

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.0001

ОБЩИЕ РЕАКЦИИ НА ПОДЛИННОСТЬ

АЛКАЛОИДЫ

Навеску испытуемого образца, указанную в фармакопейной статье, растворяют в 5 мл воды, прибавляют *хлористоводородную кислоту разведённую 7,3 %* до кислой реакции (ОФС «Зависимость между реакцией раствора, приблизительным значением pH и цветом индикаторов»), прибавляют 1 мл *калия йодвисмутата раствора*, тотчас образуется осадок оранжевого или оранжево-красного цвета.

АЛЮМИНИЙ

Около 15 мг испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %* и около 0,5 мл *тиоацетамида реактива*; осадок не образуется. Затем по каплям прибавляют *натрия гидроксида раствор 8,5 %*; образуется гелеобразный белый осадок, растворимый при последующем прибавлении *натрия гидроксида раствора 8,5 %*. Постепенно прибавляют *аммония хлорида раствор 10,7 %*; вновь образуется гелеобразный белый осадок.

АМИНЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ ПЕРВИЧНЫЕ

Испытуемый раствор, указанный в фармакопейной статье, подкисляют *хлористоводородной кислотой разведённой 7,3 %*, прибавляют 0,2 мл *натрия нитрита раствора 10 %* и через 1–2 мин прибавляют 1 мл *β -нафтола щелочного раствора 5 %*; появляется интенсивное оранжевое или красное окрашивание и, как правило, образуется осадок такого же цвета.

АММОНИЯ СОЛИ

К испытываемому раствору, указанному в фармакопейной статье, прибавляют 0,2 г *магния оксида*. Через полученную смесь пропускают поток воздуха и направляют образующийся при этом газ в смесь 1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты и 0,05 мл метилового красного раствора 0,05 %; окраска индикатора становится жёлтой. При прибавлении 1 мл свежеприготовленного *натрия кобальтинитрита* раствора 10 % образуется осадок жёлтого цвета.

АММОНИЯ СОЛИ И СОЛИ ЛЕТУЧИХ ОСНОВАНИЙ

Около 20 мг испытываемого образца растворяют в 2 мл *воды*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 2 мл *натрия гидроксида* раствора 8,5 %. При нагревании раствора выделяются пары аммиака и летучих оснований, обнаруживаемые которые по запаху и щелочной реакции (ОФС «*Зависимость между реакцией раствора, приблизительным значением рН и цветом индикаторов*»).

АЦЕТАТЫ

А. Испытуемый образец нагревают с равным количеством *щавелевой кислоты дигидрата*; выделяется уксусная кислота, обнаруживаемая по запаху и кислой реакции (ОФС «*Зависимость между реакцией раствора, приблизительным значением рН и цветом индикаторов*»).

Б. Около 30 мг испытываемого образца растворяют в 3 мл *воды*. К полученному раствору или к 3 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, последовательно прибавляют 0,25 мл *лантана(III) нитрата* раствора 5 %, 0,1 мл 0,05 М раствора *йода* и 0,05 мл *аммиака* раствора *разведённого* 3,4 %, Смесь осторожно нагревают до кипения; в течение нескольких минут образуется синий осадок или появляется тёмно-синее окрашивание.

В. К 2 мл нейтрального раствора испытуемого образца, содержащего 20–60 мг ацетат-иона, прибавляют 0,2 мл *железа(III) хлорида раствора 3 %*; появляется красно-бурое окрашивание, исчезающее при прибавлении разведённых минеральных кислот.

Г. 2 мл раствора испытуемого образца, содержащего 20–60 мг ацетат-иона, нагревают с равным количеством *серной кислоты концентрированной* и 0,5 мл *этанола (96 %)*; образуется этилацетат, обнаруживаемый по характерному запаху.

