

1 Grundlagen und allgemeine Arbeitsweisen der qualitativen anorganischen Analyse

1.1 Grundbegriffe, Validierung

1* Welche Aussage trifft zu?

Unter der Grenzkonzentration einer Nachweisreaktion versteht man

- (A) die Maximalkonzentration an nachzuweisender Substanz, die beim Nachweis nicht überschritten werden darf
- (B) die mindestens erforderliche Konzentration an Nachweisreagenz
- (C) die maximal zulässige Konzentration an Nachweisreagenz, bei der noch keine störende Komplexbildung auftritt
- (D) die Minimalkonzentration an nachzuweisender Substanz, die noch einen positiven Nachweis ergibt
- (E) die Mindestmasse an Substanz (in μg), die noch einen positiven Nachweis ergibt

2* Welche Aussagen treffen zu?

Die übliche Angabe, dass der Wert für die Grenzkonzentration für einen Nachweis 10^{-4} (entsprechend 100 ppm) sei, bedeutet, dass die Reaktion positiv ausfällt, wenn

- (1) mindestens 10^{-4} g Substanz in 1 ml gelöst sind
 - (2) mindestens 1 g Substanz in 10^4 ml gelöst ist
 - (3) das Löslichkeitsprodukt der Substanz höchstens 10^{-4} beträgt
 - (4) mindestens 10^{-4} g Substanz gelöst sind
- (A) nur 2 ist richtig
 - (B) nur 3 ist richtig

- (C) nur 1 und 2 sind richtig
- (D) nur 1 und 3 sind richtig
- (E) 1–4 = alle sind richtig

3 Welche Aussagen treffen zu?

Selektivität (in der klassischen qualitativen Analyse) kann sich beziehen auf:

- (1) Elemente
- (2) Stoffe
- (3) funktionelle Gruppen
- (4) Elementspezies (z. B. Oxidationsstufen)

- (A) nur 4 ist richtig
- (B) nur 1 und 2 sind richtig
- (C) nur 1, 2 und 3 sind richtig
- (D) nur 1, 3 und 4 sind richtig
- (E) 1–4 = alle sind richtig

4 Welche der folgenden Strategien des Arzneibuchs dienen der Erhöhung der Selektivität?

- (1) Kombination verschiedener Reaktionen
 - (2) Trennung der Reaktionsräume zweier aufeinander folgender Reaktionen
 - (3) Verbesserung der Empfindlichkeit
 - (4) Ausschluss ähnlich reagierender Stoffe durch zusätzliche Reaktionen
 - (5) Erhöhung der Robustheit der eingesetzten Nachweise
- (A) nur 1 und 5 sind richtig
 - (B) nur 2 und 3 sind richtig
 - (C) nur 2 und 4 sind richtig
 - (D) nur 1, 2 und 4 sind richtig
 - (E) 1–5 = alle sind richtig

1.2 Vorproben

Flammenfärbung

5* Welche der folgenden Verbindungen ergeben eine grüne Flammenfärbung, wenn sie in die nichtleuchtende Bunsenflamme gebracht werden?

- (1) FeSO_4
 - (2) $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$
 - (3) BaCl_2
 - (4) $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$
 - (5) Cs_2SO_4
- (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 3 ist richtig
 (C) nur 2, 3 und 4 sind richtig
 (D) nur 1, 2, 3 und 4 sind richtig
 (E) 1–5 = alle sind richtig

6* Welche der folgenden Verbindungen ergeben eine grüne oder blaugrüne Flammenfärbung, wenn sie in die nichtleuchtende Bunsenflamme gebracht werden?

- (1) SnO_2
 - (2) CuCl_2
 - (3) BaCl_2
 - (4) $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$
 - (5) Cr_2O_3
- (A) nur 2 ist richtig
 (B) nur 4 ist richtig
 (C) nur 1 und 4 sind richtig
 (D) nur 2 und 5 sind richtig
 (E) nur 2, 3 und 4 sind richtig

7* Welche der folgenden Verbindungen ergeben eine grüne oder blaugrüne Flammenfärbung, wenn sie in die nichtleuchtende Bunsenflamme gebracht werden?

- (1) As_2O_3
 - (2) CuCl_2
 - (3) BaCl_2
 - (4) $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$
 - (5) K_2SO_4
- (A) nur 2 ist richtig
 (B) nur 4 ist richtig
 (C) nur 1 und 4 sind richtig
 (D) nur 2 und 5 sind richtig
 (E) nur 2, 3 und 4 sind richtig

8 Welche der folgenden Verbindungen ergeben eine grüne oder blaugrüne Flammenfärbung, wenn sie in die nichtleuchtende Bunsenflamme gebracht werden?

- (1) NiSO_4
 - (2) CuCl_2
 - (3) BaCl_2
 - (4) $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$
 - (5) Ti_2SO_4
- (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 3 ist richtig
 (C) nur 1, 2, 3 und 4 sind richtig
 (D) nur 2, 3, 4 und 5 sind richtig
 (E) 1–5 = alle sind richtig

9 Welche Aussagen treffen zu?

Eine rote Flammenfärbung tritt auf, wenn folgende Verbindung in die nichtleuchtende Bunsenflamme gebracht wird:

- (1) $\text{Ni}(\text{OH})_2$
 - (2) Li_2CO_3
 - (3) SrCl_2
 - (4) MnO_2
 - (5) $\text{Cd}(\text{OH})_2$
- (A) nur 2 ist richtig
 (B) nur 1 und 2 sind richtig
 (C) nur 2 und 3 sind richtig
 (D) nur 4 und 5 sind richtig
 (E) nur 1, 2, 3 und 5 sind richtig

10* Welche Aussagen treffen zu?

Eine rote Flammenfärbung tritt auf, wenn folgende Verbindung in die nichtleuchtende Bunsenflamme gebracht wird:

- (1) $\text{Fe}(\text{OH})_3$
 - (2) LiCl
 - (3) SrCl_2
 - (4) NaCl
 - (5) CuCl_2
- (A) nur 2 ist richtig
 (B) nur 1 und 2 sind richtig
 (C) nur 2 und 3 sind richtig
 (D) nur 4 und 5 sind richtig
 (E) nur 1, 2, 3 und 5 sind richtig

11 Welche der folgenden Verbindungen ergibt **keine** grüne oder blaugrüne Flammenfärbung, wenn sie in die nichtleuchtende Bunsenflamme gebracht wird?

- (A) NiSO_4
- (B) CuCl_2
- (C) BaCl_2
- (D) $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$
- (E) Ti_2SO_4

12 Welche der folgenden Metallchloride kann **nicht** durch Flammenfärbung erkannt werden?

- (A) LiCl
- (B) KCl
- (C) NaCl
- (D) CaCl_2
- (E) ZnCl_2

13 Welche Aussage trifft zu? Die rote Flammenfärbung einer Bunsenflamme bei Einbringen von Lithiumchlorid wird hervorgerufen durch:

- (A) Li-Ionen
- (B) Li-Atome
- (C) LiCl -Moleküle
- (D) Li_2 -Moleküle
- (E) freie Elektronen

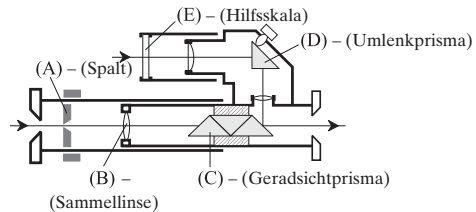
14 Welche Aussage trifft zu? Der Nachweis von Lithium in Lithiumsalzen wird nach Arzneibuch durch das Auftreten einer Flammenfärbung geführt. Dabei ist folgende Färbung zutreffend:

- (A) rot
- (B) gelb
- (C) grün
- (D) blau
- (E) violett

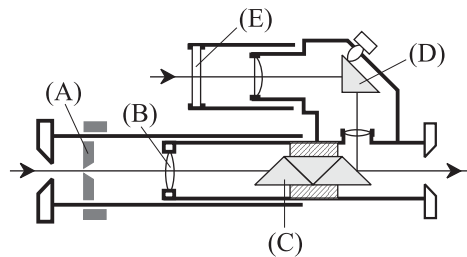
15* Was enthält ein Handspektroskop typischerweise **nicht**?

- (A) Abbildungslinse (Sammellinse)
- (B) Eintrittsspalt
- (C) Amici-Prisma (Geradsichtprisma)
- (D) Nicolsches Prisma
- (E) Wellenlängenskala

16 Folgende Abbildung zeigt schematisch den Aufbau eines Handspektroskops. Welches Bauteil in diesem Aufbau ist dafür verantwortlich, dass beim Betrachten einer Natrium-Flamme eine gelbe Linie (und nicht etwa ein Punkt) beobachtet wird?



17* Folgende Abbildung zeigt schematisch den Aufbau eines Handspektroskops. Durch welches Bauteil erfolgt dabei die Zerlegung des Lichtes?



Oxidationsschmelze

18* Welche Aussage trifft zu? Die beim Mangan-Nachweis in der Oxidationsschmelze ($\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{KNO}_3$) eines Mangan(II)-Salzes ablaufende Reaktion lässt sich wie folgt formulieren (von Folgereaktionen sei hier abgesehen):

- (A) $2 \text{Mn}^{2+} + 3 \text{NO}_3^- + 2 \text{CO}_3^{2-} \rightarrow 2 \text{MnO}_4^{2-} + 3 \text{NO}_2^- + 2 \text{CO}_2$
- (B) $\text{Mn}^{2+} + 2 \text{NO}_3^- + 2 \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{MnO}_4^{2-} + 2 \text{NO}_2^- + 2 \text{CO}_2$
- (C) $3 \text{Mn}^{2+} + 5 \text{NO}_3^- + 2 \text{CO}_3^{2-} \rightarrow 3 \text{MnO}_4^- + 5 \text{NO} + 2 \text{CO}_2$
- (D) $2 \text{Mn}^{2+} + 5 \text{NO}_3^- + 3 \text{CO}_3^{2-} \rightarrow 2 \text{MnO}_4^- + 5 \text{NO}_2^- + 3 \text{CO}_2$
- (E) $\text{Mn}^{2+} + 2 \text{NO}_3^- + 2 \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{MnO}_2 + 2 \text{NO}_2^-$

19* Welche Aussage trifft zu?

Wird die zum Mangan-Nachweis hergestellte Oxidationsschmelze ($\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{KNO}_3$) in Wasser gelöst und diese Lösung mit verdünnter Essigsäure angesäuert, tritt eine Disproportionierung gemäß folgender Reaktionsgleichung ein:

- (A) $3 \text{MnO}_4^{2-} + 4 \text{H}^+ \rightarrow 2 \text{MnO}_4^- + \text{MnO}_2 + 2 \text{H}_2\text{O}$
 (B) $2 \text{MnO}_2 + 4 \text{H}^+ \rightarrow \text{MnO}_4^{2-} + \text{Mn}^{2+} + 2 \text{H}_2\text{O}$
 (C) $2 \text{MnO}_4^{2-} + 4 \text{H}^+ \rightarrow \text{MnO}_4^- + \text{MnO}_2 + 2 \text{H}_2\text{O}$
 (D) $3 \text{MnO}_4^- + 4 \text{H}^+ \rightarrow \text{MnO}_4^{2-} + 2 \text{MnO}_2 + 4 \text{H}_2\text{O}$
 (E) $5 \text{MnO}_4^{2-} + 8 \text{H}^+ \rightarrow 4 \text{MnO}_4^- + \text{Mn}^{2+} + 4 \text{H}_2\text{O}$

20* Welche der folgenden Reaktionen können beim Mangan-Nachweis mittels einer alkalisch-oxidierenden Schmelze ($\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{KNO}_3$) zu der Grünfärbung der Schmelze beitragen?

- (1) $3 \text{Mn}^{2+} + 5 \text{NO}_3^- \rightarrow 3 \text{MnO}_4^- + 5 \text{NO} + 2 \text{CO}_2$
 (2) $\text{Mn}^{2+} + 2 \text{NO}_3^- + 2 \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{MnO}_4^{2-} + 2 \text{NO}_2^- + 2 \text{CO}_2$
 (3) $\text{Mn}^{2+} + 4 \text{NO}_2^- \rightarrow \text{MnO}_4^{2-} + 4 \text{NO}$
 (4) $2 \text{Mn}^{2+} + 3 \text{NO}_3^- + 2 \text{CO}_3^{2-} \rightarrow 2 \text{MnO}_4^{2-} + 3 \text{NO}_2^- + 2 \text{CO}_2$

- (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 4 ist richtig
 (C) nur 1 und 2 sind richtig
 (D) nur 2 und 3 sind richtig
 (E) nur 3 und 4 sind richtig

21 Welche Aussage trifft zu?

Chrom(III)-oxid wird zu seiner qualitativen Analyse üblicherweise aufgeschlossen mittels:

- (A) Soda-Pottasche-Schmelze
 (B) Freiburger Aufschluss (Schmelze mit Soda + Schwefel)
 (C) Königswasser (unter Erhitzen)
 (D) NaOH-Schmelze
 (E) Oxidationsschmelze mit $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{KNO}_3$

22* Chrom(III)-oxid kann durch eine Oxidationsschmelze aufgeschlossen werden.

Welche der folgenden Gleichungen beschreibt den chemischen Vorgang?

- (A) $\text{Cr}_2\text{O}_3 + 3 \text{NaNO}_3 + 2 \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow 2 \text{Na}_2\text{CrO}_4 + 3 \text{NaNO}_2 + 2 \text{CO}_2\uparrow$
 (B) $\text{Cr}_2\text{O}_3 + 2 \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaNO}_3 \rightarrow 2 \text{Na}_2\text{CrO}_4 + \text{NaNO}_2 + 2 \text{CO}_2\uparrow$
 (C) $5 \text{Cr}_2\text{O}_3 + 6 \text{NaNO}_3 + 7 \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow 10 \text{Na}_2\text{CrO}_4 + 3 \text{N}_2\uparrow + 7 \text{CO}_2\uparrow$

- (D) $\text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{NaNO}_2 + \text{K}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{NaNO}_3 + \text{CO}_2\uparrow$
 (E) $\text{Cr}_2\text{O}_3 + 2 \text{NaNO}_3 \rightarrow \text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + 2 \text{NO}\uparrow$

23* Chromeisenstein (FeCr_2O_4) kann durch eine Oxidationsschmelze aufgeschlossen werden.

Welche der folgenden Gleichungen beschreibt einen solchen Vorgang?

- (A) $2 \text{FeCr}_2\text{O}_4 + 4 \text{K}_2\text{CO}_3 + 7 \text{NaNO}_3 \rightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3 + 4 \text{K}_2\text{CrO}_4 + 7 \text{NaNO}_2 + 4 \text{CO}_2$
 (B) $3 \text{FeCr}_2\text{O}_4 + 3 \text{K}_2\text{CO}_3 + 5 \text{NaNO}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 + 3 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + 5 \text{NaNO}_2 + 3 \text{CO}_2$
 (C) $2 \text{FeCr}_2\text{O}_4 + \text{K}_2\text{CO}_3 + 4 \text{KHSO}_4 \rightarrow \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 2 \text{KOH} + \text{CO}_2$
 (D) $\text{FeCr}_2\text{O}_4 + 3 \text{K}_2\text{CO}_3 + 3 \text{S} \rightarrow \text{FeS} + \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + 2 \text{K}_2\text{S} + \text{CO}_2$
 (E) $2 \text{FeCr}_2\text{O}_4 + 6 \text{KHSO}_4 \rightarrow \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + 2 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{K}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{SO}_2$

Perlreaktion**24** Welche Aussage trifft zu?

Die in der „Boraxperle“ bei der Prüfung von Cobalt(II)-sulfat ablaufende Gesamtreaktion wird üblicherweise durch folgende Gleichung schematisch beschrieben:

- (A) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{CoSO}_4 \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{CoB}_4\text{O}_7$
 (B) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{CoSO}_4 \rightarrow 2 \text{NaBO}_2 + \text{Co}(\text{BO}_2)_2 + \text{SO}_3\uparrow$
 (C) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 2 \text{CoSO}_4 \rightarrow 2 \text{NaCoBO}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{SO}_3\uparrow$
 (D) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{CoSO}_4 \rightarrow \text{Na}_2\text{O} + \text{CoB}_4\text{O}_7 + \text{SO}_3\uparrow$
 (E) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 2 \text{CoSO}_4 \rightarrow 2 \text{NaBO}_2 + \text{Co}_2(\text{BO}_2)_3 + 2 \text{SO}_2\uparrow$

Marsh-Probe**25*** Welche Aussagen treffen zu?

