

Chlorid

- a) Die Lösung die einer Menge Substanz, die etwa 2 mg Chlorid entspricht, in 2 mL Wasser *R* oder 2 mL der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Diese Lösung wird mit verdünnter Salpetersäure *R* angesäuert. Nach Zusatz von 0,4 mL Silbernitrat-Lösung *R* 1 wird geschüttelt und stehen gelassen, wobei sich ein zusammenballender, weißer Niederschlag bildet. Danach wird die Mischung zentrifugiert und der Niederschlag 3-mal mit je 1 mL Wasser *R* gewaschen. Dies muss rasch und bei gedämpftem Licht erfolgen, wobei die überstehende Lösung nicht vollständig klar sein muss. Der Niederschlag, in 2 mL Wasser *R* suspendiert, löst sich bis auf einige große Teilchen, die sich langsam lösen, nach Zusatz von 1,5 mL Ammoniak-Lösung *R* leicht auf.
- b) Eine Menge Substanz, die etwa 15 mg Chlorid entspricht, oder die vorgeschriebene Menge wird in einem Reagenzglas mit 0,2 g Kaliumdichromat *R* und 1 mL Schwefelsäure *R* versetzt. Ein mit 0,1 mL Diphenylcarbazid-Lösung *R* imprägnierter Filterpapierstreifen färbt sich, über die Öffnung des Reagenzglases gebracht, violettrot. Das imprägnierte Papier darf nicht mit dem Kaliumdichromat in Berührung kommen.

Carbonat, Hydrogencarbonat

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

Sulfat

- a) Die Lösung von etwas 45 mg Substanz in 5 mL Wasser *R* oder 5 mL der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 1 mL verdünnter Salzsäure *R* und mit 1 mL Bariumchlorid-Lösung *R* 1 versetzt, entsteht ein weißer Niederschlag.
- b) Wird die nach a erhaltene Suspension mit 0,1 mL Iod-Lösung ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) versetzt, bleibt die Suspension gelb (Unterschied zu Sulfit und Dithionit). Sie wird jedoch durch tropfenweisen Zusatz von Zinn(II)-chlorid-Lösung *R* entfärbt (Unterschied zu Iodat). Wird die Mischung zum Sieden erhitzt, entsteht kein gefärbter Niederschlag (Unterschied zu Selenat und Wolframat)

Nitrat

Eine Mischung aus 0,1 mL Nitrobenzol *R* und 0,2 mL Schwefelsäure *R* wird mit einer Menge der pulverisierten Substanz, die etwa 1 mg Nitrat entspricht, oder mit der vorgeschriebenen Menge versetzt. Nach 5 min wird die Mischung in einer Eis-Wasser-Mischung gekühlt und vorsichtig mit 5 mL Wasser *R* gemischt und 5 mL konzentrierter Natriumhydroxid-Lösung *R* und 5 mL Aceton *R* zugegeben. Wird die Mischung geschüttelt und stehen gelassen, so ist die obere Schicht tiefviolett gefärbt.

Bromid

- a) Die Lösung die einer Menge Substanz, die etwa 3 mg Bromid entspricht, in 2 mL Wasser *R* oder 2 mL der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Diese Lösung wird mit verdünnter Salpetersäure *R* angesäuert. Nach Zusatz von 0,4 mL Silbernitrat-Lösung *R* 1 wird geschüttelt und stehen gelassen, wobei sich ein zusammenballender, blassgelber Niederschlag bildet. Danach wird zentrifugiert und der Niederschlag 3-mal mit je 1 mL Wasser *R* gewaschen. Dies muss rasch und bei gedämpftem Licht erfolgen, wobei die überstehende Lösung nicht vollständig klar sein muss. Der Niederschlag, in 2 mL Wasser *R* suspendiert, löst sich nach Zusatz von 1,5 mL Ammoniak-Lösung *R* nur schwer.
- b) Eine Menge Substanz, die etwa 5 mg Bromid entspricht, oder die vorgeschriebene Menge wird in ein kleines Reagenzglas gebracht. Nach Zusatz von 0,25 mL Wasser *R*, etwa 75 mg Blei(VI)-oxid *R* und 0,25 mL Essigsäure *R* wird vorsichtig geschüttelt. Der obere Teil des Reagenzglases wird innen vorsichtig mit einem Filterpapier getrocknet und die Mischung 5 min lang stehen gelassen. Ein Filterpapierstreifen geeigneter Größe wird durch Eintauchen der Spitze in einen Tropfen Schiffssches Reagenz *R* imprägniert und der so imprägnierte Abschnitt unmittelbar in das Reagenzglas eingeführt. Von der Spitze her beginnen bildet sich innerhalb von 10 s eine violette Färbung, die klar unterscheidbar ist von der Rotfärbung des Fuchsins, die in einem kleinen Bereich am oberen Ende des imprägnierten Teils des Papierstreifens auftreten kann.

