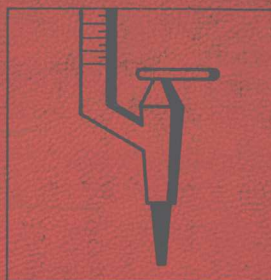


Thieme
Taschenlehrbuch
Pharmazie



Hermann J. Roth · Gottfried Blaschke

Pharmazeutische Analytik

In Anlehnung an den Gegenstandskatalog



Thieme

Hermann J. Roth · Gottfried Blaschke

Pharmazeutische Analytik

In Anlehnung an den Gegenstandskatalog
74 Abbildungen, 25 Tabellen



Y075964



Georg Thieme Verlag Stuttgart 1978

Prof. Dr. *Hermann J. Roth*
Prof. Dr. *Gottfried Blaschke*
Pharmazeutisches Institut
der Universität Bonn

CIP-Kurztitelaufnahme der Deutschen Bibliothek

Roth, Hermann J.

Pharmazeutische Analytik : in Anlehnung an d. Gegenstandskatalog / Hermann J. Roth ; Gottfried Blaschke.

– 1. Aufl. – Stuttgart : Thieme, 1978.

(Thieme Taschenlehrbuch Pharmazie)

ISBN 3-13-548001-1

NE: Blaschke, Gottfried:

Geschützte Warennamen (Warenzeichen) werden *nicht* besonders kenntlich gemacht. Aus dem Fehlen eines solchen Hinweises kann also nicht geschlossen werden, daß es sich um einen freien Warennamen handele.

Alle Rechte, insbesondere das Recht der Vervielfältigung und Verbreitung sowie der Übersetzung, vorbehalten. Kein Teil des Werkes darf in irgendeiner Form (durch Photokopie, Mikrofilm oder ein anderes Verfahren) ohne schriftliche Genehmigung des Verlages reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

© 1978 Georg Thieme Verlag, Herdweg 63, Postfach 732, D-7000 Stuttgart 1
Printed in Germany – Druck: Druckhaus Dörr, Inh. Adam Götz,
Ludwigsburg

ISBN 3 13 548001 1

5 4 3 2 1 0

Pharmazeutische Analytik

Thieme

Taschenlehrbuch

Pharmazie

Pharmazeutische Analytik

Vorwort

Ein Lehrbuch der Pharmazeutischen Analytik, das dem Studenten der Pharmazie aktuelles Wissen vermitteln und die theoretischen Kenntnisse des berufstätigen Apothekers auf den neuesten Stand anheben soll, muß alle analytischen Methoden behandeln, die bei einer pharmazeutischen Tätigkeit notwendig werden können. Ein solches Buch ginge an den Realitäten vorbei, wenn es nicht drei Aspekte berücksichtigen würde, nämlich die derzeitige Arzneibuchsituation, den Gegenstandskatalog des Instituts für medizinische und pharmazeutische Prüfungsfragen und die Einführung des SI-Systems.

Das Arzneibuch der Bundesrepublik Deutschland setzt sich aus verschiedenen Teilen zusammen:

Europäisches Arzneibuch Bd. I,

Europäisches Arzneibuch Bd. II,

1., 2. und 3. Nachtrag zum Deutschen Arzneibuch, 7. Ausgabe, und nicht „europäisierter“ Teil des Deutschen Arzneibuches, 7. Ausgabe.

Da der 1. und 3. Nachtrag zum DAB 7 keine wesentlichen Bemerkungen zur Pharmazeutischen Analytik enthalten, sind insgesamt vier Bücher zu berücksichtigen. Zahlreiche Monographien des DAB 7 sind durch die Monographien des Europäischen Arzneibuches und die des 2. Nachtrages ersetzt worden. Für die verbliebenen Monographien gelten die analytischen Vorschriften des DAB 7, die von denen des 2. Nachtrages oft nur verbal oder geringfügig abweichen. Kleinere und größere Änderungen treten beim Vergleich mit den analytischen Vorschriften des Europäischen Arzneibuches zutage. Es ist also oft notwendig, besonders im Kapitel 7 (Analytische Methoden des Deutschen und des Europäischen Arzneibuches), die Verfahren von drei verschiedenen Büchern nebeneinander abzuhandeln oder sie vergleichend darzustellen.