АЦЕТИЛЬНЫЕ ГРУППЫ

Около 15 мг испытуемого образца или навеску испытуемого образца, указанную в фармакопейной статье, помещают в пробирку длиной около 180 мм и наружным диаметром 18 мм, прибавляют 0,15 мл *фосфорной кислоты концентрированной*. Пробирку закрывают пробкой, через которую пропущена небольшая пробирка длиной около 100 мм и наружным диаметром 10 мм, содержащая *воду* и выполняющая роль холодильника. На внешнюю поверхность меньшей пробирки помещают 1 каплю *лантана(III) нитрата раствора 5 %*. Если субстанция относительно легко гидролизуется, устройство помещают на 5 мин в водяную баню, затем вынимают меньшую пробирку. Каплю снимают и смешивают на фарфоровой пластинке с 0,05 мл *0,01 М раствора йода*. На край капли наносят 0,05 мл *аммиака раствора разведённого 3,4 %*; через 1–2 мин в месте соединения двух капель появляется синее окрашивание, которое усиливается и сохраняется в течение короткого промежутка времени.

Для трудногидролизуемых субстанций смесь медленно нагревают на открытом пламени до кипения и выполняют испытание в соответствии с вышеприведёнными указаниями.

БАРБИТУРАТЫ (ЗА ИСКЛЮЧЕНИЕМ АЗОТЗАМЕЩЁННЫХ)

Около 5 мг испытуемого образца растворяют в 3 мл *метанола*, прибавляют 0,1 мл раствора, содержащего 100 г/л *кобальта нитрата* и 100 г/л *кальция хлорида*, перемешивают и добавляют при встряхивании 0,1 мл *натрия гидроксида раствора 8,5 %*, появляется фиолетово-синее окрашивание и осадок.

БЕНЗОАТЫ

А. К 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *железа(III) хлорида раствора 10,5 %*; образуется светло-жёлтый осадок, растворимый в *эфире*.

Б. 0,2 г испытуемого образца, при необходимости обработанного в соответствии с указаниями в фармакопейной статье, помещают в пробирку, смачивают 0,2–0,3 мл *серной кислоты концентрированной* и осторожно нагревают дно пробирки; на внутренних стенках пробирки появляется белый налёт.

В. 0,5 г испытуемого образца растворяют в 10 мл *воды*. К полученному раствору или к 10 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *хлористоводородной кислоты концентрированной*; образуется осадок, который после перекристаллизации из *тёплой воды* и высушивания в вакууме имеет температуру плавления от 120 °С до 124 °С (*ОФС «Температура плавления», метод 1*).

БРОМИДЫ

А. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 3 мг бромид-иона, растворяют в 2 мл *воды*. Полученный раствор или 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, подкисляют *азотной кислотой разведённой 12,5 %*, прибавляют 0,4 мл *серебра нитрата раствора 4,25 %*, перемешивают и отстаивают; образуется светло-жёлтый творожистый осадок. Осадок отделяют центрифугированием и промывают тремя порциями *воды*,

каждая по 1 мл. Данную операцию проводят быстро в защищённом от яркого света месте. При этом надосадочная жидкость может иметь опалесценцию. Полученный осадок суспендируют в 2 мл *воды* и прибавляют 1,5 мл *аммиака раствора*; осадок медленно растворяется.

Б. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 5 мг бромид-иона или указанную в фармакопейной статье, помещают в небольшую пробирку, прибавляют 0,25 мл *воды*, около 75 мг *свинца(IV)оксида*, 0,25 мл *уксусной кислоты разведённой 30 %* и осторожно встряхивают. Верхнюю внутреннюю часть пробирки высушивают с помощью фильтровальной бумаги и оставляют на 5 мин. Полоску фильтровальной бумаги необходимого размера пропитывают, погружая её конец в каплю *фуксина обесцвеченного раствора 0,1 %*, и тотчас помещают пропитанную часть в пробирку. В течение 10 с на нижнем конце фильтровальной бумаги появляется фиолетовое окрашивание, которое чётко отличается от красной окраски фуксина, наблюдаемой в верхней пропитанной части полоски бумаги.

В. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего 2–30 мг бромид-иона, прибавляют 1 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %*, 0,5 мл свежеприготовленного *хлорамина раствора 5 %*, 1 мл *хлороформа* и взбалтывают; хлороформный слой окрашивается в жёлто-коричневый цвет.

ВИСМУТ

А. К 0,5 г испытуемого образца прибавляют 10 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %*. Полученный раствор или 10 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, кипятят в течение 1 мин, охлаждают и, при необходимости, фильтруют. К 1 мл полученного фильтрата прибавляют 20 мл *воды*; образуется белый или светло-жёлтый осадок, цвет которого после прибавления от 0,05 мл до 0,1 мл *натрия сульфида раствора в глицерине* изменяется на коричневый.

Б. К 45 мг испытуемого образца прибавляют 10 мл *азотной кислоты разведённой 12,5 %*. Полученный раствор или 10 мл раствора, указанного в

фармакопейной статье, кипятят в течение 1 мин, охлаждают и при необходимости фильтруют. К 5 мл полученного раствора прибавляют 2 мл раствора 100 г/л *тиомочевины*; появляется желтовато-оранжевое окрашивание или оранжевый осадок. Прибавляют 4 мл раствора 25 г/л *натрия фторида*; раствор не обесцвечивается в течение 30 мин.

В. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 50 мг висмута или указанную в фармакопейной статье, взбалтывают с 5 мл *серной кислоты разведённой 16 %* и фильтруют. К фильтрату прибавляют 0,1 мл *калия йодида раствора 10 %*; образуется чёрный осадок, растворимый в избытке реактива с образованием раствора желтовато-оранжевого цвета.

ЖЕЛЕЗО

А. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 10 мг железо(II)-иона, растворяют в 1 мл *воды*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *калия феррицианида раствора 5 %*; образуется синий осадок, не растворяющийся при прибавлении 5 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %*.

Б. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 1 мг железо(III)-иона, растворяют в 30 мл *воды*. К полученному раствору или к 3 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %* и 1 мл *калия тиоцианата раствора 9,7 %*; появляется красное окрашивание. Отбирают 2 порции полученного раствора по 1 мл. К одной порции прибавляют 5 мл *изоамилового спирта* или 5 мл *эфира*, встряхивают и оставляют до разделения слоёв; органический слой окрашивается в розовый цвет. К другой порции прибавляют 2 мл *ртути(II) хлорида раствора 0,2 М*; красное окрашивание раствора исчезает.

В. Навеску испытуемого образца, соответствующую не менее 1 мг железо(III)-иона, растворяют в 1 мл *воды*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *калия*

ферроцианида раствора 5,3 %; образуется синий осадок, не растворяющийся при прибавлении 5 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %*.

ЙОДИДЫ

А. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 4 мг йодид-иона, растворяют в 2 мл *воды*. Полученный раствор или 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, подкисляют *азотной кислотой разведённой 12,5 %*, прибавляют 0,4 мл *серебра нитрата раствора 4,25 %*, перемешивают и отстаивают; образуется светло-жёлтый творожистый осадок. Осадок отделяют центрифугированием и промывают тремя порциями *воды*, каждая по 1 мл. Данную операцию проводят быстро в защищённом от яркого света месте. При этом надосадочная жидкость может иметь опалесценцию. Полученный осадок суспендируют в 2 мл *воды* и прибавляют 1,5 мл *аммиака раствора*; осадок не растворяется.

Б. К 0,2 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 5 мг йодид-иона в 1 мл, или к 0,2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *серной кислоты раствора 1 М*, 0,1 мл раствора *калия дихромата раствора 10,6 %*, 2 мл *воды*, 2 мл *хлороформа*, встряхивают в течение нескольких секунд и оставляют до расслоения; хлороформный слой окрашивается в фиолетовый или фиолетово-красный цвет.

