

Silber

Die Lösung von etwa 10 mg Substanz in 10 ml Wasser *R* oder 10 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 0,3 ml Salzsäure *R* 1 versetzt, entsteht ein zusammenballender, weißer Niederschlag, der sich nach Zusatz von 3 ml verdünnter Ammoniak-Lösung *R* löst.

Quecksilber

- a) Werden 0,1 ml einer Lösung der Substanz auf eine blanke Kupferfolie gebracht, entsteht ein dunkelgrauer Fleck, der beim Reiben blank wird. Wird die trockene Folie in einem Reagenzglas erhitzt, verschwindet der Fleck.
- b) Wird die vorgeschriebene Lösung mit verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* bis zur stark alkalischen Reaktion versetzt, entsteht ein sich schnell absetzender, gelber Niederschlag (Quecksilber(II)-Salze).

Blei

- a) Wird die Lösung von 0,1 g Substanz in 1 ml Essigsäure *R* oder 1 ml der vorgeschriebenen Lösung mit 2 ml Kaliumchromat-Lösung *R* versetzt, entsteht ein gelber Niederschlag, der sich nach Zusatz von 2 ml konzentrierter Natriumhydroxid-Lösung *R* löst.
- b) Die Lösung von 50 mg Substanz in 1 ml Essigsäure *R* oder 1 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 10 ml Wasser *R* und 0,2 ml Kaliumiodid-Lösung *R* versetzt, entsteht ein gelber Niederschlag, der sich in der Siedehitze nach 1 bis 2 min löst. Beim Erkalten bilden sich glitzernde, gelbe Plättchen.

Bismut

Eine Mischung aus etwa 45 mg Substanz und 10 ml verdünnter Salpetersäure *R* wird 1 min lang zum Sieden erhitzt, oder 10 ml der vorgeschriebenen Lösung werden 1 min lang zum Sieden erhitzt. Mischung oder Lösung werden abgekühlt und falls erforderlich filtriert. Werden 5 ml des erhaltenen Filtrats mit 2 ml einer Lösung von Thioharnstoff *R* ($100 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) versetzt, so entsteht eine gelblichorange Färbung oder ein orangefarbener Niederschlag. Die Lösung darf sich nach Zusatz von 4 ml einer Lösung von Natriumfluorid *R* ($25 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) innerhalb von 30 min nicht entfärben.

Arsen

Werden 5 ml der vorgeschriebenen Lösung mit dem gleichen Volumen Hypophosphit-Reagenz *R* im Wasserbad erhitzt, entsteht ein brauner Niederschlag.

Antimon

Etwa 10 mg Substanz werden unter schwachem Erwärmen in einer Lösung von 0,5 g Kaliumnatriumtartrat *R* in 10 ml Wasser *R* gelöst und abgekühlt. Wird zu 2 ml Lösung oder zu 2 ml der vorgeschriebenen Lösung tropfenweise Natriumsulfid-Lösung *R* zugesetzt, so bildet sich ein orangeroter Niederschlag, der sich nach Zusatz von verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* löst.

Aluminium

Die Lösung von etwa 15 mg Substanz in 2 ml Wasser *R* oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Zu dieser Lösung werden etwa 0,5 ml verdünnte Salzsäure *R* und etwa 0,5 ml Thioacetamid-Reagenz *R* zugesetzt, wobei sich kein Niederschlag bilden darf. Nach tropfenweisem Zusatz von verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* entsteht ein weißer, gallertartiger Niederschlag, der sich auf weiteren Zusatz von verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* löst. Bei allmählichem Zusatz von Ammoniumchlorid-Lösung *R* bildet sich wieder ein weißer, gallertartiger Niederschlag.

Zink

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

Eisen

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

b) Eine Menge Substanz, die etwa 1 mg dreiwertigem Eisen entspricht, wird in 30 ml Wasser *R* gelöst. Werden 3 ml der Lösung oder 3 ml der vorgeschriebenen Lösung mit 1 ml verdünnter Salzsäure *R* und 1 ml Kaliumthiocyanat-Lösung *R* versetzt, entsteht eine Rotfärbung. 1 ml der Lösung wird mit 5 ml Isoamylalkohol *R* oder Ether *R* versetzt, geschüttelt und stengelassen; die organische Phase färbt sich rosa. Wird ein weiterer Milliliter der Lösung mit 2 ml Quecksilber(II)-chlorid-Lösung *R* versetzt, verschwindet die Rotfärbung.