Der Gegenstandskatalog für den 1. Abschnitt der Pharmazeutischen Prüfung (GKP I) zählt für das Prüfungsfach „Pharmazeutische Analytik“ die Fakten auf, die der Pharmaziestudent — bedingt durch den derzeitigen Prüfungsmodus — sozusagen abrufbar bereit halten muß. Er wird es als Leser und Benutzer des vorliegenden Buches daher begrüßen, wenn man sich weitgehend an die Gliederung des GKP I hält. Lehrbücher werden aber nicht nur

dafür geschrieben, dem Studenten lediglich zu helfen, eine Prüfung zu bestehen. Sie sollen in optimaler Weise Wissen vermitteln und das Verständnis für einen wissenschaftlichen Bereich wecken. Es ist daher wohl einzusehen, wenn das vorliegende Buch in gewissem Umfang, nach oben oder nach unten, aus dem Rahmen des Gegenstandskataloges ausbricht. Eine genaue Übereinstimmung mit der Gliederung dieses Kataloges ist weder beabsichtigt noch aus didaktischen Gründen möglich. Es sollen auch dort keine künstlichen Grenzen gezogen werden, wo keine natürlichen gewachsen sind. In diesem Zusammenhang sind beispielsweise knappe Ausführungen über die Hochdruck-Flüssig-Chromatographie, die Affinitätschromatographie, die NMR-Spektroskopie, die Massenspektrometrie oder die Atomabsorptionsspektrometrie zu finden. Es betrifft Methoden, die durch Approbationsordnung und Gegenstandskatalog zwar noch nicht wissensverbindlich vorgeschrieben sind, jedoch zum modernen Rüstzeug eines chemisch orientierten Analytikers gehören und schon morgen z. B. bei der Einführung von Band III der Europäischen Pharmakopöe verbindlich werden können.

Da ab 1. 1. 1978 in der Bundesrepublik Deutschland die gesetzlichen Einheiten im Meßwesen ausschließlich nach dem SI-System zu verwenden sind, wird in diesem Buch behutsam versucht, die älteren und nicht mehr zulässigen Begriffe durch die noch ungewohnten neuen Einheiten zu ersetzen, ein Problem, mit dem sich auch die Arzneibuchkommission beschäftigen muß.

Dem von studentischer Seite immer wieder beklagten Mangel an einer besseren Koordinierung von Theorie und Praxis wird dadurch begegnet, daß Vorschriften der Arzneibücher, wenn es sich um sehr kurze Abschnitte handelt, wörtlich oder bei längeren Abhandlungen gekürzt aufgenommen und den theoretischen Grundlagen gegenübergestellt sind. Gekennzeichnet werden solche Abschnitte durch einen seitlichen Balken.

Definitionen, Gesetze, hervorzuhebende Partialstrukturen in Formeln und besonders wichtig erscheinende Passagen sind mit Raster unterlegt.

Die mitunter zahlreichen Arzneibuch-Beispiele, etwa im Rahmen der Ausführungen über Titrationen, sollen nicht das Gedächtnis des Benutzers belasten, sondern ihm ermöglichen, konkrete Vorschriften in den Arzneibüchern zu finden.

Grundlegende Begriffe, die im GKP I bereits im Abschnitt „Allgemeine, Anorganische und Organische Chemie“ aufgeführt sind, werden nicht noch einmal erläutert. In diesem Fall wird auf die Taschenbücher Ross/Hänssgen „Allgemeine und Anorganische Chemie für Pharmazeuten“ sowie Büyük „Organische Chemie für Pharmazeuten“ verwiesen.

Die Stöchiometrie, die in die Kapitel „Gewichtsanalyse“ und „Maßanalyse“ einzuordnen wäre, kann hier nur am Rande behandelt werden. Geplant ist ein Taschenbuch „Mathematik für Pharmazeuten“, das u. a. auch diese Lücke schließt.