Die Marshsche Probe auf Arsenverbindungen unter Einschluss einer Unterscheidungsmöglichkeit gegenüber Antimon beruht auf folgenden (stöchiometrisch zutreffend formulierten) Reaktionen:

- (1) $2 \text{AsO}_3^{3-} + 3 \text{H}_3\text{PO}_2 + 6 \text{H}^+ \rightarrow 2 \text{As} + 3 \text{H}_3\text{PO}_3 + 3 \text{H}_2\text{O}$
 (2) $\text{As}_2\text{O}_3 + 6 \text{Zn} + 12 \text{H}^+ \rightarrow 2 \text{AsH}_3 + 6 \text{Zn}^{2+} + 3 \text{H}_2\text{O}$

- (3) $2 \text{AsH}_3 \rightarrow 2 \text{As} + 3 \text{H}_2$
 (4) $2 \text{As} + 5 \text{H}_2\text{O}_2 + 6 \text{NH}_3 \rightarrow 2 \text{AsO}_4^{3-} + 6 \text{NH}_4^+ + 2 \text{H}_2\text{O}$
 (5) $\text{AsH}_3 + 6 \text{Ag}^+ + 3 \text{H}_2\text{O} \rightarrow 6 \text{Ag} + \text{AsO}_3^{3-} + 9 \text{H}^+$

- (A) nur 1 und 4 sind richtig
 (B) nur 2 und 5 sind richtig
 (C) nur 1, 2 und 5 sind richtig
 (D) nur 2, 3 und 4 sind richtig
 (E) nur 1, 3, 4 und 5 sind richtig

26 Welche Aussagen treffen zu?

Die Marshsche Probe auf Arsenverbindungen unter Einschluss einer Unterscheidungsmöglichkeit gegenüber Antimon beruht u. a. auf folgenden Reaktionen:

- (1) Umsetzung mit H_3PO_2
 (2) Reduktion mit Zink/HCl
 (3) thermische Zersetzung der Wasserstoffverbindungen
 (4) Oxidation des elementaren Arsens mit $\text{H}_2\text{O}_2/\text{NH}_3$
 (5) Reaktion von AsH_3 mit Ag^+

- (A) nur 1 und 4 sind richtig
 (B) nur 2 und 5 sind richtig
 (C) nur 1, 2 und 5 sind richtig
 (D) nur 2, 3 und 4 sind richtig
 (E) nur 1, 3, 4 und 5 sind richtig

Leuchtprobe

27* Ein mit kaltem Wasser gefülltes Reagenzglas werde in eine salzsaure Analysenlösung, zu der man metallisches Zink gegeben hat, eingetaucht und danach in eine nichtleuchtende Bunsenflamme gehalten.

Welches der folgenden Elemente verursacht hierbei (in Form von Verbindungen) eine blaue Lumineszenz („Leuchtprobe“)?

- (A) Blei
 (B) Kupfer
 (C) Zink
 (D) Zinn
 (E) Antimon

Erhitzen im Glührohr

28 Welche Aussagen treffen zu?

Beim Erhitzen einer trockenen Substanz im Glühröhrchen entsteht an der Glaswand ein zunächst gelber Beschlag. Dies kann hindeuten auf die Anwesenheit von:

- (1) Schwefel
 (2) Arsen(III)-sulfid
 (3) Quecksilber(II)-iodid
 (4) Bleichlorid
 (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 1 und 2 sind richtig
 (C) nur 1, 2 und 3 sind richtig
 (D) nur 2, 3 und 4 sind richtig
 (E) 1–4 = alle sind richtig

29* Zur Vorprobe auf Anionen wird eine Analysensubstanz im Glühröhrchen unter Luftzutritt erhitzt.

Welche der folgenden Substanzen können zu einer SO_2 -Entwicklung führen?

- (1) Sulfide
 (2) Sulfite
 (3) Thiosulfate
 (4) Sulfate (in Abwesenheit von Reduktionsmitteln)
 (A) nur 2 ist richtig
 (B) nur 2 und 3 sind richtig
 (C) nur 1, 2 und 3 sind richtig
 (D) nur 1, 3 und 4 sind richtig
 (E) 1–4 = alle sind richtig

Themenübergreifende Fragen

Ordnen Sie bitte den in Liste 1 genannten Ionen die jeweils geeignete Vorprobe aus Liste 2 zu!

Liste 1

30* Sb^{3+}

31* Sn^{2+}

32* Mn^{2+}

33* Cr^{3+}

34* As^{3+}

Liste 2

- (A) Leuchtprobe
- (B) Marshsche Probe
- (C) Oxidationsschmelze
- (D) Ätzprobe
- (E) Wassertropfenprobe

Verhalten gegenüber Ammoniak und Lauge**35*** Welche Aussage trifft zu?

Nach Zugabe eines großen Überschusses an konzentrierter Natriumhydroxid-Lösung zu einer wässrigen Lösung seines Sulfats liegt folgendes Kation als Hydroxid gefällt vor:

- (A) Zn^{2+}
- (B) Pb^{2+}
- (C) Al^{3+}
- (D) Sn^{2+}
- (E) Fe^{2+}

36 Welche Aussage trifft zu?

Nach Zugabe eines großen Überschusses an Natriumhydroxid-Lösung zu einer wässrigen Lösung seines Sulfats liegt folgendes Kation als Hydroxid gefällt vor:

- (A) Zn^{2+}
- (B) Mg^{2+}
- (C) Al^{3+}
- (D) Sn^{2+}
- (E) Keine der obigen Aussagen trifft zu.

37 Welche Aussage trifft zu?

Nach Zugabe eines großen Überschusses an Natriumhydroxid-Lösung zu einer wässrigen Lösung seines Sulfats liegt folgendes Kation als Hydroxid gefällt vor:

- (A) Zn^{2+}
- (B) Fe^{2+}
- (C) Al^{3+}
- (D) Sn^{2+}
- (E) Hg_2^{2+}

38 Welche Aussage trifft zu?

Nach Zugabe eines großen Überschusses an konzentrierter Natriumhydroxid-Lösung zu einer wässrigen Lösung seines Sulfats liegt folgendes Kation als Hydroxid gefällt vor:

- (A) Zn^{2+}
- (B) Pb^{2+}

- (C) Al^{3+}
- (D) Fe^{3+}
- (E) Keines der obigen Kationen wird gefällt.

39 Welche Aussage trifft zu?

Nach Zugabe eines großen Überschusses an konzentrierter Natriumhydroxid-Lösung zu einer wässrigen Lösung seines Sulfats liegt folgendes Kation als Hydroxid gefällt vor:

- (A) Zn^{2+}
- (B) Pb^{2+}
- (C) Al^{3+}
- (D) Cr^{3+}
- (E) Keine der Aussagen (A) bis (D) trifft zu.

40 Welche Aussage trifft **nicht** zu?

Mit einem Überschuss von NaOH lösen sich folgende Hydroxide auf Grund ihres amphoteren Charakters zu komplexen Verbindungen:

- (A) $\text{Pb}(\text{OH})_2$
- (B) $\text{Sn}(\text{OH})_2$
- (C) $\text{Mg}(\text{OH})_2$
- (D) $\text{Al}(\text{OH})_3$
- (E) $\text{Zn}(\text{OH})_2$

41 Welche Aussage trifft **nicht** zu?

Mit einem Überschuss von NaOH lösen sich folgende Hydroxide auf Grund ihres amphoteren Charakters zu komplexen Verbindungen:

- (A) $\text{Pb}(\text{OH})_2$
- (B) $\text{Sn}(\text{OH})_2$
- (C) $\text{Fe}(\text{OH})_3$
- (D) $\text{Al}(\text{OH})_3$
- (E) $\text{Zn}(\text{OH})_2$

42 Welche der folgenden Hydroxide können mit einem Überschuss von wässriger Ammoniak-Lösung als Amminkomplexe in Lösung gebracht werden?

- (1) $\text{Cd}(\text{OH})_2$
- (2) $\text{Bi}(\text{OH})_3$
- (3) $\text{Cu}(\text{OH})_2$
- (4) $\text{Pb}(\text{OH})_2$
- (5) AgOH

- (A) nur 5 ist richtig
- (B) nur 1 und 3 sind richtig
- (C) nur 3 und 4 sind richtig
- (D) nur 1, 3 und 5 sind richtig
- (E) nur 2, 4 und 5 sind richtig

43* Welche der folgenden Metallhydroxide werden von verdünntem Ammoniak (10 %) unter Komplexbildung gelöst?

- (1) $\text{Bi}(\text{OH})_3$
- (2) $\text{Cd}(\text{OH})_2$
- (3) $\text{Zn}(\text{OH})_2$
- (4) $\text{Fe}(\text{OH})_3$
- (5) $\text{Pb}(\text{OH})_2$

- (A) nur 1 und 2 sind richtig
- (B) nur 2 und 3 sind richtig
- (C) nur 3 und 4 sind richtig
- (D) nur 4 und 5 sind richtig
- (E) nur 1, 3 und 5 sind richtig

44* Welche der folgenden Metallhydroxide werden von verdünntem Ammoniak (10 %) unter Komplexbildung gelöst?

- (1) $\text{Bi}(\text{OH})_3$
- (2) $\text{Cd}(\text{OH})_2$
- (3) $\text{Cu}(\text{OH})_2$
- (4) $\text{Fe}(\text{OH})_3$
- (5) $\text{Sn}(\text{OH})_2$

- (A) nur 1 und 2 sind richtig
- (B) nur 2 und 3 sind richtig
- (C) nur 3 und 4 sind richtig
- (D) nur 4 und 5 sind richtig
- (E) nur 1, 3 und 5 sind richtig

45* Welche der folgenden, schematisiert dargestellten Komplexbildungen der Kationen ist mit einer analytisch verwertbaren sichtbaren Farbänderung oder Farbvertiefung verbunden?

- (A) $\text{Ag}^+ \rightarrow [\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$
- (B) $\text{Cd}^{2+} \rightarrow [\text{Cd}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$
- (C) $\text{Pb}^{2+} \rightarrow [\text{Pb}(\text{OH})_4]^{2-}$
- (D) $\text{Zn}^{2+} \rightarrow [\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
- (E) Keine der angegebenen Komplexbildungen trifft zu.

46 Welche der folgenden Ionen bilden unter Ausschluss von Sauerstoff mit Ammoniak in Gegenwart von Ammoniumsalzen einen Niederschlag?

- (1) Ni^{2+}
- (2) Zn^{2+}
- (3) Mn^{2+}
- (4) Fe^{2+}

(A) Keines der Ionen bildet einen Niederschlag.

- (B) nur 1 ist richtig
- (C) nur 2 ist richtig
- (D) nur 4 ist richtig
- (E) nur 3 und 4 sind richtig

47* Welche Aussage trifft zu?

Eine wässrige Lösung, die die Ionen Ag^+ , Cu^{2+} und Zn^{2+} enthält, wird mit Ammoniak im Überschuss versetzt. Dabei entstehen überwiegend folgende Reaktionsprodukte:

- (A) AgOH , $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $\text{Zn}(\text{OH})_2$
- (B) Ag_2O , $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
- (C) $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_2]^{2+}$, $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
- (D) $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$, $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$
- (E) $[\text{Ag}(\text{NH}_4)_2]^+$, $[\text{Cu}(\text{NH}_4)_4]^{2+}$, $\text{Zn}(\text{OH})_2$

Verhalten gegenüber Säuren

siehe auch MC-Fragen Nr. 62–69, 880

48* Eine Analysenlösung werde mit Schwefelsäure angesäuert.

Welche der folgenden Anionen können hierdurch wegen Instabilität der entstandenen Säuren dem weiteren Nachweis entzogen werden?

- (1) H_2PO_4^-
- (2) NO_2^-
- (3) ClO_4^-
- (4) NO_3^-

- (A) nur 2 ist richtig
- (B) nur 1 und 2 sind richtig
- (C) nur 1 und 4 sind richtig
- (D) nur 3 und 4 sind richtig
- (E) 1–4 = alle sind richtig

49* Zur Vorprobe auf Anionen wird eine Analysesubstanz mit konzentrierter Schwefelsäure erhitzt.

Welche der folgenden Substanzen können zu einer SO_2 -Entwicklung führen?

- (1) Sulfite
- (2) Thiosulfate
- (3) unedle Metalle
- (4) Sulfide
- (5) elementarer Schwefel

- (A) nur 1 und 2 sind richtig
- (B) nur 1 und 4 sind richtig
- (C) nur 1, 2 und 4 sind richtig
- (D) nur 2, 4 und 5 sind richtig
- (E) 1–5 = alle sind richtig

50* Welche Aussage trifft **nicht** zu?

Beim Versetzen folgender Salze mit konzentrierter Schwefelsäure entstehen gefärbte oder typisch riechende Dämpfe oder Gase:

- (A) NaNO_2
- (B) KBr
- (C) Na_2SO_3
- (D) K_2CO_3
- (E) NaI

51 Beim Erhitzen einer Analysenprobe mit konzentrierter Schwefelsäure werden CO und CO_2 nachgewiesen.

Welche der folgenden Verbindungen können zur Entwicklung eines dieser Gase oder beider geführt haben?

- (1) Carbonate
 - (2) Cyanide
 - (3) Tartrate
 - (4) Oxalate
- (A) nur 1 ist richtig
 - (B) nur 4 ist richtig
 - (C) nur 1 und 4 sind richtig
 - (D) nur 1, 2 und 4 sind richtig
 - (E) 1–4 = alle sind richtig

52 Bei welchen der folgenden Verbindungen ist beim Erhitzen mit konzentrierter Schwefelsäure CO_2 -Entwicklung festzustellen?

- (1) Natriumcarbonat
 - (2) basisches Bismutcarbonat
 - (3) Natriumoxalat
 - (4) Natriumtartrat
- (A) nur 1 ist richtig
 - (B) nur 1 und 2 sind richtig
 - (C) nur 1, 2 und 3 sind richtig
 - (D) nur 2, 3 und 4 sind richtig
 - (E) 1–4 = alle sind richtig

53 Ein Stoffgemisch wird in einem Reagenzglas bei Raumtemperatur mit H_2SO_4 (1 M) versetzt. Auf das Reagenzglas wird sofort ein Gärröhrchen aufgesetzt, das eine verdünnte Lösung von Natriumcarbonat enthält, die durch Phenolphthalein gerade rot gefärbt ist. Man beobachtet nun eine Entfärbung des Indikators.

Welche der nachfolgend genannten Analysenbestandteile können diese Entfärbung verursachen?

- (1) Na_2SO_3
 - (2) NH_4NO_3
 - (3) NaHCO_3
 - (4) KF
 - (5) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$
- (A) nur 1 ist richtig
 - (B) nur 3 ist richtig
 - (C) nur 1 und 3 sind richtig
 - (D) nur 1, 2 und 4 sind richtig
 - (E) nur 2, 3 und 5 sind richtig

54 Eine Analysenlösung werde mit **verdünnter** Schwefelsäure angesäuert. Welche der folgenden Anionen können hierdurch wegen Instabilität der entstandenen Säuren dem weiteren Nachweis entzogen werden?

- (1) F^-
 - (2) $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
 - (3) $(\text{COO})_2^{2-}$
 - (4) NO_2^-
- (A) nur 2 ist richtig
 - (B) nur 1 und 2 sind richtig
 - (C) nur 2 und 4 sind richtig
 - (D) nur 3 und 4 sind richtig
 - (E) 1–4 = alle sind richtig

55* Welches der folgenden Anionen wird beim Ansäuern einer Analysenlösung mit **verdünnter** Schwefelsäure und Erhitzen durch Zersetzung (der entstandenen Säure) dem Nachweis entzogen?

- (A) NO_2^-
- (B) NO_3^-
- (C) H_2PO_4^-
- (D) I^-
- (E) ClO_4^-

56 Welche der folgenden Anionen werden beim Ansäuern einer Analysenlösung mit **verdünnter** Schwefelsäure und Erwärmen durch Zersetzung (der entstandenen Säure) dem Nachweis entzogen?

- (1) NO_2^-
 - (2) NO_3^-
 - (3) Br^-
 - (4) ClO_4^-
- (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 2 ist richtig
 (C) nur 1 und 3 sind richtig
 (D) nur 1, 3 und 4 sind richtig
 (E) 1–4 = alle sind richtig

Verhalten gegenüber Oxidations- und Reduktionsmitteln

siehe auch MC-Fragen Nr. 106–121

57 Welche der folgenden Substanzen bzw. Ionen wird durch Schweflige Säure in neutraler oder schwach saurer wässriger Lösung **nicht** reduziert?

- (A) I_2
- (B) CrO_4^{2-}
- (C) Fe^{3+}
- (D) Ag^+
- (E) Cu^{2+}

58 Welche Aussage trifft zu?
 Eine Analysensubstanz bestehe aus einem Gemisch von Natriumnitrat und Aluminium-Metall.
 Welche Endprodukte entstehen beim Übergießen mit einem Überschuss an 2 M-NaOH?

- (A) NO_3^- , $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$
- (B) NH_3 , $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$
- (C) Al^{3+} , NO_3^-
- (D) NO_2^- , $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$
- (E) Es findet keine Reaktion statt.

59 Welche Aussage trifft zu?
 Ein Gemisch von wenig NaNO_3 und viel metallischem Aluminium wird mit überschüssiger Natriumhydroxid-Lösung versetzt. Bei der Reaktion entsteht aus NO_3^- überwiegend:

- (A) NO_2^-
- (B) N_2O
- (C) H_2NOH
- (D) NH_3
- (E) Keiner der angegebenen Stoffe entsteht.

60* Welche Aussagen treffen zu?
 Mittels naszierendem Wasserstoff und anschließendem Nachweis charakteristischer Reduktionsprodukte können folgende Ionen qualitativ nachgewiesen werden:

- (1) NO_3^-
 - (2) As^{3+}
 - (3) F^-
 - (4) Sb^{3+}
- (A) nur 2 ist richtig
 (B) nur 1 und 2 sind richtig
 (C) nur 3 und 4 sind richtig
 (D) nur 1, 2 und 4 sind richtig
 (E) 1–4 = alle sind richtig

61 Welche Aussage trifft zu?
 Gereinigtes Wasser kann zur Kontrolle der Qualität mit verdünnter Schwefelsäure und wenig verdünnter Kaliumpermanganat-Lösung behandelt werden. Das Verschwinden einer rosa Färbung ist ein Indiz für:

- (A) die unzureichende Demineralisierung des Wassers
- (B) eine Verunreinigung mit Nitraten
- (C) das Vorhandensein oxidierbarer Substanzen
- (D) einen zu hohen Gehalt an Kohlendioxid
- (E) das Vorhandensein von elementarem Chlor

1.3 Lösen

62* Beim Lösen fester Analysensubstanzen in konzentrierter Salpetersäure (65 %) treten unterschiedliche Effekte auf.
 Welche der folgenden Aussagen trifft **nicht** zu?