В. При нагревании 0,1 г испытуемого образца с 1 мл *серной кислоты концентрированной* выделяются пары фиолетового цвета.

КАЛИЙ

А. 0,1 г испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *натрия карбоната раствора 1 М* и нагревают; осадок не образуется. К горячему раствору прибавляют 0,05 мл *натрия сульфида раствора в глицерине*; осадок не образуется. Раствор охлаждают на ледяной бане,

прибавляют 2 мл раствора 150 г/л *винной кислоты* и отстаивают; образуется белый кристаллический осадок.

Б. Около 40 мг испытуемого образца растворяют в 1 мл *воды*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *уксусной кислоты разведённой 12 %* и 1 мл свежеприготовленного *натрия кобальтинитрита раствора 10 %*; тотчас образуется осадок жёлтого или оранжево-жёлтого цвета.

В. Соль калия, внесённая в бесцветное пламя, окрашивает его в фиолетовый цвет или при рассмотрении через синее стекло – в пурпурно-красный.

КАЛЬЦИЙ

А. К 0,2 мл нейтрального раствора испытуемого образца, содержащего около 0,2 мг кальций-иона в 1 мл, или к 0,2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл раствора 2 г/л *глиоксальгидроксианила в этаноле (96 %)*, 0,2 мл *натрия гидроксида раствора 8,5 %* и 0,2 мл *натрия карбоната раствора 1 М*. Смесь встряхивают с 1–2 мл *хлороформа* и прибавляют 1–2 мл *воды*; хлороформный слой окрашивается в красный цвет.

Б. Около 20 мг испытуемого образца или навеску испытуемого образца, указанную в фармакопейной статье, растворяют в 5 мл *уксусной кислоты разведённой 30 %*, прибавляют 0,5 мл *калия ферроцианида раствора 5,3 %*; раствор остаётся прозрачным. К раствору прибавляют около 50 мг *аммония хлорида*; образуется белый кристаллический осадок.

В. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего 2–20 мг кальций-иона, прибавляют 1 мл *аммония оксалата раствора 4 %*; образуется белый осадок, нерастворимый в *уксусной кислоте разведённой 12 %* и *аммиака растворе*, растворимый в разведённых минеральных кислотах.

Г. Соль кальция, смоченная *хлористоводородной кислотой концентрированной* и внесённая в бесцветное пламя, окрашивает его в оранжево-красный цвет.

КАРБОНАТЫ И ГИДРОКАРБОНАТЫ

А. 0,1 г испытуемого образца помещают в пробирку и суспендируют в 2 мл *воды*. К полученной суспензии или к 2 мл суспензии, указанной в фармакопейной статье, прибавляют 3 мл *уксусной кислоты разведённой 12 %*. Пробирку сразу же закрывают притёртой пробкой со стеклянной трубкой, дважды изогнутой под прямым углом; наблюдается бурное выделение пузырьков газа без цвета и запаха. Пробирку осторожно нагревают и пропускают выделяющийся газ через 5 мл *бария гидроксида раствора 5 %*; образуется белый осадок, растворяющийся при прибавлении избытка *хлористоводородной кислоты 25 %*.

Б. 0,2 г испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды*. К полученному раствору прибавляют 0,5 мл *магния сульфата насыщенного раствора*; образуется белый осадок (в отличие от гидрокарбонатов, растворы которых образуют осадок только при кипячении смеси).

В. 0,2 г испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды*. К полученному раствору прибавляют 0,05 мл *фенолфталеина раствора 0,1 %*; раствор окрашивается в красный цвет (в отличие от гидрокарбонатов, растворы которых остаются бесцветными).

КСАНТИНЫ

К навеске испытуемого образца, указанной в фармакопейной статье, прибавляют 0,1 мл *водорода пероксида* и 0,3 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %*. Упаривают на водяной бане до получения сухого желтовато-красного остатка. Прибавляют 0,1 мл *аммиака раствора разведённого 3,4 %*; окраска остатка изменяется на фиолетово-красную.