Auf ein Kapitel „Statistik“ wird verzichtet, da sich ein entsprechender Abschnitt bereits im Taschenbuch Hellenthal „Physik für Pharmazeuten“ befindet und die Statistik auch im Taschenbuch Beissenhirtz/Süverkrüp „Pharmazeutische Technologie“ zur Sprache kommen wird.

Eine sachliche, noch besser eine konstruktive Kritik ist uns jederzeit willkommen, auf eine Polemik der Polemik wegen können wir verzichten.

Für wertvolle Anregungen und zahlreiche Diskussionen, die zu einer „Generalisierung“ des Textes geführt haben, danken wir Frau Dr. J. Troschütz, den Herren Dr. K. Eger, Dr. K. Ergenzinger, Dr. R. Troschütz und Dr. K. H. Surborg. Herrn Dr. K. Eger und Herrn Dr. R. Troschütz sei ferner für die Hilfe beim Lesen der Korrekturen gedankt.

Bonn, im Januar 1978

*H. J. Roth
G. Blaschke*

Inhaltsverzeichnis

1. Kapitel: Qualitative Analyse	1
1. Nachweis wichtiger Elemente	1
2. Nachweis von Anionen	3
2.1. Halogenide und Pseudohalogenide	3
2.2. Sauerstoffhaltige Anionen mit oxidierenden Eigenschaften	9
2.2.1. Halogenhaltige Anionen	9
2.2.2. Metallhaltige Anionen	11
2.2.3. Stickstoffhaltige Anionen	12
2.2.4. Schwefelhaltige Anionen	16
2.2.5. Phosphat und Arsenat	19
2.2.6. Carbonat und Hydrogencarbonat	21
2.2.7. Silikat	21
2.2.8. Borat und Tetraborat	22
2.3. Komplexe, eisenhaltige Anionen	23
3. Nachweis von Kationen	26
3.1. Alkalimetall-Ionen	26
3.2. Ammonium-Ionen	27
3.3. Erdalkalimetall-Ionen	28
3.4. Leichtmetall-Ionen	30
3.5. Schwermetall-Ionen	31
3.6. Halbedelmetall- und Edelmetall-Ionen	42
4. Prinzip eines Kationentrennungsganges	46
5. Aufschlußmethoden für schwer lösliche anorganische Substanzen	49
6. Nachweis der Elemente in organischen Verbindungen	50
7. Nachweis von organischen Anionen	55
8. Nachweis funktioneller Gruppen in organischen Verbindungen	60
2. Kapitel: Gewichtsanalyse (Gravimetrie)	86
1. Gravimetrische Grundoperationen	87
2. Löslichkeit	93
3. Komplexbildung	98
4. Niederschlagsbildung	100
5. Berechnung gravimetrischer Analysen	103
6. Anorganische Fällungsreagenzien	105
7. Organische Fällungsreagenzien	108
8. Gravimetrische Bestimmungen der gültigen Arzneibücher	110
3. Kapitel: Maßanalyse (Volumetrie)	112
1. Grundlagen	113
1.1. Volumenmeßgeräte	113

1.2.	Gehalt und Konzentration in der Mischphase	115
1.3.	Maßlösungen	120
1.4.	Urtitersubstanzen	128
1.5.	Indikatoren	130
2.	Maßanalytische Methoden	144
2.1.	Protolyse-Titrationen	145
2.1.1.	Titrationen von Säuren und Basen in wäßrigen Lösungen	145
2.1.2.	Titrationen von Säuren und Basen in nicht-wäßrigen Lösungen	178
2.2.	Fällungstitration	191
2.3.	Komplexbildungstitration	198
2.4.	Redoxtitration	207

4. Kapitel: Elektrometrie 226

1.	Potentiometrie	227
1.1.	Meßelektroden (Indikatorelektroden)	228
1.2.	Bezugselektroden	230
1.3.	Pharmazeutische Anwendungsbeispiele	231
2.	Elektrogravimetrie.	234
3.	Coulometrie	237
4.	Polarographie	240
5.	Konduktometrie.	244
6.	Amperometrie, Voltametrie	248
6.1.	Amperometrie	248
6.2.	Voltametrie	250
6.3.	Dead-stop-Verfahren	252