- (A) Sulfide können unter Oxidation zu Sulfat gelöst werden, sodass z. B. PbSO_4 ausfallen kann.
- (B) Sulfide können unter H_2S -Entwicklung gelöst werden.
- (C) Metallisches Aluminium und metallisches Chrom sind wegen der Ausbildung von Schutzschichten (Passivierung) in kalter konz. HNO_3 praktisch unlöslich.

- (D) Zinn(IV)-Verbindungen können in konz. HNO_3 Niederschläge bilden.
 (E) Metallisches Silber löst sich in konz. HNO_3 unter Wasserstoffentwicklung auf.

63 Welche Aussagen treffen zu?

Folgende Verbindungen geben beim längeren Erhitzen mit konz. HNO_3 einen Niederschlag:

- (1) Calciumcarbonat
 (2) Natriumsilicat ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{SiO}_4$ aq)
 (3) Zinn(II)-chlorid
 (4) Aluminiumsulfat
- (A) nur 1 und 4 sind richtig
 (B) nur 2 und 3 sind richtig
 (C) nur 3 und 4 sind richtig
 (D) nur 1, 2 und 3 sind richtig
 (E) 1–4 = alle sind richtig

64 Bei welchen der folgenden (festen) Substanzen kann beim Behandeln mit konz. HNO_3 eine in Wasser schwer lösliche Verbindung entstehen?

- (1) PbS
 (2) ZnS
 (3) SnCl_2
 (4) Cu (metallisch)
- (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 1 und 2 sind richtig
 (C) nur 1 und 3 sind richtig
 (D) nur 3 und 4 sind richtig
 (E) nur 2, 3 und 4 sind richtig

65* Welches der folgenden Ionen ergibt mit 2 M-HCl bei Raumtemperatur eine farblose Lösung (abgesehen von Spuren)?

- (A) Cu^{2+}
 (B) Hg^{2+}
 (C) Ag^+
 (D) CrO_4^{2-}
 (E) Hg_2^{2+}

66* Eine klare Analysenlösung werde mit konzentrierter Salzsäure erhitzt. Welches der folgenden Anionen kann nach längerem Kochen eine Trübung verursachen?

- (A) $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$
 (B) Br^-
 (C) ClO_3^-

- (D) SO_4^{2-}
 (E) ClO_4^-

67* Eine klare Analyselösung werde mit konzentrierter Salzsäure erhitzt.

Welches der folgenden Anionen kann nach längerem Kochen eine Trübung verursachen?

- (A) Br^-
 (B) SiO_3^{2-}
 (C) ClO_3^-
 (D) SO_4^{2-}
 (E) ClO_4^-

68* Welche der folgenden Ionen können beim Erhitzen einer Analysenprobe mit konz. HCl infolge Flüchtigkeit entstehender Verbindungen dem weiteren Nachweis entzogen werden?

- (1) As^{3+}
 (2) S^{2-}
 (3) SO_3^{2-}
 (4) CO_3^{2-}
 (5) CN^-
- (A) nur 2 und 4 sind richtig
 (B) nur 3 und 4 sind richtig
 (C) nur 1, 2 und 3 sind richtig
 (D) nur 2, 4 und 5 sind richtig
 (E) 1–5 = alle sind richtig

69 Welches der folgenden Ionen bildet beim Eindampfen einer Analysesubstanz mit konzentrierter Salzsäure **keine** flüchtige Verbindung?

- (A) As^{3+}
 (B) S^{2-}
 (C) SO_3^{2-}
 (D) CO_3^{2-}
 (E) PO_4^{3-}

1.4 Alkalicarbonatauszug

70* Eine die Ionen Fe^{3+} , Ca^{2+} und As^{3+} enthaltende Lösung wird mit Natriumcarbonat-Lösung im Überschuss gekocht. Welche Reaktionshauptprodukte entstehen?

- (A) Eisen(III)-carbonat, Calciumcarbonat, Natriumarsenat
 (B) Eisen(III)-carbonat, Calciumcarbonat, Arsen(V)-hydroxid

- (C) Eisen(III)-hydroxid, Calciumcarbonat, Arsen(V)-hydroxid
 (D) Eisen(III)-hydroxid, Calciumhydroxid, Natriumarsenit
 (E) Eisen(III)-hydroxid, Calciumcarbonat, Natriumarsenit

71* Welche der unter (1) bis (4) aufgeführten Elemente können als Oxo-Anionen im Sodauszug gelöst vorliegen?

- (1) Ba
 (2) Sn
 (3) Al
 (4) As
- (A) nur 1 und 2 sind richtig
 (B) nur 1 und 4 sind richtig
 (C) nur 2 und 4 sind richtig
 (D) nur 2, 3 und 4 sind richtig
 (E) 1–4 = alle sind richtig

72* Bei zunächst schwachem Ansäuern eines **filtrierten** Sodauszuges mit Salzsäure können Niederschläge auftreten, die sich bei stärkerem Ansäuern wieder auflösen. Für welche der folgenden Niederschläge treffen **beide** Beobachtungen zu?

- (1) $\text{Sn}(\text{OH})_2$
 (2) $\text{Fe}(\text{OH})_2$
 (3) Kieselsäure
 (4) Schwefel
- (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 1 und 2 sind richtig
 (C) nur 2 und 3 sind richtig
 (D) nur 3 und 4 sind richtig
 (E) nur 1, 2 und 3 sind richtig

73* Bei schwachem Ansäuern eines **filtrierten** Sodauszuges mit HNO_3 können Niederschläge von Oxidhydraten bzw. Hydroxiden auftreten. Um welchen der folgenden Niederschläge kann es sich **nicht** handeln?

- (A) $\text{Al}(\text{OH})_3$
 (B) $\text{Fe}(\text{OH})_3$
 (C) $\text{Zn}(\text{OH})_2$
 (D) $\text{Pb}(\text{OH})_2$
 (E) $\text{Sn}(\text{OH})_2$

74 In der Monographie „Bariumsulfat“ des Arzneibuchs wird eine Identitätsprüfung mit verdünnter Schwefelsäure als Fällungsreagenz durchgeführt.

Durch welches Verfahren kann eine Lösung von Barium-Ionen ausreichender Konzentration für die Identifizierung erhalten werden?

- (A) Extraktion mit wasserfreiem Ethanol
 (B) Zugabe von Ammoniumchlorid und Sublimation leicht flüchtigen Bariumchlorids
 (C) Reduktion des Sulfats mit Silberpulver in wässriger Suspension
 (D) Oxidation zu Bariumpersulfat mit Wasserstoffperoxid
 (E) Umwandlung mittels konzentrierter Natriumcarbonat-Lösung in das Carbonat

1.5 Aufschlüsse

Soda-Pottasche-Aufschluss

75 Beim Soda-Pottasche-Aufschluss wird mit einem Gemisch gleicher Mengen von Soda (Na_2CO_3) und Pottasche (K_2CO_3) gearbeitet. Welcher der folgenden Begriffe charakterisiert das dabei angestrebte Prinzip zur Beeinflussung der Schmelztemperatur?

- (A) Isotherme
 (B) Eutektikum
 (C) Kalorimetrie
 (D) Azeotrop
 (E) Schmelzpunkterhöhung

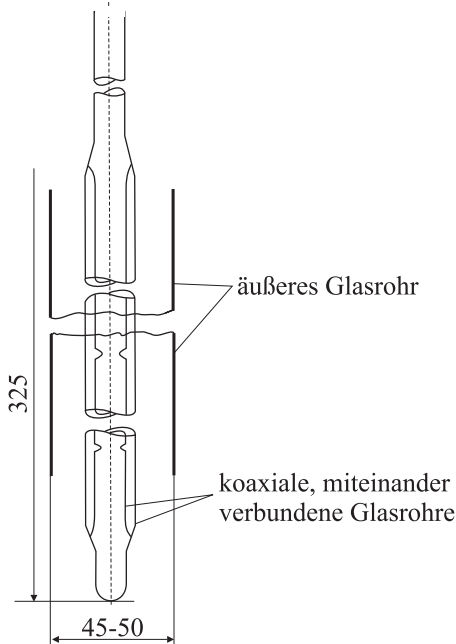
76 Welche der folgenden Verbindungen können mit einer Schmelze von Soda-Pottasche aufgeschlossen werden?

- (1) BaSO_4
 (2) $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$
 (3) AgBr
- (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 2 ist richtig
 (C) nur 3 ist richtig
 (D) nur 1 und 2 sind richtig
 (E) 1–3 = alle sind richtig

3 Organische Bestandteile

3.1 Siedetemperatur und Siedebereich

509* Welche Aussage trifft zu?



Die abgebildete Apparatur des Arzneibuches dient zur:

- (A) Thermometereichung
- (B) Bestimmung des Destillationsbereiches
- (C) Bestimmung der Siedetemperatur

- (D) Bestimmung des Dampfdruckes
- (E) Bestimmung der Schmelztemperatur

Bestimmung von Wasser durch Destillation

510 Welche der folgenden Methoden werden zur Bestimmung von Wassergehalten durchgeführt?

- (1) Veraschung
- (2) Hydroxylzahl
- (3) Karl-Fischer-Titration
- (4) Destillation mit Toluol (nach Arzneibuch)

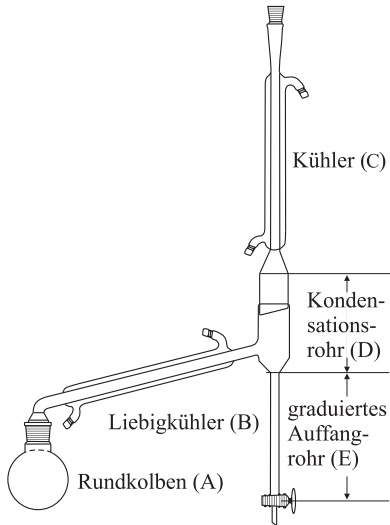
- (A) nur 3 ist richtig
- (B) nur 1 und 2 sind richtig
- (C) nur 3 und 4 sind richtig
- (D) nur 1, 3 und 4 sind richtig
- (E) 1-4 = alle sind richtig

511 Welche der folgenden Methoden sind zur Bestimmung von Wassergehalten in Feststoffen prinzipiell möglich?

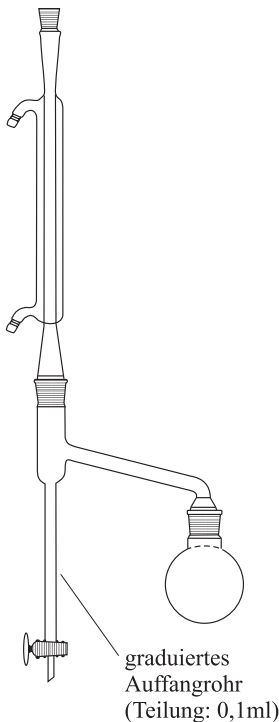
- (1) Karl-Fischer-Titration
- (2) Destillation mit Toluol und volumetrische Bestimmung des Wassers im Destillat
- (3) Bestimmung des Masseverlustes bei geeigneter Temperatur

- (A) nur 1 ist richtig
- (B) nur 2 ist richtig
- (C) nur 3 ist richtig
- (D) nur 2 und 3 sind richtig
- (E) 1-3 = alle sind richtig

512* Welches der in der folgenden Abbildung mit (A) bis (E) bezeichneten Teile ist in der „Apparatur zur Bestimmung von Wasser durch Destillation“ nach Arzneibuch **nicht** enthalten?



513 Welche Aussage trifft zu? Die abgebildete Apparatur des Arzneibuches dient zur Bestimmung



- (A) des Ethanolgehaltes
- (B) des ätherischen Ölgehaltes in Drogen
- (C) von Wasser durch azeotrope Destillation
- (D) des Alkaloidgehaltes in Tinkturen und Extrakten
- (E) der Verseifungszahl

3.2 Schmelztemperatur

514 Welche Aussagen treffen zu? Die Bestimmung des Schmelzpunktes nach Arzneibuch unter Verwendung eines Metallblocks eignet sich insbesondere für:

- (1) hygroskopische Stoffe
 - (2) anorganische Stoffe
 - (3) Stoffe, die unter Zersetzung schmelzen
- (A) nur 1 ist richtig
 - (B) nur 2 ist richtig
 - (C) nur 3 ist richtig
 - (D) nur 1 und 2 sind richtig
 - (E) nur 1 und 3 sind richtig

515 Welche Aussagen zur Sofortschmelzpunkt-Methode nach Arzneibuch treffen zu?

- (1) Die Substanz wird auf einen Metallblock während des Aufheizens aufgestreut.
 - (2) Die Substanz wird auf einen Metallblock während des Abkühlens aufgestreut.
 - (3) Als Sofortschmelzpunkt wird die Temperatur angegeben, bei der das letzte Substanzteilchen geschmolzen ist.
 - (4) Der Sofortschmelzpunkt ist der Mittelwert von zwei gemessenen Temperaturen t_1 und t_2 .
- (A) nur 1 und 3 sind richtig
 - (B) nur 2 und 4 sind richtig
 - (C) nur 1, 2 und 3 sind richtig
 - (D) nur 1, 2 und 4 sind richtig
 - (E) nur 2, 3 und 4 sind richtig

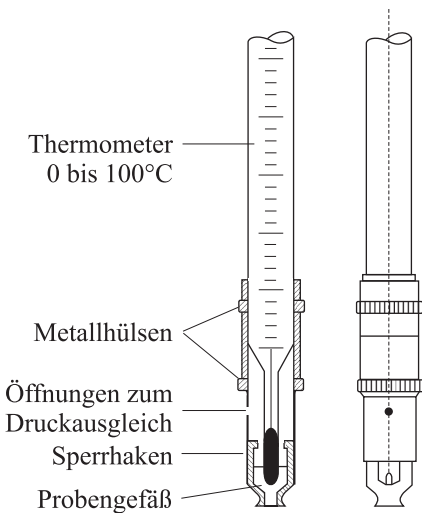
516* Welche Aussage trifft zu? Im Arzneibuch ist der Schmelzpunkt nach der „Kapillar-Methode“ definiert als

- (A) der Temperaturbereich von der ersten Tröpfchenbildung bis zum völligen Durchschmelzen der Substanz im Schmelzpunktröhrchen
- (B) der Temperaturbereich, in dem die Hälfte der Substanz (1 mm Höhe) im Schmelzpunktröhrchen geschmolzen ist

- (C) die Temperatur, bei der die gesamte Substanz im Schmelzpunktröhrchen sofort schmilzt
- (D) die Temperatur, bei der das letzte Teilchen einer kleinen Substanzsäule im Schmelzpunktröhrchen schmilzt
- (E) die Temperatur, bei der die Substanz im Schmelzpunktröhrchen gerade zu schmelzen beginnt

517 Welche Aussage trifft zu?

Die abgebildete Apparatur des Arzneibuches dient zur Bestimmung des:



- (A) Siedepunktes
- (B) Siedebereiches
- (C) Schmelzpunktes
- (D) Tropfpunktes
- (E) Erstarrungspunktes

Eutektische Gemische

siehe auch MC-Fragen Nr. 901–912

518* Welche Aussage über das eutektische Gemisch von zwei Substanzen trifft zu?

- (A) Die eutektische Temperatur liegt zwischen den Schmelztemperaturen der beiden Einzelkomponenten.
- (B) Bei isomorphen Substanzen kann die Schmelztemperatur des eutektischen Gemisches über den Schmelztemperaturen der Einzelkomponenten liegen.

- (C) Je größer die Differenz der Schmelztemperaturen der Einzelkomponenten ist, umso größer ist das als eutektische Schmelztemperatur bezeichnete Temperaturintervall.
- (D) Seine Schmelztemperatur ist die niedrigste, bei der ein Zweistoffgemisch in Abhängigkeit von seiner Zusammensetzung zu schmelzen beginnt.
- (E) Nur Feststoffe mit unterschiedlichen Schmelztemperaturen bilden eutektische Gemische.

519* Welche Aussagen über das eutektische Gemisch von zwei Substanzen treffen zu?

- (1) Die eutektische Temperatur liegt zwischen den Schmelztemperaturen der beiden Einzelkomponenten.
 - (2) Bei isomorphen Substanzen kann die Schmelztemperatur des eutektischen Gemisches über den Schmelztemperaturen der Einzelkomponenten liegen.
 - (3) Je größer die Differenz der Schmelztemperaturen der Einzelkomponenten ist, umso größer ist das als eutektische Schmelztemperatur bezeichnete Temperaturintervall.
 - (4) Haben die Einzelkomponenten gleiche Schmelztemperaturen, so schmilzt das Eutektikum bei der Schmelztemperatur der Einzelkomponenten.
- (A) Keine der Aussagen (1) bis (4) trifft zu.
 - (B) nur 4 ist richtig
 - (C) nur 1 und 2 sind richtig
 - (D) nur 1 und 4 sind richtig
 - (E) nur 2 und 3 sind richtig

520* Welche Aussage über die eutektische Temperatur von zwei Stoffen trifft zu?

- (A) Sie ist das arithmetische Mittel der Schmelztemperaturen der Einzelsubstanzen.
- (B) Sie ist gleich der Schmelztemperatur des niedriger schmelzenden Stoffes.
- (C) Sie ist, unabhängig von der Art der Stoffe, die Schmelztemperatur des 1:1 Gemisches.
- (D) Sie ist die Temperatur, bei der das letzte Substanzteilchen in der Schmelze geschmolzen ist.
- (E) Sie ist die niedrigste Temperatur, bei der ein Zweistoffgemisch zu schmelzen beginnt.