Iodid

- a) Die Lösung die einer Menge Substanz, die etwa 4 mg Iodid entspricht, in 2 mL Wasser *R* oder 2 mL der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Diese Lösung wird mit verdünnter Salpetersäure *R* angesäuert. Nach Zusatz von 0,4 mL Silbernitrat-Lösung *R* 1 wird geschüttelt und stehen gelassen, wobei sich ein zusammenballender, blassgelber Niederschlag bildet. Die Mischung wird zentrifugiert und der Niederschlag 3-mal mit je 1 mL Wasser *R* gewaschen. Dies muss rasch und bei gedämpftem Licht erfolgen, wobei die überstehende Lösung nicht vollständig klar sein muss. Der Niederschlag, in 2 mL Wasser *R* suspendiert, löst sich nach Zusatz von 1,5 mL Ammoniak-Lösung *R* nicht auf.
- b) 0,2 mL einer Lösung der Substanz, die etwa 5 mg Iodid je Milliliter enthält, oder 0,2 mL der vorgeschriebenen Lösung werden mit 0,5 mL verdünnter Schwefelsäure *R*, 0,1 mL Kaliumdichromat-Lösung *R*, 2 mL Wasser und 2 mL Chloroform *R* versetzt. Wird die Mischung wenige Sekunden lang geschüttelt und stehen gelassen, so ist die Chloroformschicht violett oder violettrot gefärbt.

Acetat

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

- b) Die Lösung von etwa 30 mg Substanz in 3 mL Wasser *R* oder 3 mL der vorgeschriebenen Lösung werden nacheinander 0,25 mL Lanthnanitrat-Lösung *R*, 0,1 mL Iod-Lösung ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$) und 0,05 mL verdünnte Ammoniak-Lösung *R2* zugesetzt. Die Mischung wird vorsichtig zum Sieden erhitzt. Innerhalb weniger Minuten entsteht ein blauer Niederschlag oder eine tiefblaue Färbung.

Phosphat

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

- b) Wird 1 mL der vorgeschriebenen Lösung mit 2 mL Molybdat-Vanadat-Reagenz *R* versetzt, entsteht eine gelbe Färbung.

Tartrat

- a) Die Lösung von etwa 15 mg Substanz in 5 mL Wasser *R* oder 5 mL der vorgeschriebenen Lösung werden verwendet. Wird die Lösung mit 0,05 mL einer Lösung von Eisen(II)-sulfat *R* ($10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) sowie mit 0,05 mL Wasserstoffperoxid-Lösung 3% *R* versetzt, entsteht vorübergehend eine Gelbfärbung. Wird nach Verschwinden der Gelbfärbung tropfenweise verdünnte Natriumhydroxid-Lösung *R* versetzt, entsteht eine intensive Blaufärbung.
- b) 0,1 mL einer Lösung der Substanz, die etwa 15 mg Weinsäure je Milliliter enthält, oder 0,1 mL der vorgeschriebenen Lösung werden nach Zusatz von 0,1 mL einer Lösung von Kaliumbromid *R* ($100 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$), 0,1 mL einer Lösung von Resorcin *R* ($20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$) und 3 mL Schwefelsäure *R* im Wasserbad 5 bis 10 min lang erhitzt. Dabei entsteht eine tiefblaue Färbung, die nach Abkühlen und Eingießen der Lösung in Wasser *R* nach Rot umschlägt.

Silicat

- a) Die vorgeschriebene Menge Substanz wird in einem Blei- oder Platintiegel mit etwa 10 mg Natriumfluorid *R* und einigen Tropfen Schwefelsäure *R* mit Hilfe eines Kupferdrahts zu einem dünnen Brei verreiben. Der Tiegel wird mit einer dünnen, durchsichtigen Kunststoffplatte, an deren Unterseite ein Tropfen Wasser *R* hängt, bedeckt. Bei schwachem Erwärmen bildet sich innerhalb kurzer Zeit um den Wassertropfen ein weißer Ring.