5. Kapitel: Optische und spektroskopische Analysenmethoden 255

1.	Refraktometrie	256
2.	Polarimetrie	258
3.	Grundlagen der Kolorimetrie, Photometrie und Spektroskopie (Spektrophotometrie)	262
3.1.	Das elektromagnetische Spektrum	262
3.2.	Lichtemission.	264
3.3.	Lichtabsorption.	267
3.4.	Gesetz der Lichtabsorption	269
4.	Kolorimetrie	273
5.	Photometrie	274
6.	Absorptionsspektroskopie im ultravioletten und sichtbaren Bereich	278
6.1.	Molekülanregung	278
6.2.	Molekülstruktur und absorbiertes Licht	280
6.3.	Spektralphotometer	282
6.4.	Anwendungen	283
6.5.	Atomabsorptionsspektrometrie	287
7.	Infrarot-Absorptionsspektroskopie	288
7.1.	Molekülanregung	288
7.2.	Absorptionsbereiche.	291
7.3.	Infrarotspektrometer.	293
7.4.	Anwendungen	295

8.	Weitere spektroskopische Methoden	296
8.1.	Kernresonanzspektroskopie	296
8.2.	Massenspektrometrie	301
6.	Kapitel: Chromatographie	304
1.	Papierchromatographie	313
2.	Dünnschichtchromatographie	317
3.	Säulenchromatographie	321
4.	Gaschromatographie	324
5.	Hochdruck-Flüssig-Chromatographie	327
6.	Ionenaustausch-Chromatographie	328
7.	Affinitätschromatographie	334
8.	Gelchromatographie	335
7.	Kapitel: Analytische Methoden des Deutschen und Europäischen Arzneibuchs	337
1.	Physikalische Kennzahlen	338
1.1.	Temperaturmessungen mit Thermometern	340
1.2.	Dichte	352
1.3.	Viskosität	357
1.4.	Äthanolgehalt	360
1.5.	Trocknungsverlust und Trockenrückstand	363
1.6.	Wassergehalt	365
1.7.	Füllvolumen	366
2.	Chemische Kennzahlen	367
2.1.	Bestimmung der Asche	368
2.2.	Säurezahl	369
2.3.	Buchner-Zahl	370
2.4.	Verseifungszahl	371
2.5.	Esterzahl	372
2.6.	Verhältniszahl	372
2.7.	Jodzahl	372
2.8.	Peroxidzahl	374
2.9.	Unverseifbare Anteile	377
2.10.	Hydroxylzahl	377
3.	Nachweisreaktionen, Identitätsprüfungen, Grenzprüfungen, Prüfungen auf Verunreinigungen und Verfälschungen	379
3.1.	Nachweisreaktionen	379
3.2.	Identitätsprüfungen	381
3.3.	Grenzprüfungen	384
3.4.	Prüfung auf Verunreinigungen und Verfälschungen	392
4.	Quantitative Bestimmungsverfahren	398
4.1.	Bestimmung von Elementen	398
4.2.	Bestimmung von Kationen	403
4.3.	Bestimmung funktioneller Gruppen	404
4.4.	Bestimmung von Verbindungen	405
	Weiterführende Literatur	410
	Sachverzeichnis	413

1. Kapitel: Qualitative Analyse

Im Rahmen der Pharmazeutischen Analytik ist nur der Nachweis solcher **Elementarsubstanzen** von Interesse, die als Arznei- und Hilfsstoffe gebraucht werden. Ihre Zahl ist klein.

Zahlreich sind dagegen die **Anionen** und **Kationen**, die als Bestandteile von Arzneistoffen, Arzneiformen und Hilfsstoffen zu identifizieren sind oder deren Nachweis zu erbringen ist, wenn sie als Verunreinigungen enthalten sind.