3.3 Relative Dichte

siehe auch MC-Fragen Nr. 913, 914

521 Welche Aussage über die Dichte ρ^{20} trifft **nicht** zu?

- (A) Sie kann bei wässrigen Lösungen bestimmter Substanzen in Abhängigkeit von der Konzentration ein Maximum durchlaufen.
- (B) Sie kann als Reinheitskriterium von Stoffen dienen.
- (C) Ihre Maßeinheit (SI) ist $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$.
- (D) Aus ihr kann die Zusammensetzung von Ethanol-Wasser-Gemischen ermittelt werden.
- (E) Sie hat die gleiche Dimension wie die relative Dichte.

522 Welche der folgenden Geräte werden bei der Bestimmung der Dichte benutzt?

- (1) Aräometer
 - (2) Abbe-Refraktometer
 - (3) Massenspektrometer
 - (4) Mohrsche Waage
 - (5) Pyknometer
- (A) nur 1 und 4 sind richtig
 - (B) nur 4 und 5 sind richtig
 - (C) nur 1, 3 und 5 sind richtig
 - (D) nur 1, 4 und 5 sind richtig
 - (E) nur 2, 4 und 5 sind richtig

523 Welche Aussage trifft zu?

Nach Arzneibuch wird ein Pyknometer verwendet zur Bestimmung:

- (A) des Siedebereiches
- (B) der optischen Drehung
- (C) des ätherischen Ölgehaltes
- (D) der relativen Dichte
- (E) der Brechzahl (Brechungsindex)

524 Welchen Verwendungszweck hat ein Pyknometer?

- (A) Druckmessung
- (B) Temperaturmessung
- (C) Dichtebestimmung
- (D) Leitfähigkeitsmessung
- (E) Volumenmessung

525* Welche Aussage über Aräometer trifft **nicht** zu?

- (A) Die Skalenwerte für kleine Dichten finden sich am Skalenrohr oben, für große Dichten unten.
- (B) Das eingetauchte Teilvolumen des Aräometers ist umgekehrt proportional zur Dichte der Flüssigkeit.
- (C) Der Schwerpunkt des Aräometers muss unterhalb der Skala liegen.
- (D) Mit einem Aräometer kann man die Dichte nur bei solchen Flüssigkeiten bestimmen, die die Wand (meistens Glas) benetzen.
- (E) Bei sonst gleicher Bauweise ist die Empfindlichkeit umso größer, je dünner der Skalenrohrhals ist.

526* Welche Aussage trifft zu?

Die „Relative Dichte“ nach Arzneibuch lässt sich mit folgender Einheitenkombination darstellen:

- (A) $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$
- (B) $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
- (C) $\text{mol} \cdot \text{g}^{-1}$
- (D) $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$
- (E) Keine der Kombinationen (A) bis (D) trifft zu.

527 Welche Aussage trifft zu?

Die „Relative Dichte“ ist mit folgender Einheitenkombination darstellbar:

- (A) $\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$
- (B) $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$
- (C) $\text{Pa} \cdot \text{m}^{-2}$
- (D) $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
- (E) Die „Relative Dichte“ ist dimensionslos.

528* Welche Aussage trifft zu?

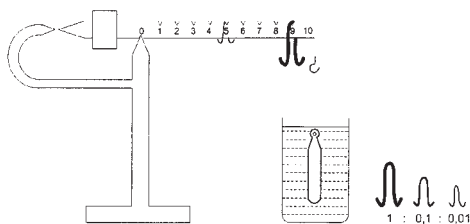
In einem Pyknometer wird die Masse von 50 ml Flüssigkeit zu 60 g bestimmt.

Die Dichte der Flüssigkeit beträgt dann etwa:

- (A) $0,6 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
- (B) $0,8 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
- (C) $1,0 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
- (D) $1,2 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
- (E) $1,5 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$

529 Bei der abgebildeten Mohrschen Waage verhalten sich die Gewichte der Reitertypen wie 1 : 0,1 : 0,01. Der größte Reiter auf Marke 10 (Haken) kompensiert bei austarierter Waage gerade den Auftrieb einer Flüssigkeit mit der Dichte $1 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$.

Wie groß ist die Dichte der unbekanntenen Flüssigkeitsprobe in dem dargestellten Beispiel?

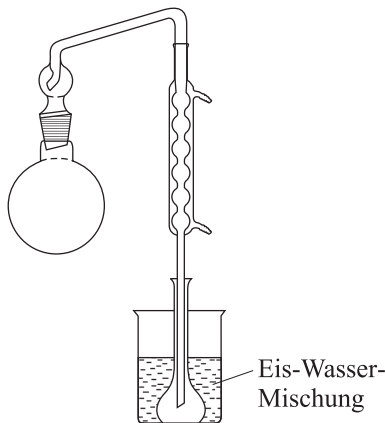


- (A) $1,905 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
 (B) $0,950 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
 (C) $0,936 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
 (D) $0,905 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$
 (E) $0,095 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$

Ethanolgehalt

530 Welche Aussage trifft zu?

Die abgebildete Apparatur des Arzneibuches dient zur Bestimmung des:



- (A) Wassergehaltes in Salben
 (B) Ethanolgehaltes in flüssigen Arzneizubereitungen
 (C) ätherischen Ölgehaltes in Drogen

- (D) Alkaloidgehaltes in Tinkturen und Extrakten
 (E) Extraktgehaltes in Tinkturen

3.4 Analyse von Elementen

Nachweis von Elementen in organischen Verbindungen

531* Wasserstoff in organischen Verbindungen lässt sich nach Verbrennen der Substanz nachweisen.

Welches der folgenden Reagenzien eignet sich zur Identifizierung des hierbei entstehenden Wassers **nicht**?

- (A) Karl-Fischer-Reagenz
 (B) Grignard-Reagenz
 (C) Lithiumaluminiumhydrid
 (D) CO (Wassergasbildung)
 (E) Calciumcarbid

532 Welche Aussagen treffen zu?

Bei organischen Substanzen, die C, H, N und S enthalten, können beim Lassaigne-Aufschluss (Na-Aufschluss) entstehen:

- (1) NaCN
 (2) Na₂S
 (3) NaSCN
 (A) nur 1 ist richtig
 (B) nur 2 ist richtig
 (C) nur 3 ist richtig
 (D) nur 1 und 2 sind richtig
 (E) 1–3 = alle sind richtig

533* Welche Aussage trifft zu?

Beim Aufschluss schwefelfreier organischer Verbindungen durch Schmelzen mit Natrium wird organisch gebundener Stickstoff übergeführt in analytisch auswertbares:

- (A) NaCN
 (B) Na–O–C(=O)–NH₂
 (C) NaNO₃
 (D) NaNO₂
 (E) NaN₃

9 Prüfung Herbst 2011

887 Welcher der nachfolgend aufgeführten schwer löslichen Rückstände eines zu analysierenden Substanzgemischs kann mit dem Soda-Pottasche-Aufschluss **nicht** in eine lösliche Verbindung übergeführt werden?

- (A) BaSO_4
- (B) SnO_2
- (C) AgBr
- (D) Al_2O_3
- (E) $\text{Ca}_3\text{Al}_2[\text{SiO}_4]_3$

888 Welche Aussagen treffen zu? Lithium-Ionen lassen sich nachweisen durch:

- (1) rote Flammenfärbung, die spektralanalytisch durch eine Linie bei etwa 670 nm erkennbar ist
 - (2) Ausfällen schwer löslichen Lithiumhydroxids nach Zugabe von Natronlauge
 - (3) Bildung eines schwer löslichen Niederschlags nach Zugabe von Tartrat in essigsaurem Milieu
 - (4) Bildung eines schwer löslichen Komplexes nach Zugabe von Natriumhexanitrocobaltat(III) in schwach saurem Milieu
 - (5) Bildung eines im Alkalischen schwer löslichen Phosphats nach Zugabe von Dinatriumhydrogenphosphat
- (A) nur 1 und 3 sind richtig
 - (B) nur 1 und 5 sind richtig
 - (C) nur 3 und 4 sind richtig
 - (D) nur 2, 3 und 4 sind richtig
 - (E) nur 1, 3, 4 und 5 sind richtig

Ordnen Sie bitte den Anionen der Liste 1 die jeweils zugehörige Nachweisreaktion aus Liste 2 zu!

Liste 1

889 Cyanid

890 Thiosulfat

Liste 2

- (A) Bildung eines gelben Niederschlags nach Zugabe von AgNO_3 -Lösung in neutralem Milieu
- (B) Verfärbung der Analysenlösung von Weiß über Gelb nach Braun/Schwarz nach Zugabe von salpetersaurer AgNO_3 -Lösung
- (C) Bildung eines weißen, in Ammoniak-Lösung löslichen Niederschlags nach Zugabe überschüssiger AgNO_3 -Lösung in neutralem Milieu
- (D) Bildung eines rötlichen, in Säuren löslichen Niederschlags nach Zugabe von BaCl_2 -Lösung in neutralem Milieu
- (E) Bildung einer tiefroten Verbindung nach Zugabe von FeCl_3 -Lösung

891 Welches Reaktionsverhalten zeigt Thiocyanat **nicht**?

- (A) Bildung eines weißen Niederschlags von AgSCN nach Zugabe von überschüssiger Silbernitrat-Lösung in salpetersaurem Milieu
- (B) Bildung eines grünen, kristallinen Niederschlags von $\text{Cr}(\text{SCN})_3$ nach Zugabe von Chrom(III)-chlorid-Lösung in neutralem Milieu

- (C) Bildung eines roten, in Ether extrahierbaren Reaktionsprodukts nach Zugabe von Eisen(III)-chlorid-Lösung in schwach saurem Milieu
- (D) Bildung eines blauen, in Amylalkohol/Ether löslichen Reaktionsprodukts nach Zugabe von Cobalt(II)-chlorid-Lösung in neutralem Milieu
- (E) Bildung eines weißen Niederschlags von CuSCN nach Zugabe von Kupfer(II)-sulfat-Lösung in Gegenwart von Schwefliger Säure

892 Welche Aussage trifft zu?

Zum selektiven Nachweis von Nitrat neben Nitrit eignet sich die Reaktion mit:

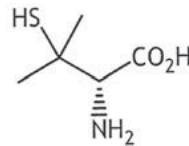
- (A) $\text{Zn}/\text{H}_3\text{O}^+$, anschließend Sulfanilsäure/2-Naphthol
- (B) Aluminium/ NaOH -Lösung und Nachweis des gebildeten NH_3
- (C) Nitrobenzol, anschließend Aceton/ NaOH
- (D) FeSO_4 -Lösung und Unterschichten mit konzentrierter H_2SO_4
- (E) Amidosulfonsäure

893 Welche Aussage trifft zu?

Die Fettsäuren Ölsäure ((Z)-Octadec-9-ensäure) und Elaidinsäure ((E)-Octadec-9-ensäure) können eindeutig unterschieden werden durch:

- (A) das visuell wahrnehmbare Verhalten bei tropfenweiser Zugabe von Brom-Lösung zu ethanolischen Lösungen der jeweiligen Fettsäure
- (B) ihre jeweilige spezifische Drehung
- (C) ihren jeweiligen Schmelzpunkt
- (D) die Lage der jeweiligen Signale (m/z) für die Molekülonen ihrer Methylester in El-Massenspektren
- (E) den jeweiligen Verbrauch an NaOH -Maßlösung ($c = 0,1 \text{ mol/l}$) bei der Titration von je 10 ml der Lösung der jeweiligen Fettsäure in Methanol ($c = 0,1 \text{ mol/l}$)

894 Der nachstehend abgebildete Arzneistoff Penicillamin zeigt nach Auflösen von 0,500 g Substanz in 10,0 ml Natronlauge ($c = 1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) eine spezifische Drehung, die im Bereich von $-61,0$ bis $-65,0$ liegt.



In der Monographie Penicillamin des Arzneibuchs findet sich folgende Prüfvorschrift:

Eine salzsaure Lösung der Substanz wird mit Aceton versetzt. Es entsteht ein weißer Niederschlag, der abfiltriert, mit Aceton gewaschen und getrocknet wird. Seine wässrige Lösung ist rechtsdrehend.

Welches Endprodukt hat sich bei der Reaktion mit Aceton gebildet?

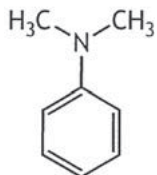
- (A)
- (B)
- (C)
- (D)
- (E)

895 Zur Reinheitsuntersuchung wasserfreier D-Glucose werden 10 g Substanz in 100 ml destilliertem Wasser gelöst. Werden zwei Proben von je 10 ml dieser Lösung mit 1 ml verdünnter Schwefelsäure bzw. mit 1 ml destilliertem Wasser versetzt, so darf in der schwefelsauren Probe keine stärkere Opaleszenz auftreten als in der mit destilliertem Wasser versetzten Probe.

Welche Aussage trifft zu?

- (A) Die Prüfung dient der Erkennung der Anwesenheit von L-Glucose.
- (B) Die Prüfung stellt eine Grenzprüfung auf Acetat dar.
- (C) Die Prüfung vermag einen überhöhten Barium-Gehalt anzuzeigen.
- (D) Die Prüfung stellt eine Grenzprüfung auf Formaldehyd dar.
- (E) Das Verfahren erlaubt die Quantifizierung eines mikrobiellen Befalls.

896 Bestimmte Arzneistoffe können mit N,N-Dimethylanilin verunreinigt sein. Zur kolorimetrischen Bestimmung dieser Verunreinigung wird die saure wässrige Lösung mit Natriumnitrit versetzt.



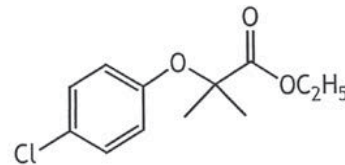
Welche Aussage trifft zu?

- (A) Es bildet sich ein orange-roter Azofarbstoff.
- (B) Es bildet sich ein violetter Azofarbstoff.
- (C) Es wird gelbes N,N-Dimethyl-4-nitrosoanilin gebildet.
- (D) Es entsteht ein grüner Chelatkomplex.
- (E) Es resultiert ein blaues Meisenheimer-Salz.

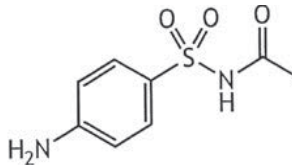
Ordnen Sie bitte den Arzneistoffen der Liste 1 die zu ihrer Identitätsprüfung jeweils geeignete Verfahrensweise aus Liste 2 zu!

Liste 1

897



898



Liste 2

- (A) Eindampfen der Probelösung mit Wasserstoffperoxid und Salzsäure; Rotfärbung nach Zugabe von Ammoniak-Lösung
- (B) Violettfärbung der Probelösung nach Zugabe von Eisen(III)-chlorid-Lösung
- (C) Orange- bis Rotfärbung nach Versetzen der Probelösung mit salzsaurer Natriumnitrit-Lösung und Zugabe von 2-Naphthol-Lösung
- (D) Umsetzen der Probelösung in alkalischem Milieu mit Hydroxylaminhydrochlorid; Ausbildung einer bläulich roten bis roten Färbung nach Ansäuern und Zugabe von Eisen(III)-chlorid-Lösung
- (E) Anfeuchten der Probe mit Schwefelsäure; Bildung eines Sublimats bei leichtem Erwärmen

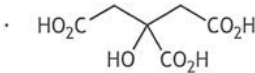
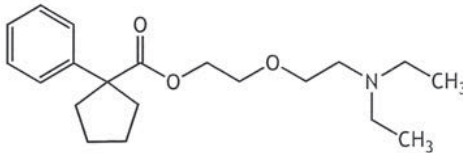
899 Die Gehaltsbestimmung von Schwefel (A_r 32,07) zum äußerlichen Gebrauch wird nach dem Europäischen Arzneibuch folgendermaßen durchgeführt:

Die Produkte der Verbrennung von 60,0 mg Schwefel in einer Sauerstoffatmosphäre nach der Schöniger-Methode werden in einer verdünnten wässrigen Wasserstoffperoxid-Lösung absorbiert. Die so erhaltene Lösung wird zum Sieden erhitzt, abgekühlt und anschließend mit Natriumhydroxid-Maßlösung ($c = 0,1 \text{ mol/l}$) gegen Phenolphthalein titriert.

Welche Aussage trifft zu?

- (A) Die wässrige Lösung der Produkte der Verbrennung reagiert schwach alkalisch.
 (B) Der Farbumschlag am Äquivalenzpunkt der Titration erfolgt von rot nach farblos.
 (C) 1 ml Natriumhydroxid-Maßlösung entspricht 32,07 mg Schwefel.
 (D) 1 ml Natriumhydroxid-Maßlösung entspricht 60,0 mg Schwefel.
 (E) Die zu titrierende Lösung enthält Schwefelsäure.

900 Welche Aussagen zur Analytik des abgebildeten Arzneistoffs Pentoxyverinhydrogencitrat (M_r 525,6) treffen zu?



- (1) Bei der Gehaltsbestimmung durch Titration mit Perchlorsäure-Maßlösung ($c = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) in wasserfreier Essigsäure entspricht 1 ml Perchlorsäure-Maßlösung 17,52 mg Pentoxyverinhydrogencitrat.
 (2) Eine 10 %ige wässrige Lösung der Substanz reagiert neutral.
 (3) Wird die Substanz mit Schwefelsäure und Kaliumpermanganat versetzt und erwärmt, so verschwindet die Färbung des Permanganats.
 (A) Keine der Aussagen trifft zu.
 (B) nur 1 ist richtig
 (C) nur 3 ist richtig
 (D) nur 2 und 3 sind richtig
 (E) 1–3 = alle sind richtig

Außer den Fragen Nr. 887-900 waren noch folgende Aufgaben aus voran stehenden Abschnitten Bestandteil der **Prüfung vom Herbst 2011**: Nr. 329 und Nr. 341.