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

Calcium

a) 0,2 ml einer neutralen Lösung der Substanz, die etwa 0,2 mg Calcium je Milliliter enthält, oder 0,2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Diese Lösung wird mit 0,5 ml einer Lösung von Glyoxalbishydroxyanil R ($2 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) in Ethanol 96 % R , 0,2 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung R und 0,2 ml Natriumcarbonat-Lösung R versetzt. Wird mit 1 bis 2 ml Chloroform R geschüttelt und 1 bis 2 ml Wasser R zugefügt, so färbt sich die Chloroformschicht rot.

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

Magnesium

Die Lösung von etwa 15 mg Substanz in 2 ml Wasser R oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 1 ml verdünnter Ammoniak-Lösung R versetzt, entsteht ein weißer Niederschlag, der sich nach Zusatz von 1 ml Ammoniumchlorid-Lösung R löst. Nach Zusatz von 1 ml Natriummonohydrogenphosphat-Lösung R entsteht ein weißer, kristalliner Niederschlag.

Natrium

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

b) Die Lösung einer Menge Substanz, die etwa 2 mg Natrium entspricht, in 0,5 ml Wasser R oder 0,5 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Die Lösung wird mit 1,5 ml Methoxyphenylessigsäure-Reagenz R versetzt und 30 min lang in einer Eis-Wasser-Mischung gekühlt, wobei ein voluminöser, weißer, kristalliner Niederschlag entsteht. Wird die Mischung in Wasser von $20 \text{ }^\circ\text{C}$ gestellt und 5 min lang gerührt, bleibt der Niederschlag bestehen. Der Niederschlag löst sich nach Zusatz von 1 ml verdünnter Ammoniak-Lösung R und tritt bei nachfolgendem Zusatz von 1 ml Ammoniumcarbonat-Lösung R nicht wieder auf.

Kalium

- a) Die Lösung von 0,1 g Substanz in 2 ml Wasser *R* oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Die Lösung wird mit 1 ml Natriumcarbonat-Lösung *R* versetzt und erhitzt. Dabei und nach Zusatz von 0,05 ml Natriumsulfid-Lösung *R* zur noch heißen Lösung bildet sich kein Niederschlag. Wird aber in einer Eis-Wasser-Mischung abgekühlt und mit 2 ml einer Lösung von Weinsäure *R* ($150 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt, so bildet sich nach einiger Zeit ein weißer, kristalliner Niederschlag.
- b) Wird eine Lösung von etwa 40 mg Substanz in 1 ml Wasser *R* oder 1 ml der vorgeschriebenen Lösung mit 1 ml verdünnter Essigsäure *R* und 1 ml einer frisch hergestellten Lösung von Natriumhexanitrocobaltat(III) *R* ($100 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt, entsteht sofort ein gelber bis orangegelber Niederschlag.

Ammoniumsalze

Die vorgeschriebene Lösung wird mit 0,2 g Magnesiumoxid *R* versetzt. Ein durch dieses Gemisch und anschließend unter die Oberfläche einer Mischung von 1 ml Salzsäure ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 0,05 ml Methylrot-Lösung *R* geleiteter Luftstrom bewirkt einen Farbumschlag nach Gelb. Nach Zusatz von 1 ml einer frisch hergestellten Lösung von Natriumhexanitrocobaltat(III) *R* ($100 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) entsteht ein gelber Niederschlag.

Ammoniumsalze und Salze flüchtiger Basen

Die Lösung von etwa 20 mg Substanz in 2 ml Wasser *R* oder 2 ml der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Zu dieser Lösung werden 2 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* zugesetzt. Die beim Erhitzen der Lösung gebildeten Dämpfe können durch ihren Geruch und durch ihre alkalische Reaktion (2.2.4) identifiziert werden.