1. Nachweis wichtiger Elemente

Von pharmazeutischem Interesse sind folgende Elemente:

Elemente:	Arzneibuchmonographien:	
Kohlenstoff	Medizinische Kohle	2. Nachtr.
Sauerstoff	Oxygenium	Ph.Eur.II
Schwefel	Schwefel	2. Nachtr.
	Feinverteilter Schwefel	2. Nachtr.
Eisen	Eisenpulver	DAB 7

Kohlenstoff

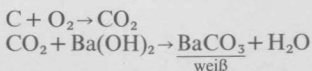
Von den verschiedenen Modifikationen

reguläre Kristalle:	Diamant
hexagonale Kristalle:	Graphit
„amorphe“ Formen:	Kohle

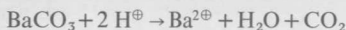
soll hier nur die Kohle behandelt werden, zu der die **Aktivkohle** und die **medizinische Kohle** zu rechnen sind.

Als Vorprobe wertet man Aussehen und Löslichkeit. **Medizinische Kohle** ist ein schwarzes, in Wasser und organischen Lösungsmitteln unlösliches Pulver.

Der Nachweis wird durch vollständiges Verbrennen zu Kohlendioxid erbracht. Das entstandene Kohlendioxid charakterisiert man durch Einleiten in Bariumhydroxidlösung, wobei Bariumcarbonat als weiße Trübung erscheint oder, bei höherer Konzentration, als weißer Niederschlag ausfällt.



Der gebildete Niederschlag muß sich unter Kohlendioxid-Entwicklung in verdünnter Essigsäure wieder auflösen:



Sauerstoff

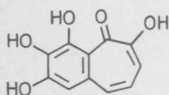
Sauerstoff ist ein farb-, geruch- und geschmackloses Gas. Zwei leicht auszuführende und geläufige Nachweisreaktionen sind in der Ph.Eur.II beschrieben.

- a)** Ein glühender Holzspan flammt in Gegenwart des Gases auf (Ph.Eur.II).

Bringt man einen glühenden oder glimmenden Holzspan, der aus der ihn umgebenden Luft den zu etwa 20% enthaltenen Sauerstoff langsam verbraucht, in eine reine Sauerstoffatmosphäre, so tritt eine lebhafte Verbrennung ein, die sich in einem spontanen Auf-flammen äußert.

- b)** Das Gas wird beim Schütteln mit einer alkalischen Pyrogallol-Lösung absorbiert; die Lösung färbt sich dunkelbraun (Ph.Eur.II).

Bei 760 Torr und 20 °C löst sich 1 Volumenteil Sauerstoff in 32 Volumenteilen Wasser. Pyrogallol besitzt, besonders im alkali-schen Milieu, stark reduzierende Eigenschaften. Es wird unter Ver-brauch des Sauerstoffs zum *o*-Chinon und Folgeprodukten oxi-diert. Ein definiertes Oxidationsprodukt ist das Purpurogallin.



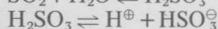
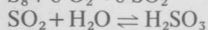
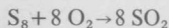
Purpurogallin

Schwefel

Der Nachweis des **Schwefels** wird am einfachsten durch Oxidation zu Schwefeldioxid bzw. Sulfat geführt.

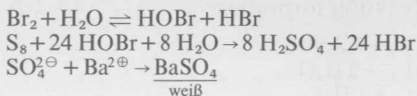
Entsprechende Reaktionen sind im 2. Nachtr. beschrieben.

- a)** Die Substanz verbrennt beim Erhitzen an der Luft mit schwach blauer Flamme unter Entwicklung von Schwefeldi-oxid, das angefeuchtetes Lackmuspapier rot färbt (2. Nachtr.).



- b) Man erhitzt die Substanz mit Bromwasser bis zur Farblosigkeit. Das Filtrat gibt dann einen positiven Sulfatnachweis.

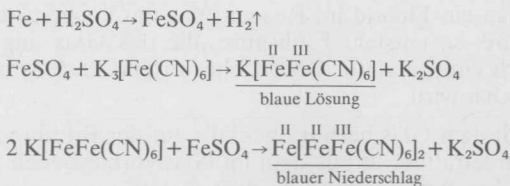
In neutraler, wäßriger Lösung disproportioniert Brom teilweise zu Hypobromit und Bromid. Der Schwefel wird durch Hypobromit im wäßrigen Milieu zu Sulfat oxidiert, wobei das Hypobromit zu Bromid reduziert wird. Den Sulfatnachweis führt man mit einem löslichen Bariumsalz, wobei schwerlösliches Bariumsulfat ausfällt:



Eisen

Der Nachweis unedler Metalle gelingt im allgemeinen dadurch, daß man das Metall in einer geeigneten Mineralsäure löst und das entstandene Metall-Ion durch eine Farbreaktion oder eine Niederschlagsbildung charakterisiert. So verfährt auch das DAB 7.