1 Grundlagen und allgemeine Arbeitsweisen der qualitativen anorganischen Analyse

Nutzerhinweis: Die Fragen werden fortlaufend kommentiert, wobei ähnliche Fragen zusammenfassend beantwortet werden. Weitere Fragen mit analogem oder identischem Inhalt, die in späteren Abschnitten aufgelistet sind, sind heller unterlegt.

1.1 Grundbegriffe, Validierung

1 D

Unter **Grenzkonzentration** versteht man die Minimalkonzentration an nachzuweisender Substanz, die noch einen positiven Nachweis ergibt, der Stoff also gerade noch zuverlässig zu identifizieren ist. Die Grenzkonzentration wird auf 1 Gramm (g) des Stoffes bezogen und das Lösungsvolumen in Milliliter (ml) angegeben.

2 C

Eine Grenzkonzentration von 10^{-4} g/ml (entsprechend 100 ppm) bedeutet, dass:

- mindestens 10^{-4} g Substanz in 1 ml gelöst sind,
- mindestens 1 g Substanz in 10^4 ml gelöst ist.

3 E

Eine Analysenmethode ist *selektiv*, wenn verschiedene, nebeneinander zu bestimmende Komponenten ohne gegenseitige Störung erfasst werden können. Die **Selektivität** eines Analyseverfahrens kann sich beziehen auf:

- Elemente (Atome) oder Moleküle (Stoffe),
- Elementspezies (z. B. Ionen) in unterschiedlichen Oxidationsstufen,
- funktionelle Gruppen in einem Molekül.

4 D

839 D

Wichtige Strategien des Arzneibuches zur **Erhöhung der Selektivität** sind:

- die Kombination verschiedener Reaktionen

Beispielsweise kann man Nachweisreagenzien und Maskierungsmittel gemeinsam verwenden. Hierbei bilden z. B. die störenden Bestandteile mit dem Maskierungsmittel so stabile Komplexe, dass eine Anzeige durch das Nachweisreagenz ausbleibt. Die zu bestimmende Substanz reagiert dagegen nicht mit dem Maskierungsmittel und kann mit dem eingesetzten Reagenz nachgewiesen werden.

- die Trennung der Reaktionsräume zweier aufeinander folgender Reaktionen
- der Ausschluss ähnlich reagierender Stoffe durch zusätzliche Reaktionen

Die beiden letztgenannten Strategien sollen am *Nachweis von Carbonaten* näher erläutert werden: Hierzu werden Carbonate (MeCO_3) in einem Reagenzglas [Reaktionsraum 1] mit starken Säuren behandelt. Es bildet sich gasförmiges Kohlendioxid (CO_2), das in einem Gärröhrchen [Reaktionsraum 2] in Bariumhydroxid-Lösung (*Barytwasser*) [$\text{Ba}(\text{OH})_2$] aufgefangen und als schwer lösliches Bariumcarbonat (BaCO_3) gefällt wird.

Der Nachweis wird durch Sulfite (MeSO_3) gestört, die mit starken Säuren gasförmiges Schwefeldioxid (SO_2) entwickeln, was im Gärröhrchen zur Fällung von Bariumsulfid (BaSO_3) führen würde. Dies kann man verhindern, in dem man zuvor die Sulfite mit Wasserstoffperoxid (H_2O_2) zu Sulfaten oxidiert, aus denen unten den Analysenbedingungen kein Gas freigesetzt wird.

■ Die **Empfindlichkeit** einer Analysenmethode beschreibt, wie stark ein Messergebnis auf Konzentrationsänderungen des zu bestimmenden Stoffes anspricht.

■ In der Analytik ist die **Robustheit** (Störanfälligkeit, Belastbarkeit) einer Methode ein Maß für den Mengenbereich, in dem das Ergebnis von Veränderungen in der Probe und/oder von der Änderung äußerer Parameter unabhängig ist, also trotz solcher Veränderungen reproduzierbare Ergebnisse liefert.

Beide Parameter haben *keinen* Einfluss auf die Selektivität einer Nachweismethode.

1.2 Vorproben

5	C	6	E	7	E	8	D	9	C	10	C	11	A
12	E	14	A	864	D	865	E						

■ Viele Elemente – insbesondere Alkali- und Erdalkalielemente – senden im *atomaren* und gasförmigen Zustand bei höherer Temperatur (Bunsenflamme) oder nach elektrischer Anregung ihres Valenzelektronensystems Licht bestimmter *Farbe* aus.

Die Zahl der emittierten Spektrallinien, das Linienmuster sowie die Wellenlängen der Spektrallinien (Lage der Linien) erlauben, dass die **Flammenfärbung** zur Identifizierung des betreffenden Elements herangezogen werden kann.

Folgende charakteristische Flammenfärbungen werden in der nichtleuchtenden Bunsenflamme beobachtet:

■ **Lithium: karminrot** [z. B. im LiCl – geringe Menge an Natrium überdecken die Farbe der Lithiumflamme – Beobachtung durch ein Kobaltglas]

■ **Kalium: rot und violett** [z. B. in KCl , K_2SO_4 – geringe Mengen an Natrium überdecken die Farbe der Kaliumflamme – Beobachtung durch ein Kobaltglas]

■ **Natrium: gelb** [z. B. im NaCl]

■ **Rubidium/Caesium: violettrosa** [z. B. in Cs_2SO_4]

■ **Calcium: ziegelrot** [z. B. im CaCl_2]

■ **Strontium: rot** [z. B. im SrCl_2]

■ **Barium: fahlgrün** [z. B. im BaCl_2 – *Bariumsulfat* muss vorher aufgeschlossen werden]

■ **Thallium: grün** [z. B. im Tl_2SO_4]

■ **Kupfer: grün** [z. B. im CuCl_2 , $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$]

Beilstein-Probe: Organische Halogenverbindungen zersetzen sich pyrolytisch z. B. zu HCl oder HBr , die mit Cu (Kupferdraht) ein Halogenid (CuCl_2 , CuBr_2) bilden, das die Bunsenflamme *grün* färbt.

■ **Borsäuretrimethylester** [$\text{B}(\text{OCH}_3)_3$] - hergestellt aus Borsäure bzw. Boraten und Methanol in Gegenwart von H_2SO_4 – färbt die Bunsenflamme *grün*.

13 B

14 A

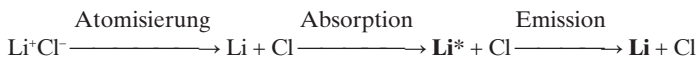
849 B

864 D

888 B

Bei einer **Spektralanalyse** laufen folgende Vorgänge ab: Im Allgemeinen liegen in der Analysenprobe *Salze* vor. Daher findet in der Flamme nach der Verdampfung zunächst eine **Atomisierung** (*thermische Dissoziation*) des Salzes zu *Atomen* statt, deren Valenzelektronen thermisch angeregt werden. Angeregte Atome werden häufig mit einem Stern * gekennzeichnet.

Angeregte Elektronenzustände besitzen als Zustände höherer Energie nur eine begrenzte Lebensdauer. Nach kurzer Zeit kehrt das angeregte Atom unter **Lichtemission** in einen energetisch günstigeren Zustand zurück. Dabei entspricht jeder Elektronenübergang einer charakteristischen Spektrallinie. Liegen die Wellenlängen des emittierten Lichts im sichtbaren Bereich [VIS-Bereich] ($\lambda = 400\text{-}800\text{ nm}$), dann ist das emittierte Licht farbig und kann mit dem Auge erkannt werden.

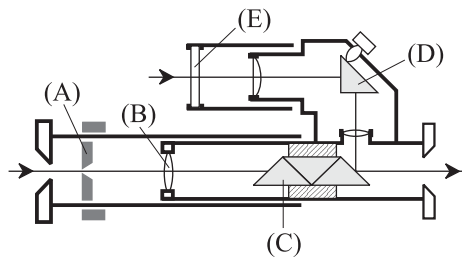


Merke: Obwohl in der Analysenprobe im Allgemeinen Salze vorliegen, werden nur die *freien Metallatome* (z. B. Lithiumatome) thermisch angeregt. Die *rote* Flammenfärbung angeregter Lithiumatome bei etwa 670 nm ist auf einen Elektronenübergang $2p \rightarrow 2s$ zurückzuführen.

15 D

16 A

17 C



Zur Spektralanalyse verwendet man vielfach ein **Handspektroskop**. Dabei wird zur Erzeugung eines Emissionsspektrums das von angeregten Atomen einer Probe emittierte Licht durch einen *Spalt* (A) auf eine *Abbildungslinse* (Sammellinse) (B) geleitet. Besteht das durchtretende Licht aus Strahlen unterschiedlicher Wellenlängen, so entstehen durch ein in den Strahlengang gebrachtes dreiteiliges *Geradsichtprisma* (Amici-Prisma) (C) aufgrund unterschiedlicher Brechung zahlreiche verschiedenartiger Spaltbilder (Spektrallinien). Über ein *Umlenkprisma* (D) werden die Spaltbilder auf ein parallel angebrachtes *Okular* mit einer *Wellenlängenskala* (E) geleitet. Die Kalibrierung der Skala mit Strahlen bekannter Wellenlänge erlaubt es, den einzelnen Spektrallinien exakte Wellenlängen zuzuordnen.

Ein *Nicolsches Prisma* ist Bestandteil eines Polarimeters.

18 B

19 A

20 D

21 E

22 A

23 A

32 C

33 C

90 D

91 A

93 A

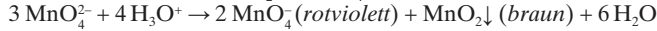
97 B

454 B

Die **Oxidationsschmelze** dient zum Nachweis von **Mangan-** und **Chromsalzen**. Hierzu wird die pulverisierte Analysenprobe mit gleichen Teilen Natriumcarbonat (*Soda*, Na_2CO_3) und Natrium- (NaNO_3) bzw. Kaliumnitrat (KNO_3) als Oxidationsmittel verschmolzen.

Aus Mangan(II)-Salzen entsteht bei der Oxidationsschmelze eine *grüne* Färbung von **Manganat(VI)** [Na_2MnO_4]. Als Oxidationsmittel wirken sowohl die eingesetzten Nitrat-Ionen (NO_3^-) als auch das daraus gebildete Nitrit (NO_2^-). Löst man die erkaltete grüne Schmelze in Wasser auf und säuert mit Essigsäure an, so disproportioniert Manganat(VI) zu *rotviolett*em Permanganat

(MnO₄⁻) [Manganat(VII)] und Braunstein [Mangan(IV)-oxid] (MnO₂). Insgesamt laufen bei der Oxidationsschmelze von Mangansalzen folgende Teilprozesse ab:



■ Bei der Oxidation von Chrom(III)-Salzen entsteht **gelbes Chromat** (CrO₄²⁻):



■ **Chrom Eisenstein** (FeCr₂O₄), ein Mischoxid aus FeO und Cr₂O₃, kann ebenfalls mittels Oxidationsschmelze aufgeschlossen werden, wobei neben der Oxidation [Cr(III)→Cr(VI)] auch eine Umwandlung [Fe(II)→Fe(III)] stattfindet:



24 B

■ Die in der **“Boraxperle”** bei der Prüfung von *Cobalt(II)-sulfat* (CoSO₄) mit Natriumtetraborat [*Borax*] (Na₂B₄O₇ · 10H₂O) unter Bildung von *Cobaltmetaborat* [Co(BO₂)₂] ablaufende Reaktion wird durch folgende Gleichung beschrieben:



25 D

26 D

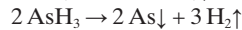
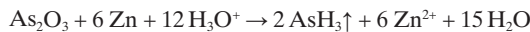
30 B

34 B

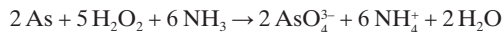
60 D

351 B

■ Die **Marshsche Probe** dient zum Nachweis von **Arsen-** und **Antimonverbindungen**. Diese Verbindungen werden mittels naszierendem Wasserstoff (hergestellt aus Zn/HCl) zu Arsenwasserstoff [*Arsin*] (AsH₃) bzw. Antimonwasserstoff [*Stibin*] (SbH₃) reduziert. Beide Wasserstoffverbindungen zersetzen sich in der Hitze und schlagen sich als Metallspiegel nieder. Für Arsen(III)-Verbindungen ergeben sich folgende Bruttoreaktionsgleichungen:



Zur Unterscheidung von As und Sb behandelt man den Metallspiegel z. B. mit ammoniakalischer Wasserstoffperoxid-Lösung (H₂O₂). Arsen löst sich spontan auf unter Oxidation zu *farblosem Arsenat* (AsO₄³⁻), während die Auflösung von Antimon erst nach längerem Einwirken des Oxidationsmittel erfolgt.



27 D

31 A

■ Die **Leuchtprobe** dient zum Nachweis von **Zinn(II)-Verbindungen**. Taucht man ein mit kaltem Wasser gefülltes Reagenzglas in eine Zinn(II)-Salzlösung und hält das Glas in die nichtleuchtende Bunsenflamme, so zeigt sich an der benetzten Stelle des Glases vom *Zinn(II)-chlorid* (SnCl₂) herrührend eine *blaue* Fluoreszenz. Zinn(IV)-Verbindungen wie *Zinnstein* (SnO₂) müssen zuvor (mit Zn/HCl) reduziert werden.

28 C

29 C

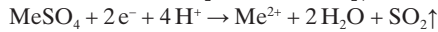
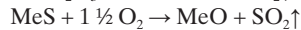
49 E

■ Beim Erhitzen einer trockenen Substanz im Glührohr kann ein *gelber Beschlag* (Sublimat) an der Glaswand hindeuten auf: *Arsen(III)-sulfid* (As₂S₃), *Quecksilber(II)-iodid* (HgI₂) oder elementaren *Schwefel* (S).

■ *Blei(II)-chlorid* (PbCl₂) ist eine farblose Substanz.

■ Beim Erhitzen einer trockenen Substanz im **Glührohr** kann eine Entwicklung von *Schwefeldioxid* (SO₂) auftreten bei Vorliegen von:

- *Sulfiden* (Me^{II}S) unter gleichzeitigem Luftzutritt
- *Sulfiten* (Me^{II}SO₃) oder *Thiosulfaten* (Me^{II}S₂O₃)
- *Sulfaten* (Me^{II}SO₄) in Anwesenheit von Reduktionsmitteln



30 B 60 D

■ Die *Marshsche Probe* dient zum Nachweis von Antimon(III)-Verbindungen (**Sb³⁺**).

31 A

■ Die *Leuchtprobe* ist eine Nachweisreaktion auf Zinn(II)-Verbindungen (**Sn²⁺**).

32 C 33 C

■ Mittels *Oxidationsschmelze* lassen sich Mangan(II)- (**Mn²⁺**) und Chrom(III)-Salze (**Cr³⁺**) nachweisen.

34 B 60 D

■ Die *Marshsche Probe* dient zum Nachweis von Arsen(III)-Verbindungen (**As³⁺**).

35 E 36 B 37 B 38 D 39 E 40 C 41 C

71 D 72 A 73 B

■ Nach Zugabe von überschüssiger Natriumhydroxid-Lösung liegen folgende Hydroxide gefällt vor (**nichtamphotere Hydroxide**):

- *Eisen(II)-hydroxid* [Fe(OH)₂], *Eisen(III)-hydroxid* [Fe(OH)₃], *Magnesium(II)-hydroxid* [Mg(OH)₂]

■ Nach Zugabe von überschüssiger Natriumhydroxid-Lösung bleiben folgende Hydroxide als Hydroxokomplexe in Lösung (**amphotere Hydroxide**):

- *Aluminium(III)-hydroxid* [Al(OH)₃ → Al(OH)₄⁻]
- *Blei(II)-hydroxid* [Pb(OH)₂ → Pb(OH)₄²⁻]
- *Chrom(III)-hydroxid* [Cr(OH)₃ → Cr(OH)₆³⁻]
- *Zink(II)-hydroxid* [Zn(OH)₂ → Zn(OH)₄²⁻]
- *Zinn(II)-hydroxid* [Sn(OH)₂ → Sn(OH)₃⁻]

■ *Quecksilber(I)-Salze* (Hg₂²⁺) disproportionieren beim Behandeln mit Lauge in Quecksilber(II)-oxid (HgO) und metallischem Hg.

42 D 43 B 44 B

■ Folgende Metallhydroxide werden von verdünntem Ammoniak (NH₃) unter Bildung von **Amminkomplexen** gelöst:

- *Cadmium(II)-hydroxid* [Cd(OH)₂ → Cd(NH₃)₆²⁺] - *Kupfer(II)-hydroxid* [Cu(OH)₂ → Cu(NH₃)₄²⁺] - *Silber(I)-hydroxid* [AgOH → Ag(NH₃)₂⁺] - *Zink(II)-hydroxid* [Zn(OH)₂ → Zn(NH₃)₆²⁺]

■ Folgende Metallhydroxide bilden beim Behandeln mit verdünntem Ammoniak *keine* Ammin-komplexe:

- *Bismut(III)-hydroxid* $[\text{Bi}(\text{OH})_3]$ - *Blei(II)-hydroxid* $[\text{Pb}(\text{OH})_2]$ - *Eisen(III)-hydroxid* $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$ - *Zinn(II)-hydroxid* $[\text{Sn}(\text{OH})_2]$

45 E

■ Die Komplexe $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ - $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ - $[\text{Pb}(\text{OH})_4]^{2-}$ - $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ sind *farblos*, sodass bei ihrer Bildung aus den betreffenden farblosen Metallionen *keine* Farbänderung oder Farbvertiefung eintritt.

