Zinkacetat	Hilfsstoff
Zinkoxid	Adstringens
Zinksulfat	Adstringens, Zinksubstitutionsmittel, Wundbehandlung