Die Substanz wird unter Wasserstoffentwicklung in 3 N-Schwefelsäure gelöst. Die Lösung gibt nach dem Verdünnen mit Kaliumhexacyanoferrat(III)-Lösung einen tiefblauen Niederschlag (DAB 7):



2. Nachweis von Anionen

2.1. Halogenide und Pseudohalogenide

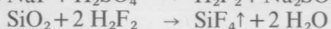
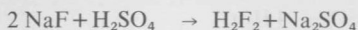
Fluorid

Üblich sind zwei Nachweisreaktionen, die beide auf der Umsetzung von Fluorwasserstoff mit Siliciumdioxid beruhen:

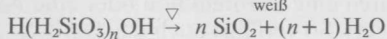
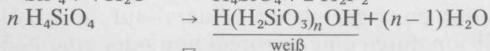
- a) Erwärmt man ein **Fluorid** in einem Bleitiegel mit etwas Siliciumdioxid (z. B. Seesand) und konzentrierter Schwefelsäure und bedeckt den Tiegel mit einem Uhrglas, an dessen Unterseite sich ein Wassertropfen befindet, so trübt sich dieser nach kurzer Zeit (ÖAB 9). Wird der Tiegel mit einem durchbohrten Bleideckel bedeckt, auf den man ein angefeuchtetes, schwar-

zes Papier gelegt hat, so bildet sich im Bereich der Bohrung auf dem Papier ein weißer Fleck, der beim Verkohlen des Papiers in der Bunsenflamme nicht verschwinden darf.

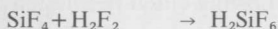
Die beiden Erscheinungen beruhen darauf, daß der mit Schwefelsäure freigesetzte Fluorwasserstoff mit Siliciumdioxid zu gasförmigem Siliciumtetrafluorid reagiert, das durch Wasser wieder zu Kieselsäure bzw. Polykieselsäure hydrolysiert wird. Am Beispiel des Natriumfluorids sei die Reaktion formuliert:



oder:



Bei einem Überschuß an Fluorid bildet sich die Hexafluorokieselsäure, die löslich ist und so den Nachweis stört:



- b) Erwärmt man ein **Fluorid** im Reagenzglas mit konzentrierter Schwefelsäure, so entsteht Flußsäure, die das Glas angreift und dadurch eine so glatte Oberfläche verleiht, daß es nicht mehr benetzbar wird.

Die Reaktion mit dem Glas beruht ebenfalls auf der Bildung gasförmigen Siliciumtetrafluorids aus dem im Glas vorhandenen Siliciumdioxid und dem freigesetzten Fluorwasserstoff.

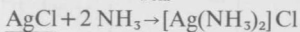
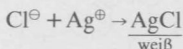
In der deutschen und der europäischen Pharmakopöe sind bisher keine Beispiele vorhanden. Das ÖAB 9 bedient sich des Nachweises a).

Chlorid

- a) Wird die verdünnte Lösung eines **Chlorids** mit Silbernitratlösung versetzt, so entsteht ein weißer, sich zusammenballender Niederschlag, der in verdünnter Salpetersäure unlöslich, in Ammoniaklösung leicht löslich ist. Beim Ansäuern der ammoniakalischen Lösung mit verdünnter Salpetersäure tritt erneut ein Niederschlag auf (Ph.Eur.I).

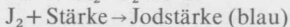
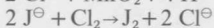
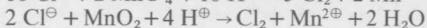
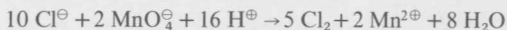
Der weiße Niederschlag besteht aus Silberchlorid, das sich in Salpetersäure nicht wieder löst. Bei Zusatz von Ammoniak entsteht

der lösliche Silberdiamminkomplex. Säuert man die Chlorid-Ionen enthaltende Lösung an, so bildet sich Silberchlorid zurück, das erneut ausfällt (Ph.Eur.I).