46 A

475 D

■ Bei Ausschluss von Sauerstoff bildet in Gegenwart von Ammoniumsalzen keines der Ionen (Fe^{2+} - Mn^{2+} - Ni^{2+} - Zn^{2+}) einen Niederschlag mit Ammoniak. Sie liegen als **Amminkomplexe** vor: $[\text{Fe}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ - $[\text{Mn}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ - $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ - $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

■ Bei Anwesenheit von Sauerstoff könnte $\text{Fe}(\text{II})$ partiell zu $\text{Fe}(\text{III})$ oxidiert werden und es würde ein Niederschlag von *Eisen(III)-hydroxid* $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$ auftreten.

47 D

■ Silber- (Ag^+), Kupfer(II)- (Cu^{2+}) und Zink-Ionen (Zn^{2+}) liegen in ammoniakalischer Lösung als **Amminkomplexe** vor: $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ - $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ - $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

48 A

■ Schwefelsäure setzt die schwächere, in freier Form instabile Salpetrige Säure (HNO_2) aus ihren Salzen frei:



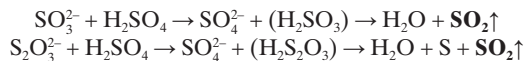
■ Dihydrogenphosphat (H_2PO_4^-), Perchlorat (ClO_4^-) und Nitrat (NO_3^-) bzw. die zugrunde liegende Säuren sind in Schwefelsäure stabil und führen nicht zu einer Gasentwicklung.

49 E

29 C

880 D

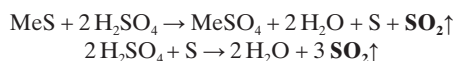
■ **Schwefelsäure** setzt die schwächeren instabilen Säuren Schwefelige Säure (H_2SO_3) und Thioschwefelsäure ($\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$) aus ihren Salzen [*Sulfite* (MeSO_3), *Thiosulfate* (MeS_2O_3)] frei. Beide Säuren zerfallen in **Schwefeldioxid** (SO_2), das entweicht und an seinem typischen stechenden Geruch erkannt wird:



■ *Unedle Metalle* wie Zink reduzieren heiße konzentrierte Schwefelsäure zu Schwefeldioxid oder scheiden elementaren Schwefel ab. In verdünnter Schwefelsäure bilden diese Metalle Wasserstoff (H_2):

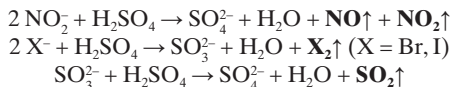


■ Konzentrierte Schwefelsäure oxidiert gleichfalls *Sulfide* (MeS) oder elementaren *Schwefel* zu Schwefeldioxid. Dies ist auch ein Grund dafür, warum man Schwefelwasserstoff nicht mit konzentrierter Schwefelsäure trocknen kann. Der dabei mit gebildete Schwefel kann weiter zu SO_2 oxidiert werden:



50 D

■ Nitrite (NaNO_2), Bromide (KBr) und Iodide (NaI) bilden beim Erhitzen mit konzentrierter Schwefelsäure *gefärbte* Dämpfe [aus NO_2 (braunrot), Br_2 (braun) oder I_2 (violett)] bzw. es entsteht mit *Sulfiten* (Na_2SO_3) ein *typisch riechendes* Gas (aus SO_2):



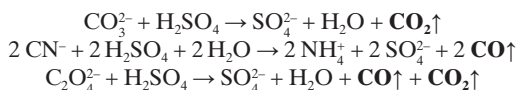
■ *Carbonate* (K_2CO_3) bilden hingegen mit konzentrierter Schwefelsäure *farbloses* und *geruchloses* Kohlendioxid (CO_2):



51 E

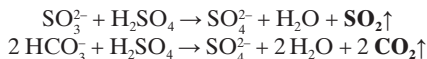
52 E

■ Beim Erhitzen von *Carbonaten* (Na_2CO_3 , BiCO_3), *Cyaniden* (NaCN , KCN), *Tartraten* ($\text{NaOOC-CHOH-CHOH-COONa}$) oder *Oxalaten* (NaOOC-COONa) mit konzentrierter Schwefelsäure können **Kohlenmonoxid** (CO) bzw. **Kohlendioxid** (CO_2) oder beide Gase als Reaktionsprodukte nachgewiesen werden. Bei Tartraten wird in Abwesenheit von Oxidationsmitteln neben der CO_2 -Entwicklung (*Decarboxylierung*) auch eine Verkohlungsbeobachtet:



53 C

■ Eine mit Natriumcarbonat [*Soda*] (Na_2CO_3) gegen Phenolphthalein gerade alkalisch gestellte und somit *rot* gefärbte Lösung wird durch Einleiten *saurer Gase* [Schwefeldioxid (SO_2), Kohlendioxid (CO_2)] entfärbt. Diese sauren Gase entstehen z. B. beim Behandeln von *Sulfiten* (Na_2SO_3), *Carbonaten* (Na_2CO_3) oder *Hydrogencarbonaten* (NaHCO_3) mit *verdünnter* (1 molar) Schwefelsäure.



■ Die anderen genannten Salze [Ammoniumnitrat (NH_4NO_3), Kaliumfluorid (KF), Natriumtetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)] ergeben mit verdünnter Schwefelsäure *keine flüchtigen* Verbindungen.

54 C

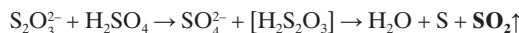
55 A

56 A

■ **Nitrite** (MeNO_2) reagieren mit *verdünnter Schwefelsäure* unter Bildung von Salpetriger Säure (HNO_2), die in freier Form instabil ist, in nitrose Gase (NO , NO_2) zerfällt und somit dem Nachweis entzogen werden kann.



■ **Thiosulfate** ($\text{Me}_2\text{S}_2\text{O}_3$) reagieren mit verdünnter Schwefelsäure zu Thioschwefelsäure ($\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$), die in saurer Lösung zu elementarem Schwefel und Schwefeldioxid (SO_2) zerfällt.



■ Die anderen genannten Ionen (F^- , Br^- , I^- , OOC-COO^- , NO_3^- , H_2PO_4^- , ClO_4^-) bilden beim Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure *keine* instabilen (zersetzlichen) Stoffe.

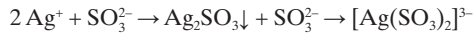
57 D

■ Das Normalpotential (E^\ominus) charakterisiert die Oxidationskraft bzw. das Reduktionsvermögen eines korrespondierenden Redoxpaares. Ein Reduktionsmittel kann nur von einem Oxidations-

mittel oxidiert werden, dessen Normalpotential positiver (größer) ist als das Normalpotential des Reduktionsmittels.

■ **Schweflige Säure** („ H_2SO_3 “) ist ein starkes Reduktionsmittel [$E^\circ(\text{H}_2\text{SO}_3/\text{SO}_4^{2-}) = +0,14 \text{ V}$], die von Chromat [$E^\circ(\text{CrO}_4^{2-}/\text{Cr}^{3+}) = +1,34 \text{ V}$], Eisen(III)-Ionen [$E^\circ(\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}) = +0,75 \text{ V}$], Iod [$E^\circ(\text{I}_2/\text{I}^-) = +0,54 \text{ V}$] oder Kupfer(II)-Ionen [$E^\circ(\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}) = +0,35 \text{ V}$] zu Sulfat oxidiert werden kann.

■ In neutralen bis schwach sauren Lösungen entsteht aus Sulfid-Ionen (SO_3^{2-}) und Silber-Ionen (Ag^+) [$E^\circ(\text{Ag}^+/\text{Ag}) = +0,81 \text{ V}$], ein weißer Niederschlag von **Silbersulfid** (Ag_2SO_3), der im Überschuss des Fällungsreagenzes löslich ist.

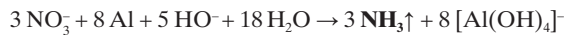


58 B

59 D

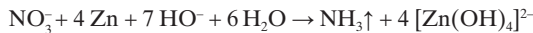
60 D

■ **Nitrat** (NO_3^-) wird in alkalischer Lösung von Aluminium zu *Ammoniak* (NH_3) reduziert und Al zu Al(III) oxidiert, das in alkalischer Lösung als Tetrahydroxoaluminat [$[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$] vorliegt:



60 D

■ **Nitrat** (NO_3^-) wird von unedlen Metallen wie Aluminium oder Zink in alkalischer Lösung zu *Ammoniak* (NH_3) reduziert. Reduzierendes Agens ist naszierender Wasserstoff:



■ **Arsen-** (As^{3+}) und **Antimonverbindungen** (Sb^{3+}) werden mittels naszierendem Wasserstoff (aus Zn/HCl) zu Arsenwasserstoff (AsH_3) bzw. Antimonwasserstoff (SbH_3) reduziert [*Marsh-Probe*]:



■ **Fluoride** (F^-) können nur auf elektrochemischem Wege zu elementarem Fluor (F_2) oxidiert werden.

61 C

■ Die Reduktion von *violetterm* Permanganat (MnO_4^-) in saurer Lösung zu schwach *rosa* gefärbten Mangan(II)-Salzen (Mn^{2+}) weist auf das *Vorhandensein oxidierbarer Substanzen* hin.

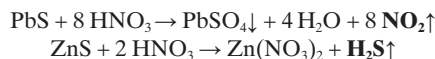
1.3 Lösen

62 E

63 B

64 C

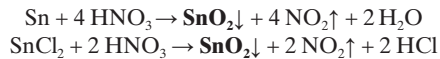
■ **Salpetersäure** (HNO_3) ist sowohl eine starke Säure als auch ein starkes Oxidationsmittel. Beispielsweise können *Sulfide* [wie Bleisulfid (PbS)] zu Sulfaten oxidiert werden, sodass *Bleisulfat* (PbSO_4) ausfallen kann. Andere Sulfide [wie Zinksulfid (ZnS)] können unter Schwefelwasserstoff-Entwicklung (H_2S) gelöst werden.



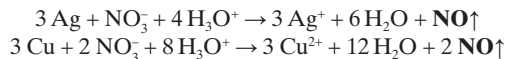
■ Metallisches *Aluminium* (Al) und metallisches *Chrom* (Cr) sind infolge Ausbildung oxidischer Schutzschichten (Passivierung) praktisch unlöslich in kalter konzentrierter Salpetersäure.

■ Je nach Temperatur und Säurekonzentration unterschiedlich verhält sich elementares *Zinn* (Sn). In der Kälte entsteht mit verdünnter HNO_3 *Zinn(II)-nitrat* [$[\text{Sn}(\text{NO}_3)_2]$]. Konzentrierte Salpe-

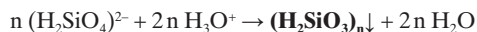
tersäure oxidiert hingegen Zinn oder Zinn(II)-Verbindungen wie *Zinn(II)-chlorid* (SnCl_2) zu Zinndioxidhydrat [$\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = \text{SnO}(\text{OH})_2$]. Somit können Zinnverbindungen in der Analyse beim Behandeln mit konz. HNO_3 in den unlöslichen Rückstand gelangen.



■ Edelmetalle wie *Silber* (Ag) oder *Kupfer* (Cu) lösen sich in konz. HNO_3 , aber nicht unter Wasserstoffentwicklung, sondern unter Freisetzung von Stickstoffmonoxid (NO).



■ „Natriummetasilicat“ [$\text{Na}_2\text{H}_2\text{SiO}_4 \cdot (\text{H}_2\text{O})_x$] bildet bereits in schwach saurer Lösung höher kondensierte Kieselsäuren, die mit steigendem Kondensationsgrad immer schwerer löslich werden; aus den kolloidalen Lösungen scheidet sich schließlich amorphe Kieselsäure ab:



■ Salze wie Aluminiumsulfat [$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$], Calciumcarbonat (CaCO_3) oder Zinksulfid (ZnS) sind in konz. HNO_3 löslich.

65 B

- Kupfer(II)-Salze lösen sich in 2 M-HCl mit *bläulicher* Farbe.
- Quecksilber(II)-chlorid [*Sublimat*] (HgCl_2) löst sich in verd. HCl zu *farblosen*, hydratisierten Hg^{2+} -Ionen.
- Silber-Ionen (Ag^+) bilden in 2 M-HCl einen käsig weißen *Niederschlag* von Silberchlorid (AgCl).
- Gelbes Chromat (CrO_4^{2-}) kondensiert in 2 M-HCl zu *orangefarbenem* Dichromat ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$).
- Quecksilber(I)-chlorid [*Kalomel*] (Hg_2Cl_2) bildet in 2 M-HCl einen farblosen *Niederschlag*.

66 A

67 B

■ **Thiosulfat-Ionen** ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) zerfallen in *salzsaurer* Lösung – unter Bildung von Thioschwefelsäure ($\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_3$) – in elementaren Schwefel, der eine Trübung verursacht, und in Schwefeldioxid (SO_2), das entweicht:



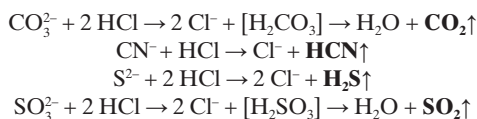
■ Versetzt man eine konzentrierte **Silicat-Lösung** (SiO_3^{2-}) mit einer anorganischen Säure wie HCl, so bildet sich wasserhaltige, gallertartige Kieselsäure [$(\text{SiO}_2)(\text{H}_2\text{O})_n$]. Ein Teil der Kieselsäure bleibt jedoch kolloidal gelöst. Bei längerem Kochen mit konz. HCl wird auch noch die kolloidal gelöste Kieselsäure ausgefällt. Die Kondensation schreitet fort bis zum in Wasser und Säuren *unlöslichen Siliciumdioxid* (SiO_2).

■ Bromid- (Br^-), Chlorat- (ClO_3^-), Perchlorat- (ClO_4^-) bzw. Sulfat-Ionen (SO_4^{2-}) sind in konzentrierter *salzsaurer* Lösung stabil und verursachen *keine* Trübung der Lösung.

68 E

69 E

■ Auch einige Anionen schwacher, in freiem Zustand instabiler bzw. flüchtiger Säuren [*Carbonate* (CO_3^{2-}), *Cyanide* (CN^-), *Sulfide* (S^{2-}), *Sulfite* (SO_3^{2-})] können beim Behandeln mit konzentrierter *Salzsäure* aufgrund der Flüchtigkeit der Reaktionsprodukte dem weiteren Nachweis entzogen werden:



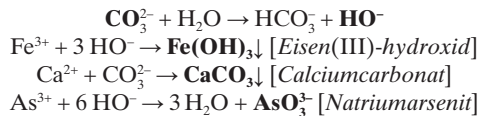
■ In salzsaurer Lösung bildet sich aus Arsen(III)-Verbindungen *Arsenrichlorid* (AsCl_3), das in heißer HCl *flüchtig* ist.

■ Phosphorsäure (H_3PO_4) sowie ihre Salze [MeH_2PO_4 , Me_2HPO_4 , Me_3PO_4] sind in salzsaurer Lösung *nichtflüchtige* Verbindungen.

1.4 Alkalicarbonatauszug (Soda-Auszug)

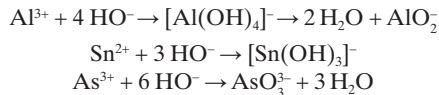
70 E

■ Eine konzentrierte **Natriumcarbonat-Lösung** [Soda-Lösung] (Na_2CO_3) reagiert stark alkalisch, so dass neben schwer löslichen *Carbonaten* auch schwer lösliche *Hydroxide* in den Rückstand des Soda-Auszuges gelangen können. Dagegen können amphotere Substanzen als *Oxo-Anionen* gelöst vorliegen.



71 D

■ Aluminium (Al), Arsen (As) und Zinn (Sn) liegen im Soda-Auszug als Oxo-Anionen bzw. als Hydroxo-Komplexe gelöst vor:



■ Bariumhydroxid [$\text{Ba}(\text{OH})_2$] ist ein nichtamphoterer, wasserlösliches Hydroxid.

72 A

■ *Zinn* gelangt als Hydroxo-Komplex [$\text{Sn}(\text{OH})_3$]⁻ in das Filtrat des Soda-Auszuges. Bei schwachem Ansäuern des Filtrats fällt *Zinn(II)-hydroxid* [$\text{Sn}(\text{OH})_2$] aus, das sich bei weiterem Ansäuern unter Bildung des hydratisierten Sn^{2+} -Ions wieder auflöst.

■ *Eisen(II)-hydroxid* [$\text{Fe}(\text{OH})_2$] und *Schwefel* (S) sind in wässriger, alkalischer Lösung unlöslich und finden sich im Rückstand des Soda-Auszuges.

■ *Silicate* (SiO_3^{2-}) befinden sich im Filtrat des Soda-Auszuges. Bei starkem Ansäuern fällt wasserhaltige, gallertartige *Kieselsäure* [$\text{SiO}_2(\text{H}_2\text{O})_n$] aus, die zu einer bleibenden Trübung der Lösung führt.

73 B

35 E

36 B

37 B

38 D

39 E

40 C

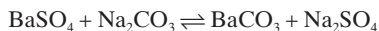
41 C

■ *Eisen(III)-hydroxid* [$\text{Fe}(\text{OH})_3$] ist nicht amphoter, so dass es sich im Rückstand des Soda-Auszuges befindet.

■ *Aluminiumhydroxid* [$\text{Al}(\text{OH})_3$], *Blei(II)-hydroxid* [$\text{Pb}(\text{OH})_2$], *Zinkhydroxid* [$\text{Zn}(\text{OH})_2$] und *Zinn(II)-hydroxid* [$\text{Sn}(\text{OH})_2$] sind amphotere Hydroxide, die als Hydroxo-Komplexe oder Oxidhydrate (Oxo-Anionen) im Filtrat des Soda-Auszuges gelöst vorliegen.

74 E

Durch Erhitzen von **Bariumsulfat** (BaSO_4) mit konzentrierter Natriumcarbonat-Lösung erfolgt eine teilweise Umwandlung in Bariumcarbonat (BaCO_3) und Sulfat-Ionen (SO_4^{2-}) liegen gelöst vor. Beim Versetzen des Filtrats mit verdünnter Schwefelsäure fällt dann erneut Bariumsulfat aus.



1.5 Aufschlüsse

75 B

518 D

519 A

520 E

Man kann einen *basischen Aufschluss* sowohl mit Natriumcarbonat [*Soda*] (Na_2CO_3) [Schmp. 854°C] oder mit Kaliumcarbonat [*Pottasche*] (K_2CO_3) [Schmp. 897°C] durchführen. Vorteilhafter ist jedoch ein Gemisch aus Soda und Pottasche im Verhältnis 45 % : 55 %. Ein solches **eutektisches Gemisch** besitzt einen tieferen Schmelzpunkt [712°C] als die beiden reinen Komponenten.

76 E

77 B

78 E

79 A

80 B

81 B

90 D

91 A

92 B

94 B

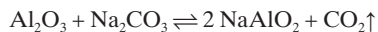
95 A

96 A

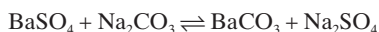
887 B

Mit einem **Soda-Pottasche-Aufschluss** können aufgeschlossen werden:

- *Aluminiumoxid* (Al_2O_3), das beim Behandeln der Schmelze mit Wasser als Aluminat (AlO_2^- bzw. $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$) im Filtrat verbleibt.



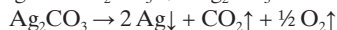
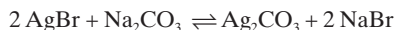
- *Bariumsulfat* (BaSO_4) und andere *Erdalkalisulfate* [MeSO_4], die in Carbonate übergeführt werden, sodass der Schmelzkuchen zweckmäßiger Weise in Säure (CH_3COOH , HCl) aufgelöst wird.



- *Calciumaluminiumsilicat* ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)



- *Silberbromid* (AgBr) und andere *Silberhalogenide* (AgX), wobei sich das intermediär gebildete Silbercarbonat (Ag_2CO_3) in metallisches Silber (Ag) umwandelt.



Hochgeglühte Oxide wie *Eisen(III)-oxid* (Fe_2O_3) werden am Besten mittels Disulfatschmelze aufgeschlossen.

82 A

83 A

84 E

Laugt man den Schmelzkuchen des Soda-Pottasche-Aufschlusses mit Wasser aus, so liegen *Erdalkalisulfate* (MeSO_4) [Me: Ca, Sr, Ba] und *Bleisulfat* [PbSO_4] als schwer lösliche *Erdalkalicarbonate* (MeCO_3) [Me: Ca, Sr, Ba] bzw. *Blei(II)-carbonat* (PbCO_3) im Rückstand vor.

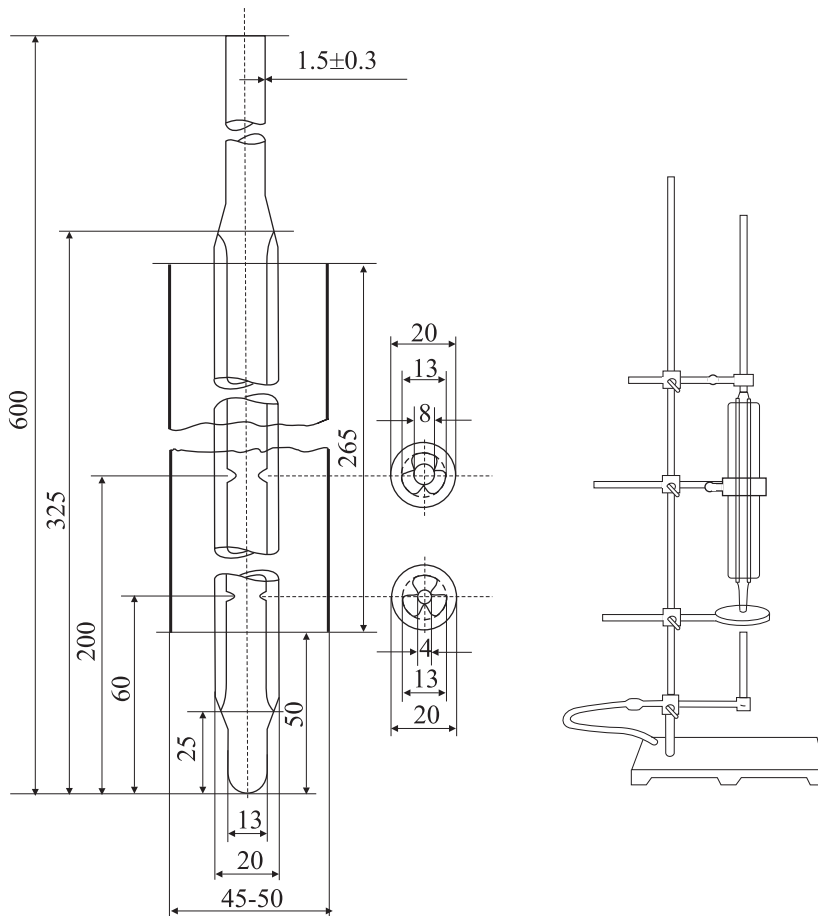
Siliciumdioxid (SiO_2) liegt nach basischem Aufschluss und Auslagern des Schmelzkuchens mit Wasser als *Oxo-Anion* (SiO_3^{2-}) im Filtrat vor.

3 Organische Bestandteile

3.1 Siedetemperatur und Siedebereich

509 C

Die Apparatur zur „**Bestimmung der Siedetemperatur**“ (nach *DAB*) besteht aus zwei koaxial miteinander verbundenen Glasrohren. Das innere Glasrohr dient zur Aufnahme der Substanz und des Thermometers, dessen Länge durch die drei Dornen in 60 mm und 200 mm Höhe über dem unteren Ende festgelegt ist. Das auf einem Drahtnetz stehende Gerät ist von einem weiteren, etwa 50 mm höher angebrachten Glasrohr umgeben. Das Gerät steht auf einem Laborstativ.

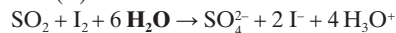


510 C

511 E

Zur **Bestimmung von Wassergehalten** in Feststoffen können folgende Methoden herangezogen werden:

- **Karl-Fischer-Titration**, wobei Iod (I_2) durch Schwefeldioxid (SO_2) in Gegenwart von Wasser (H_2O) zu Iodid-Ionen (I^-) reduziert wird.

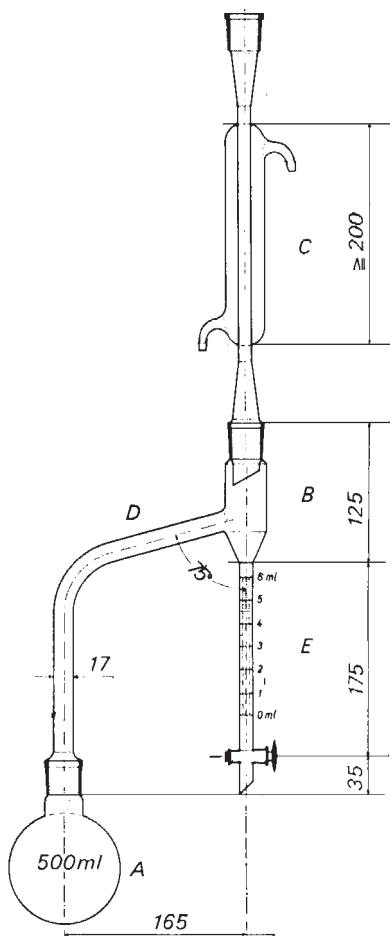


- **Azeotrope Destillation** nach Zusatz von Toluol (Toluol) als „Wasserschlepper“ und volumetrische Bestimmung des Wassers im Destillat.
- Bestimmung des Masseverlustes durch Trocknung („**Trocknungsverlust**“) bei geeigneten Temperaturen. Meistens wird eine Bestimmung des Masseverlustes durch Trocknung bei 100-105 °C im Trockenschrank durchgeführt. Gegebenenfalls erfolgt die Bestimmung durch Anlegung eines Vakuums.

512 B

513 C

Die Apparatur für die „Bestimmung von Wasser durch Destillation“ besteht aus einem Rundkolben (A), der die wasserhaltige Substanz und Toluol als „Wasserschlepper“ enthält. Der Rundkolben (A) ist über ein Verbindungsstück (D) mit einem Kondensationsrohr (B) und einem graduieren Auffangrohr (E) verbunden. Ein Kühler (C) wird auf das Kondensationsrohr aufgesetzt. Das flüchtige, einheitliche Azeotrop bestehend aus Wasser/Toluol wird im Kühler verflüssigt und das sich vollständig in Toluol und Wasser trennende Kondensat wird im Auffangrohr gesammelt. Die abgeschiedene, spezifisch schwerere (unten befindliche) Wassermenge wird abgelesen (in ml).



Ein Liebigkühler ist Bestandteil der Apparatur zur Bestimmung des Destillationsbereiches.

3.2 Schmelztemperatur

514 C

■ Mit Hilfe eines Metallblocks bestimmt das Arzneibuch den „**Sofortschmelzpunkt**“. Bei dieser Methode entfällt jede Wärmeeinwirkung auf die Substanz vor Erreichen der Schmelztemperatur. Die Methode ist daher geeignet für Stoffe, die zu Modifikationsänderungen neigen (polymorphe Stoffe) oder die unter *Zersetzung* schmelzen.

515 D

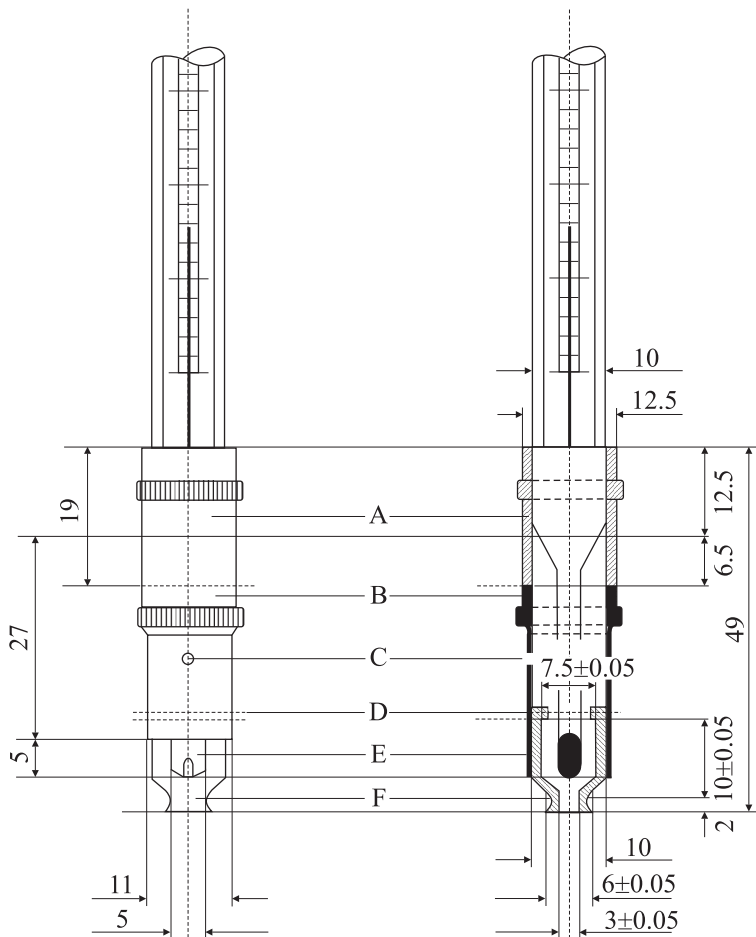
- Bei der Methode zur Bestimmung des „**Sofortschmelzpunktes**“ wird:
- die Substanz auf einen *Metallblock* während des *Aufheizens* aufgestreut und die Temperatur (t_1) abgelesen, wenn die Substanz sofort schmilzt, wenn sie den Metallblock berührt.
 - wird die Substanz auf einen Metallblock während des Abkühlens aufgestreut und die Temperatur (t_2) abgelesen, wenn die Substanz aufhört zu schmelzen, sobald sie den Metallblock berührt.
- Der Sofortschmelzpunkt ist der Mittelwert $[(t_1 + t_2)/2]$ der beiden gemessenen Temperaturen.

516 D

■ Unter **Schmelztemperatur** nach der „**Kapillarmethode**“ wird die Temperatur verstanden, bei der das letzte, feste Teilchen einer kleinen Substanzsäule in einem Schmelzpunktröhrchen in die flüssige Phase (Schmelze) übergeht.

517 D

■ Die Apparatur zur „**Bestimmung des Tropfpunktes**“ besteht aus zwei zusammenschraubbaren Metallhülsen (A und B). Die obere Hülse (A) ist an einem Thermometer befestigt. Ein Metallnippel (F) ist am unteren Ende der Hülse (B) mit zwei Klemmbacken (E) befestigt. Sperrstifte (D) fixieren die Lage des Nippels und zentrieren das Thermometer. Eine Öffnung (C) in der Hülse (B) dient zum Druckausgleich.



518 D

519 A

520 E

■ Als **Eutektikum** bezeichnet man das heterogene Gemenge aus zwei (oder mehr) Stoffen, die miteinander eine homogene flüssige Phase (Schmelze oder Lösung) bilden, die aber im festen Aggregatzustand *nicht* miteinander mischbar sind.

■ Ein Eutektikum erstarrt oder schmilzt wie ein reiner Stoff bei einer bestimmten Temperatur, dem so genannten **eutektischen Punkt**.

■ Der eutektische Punkt ist die *niedrigste Temperatur*, bei der ein Zwei- oder Mehrkomponentengemisch, das ein Eutektikum bildet, in Abhängigkeit von seiner Zusammensetzung zu schmelzen beginnt.

3.3 Dichte

521 E

Die **Dichte** ist eine stoffspezifische Konstante, deren Zahlenwert vom Grad der Reinheit eines Stoffes abhängt. Dichtemessungen sind daher Verfahren für *Reinheits-* und *Identitätsprüfungen*, insbesondere von *flüssigen Stoffen*.

Die SI-Maßeinheit der *absoluten Dichte* ist **kg/m³**, während die *relative Dichte* eine *dimensionslose* Verhältniszahl ist.

In wässrigen Lösungen bestimmter Substanzen kann die Dichte in Abhängigkeit von der Konzentration dieser Substanzen ein Maximum durchschreiten. Beispielsweise zeigt eine wässrige Essigsäure-Lösung mit einem Masseanteil von 75 % Essigsäure ein *Dichtemaximum*.

Die Dichte macht als Summenparameter Aussagen über die Gesamtmasse einer Flüssigkeit und kann daher zu *Gehalts-* und *Konzentrationsbestimmungen* (Schwefelsäure, Zucker, Alkohole) herangezogen werden.

522 D

523 D

524 C

Zur Bestimmung der absoluten oder relativen Dichte können verwendet werden:

- Pyknometer [für Feststoffe und Flüssigkeiten]
- Hydrostatische Waage (Mohr-Westphal-Waage) [für Feststoffe]
- Aräometer [für Flüssigkeiten]
- Digitale Densitometer [für Flüssigkeiten und Gase]

Ein Abbe-Refraktometer dient der Bestimmung des Brechungsindex.

525 D

Aräometer sind Glashohlkörper, die mit Bleischrot gefüllt sind und nach oben in ein zylindrisches Glasrohr mit einer Skala auslaufen. Aräometer tauchen so tief in eine Flüssigkeit ein, bis das Gewicht der verdrängten Flüssigkeit gleich dem Eigengewicht des Aräometers ist.

Je spezifisch leichter die Flüssigkeit ist, desto tiefer taucht das Aräometer in die Flüssigkeit ein. Die Skalenwerte für kleine Dichten (= große Eintauchtiefe) befinden sich somit am Skalenrohr oben, für große Dichten unten (= geringe Eintauchtiefe). Das eingetauchte Teilvolumen des Aräometers ist daher umgekehrt proportional zur Dichte der Flüssigkeit.

Für exakte Dichtemessungen ist Voraussetzung, dass der Schwerpunkt des Aräometers unterhalb der Skala liegt. Bei sonst gleicher Bauweise ist die Empfindlichkeit des Aräometers umso größer, je dünner das Skalenrohr ist.

Der Benetzungsgrad einer Flüssigkeit ist für die Bestimmung der Dichte mithilfe eines Aräometers nicht relevant.

526 E

527 E

Unter **relativer Dichte** versteht man das Verhältnis der Dichte der zu prüfenden Substanz zur Dichte einer Vergleichssubstanz, jeweils bei derselben Temperatur gemessen. Die relative Dichte ist somit – im Gegensatz zur absoluten Dichte – eine *dimensionslose* Verhältniszahl.

528 D

In einem Pyknometer besitzen 50 ml einer Flüssigkeit eine Masse von 60 g. Daraus berechnet sich die Dichte (ρ) der Flüssigkeit nach:

$$\rho = m \text{ (in g)} / V \text{ (in ml)} = 60/50 = \mathbf{1,2 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}} \text{ (g/ml)}$$

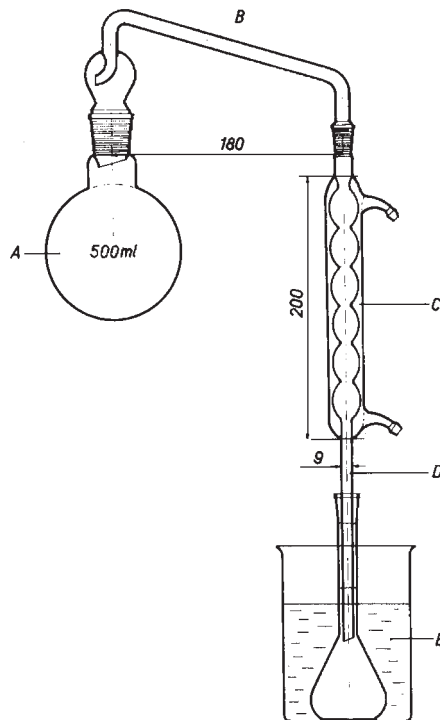
529 D

■ Wenn bei einer Mohrschen Waage der größte Reiter auf Marke 10 (Haken) den Auftrieb einer Flüssigkeit mit der Dichte 1 g/cm^3 kompensiert, so sind dies $0,9 \text{ g/cm}^3$ auf Marke 9. Der mittlere Reiter wurde zur Messung nicht verwendet. Der kleinste Reiter kompensiert auf Marke 10 $0,01 \text{ g/cm}^3$ und somit auf Marke 5 nur $0,005 \text{ g/cm}^3$. Daher berechnet sich die Dichte (ρ) der Flüssigkeitsprobe (Summe aller Reiter) zu:

$$\rho = 0,9 + 0 + 0,005 = \mathbf{0,905 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}}$$

530 B

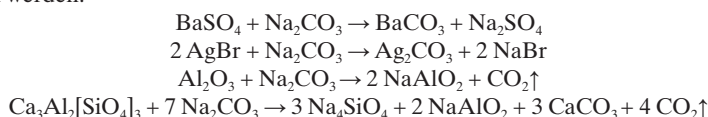
■ Die Apparatur zur „Bestimmung des Ethanolgehalts“ besteht aus einem Rundkolben (A), der über eine Destillationsbrücke mit Tropfenzähler (B) mit einem senkrecht stehenden Kühler (C) verbunden ist. Das untere Ende des Kühlers ist mit einem Vorstoß (D) versehen, der in einen 100-250 ml Messkolben reicht. Der Messkolben steht während der Destillation in einer Eis/Wasser-Kältemischung (E).



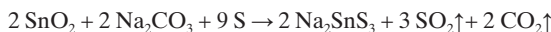
9 Prüfung Herbst 2011

887 B 76 E 89 B

Mithilfe eines alkalischen **Soda-Pottasche-Aufschlusses** lassen sich aufschließen: Bariumsulfat (BaSO_4), Silberbromid (AgBr), Aluminium(III)-oxid (Al_2O_3) und Calciumaluminiumsilicat ($\text{Ca}_3\text{Al}_2[\text{SiO}_4]_3$). Der Aufschluss dieser Substanzen kann durch folgende Reaktionsgleichungen beschrieben werden.



Zinn(IV)-oxid [Zinnstein] (SnO_2) kann *nicht* durch einen Soda-Pottasche-Aufschluss in Lösung gebracht werden. Der Aufschluss erfolgt mithilfe des **Freiberger Aufschlusses** und wird durch folgende Bruttoreaktionsgleichung beschrieben:



888 B 13 B 14 A 416 E 484 A 825 B 864 D

Lithium-Ionen (Li^+) lassen sich nachweisen durch die:

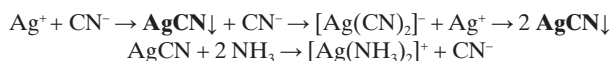
- rote Flammenfärbung mit einer Spektrallinie bei $\lambda = 670 \text{ nm}$.
- Bildung von schwer löslichem *Lithiumphosphat* (Li_3PO_4), das im Alkalischen auf Zugabe von Dinatriumhydrogenphosphat (Na_2HPO_4) ausfällt.



Lithiumhydroxid (LiOH), Lithiumtartrat [$\text{LiOOC}-(\text{CHOH})_2-\text{COOLi}$] und Lithiumhexanitrocobaltat(III) $\text{Li}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ sind wasserlösliche Verbindungen.

889 C 181 C 183 C 185 E 186 D

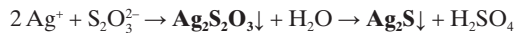
Cyanide (CN^-) bilden mit Silber-Ionen einen *weißen* Niederschlag von *Silbercyanid* (AgCN), der sich in Ammoniak-Lösung oder im Überschuss von Cyanid-Ionen löst. Für die Fällung ist also ein Überschuss an Ag^+ -Ionen erforderlich.



890 B

205 B

■ **Thiosulfat-Ionen** ($S_2O_3^{2-}$) ergeben mit Silbernitrat-Lösung in neutralem bis essigsauerm Milieu einen *weißen* Niederschlag von *Silberthiosulfat* ($Ag_2S_2O_3$). Silberthiosulfat ist unbeständig und zerfällt zu *schwarzem Silbersulfid* (Ag_2S). Dabei schlägt die Farbe der Lösung von Weiß über Gelb nach Braun und schließlich Schwarz um.

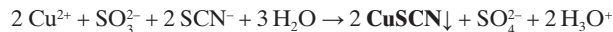


891 B

189 E

■ **Thiocyanat-Ionen** (SCN^-) können nachgewiesen werden durch:

- Fällung von *weißem Silberthiocyanat* ($AgSCN$) beim Versetzen einer salpetersauren Probelösung mit $AgNO_3$ -Lösung.
- Bildung von *rotem*, in Ether extrahierbarem *Eisen(III)-thiocyanat* [$Fe(SCN)_3$] beim Versetzen einer schwach sauren Probelösung mit $FeCl_3$ -Lösung.
- Bildung von *blauem*, in Amylalkohol/Ether löslichem *Cobalt(II)-thiocyanat* [$Co(SCN)_2$] beim Versetzen der neutralen Probelösung mit $CoCl_2$ -Lösung.
- Fällung von *weißem Kupfer(I)-thiocyanat* ($CuSCN$) beim Versetzen einer Probelösung mit $CuSO_4$ -Lösung und Schwefliger Säure (H_2SO_3) als Reduktionsmittel.



■ Chrom(III)-Ionen bilden mit überschüssigen Thiocyanat-Ionen lösliche Komplexe der Form $[Cr(SCN)_6]^{3+}$.

892 C

229 A

230 A

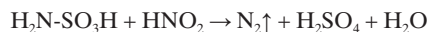
826 B

■ **Nitrat-Ionen** (NO_3^-) können nach *Arzneibuch* nachgewiesen werden durch die Reaktion mit Nitrobenzol/Schwefelsäure und anschließender Umsetzung mit Aceton im alkalischen Milieu. Es tritt eine *Violettfärbung* auf (**Reaktion nach Pesetz**).

Nitrit-Ionen (NO_2^-) stören *nicht*, weil sie Nitrobenzol nicht in 1,3-Dinitrobenzol, ein stark desaktivierter Aromat, umwandeln können.

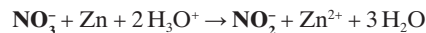
■ Die *Ringprobe* (Zugabe von $FeSO_4$ -Lösung, Unterschichten mit konzentrierter Schwefelsäure) unter Bildung von *braunen* bis amethystfarbenen Pentaaquonitrosylferrat(II)-Ionen $[Fe(H_2O)_5NO]^{2+}$ wird von Nitraten und Nitriten gegeben.

■ *Amidosulfonsäure* (H_2N-SO_3H) zerstört Nitrit (NO_2^-) unter Bildung von elementarem Stickstoff (N_2), reagiert aber nicht mit Nitrat, sodass es *nicht* zum Nitrat-Nachweis neben Nitrit geeignet ist.



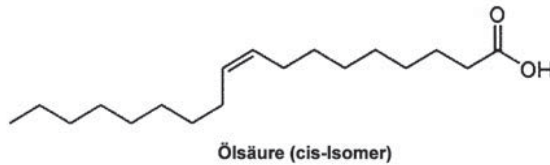
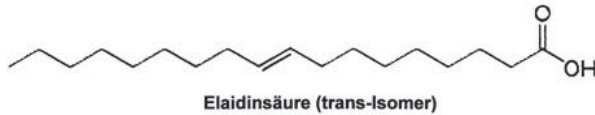
■ Im alkalischen Milieu ($NaOH$) werden sowohl Nitrate als auch Nitrite durch Aluminium-Grieß zu Ammoniak (NH_3) reduziert.

■ Nitrat-Ionen (NO_3^-) werden mit Zink (Zn) in essigsaurer Lösung zu Nitrit (NO_2^-) reduziert und anschließend mit Sulfanilsäure/2-Naphthol als Azofarbstoff nachgewiesen. Die Reaktion ist aber *nicht* zum Nachweis von Nitrat neben Nitrit geeignet.



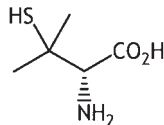
893 C

■ **Ölsäure** [(Z)-Octadec-9-ensäure] und **Elaidinsäure** [(E)-Octadec-9-ensäure] sind **cis/trans-isomere** Verbindungen. Als cis/trans-Isomere sind sie *diastereomer* und besitzen unterschiedliche **Schmelzpunkte**.



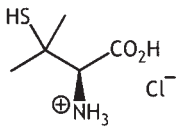
- Ölsäure und Elaidinsäure sind beide *achiral* und daher drehen beide Substanzen *nicht* die Ebene des linear polarisierten Lichts.
- Ölsäure und Elaidinsäure besitzen beide eine C=C-Doppelbindung, an die Brom angelagert werden kann (Entfärbung der Brom-Lösung).
- Ölsäure und Elaidinsäure sind beide Monocarbonsäuren gleicher Molmasse, so dass bei der Titration gleichkonzentrierter Lösungen der identische Äquivalentverbrauch an NaOH-Maßlösung resultiert.
- Die Methylester von Ölsäure und Elaidinsäure sind Isomere und besitzen die gleiche Summenformel; daher zeigen beide Ester das gleiche Signal (m/z) im EI-Massenspektrum für das jeweilige Molekülion.

894 C

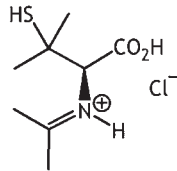


D-Penicillamin

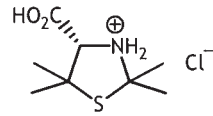
- Eine salzsaure Lösung von D-Penicillamin ergibt mit Aceton das kristalline Hydrochlorid eines Acetonids [Formel C]. Das Acetonid [C] ist im Gegensatz zum D-Penicillamin rechtsdrehend.
- Die Formeln [A] und [B] zeigen Derivate des L-Penicillamin. Das chirale C-Atom zeigt die enantiomere Konfiguration.
- Die Formeln [D] und [E] zeigen achirale Verbindungen. Sie können also *nicht* rechtsdrehend sein.



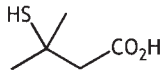
(A)



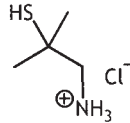
(B)



(C)



(D)



(E)

895 C

198 D

413 B

Das *Arzneibuch* lässt in der Monographie „Wasserfreie Glucose“ [(+)-D-Glucopyranose] mit verdünnter Schwefelsäure auf einen überhöhten Barium-Gehalt prüfen. Die durch die Trübung von schwer löslichem *Bariumsulfat* (BaSO_4) verursachte Opaleszenz darf nicht stärker sein als die einer Prüflösung.

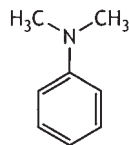
Eine Verunreinigung durch L-Glucose müsste sich bei der Bestimmung der spezifischen Drehung bemerkbar machen.

Mit chemischen Methoden kann ein mikrobieller Befall nicht quantifiziert werden.

Die Identitätsprüfung auf *Acetat* (CH_3COO^-) lässt das *Arzneibuch* mithilfe der Lanthannitrat/Iod/Ammoniak-Reagenzienkombination durchführen oder es weist Acetat nach Freisetzung von flüchtiger Essigsäure durch deren charakteristischen Geruch nach. Eine Grenzprüfung auf Acetat sieht das *Arzneibuch* *nicht* vor.

Die Grenzprüfung auf freien Formaldehyd erfolgt nach *Arzneibuch* mit Acetylaceton [Pentan-2,4-dion] (Methode A) oder mit Methylbenzothiazolonhydrizonhydrochlorid (Methode B).

896 C

*N,N*-Dimethylanilin

N,N-Dimethylanilin ist ein tertiäres Amin mit aromatischem Rest. Das Molekül wird beim Behandeln mit Natriumnitrit (Salpetriger Säure) in saurer Lösung in einer elektrophilen Substitutionsreaktion ($\text{S}_{\text{E}}\text{Ar}$ -Reaktion) in *para*-Stellung nitrosiert. Es bildet sich *N,N*-Dimethyl-4-nitrosoanilin.

N,N-Dimethylanilin könnte als aktivierter Aromat als Kupplungskomponente bei der Azokupplung eingesetzt werden. Durch Umsetzung mit Aryldiazonium-Ionen entstehen *Azofarbstoffe*.

■ *Meisenheimer Salze* entstehen als Zwischen- oder Endprodukte bei nucleophilen Substitutionsreaktionen an desaktivierten Aromaten (S_NAr -Reaktion) nach einem Additions-Eliminations-Mechanismus.

897 D

738 C

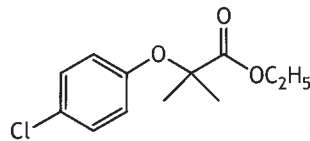
739 C

740 C

741 C

746 C

859 D



Clofibrat

■ **Clofibrat** enthält eine *Carbonsäureester*-Funktion ($R-CO-OR'$), die mit Hydroxylaminhydrochlorid ($HONH_2Cl$) in eine *Hydroxamsäure* ($R-CO-NHOH$) übergeführt wird. Hydroxamsäuren ergeben dann auf Zusatz von Eisen(III)-chlorid-Lösung ($FeCl_3$) einen bläulich roten bis *roten* Chelatkomplex.

898 C

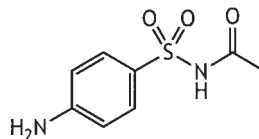
679 A

680 D

681 D

808 D

858 C



Sulfacetamid

■ **Sulfacetamid** ist ein *primäres aromatisches Amin* ($Ar-NH_2$), das mit Natriumnitrit ($NaNO_2$) in salzsaurer Lösung in ein Aryldiazonium-Ion ($Ar-N_2^+$) umgewandelt und danach mit 2-Naphthol zu einem orangefarbenen bis *roten* *Azofarbstoff* gekuppelt werden kann.

899 E

886 D

■ Auf die *Gehaltsbestimmung* von **Schwefel** ($A_r = 32,07$) mithilfe der **Schöniger-Methode** (Verbrennung im Sauerstoffkolben) treffen folgende Aussagen zu:

- Bei der Verbrennung von Schwefel in der Sauerstoffatmosphäre wird *Schwefeldioxid* (SO_2) gebildet, das in der Absorptionslösung mit Wasserstoffperoxid (H_2O_2) zu **Schwefelsäure** (H_2SO_4) oxidiert wird. Die Absorptionslösung reagiert somit *sauer*.
- Die Schwefelsäure wird mit Natriumhydroxid-Maßlösung gegen Phenolphthalein titriert. Der Farbumschlag am Äquivalenzpunkt der Titration erfolgt somit von farblos nach rot.
- 1 ml Natriumhydroxid-Lösung ($0,1 \text{ mol l}^{-1}$) entspricht 1,603 mg S.

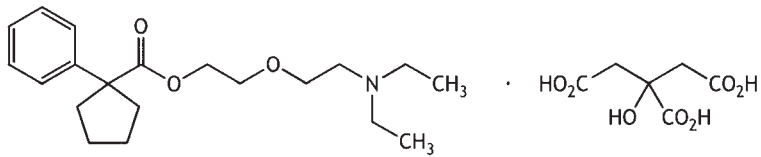
900 C

712 A

766 C

847 B

860 E



Pentoxiverinhydrogencitrat

- Versetzt man eine schwefelsaure Dihydrogencitrat-Lösung mit Kaliumpermanganat-Lösung (KMnO_4), so tritt beim Erwärmen Entfärbung ein. Dabei wird die im Sauren gebildete *Citronensäure* decarboxyliert und zu *Acetondicarbonsäure* ($\text{HOOC-CH}_2\text{-CO-CH}_2\text{-COOH}$) oxidiert, die danach zu *Aceton* ($\text{CH}_3\text{-CO-CH}_3$) decarboxyliert.
- Beim Pentoxiverinhydrogencitrat (M_r 525,6) liegt im Dihydrogencitrat-Gegenion ein Monoanion vor, das bei der wasserfreien Titration ein Äquivalent Perchlorsäure verbraucht. 1 ml Perchlorsäure-Maßlösung ($c = 0,1 \text{ mol l}^{-1}$) entspricht somit 52,56 mg des Wirkstoffsalzes.
- Aufgrund des Dihydrogencitrat-Anions (zweibasige Säure) reagiert eine 10%ige wässrige Lösung von Pentoxiverinhydrogencitrat *sauer*.