ЛАКТАТЫ

Навеску испытуемого образца, соответствующую около 5 мг молочной кислоты, растворяют в 5 мл *воды*. К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *бромной воды*, 0,5 мл *серной кислоты разведённой 9,8 %*. Нагревают на водяной бане до обесцвечивания, периодически перемешивая раствор стеклянной палочкой. Прибавляют 4 г *аммония сульфата* и перемешивают. Прибавляют по каплям, не перемешивая, 0,2 мл *натрия нитропруссиды раствора 10 % в серной кислоте разведённой 9,8 %* и осторожно, не перемешивая, прибавляют 1 мл *аммиака раствора концентрированного 25 %*. Выдерживают в течение 30 мин; на границе раздела двух слоёв жидкости образуется тёмно-зелёное кольцо.

МАГНИЙ

Около 15 мг испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *аммиака раствора 10 %*; образуется белый осадок, растворяющийся при прибавлении 1 мл *аммония хлорида раствора 10,7 %*. Прибавляют 1 мл *динатрия гидрофосфата додекагидрата раствора 9 %*; образуется белый кристаллический осадок.

МЫШЬЯК

А. 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, нагревают на водяной бане с равным объёмом *натрия гипофосфита раствора*; образуется коричневый осадок.

Б. К 0,3 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 30 мг арсенит-иона, прибавляют 0,5 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %* и 0,1 мл *натрия сульфида раствора в глицерине*; образуется жёлтый осадок, нерастворимый в *хлористоводородной кислоте концентрированной*, растворимый в *аммиака растворе* (в отличие от арсенатов, растворы которых образуют жёлтый осадок только при нагревании).

В. К 0,3 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 1 мг арсенат-иона, прибавляют 1 мл *аммония хлорида раствора 10 %*, 1 мл *аммиака раствора* и 1 мл *магния сульфата раствора 10 %*; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в *хлористоводородной кислоте разведённой 7,3 %* (в отличие от арсенитов).

НАТРИЙ

А. 0,1 г испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 2 мл *калия карбоната раствора 15 %* и нагревают до кипения; осадок не образуется. К раствору прибавляют 4 мл *калия пуроантимоната раствора* и нагревают до кипения. Охлаждают в ледяной воде и, при необходимости, протирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой; образуется плотный осадок белого цвета.

Б. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 2 мг натрий-иона, растворяют в 0,5 мл *воды*. К полученному раствору или к 0,5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1,5 мл *метоксифенилуксусной кислоты реактива*, охлаждают на ледяной бане в течение 30 мин; образуется объёмный белый кристаллический осадок. Смесь помещают в воду при температуре 20 °С и перемешивают в течение 5 мин; осадок не исчезает. К смеси прибавляют 1 мл *аммиака раствора 10 %*; осадок полностью растворяется. К полученному раствору прибавляют 1 мл *аммония карбоната раствора 15,8 %*; осадок не образуется.

В. Соль натрия, смоченная *хлористоводородной кислотой концентрированной* и внесённая в бесцветное пламя, окрашивает его в жёлтый цвет.

НИТРАТЫ

А. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 1 мг нитрат-иона или указанную в фармакопейной статье, прибавляют к смеси 0,1 мл *нитробензола*, 0,2 мл *серной кислоты концентрированной* и через 5 мин охлаждают на ледяной бане. Продолжая охлаждение, медленно при перемешивании прибавляют 5 мл *воды*, 5 мл *натрия гидроксида раствора концентрированного*, 5 мл *ацетона*, встряхивают и отстаивают; верхний слой приобретает тёмно-фиолетовую окраску.

Б. К испытуемому образцу, содержащему около 1 мг нитрат-иона, прибавляют 0,1 мл *дифениламина раствора*; появляется синее окрашивание.

В. К испытуемому образцу, содержащему 2–5 мг нитрат-иона, прибавляют по 0,1–0,15 мл *воды* и *серной кислоты концентрированной*, 0,05–0,10 г металлической *меди* и нагревают; выделяются пары коричневого цвета.

Г. Раствор испытуемого образца, содержащий около 2 мг нитрат-иона, не обесцвечивает *калия перманганата раствор 0,1 %*, подкислённый *серной кислотой разведённой 16 %* (в отличие от нитритов).

НИТРИТЫ

А. Несколько кристаллов *феназона* растворяют в фарфоровой чашке в 0,1 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %*, прибавляют 0,1 мл раствора, содержащего около 1 мг нитрит-иона; появляется зелёное окрашивание (в отличие от нитратов).

Б. К испытуемому образцу, содержащему около 1 мг нитрит-иона прибавляют 0,1 мл *дифениламина раствора*; появляется синее окрашивание.

В. К испытуемому образцу, содержащему около 30 мг нитрит-иона, прибавляют 1 мл *серной кислоты разведённой 16 %*; выделяются жёлто-коричневые пары (в отличие от нитратов).

РТУТЬ(II)

А. Около 0,1 мл раствора испытуемого образца помещают на тщательно очищенную поверхность медной фольги; появляется тёмно-серое пятно, которое при натирании становится блестящим. Фольгу сушат и нагревают в пробирке; пятно исчезает.

Б. К раствору, указанному в фармакопейной статье, прибавляют *натрия гидроксида раствор 8,5 %* до сильнощелочной реакции среды (ОФС «Зависимость между реакцией раствора, приблизительным значением pH и цветом индикаторов»); образуется плотный жёлтый осадок.

В. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего 10–30 мг ртуть(II)-иона, прибавляют осторожно по каплям *калия йодида раствор 10 %*; образуется красный осадок, растворимый в избытке реактива.

САЛИЦИЛАТЫ

А. К 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *железа(III) хлорида раствора 10,5 %*; появляется фиолетовое окрашивание, не исчезающее при прибавлении 0,1 мл *уксусной кислоты разведённой 30 %*.

Б. 0,5 г испытуемого образца растворяют в 10 мл *воды*. К полученному раствору или к 10 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *хлористоводородной кислоты концентрированной*. Полученный осадок после перекристаллизации из горячей *воды* и высушивания в вакууме имеет температуру плавления от 156 °С до 161 °С (ОФС «Температура плавления», метод 1).

СВИНЕЦ

А. 0,1 г испытуемого образца растворяют в 1 мл *уксусной кислоты разведённой 30 %*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 2 мл *калия хромата раствора 5 %*,

образуется жёлтый осадок, растворяющийся при добавлении 2 мл *натрия гидроксида раствора концентрированного*.

Б. 50 мг испытуемого образца растворяют в 1 мл *уксусной кислоты разведённой 30 %*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 10 мл *воды* и 0,2 мл *калия йодида раствора 16,6%*; образуется жёлтый осадок. Смесь кипятят в течение 1–2 мин, осадок растворяется. Раствор охлаждают, при этом образуется осадок в виде блестящих жёлтых пластинок.

СЕРЕБРО

А. Около 10 мг испытуемого образца растворяют в 10 мл *воды*. К полученному раствору или к 10 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,3 мл *хлористоводородной кислоты 25 %*; образуется белый творожистый осадок, растворяющийся при прибавлении 3 мл *аммиака раствора 10 %*.

Б. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 5 мг серебра-иона, прибавляют *аммиака раствор* до растворения образующегося вначале осадка, затем прибавляют 0,2 мл *формальдегида раствора 35 %* и нагревают; на стенках пробирки образуется блестящий налёт металлического серебра.

СИЛИКАТЫ

Навеску испытуемого образца, указанную в фармакопейной статье, смешивают в свинцовом или платиновом тигле с помощью медной проволоки с около 10 мг *натрия фторида* и несколькими каплями *серной кислоты концентрированной* до получения тонкодисперсной суспензии. Тигель накрывают тонкой прозрачной полимерной пластинкой с висящей каплей *воды* и осторожно нагревают; через короткий промежуток времени вокруг капли воды быстро образуется белое кольцо.

СУЛЬФАТЫ

А. Около 45 мг испытуемого образца растворяют в 5 мл *воды*. К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %* и 1 мл *бария хлорида раствора 6,1 %*; образуется белый осадок.

Б. К суспензии, полученной в результате реакции (А), прибавляют 0,1 мл 0,05 М *раствора йода*; жёлтая окраска йода не исчезает (в отличие от сульфитов и дитионитов), но обесцвечивается при прибавлении по каплям *олова(II) хлорида раствора* (в отличие от йодатов). Смесь кипятят; осадок не окрашивается (в отличие от селенатов и вольфраматов).

СУЛЬФИТЫ

А. К 2 мл раствора испытуемого образца, содержащего 10–30 мг сульфит-иона, прибавляют 2 мл *хлористоводородной кислоты разведённой 7,3 %* и встряхивают; постепенно выделяется серы диоксид, обнаруживаемый по характерному резкому запаху.

Б. К 2 мл раствора испытуемого образца, содержащего 2–20 мг сульфит-иона, прибавляют 0,5 мл *бария хлорида раствора 5 %*; образуется белый осадок, растворимый в *хлористоводородной кислоте разведённой 7,3 %* (в отличие от сульфатов).

СУРЬМА

Около 10 мг испытуемого образца растворяют, осторожно нагревая в растворе 0,5 г *калия-натрия тартрата* в 10 мл *воды*, и охлаждают. К 2 мл полученного раствора или раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют по каплям *натрия сульфида раствор в глицерине*; образуется оранжево-красный осадок, растворяющийся при прибавлении *натрия гидроксида раствора 8,5 %*.

ТАРТРАТЫ

А. Около 15 мг испытуемого образца растворяют в 5 мл *воды*. К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,05 мл *железа(II) сульфата раствора 1 %* и 0,05 мл *водорода пероксида раствора разведённого*; появляется неустойчивое жёлтое окрашивание. После обесцвечивания раствора к нему прибавляют по каплям *натрия гидроксида раствор 8,5 %*; появляется фиолетовое или пурпурное окрашивание.

Б. К 0,1 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 15 мг/мл винной кислоты, или к 0,1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,1 мл *калия бромида раствора 10 %*, 0,1 мл *резорцина раствора 2 %* и 3 мл *серной кислоты концентрированной*. Смесь нагревают на водяной бане в течение 5–10 мин; появляется тёмно-синее окрашивание. Раствор охлаждают и вливают в *воду*; окрашивание изменяется на красное.

В. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 20 мг тартрат-иона, прибавляют кристаллик *калия хлорида*, 0,5 мл *этанола (96 %)*; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведённых минеральных кислотах и растворах гидроксидов щелочных металлов.

ФОСФАТЫ (ОРТОФОСФАТЫ)

А. К 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, при необходимости нейтрализованного, прибавляют 5 мл *серебра нитрата раствора 4,25 %*; образуется жёлтый осадок, цвет которого не изменяется при кипячении и который растворяется при прибавлении *аммиака раствора*.

Б. К 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 2 мл *молибденованадиевого реактива* и перемешивают; появляется жёлтое окрашивание.

В. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего 10–30 мг фосфат-иона, прибавляют 1 мл *аммония хлорида раствора 10 %*, 1 мл *аммиака*

раствора 10 % и 0,5 мл магния сульфата раствора 10 %; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведённых минеральных кислотах.

Г. К 1мл раствора испытуемого образца, содержащего 10–30 мг фосфат-иона в *азотной кислоте разведённой 16 %*, прибавляют 2 мл *аммония молибдата раствора 10 %* и нагревают; образуется жёлтый кристаллический осадок, растворимый в *аммиака растворе 10 %*.

ХЛОРИДЫ

А. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 2 мг хлорид-иона, растворяют в 2 мл *воды*. Полученный раствор или 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, подкисляют *азотной кислотой разведённой 12,5 %*, прибавляют 0,4 мл *серебра нитрата раствора 4,25 %*, перемешивают и отстаивают; образуется белый творожистый осадок, который центрифугируют и промывают тремя порциями *воды* по 1 мл. Данную операцию проводят быстро, защищая от яркого света. При этом надосадочная жидкость может иметь опалесценцию. Осадок суспендируют в 2 мл *воды* и прибавляют 1,5 мл *аммиака раствора*; осадок быстро растворяется. Допускается наличие нескольких медленно растворяющихся крупных частиц.

Б. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 15 мг хлорид-иона или указанную в фармакопейной статье, помещают в пробирку, прибавляют 0,2 г *калия дихромата* и 1 мл *серной кислоты концентрированной*. На отверстие пробирки помещают полоску фильтровальной бумаги, пропитанную 0,1 мл *дифенилкарбазида раствора* (при этом пропитанная бумага не должна соприкасаться с калия дихроматом); бумага окрашивается в фиолетово-красный цвет.

ЦИНК

А. 0,1 г испытуемого образца растворяют в 5 мл *воды*. К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,2 мл *натрия гидроксида раствора концентрированного*; образуется белый

осадок. Прибавляют ещё 2 мл *натрия гидроксида раствора концентрированного*; осадок растворяется. К полученному раствору прибавляют 10 мл *аммония хлорида раствора 10,7 %*; раствор остаётся прозрачным. К раствору прибавляют 0,1 мл *натрия сульфида раствора в глицерине*; образуется белый хлопьевидный осадок.

Б. К 2 мл раствора испытуемого образца, содержащего 5–20 мг цинк-иона, прибавляют 0,5 мл *калия ферроцианида раствора 5,3 %*; образуется белый осадок, нерастворимый в *хлористоводородной кислоте разведённой 7,3 %*.

ЦИТРАТЫ

А. Навеску испытуемого образца, соответствующую около 50 мг лимонной кислоты, растворяют в 5 мл *воды*. К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *серной кислоты концентрированной* и 1 мл *калия перманганата раствора 3 %*. Раствор нагревают до обесцвечивания, прибавляют 0,5 мл *натрия нитропрусида раствора 10 % в серной кислоте разведённой 9,8 %* и 4 г *сульфаминовой кислоты*. К смеси прибавляют *аммиака раствора концентрированного 25 %* до щелочной реакции среды, прибавляя его по каплям до полного растворения сульфаминовой кислоты. Прибавление избытка *аммиака раствора концентрированного 25 %* приводит к появлению фиолетового окрашивания, переходящего в фиолетово-синее.

Б. К 1 мл нейтрального раствора испытуемого образца, содержащего 2–10 мг цитрат-иона, прибавляют 1 мл *кальция хлорида раствора 20 %*; раствор остаётся прозрачным. При кипячении раствора образуется белый осадок, растворимый в *хлористоводородной кислоте разведённой 7,3 %*.

В. К испытуемому образцу, содержащему 1–2 мг цитрат-иона, прибавляют 0,5 мл *уксусного ангидрида* и нагревают; через 20–40 с появляется красное окрашивание.

ЭФИРЫ СЛОЖНЫЕ

К 30 мг испытуемого образца или указанному в фармакопейной статье количеству прибавляют 0,5 мл раствора 70 г/л *гидроксиламина гидрохлорида* в *метаноле* и 0,5 мл *калия гидроксида* раствора спиртового 10 %. Нагревают до кипения, охлаждают, подкисляют *хлористоводородной кислотой разведённой* 7,3 % и прибавляют 0,2 мл *железа(III) хлорида* раствора 10,5 %, разбавленного в 10 раз; появляется синевато-красное или красное окрашивание.