- b) Wird ein **Chlorid** mit verdünnter Schwefelsäure und Kaliumpermanganat oder Mangandioxid erhitzt, entstehen Dämpfe, die höchstens blaßgrün gefärbt sind und Kaliumjodid-Stärkepapier blau färben (Ph.Eur.I).

Durch Oxidation mit Kaliumpermanganat oder Mangandioxid entsteht Chlor, das das im Kaliumjodid-Stärkepapier vorhandene Jodid teilweise zu Jod oxidiert, das seinerseits mit der Stärke eine blaue Einschlußverbindung liefert:

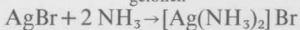
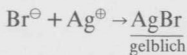


Zur Struktur der Jodstärke s. S. 140.

Bromid

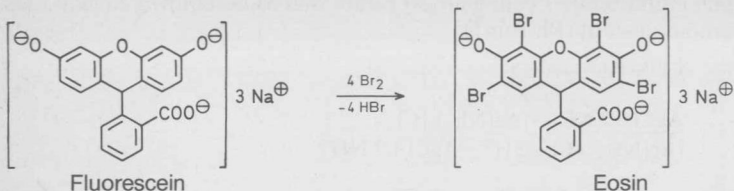
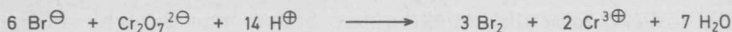
- a) Wird die Lösung eines **Bromides** mit Silbernitrat-Lösung versetzt, entsteht ein gelblicher, sich zusammenballender Niederschlag, der in verdünnter Salpetersäure unlöslich, in Ammoniaklösung schwer löslich ist (Ph.Eur.I).

Die ablaufenden Reaktionen erfolgen in Analogie zum Chloridnachweis:



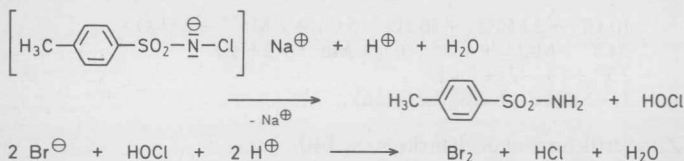
- b) Wird ein **Bromid** mit Schwefelsäure und Kaliumdichromat erhitzt, entstehen Dämpfe, die ein mit Fluorescein-Natrium-Lösung und 1 Tropfen verdünnter Ammoniaklösung befeuchtetes Filtrierpapier rosa färben (Ph.Eur.I).

Bromid entwickelt beim Erwärmen mit Kaliumdichromat und Schwefelsäure Brom, das (in Anwesenheit von Ammoniak) Fluorescein-Natrium zu Eosin bromiert:



- c) Wird die salzsaure Lösung eines **Bromids** tropfenweise mit stark verdünnter Chloramin T-Lösung versetzt und mit Chloroform geschüttelt, so färbt sich die Chloroformschicht gelblichbraun (DAB 7, Beispiel: Kaliumbromid).

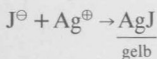
Chloramin T, das man als „organisches Hypochlorit“ auffassen kann, oxidiert das Bromid zu elementarem Brom, das sich in Chloroform mit gelblichbrauner Farbe löst:



Jodid

- a) Wird die Lösung eines **Jodides** mit Silbernitrat-Lösung versetzt, entsteht ein blaßgelber Niederschlag, der in verdünnter Salpetersäure und Ammoniaklösung unlöslich ist (Ph.Eur.I)

Im Unterschied zu Silberchlorid und Silberbromid bildet Silberjodid mit Ammoniak keinen löslichen Silberdiamminkomplex:



- b) Wird ein **Jodid** mit verdünnter Säure und Kaliumdichromat versetzt, entsteht Jod, das sich in Chloroform mit rötlichvioletter Farbe löst (Ph.Eur.I).

In saurer Lösung werden Jodide zu Jod oxidiert, das sich in Kohlenwasserstoffen und halogenierten Kohlenwasserstoffen mit rötlichvioletter Farbe (Farbe des Jodmoleküls) löst:

