

ОБЩАЯ ФАРМАКОПЕЙНАЯ СТАТЬЯ

ОФС.1.2.2.0001

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ ДЛЯ ИДЕНТИФИКАЦИИ

В общей фармакопейной статье описаны методики проведения качественных реакций на ионы, функциональные группы и отдельные группы веществ.

АЛКАЛОИДЫ

Несколько миллиграммов испытуемого образца или количество, указанное в фармакопейной статье, растворяют в 5 мл *воды P*, прибавляют *хлороводородную кислоту разбавленную P* до кислой реакции (*ОФС «Зависимость между реакцией раствора, приблизительным значением pH и цветом индикаторов»*), прибавляют 1 мл *калия йодовисмутата раствора P*, сразу образуется осадок оранжевого или оранжево-красного цвета.

АЛЮМИНИЙ

Около 15 мг испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды P*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *хлороводородной кислоты разбавленной P* и около 0,5 мл *тиоацетамида реактива P*; осадок не образуется. Затем по каплям прибавляют *натрия гидроксида раствор разбавленный P*; образуется гелеобразный белый осадок, растворимый при последующем прибавлении *натрия гидроксида раствора разбавленного P*. Постепенно прибавляют *аммония хлорида раствор P*; снова образуется гелеобразный белый осадок.

АМИНЫ ПЕРВИЧНЫЕ АРОМАТИЧЕСКИЕ

Испытуемый раствор, указанный в фармакопейной статье, подкисляют *хлороводородной кислотой разбавленной P*, прибавляют 0,2 мл *натрия*

нитрита раствора Р и через 1–2 мин прибавляют 1 мл β -нафтола раствора Р; появляется интенсивная оранжевая или красная окраска и, как правило, образуется осадок такого же цвета.

АММОНИЯ СОЛИ

К испытуемому раствору, указанному в фармакопейной статье, прибавляют 0,2 г *магния оксида Р*. Через полученную смесь пропускают поток воздуха и направляют образующийся при этом газ в смесь 1 мл 0,1 M раствора *хлороводородной кислоты* и 0,05 мл *метилового красного раствора Р*; окраска индикатора становится жёлтой. При прибавлении 1 мл свежеприготовленного раствора 100 г/л *натрия кобальтинитрита Р* образуется осадок жёлтого цвета.

АММОНИЯ СОЛИ И СОЛИ ЛЕТУЧИХ ОСНОВАНИЙ

Около 20 мг испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды Р*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 2 мл *натрия гидроксида раствора разбавленного Р*. При нагревании раствора выделяются пары амиака и летучих оснований, обнаруживаемые 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 Р*; выделяется уксусная кислота, обнаруживаемая по запаху и кислой реакции (*ОФС «Зависимость между реакцией раствора, приблизительным значением рН и цветом индикаторов»*).

Б. Около 30 мг испытуемого образца растворяют в 3 мл *воды Р*. К полученному раствору или к 3 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, последовательно прибавляют 0,25 мл *лантана(III) нитрата раствора Р*, 0,1 мл 0,05 M раствора *иода* и 0,05 мл *амиака раствора*.

разбавленного Р2. Смесь осторожно нагревают до кипения; в течение нескольких минут образуется синий осадок или появляется тёмно-синяя окраска.

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-бурая окраска, исчезающая при прибавлении разбавленных 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 или указанное в фармакопейной статье количество испытуемого образца помещают в пробирку длиной около 180 мм и наружным диаметром 18 мм, прибавляют 0,15 мл *фосфорной кислоты* Р. Пробирку закрывают пробкой, через которую пропущена небольшая пробирка длиной около 100 мм и наружным диаметром 10 мм, содержащая *воду* Р и выполняющая роль холодильника. На внешнюю поверхность меньшей пробирки помещают одну каплю *лантана(III) нитрата раствора* Р. Если субстанция относительно легко гидролизуется, устройство помещают на 5 мин в водянную баню, затем вынимают меньшую пробирку. Каплю снимают и смешивают на фарфоровой пластинке с 0,05 мл 0,01 M *раствора йода*. На край капли наносят 0,05 мл *амиака раствора разбавленного* Р2; через 1–2 мин в месте соединения двух капель появляется синяя окраска, которая 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 вышеупомянутыми указаниями.

БАРБИТУРАТЫ (ЗА ИСКЛЮЧЕНИЕМ АЗОТЗАМЕЩЁННЫХ)

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

БЕНЗОАТЫ

А. К 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *железа(III) хлорида раствора Р1*; образуется светло-жёлтый осадок, растворимый в *эфире Р*.

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 Р* и осторожно нагревают дно пробирки; на внутренних стенках пробирки появляется белый налёт.

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

БРОМИДЫ

А. Количество испытуемого образца, соответствующее около 3 мг бромида (Br^-), растворяют в 2 мл *воды Р*. Полученный раствор или 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, подкисляют *азотной кислотой разбавленной Р*, прибавляют 0,4 мл *серебра нитрата раствора Р1*, перемешивают и отстаивают; образуется светло-жёлтый творожистый осадок. Осадок отделяют центрифугированием и промывают тремя порциями *воды Р*, каждая по 1 мл. Данную операцию проводят быстро в защищённом от яркого

света месте. При этом надосадочная жидкость может быть не совсем прозрачной. Полученный осадок суспензируют в 2 мл *воды Р* и прибавляют 1,5 мл *амиака раствора Р*; осадок медленно растворяется.

Б. Количество испытуемого образца, соответствующее около 5 мг бромида (Br^-) или указанное в фармакопейной статье, помещают в небольшую пробирку, прибавляют 0,25 мл *воды Р*, около 75 мг *свинца(IV)оксида Р*, 0,25 мл *уксусной кислоты Р* 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 раствора обесцвеченного Р*, и немедленно помещают пропитанную часть в пробирку. В течение 10 с на нижнем конце фильтровальной бумаги появляется фиолетовая окраска, которая чётко отличается от красной окраски фуксина, наблюдаемой в верхней пропитанной части полоски бумаги.

В. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего 2–30 мг бромидиона, прибавляют 1 мл хлороводородной кислоты разбавленной 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 *хлороводородной кислоты разбавленной Р*. 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 Р*; образуется белый или светло-жёлтый осадок, цвет которого после прибавления от 0,05 мл до 0,1 мл *натрия сульфида раствора Р* изменяется на коричневый.

Б. К около 45 мг испытуемого образца прибавляют 10 мл *азотной кислоты разбавленной Р*. 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 Р*; появляется желтовато-оранжевая окраска или оранжевый осадок. Прибавляют 4 мл раствора 25 г/л *натрия фторида Р*; раствор не обесцвечивается в течение 30 мин.

В. Количество испытуемого образца, соответствующее около 50 мг висмут-иона или указанное в фармакопейной статье, взбалтывают с 5 мл серной кислоты разбавленной 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. Количество испытуемого образца, соответствующее около 10 мг железа (Fe^{2+}), растворяют в 1 мл *воды Р*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *калия феррицианида раствора Р*; образуется синий осадок, не растворяющийся при прибавлении 5 мл *хлороводородной кислоты разбавленной Р*.

Б. Количество испытуемого образца, соответствующее около 1 мг железа (Fe^{3+}), растворяют в 30 мл *воды Р*. К полученному раствору или к 3 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *хлороводородной кислоты разбавленной Р* и 1 мл *калия тиоцианата раствора Р*; появляется красная окраска. Отбирают 2 порции полученного раствора по 1 мл. К одной порции прибавляют 5 мл *изоамилового спирта Р* или 5 мл *эфира Р*, встряхивают и оставляют до разделения слоёв; органический слой окрашивается в розовый цвет. К другой порции прибавляют 2 мл *ртути(II) хлорида раствора Р*; красная окраска раствора исчезает.

В. Количество испытуемого образца, соответствующее не менее 1 мг железа (Fe^{3+}), растворяют в 1 мл *воды Р*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *калия*

ферроцианида раствора P; образуется синий осадок, не растворяющийся при прибавлении 5 мл хлороводородной кислоты разбавленной P.

ЙОДИДЫ

А. Количество испытуемого образца, соответствующее около 4 мг йодида (I^-), растворяют в 2 мл *воды P*. Полученный раствор или 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, подкисляют *азотной кислотой разбавленной P*, прибавляют 0,4 мл *серебра нитрата раствора P1*, перемешивают и отстаивают; образуется светло-жёлтый творожистый осадок. Осадок отделяют центрифугированием и промывают тремя порциями *воды P*, каждая по 1 мл. Данную операцию проводят быстро в защищённом от яркого света месте. При этом надосадочная жидкость может быть не совсем прозрачной. Полученный осадок суспензируют в 2 мл *воды P* и прибавляют 1,5 мл *амиака раствора P*; осадок не растворяется.

Б. К 0,2 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 5 мг йодида (I^-) в 1 мл, или к 0,2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *серной кислоты разбавленной P*, 0,1 мл *калия дихромата раствора P*, 2 мл *воды P*, 2 мл *хлороформа P*, 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 P*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *натрия карбоната раствора P* и нагревают; осадок не образуется. К горячему раствору прибавляют 0,05 мл *натрия сульфида раствора P*; осадок не образуется. Раствор охлаждают в ледяной бане, прибавляют 2 мл раствора

150 г/л *винной кислоты P* и отстаивают; образуется белый кристаллический осадок.

Б. Около 40 мг испытуемого образца растворяют в 1 мл *воды P*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *уксусной кислоты разбавленной P* и 1 мл свежеприготовленного *натрия кобальтинитрита раствора P*; сразу 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, содержащего количество испытуемого образца, соответствующее около 0,2 мг кальция (Ca^{2+}) в 1 мл, или к 0,2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл раствора 2 г/л *глиоксальгидроксианила P* в *этаноле (96 %) P*, 0,2 мл *натрия гидроксида раствора разбавленного P* и 0,2 мл *натрия карбоната раствора P*. Смесь встряхивают с 1–2 мл *хлороформа P* и прибавляют 1–2 мл *воды P*; хлороформный слой окрашивается в красный цвет.

Б. Около 20 мг испытуемого образца или количество испытуемого образца, указанное в фармакопейной статье, растворяют в 5 мл *уксусной кислоты P*, прибавляют 0,5 мл *калия ферроцианида раствора P*; раствор остается прозрачным. К раствору прибавляют около 50 мг *аммония хлорида P*; 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 разбавленной 12 %* и *амиака растворе*, растворимый в *разбавленных минеральных кислотах*.

Г. Соль кальция, смоченная хлороводородной 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 Р*. К полученной суспензии или к 2 мл суспензии, указанной в фармакопейной статье, прибавляют 3 мл *уксусной кислоты разбавленной Р*. 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 Р*; образуется белый осадок, растворяющийся при прибавлении избытка *хлороводородной кислоты Р1*.

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 нескольким миллиграммам или к указанному в фармакопейной статье количеству испытуемого образца прибавляют 0,1 мл *водорода пероксида раствора концентрированного Р* и 0,3 мл *хлороводородной кислоты разбавленной Р*. Упаривают на водяной бане до получения сухого желтовато-красного остатка. Прибавляют 0,1 мл *амиака раствора разбавленного Р2*; окраска остатка изменяется на фиолетово-красную.

ЛАКТАТЫ

Количество испытуемого образца, соответствующее около 5 мг молочной кислоты, растворяют в 5 мл *воды Р*. К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *бронной воды Р*, 0,5 мл *серной кислоты разбавленной Р*. Нагревают на водяной бане до обесцвечивания, периодически перемешивая раствор стеклянной палочкой. Прибавляют 4 г *аммония сульфата Р* и перемешивают. Прибавляют по каплям, не перемешивая, 0,2 мл раствора 100 г/л *натрия нитропруссида Р* в *серной кислоте разбавленной Р* и осторожно, не перемешивая, прибавляют 1 мл *амиака раствора концентрированного Р*. 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 Р*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *амиака раствора разбавленного РI*; образуется белый осадок, растворяющийся при прибавлении 1 мл *аммония хлорида раствора Р*. Прибавляют 1 мл *динатрия гидрофосфата раствора Р*; образуется белый кристаллический осадок.

МЫШЬЯК

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

Б. К 0,3 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 30 мг арсенит-иона, прибавляют 0,5 мл хлороводородной кислоты разбавленной 7,3 % и 0,1 мл натрия сульфида раствора в глицерине; образуется жёлтый осадок, нерастворимый в хлороводородной 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 хлороводородной кислоте разбавленной 7,3 % (в отличие от арсенитов).

НАТРИЙ

А. 0,1 г испытуемого образца растворяют в 2 мл *воды Р*. К полученному раствору или к 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 2 мл раствора 150 г/л *калия карбоната Р* и нагревают до кипения; осадок не образуется. К раствору прибавляют 4 мл *калия пироантимоната раствора Р* и нагревают до кипения. Охлаждают в ледяной воде и, при необходимости, потирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой; образуется плотный осадок белого цвета.

Б. Количество испытуемого образца, соответствующее около 2 мг натрия (Na^+), растворяют в 0,5 мл *воды Р*. К полученному раствору или к 0,5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1,5 мл *метоксифенилуксусной кислоты реактива Р*, охлаждают в 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 разбавленного Р1*; осадок полностью растворяется. К полученному раствору прибавляют 1 мл *аммония карбоната раствора Р*; осадок не образуется.

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

НИТРАТЫ

А. Количество испытуемого образца, соответствующее около 1 мг нитрата (NO_3^-) или указанное в фармакопейной статье, прибавляют к смеси 0,1 мл *нитробензола Р* и 0,2 мл *серной кислоты Р* и через 5 мин охлаждают в ледяной бане. Продолжая охлаждение, медленно при перемешивании прибавляют 5 мл *воды Р*, 5 мл *натрия гидроксида раствора концентрированного Р*, 5 мл *ацетона Р*, 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 синяя окраска.

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 раствором серной кислоты разбавленной 16 % (в отличие от нитритов).

НИТРИТЫ

А. Несколько кристаллов феназона растворяют в фарфоровой чашке в 0,1 мл хлороводородной кислоты разбавленной 7,3 %, прибавляют 0,1 мл раствора, содержащего около 1 мг нитрит-иона; появляется зелёная окраска (в отличие от нитратов).

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

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

РТУТЬ

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 разбавленный Р* до сильнощелочной реакции среды (*ОФС «Зависимость между реакцией раствора, приблизительным значением pH и цветом индикаторов»*); образуется плотный жёлтый осадок (соли ртути).

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 реагента.

САЛИЦИЛАТЫ

А. К 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл *железа(III) хлорида раствора Р1*; появляется фиолетовая окраска, не исчезающая при прибавлении 0,1 мл *уксусной кислоты Р*.

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

СВИНЕЦ

А. 0,1 г испытуемого образца растворяют в 1 мл *уксусной кислоты Р*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 2 мл *калия хромата раствора Р*, образуется жёлтый осадок, растворяющийся при добавлении 2 мл *натрия гидроксида раствора концентрированного Р*.

Б. 50 мг испытуемого образца растворяют в 1 мл *уксусной кислоты Р*. К полученному раствору или к 1 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 10 мл *воды Р* и 0,2 мл *калия йодида раствора Р*; 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 Р*. К полученному раствору или к 10 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,3 мл *хлороводородной кислоты Р1*; образуется белый творожистый осадок, растворяющийся при прибавлении 3 мл *аммиака раствора разбавленного Р1*.

Б. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего около 5 мг серебро-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

Количество испытуемого образца, указанное в фармакопейной статье, смешивают в свинцовом или платиновом тигле с помощью медной проволоки с около 10 мг *натрия фторида Р* и несколькими каплями *серной кислоты Р* до получения тонкодисперсной суспензии. Тигель накрывают тонкой прозрачной полимерной пластинкой с висящей каплей *воды Р* 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 Р.* К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 1 мл *хлороводородной кислоты разбавленной Р* и 1 мл *бария хлорида раствора Р1*; образуется белый осадок.

Б. К суспензии, полученной в результате реакции (А), прибавляют 0,1 мл *0,05 М раствора йода*; суспензия остаётся жёлтой (в отличие от сульфитов и дитионитов), но обесцвечивается при прибавлении по каплям *олова(II) хлорида раствора Р* (в отличие от йодатов). Смесь кипятят; окрашенный осадок не образуется (в отличие от сelenатов и вольфраматов).

СУЛЬФИТЫ

А. К 2 мл раствора испытуемого образца, содержащего 10–30 мг сульфит-иона, прибавляют 2 мл хлороводородной кислоты разбавленной 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 хлороводородной кислоте разбавленной 7,3 % (в отличие от сульфатов).

СУРЬМА

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

ТАРТРАТЫ

А. Около 15 мг испытуемого образца растворяют в 5 мл *воды Р.* К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,05 мл раствора 10 г/л *железа(II) сульфата Р* и 0,05 мл *водорода пероксида раствора разбавленного Р*; появляется неустойчивая жёлтая окраска. После обесцвечивания раствора к нему прибавляют по каплям *натрия гидроксида раствор разбавленный Р*; появляется фиолетовая или пурпурная окраска.

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 раствора 100 г/л *калия бромида Р*, 0,1 мл раствора 20 г/л *резорцинола Р* и 3 мл *серной кислоты Р*. Смесь нагревают на водянной бане в течение 5–10 мин; появляется тёмно-синяя окраска. Раствор охлаждают и вливают в *воду Р*; окраска изменяется на красную.

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 разбавленных 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 Р1*; образуется жёлтый осадок, цвет которого не изменяется при кипячении и который растворяется при прибавлении *амиака раствора Р*.

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

В. К 1 мл раствора испытуемого образца, содержащего 10–30 мг фосфат-иона, прибавляют 1 мл аммония хлорида раствора 10 %, 1 мл амиака раствора 10 % и 0,5 мл магния сульфата раствора 10 %; образуется белый

кристаллический осадок, растворимый в разбавленных минеральных кислотах.

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

ХЛОРИДЫ

А. Количество испытуемого образца, соответствующее около 2 мг хлорида (Cl^-), растворяют в 2 мл *воды P*. Полученный раствор или 2 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, подкисляют *азотной кислотой разбавленной P*, прибавляют 0,4 мл *серебра нитрата раствора P1*, перемешивают и отстаивают; образуется белый творожистый осадок, который центрифугируют и промывают тремя порциями *воды P* по 1 мл. Данную операцию проводят быстро, защищая от яркого света. При этом надосадочная жидкость может быть не совсем прозрачной. Осадок суспензируют в 2 мл *воды P* и прибавляют 1,5 мл *аммиака раствора P*; осадок быстро растворяется. Допускается наличие нескольких медленно растворяющихся крупных частиц.

Б. Количество испытуемого образца, соответствующее около 15 мг хлорида (Cl^-) или указанное в фармакопейной статье, помещают в пробирку, прибавляют 0,2 г *калия дихромата P* и 1 мл *серной кислоты P*. На отверстие пробирки помещают полоску фильтровальной бумаги, пропитанную 0,1 мл *дифенилкарбазида раствора P* (при этом пропитанная бумага не должна соприкасаться с калием дихроматом); бумага окрашивается в фиолетово-красный цвет.

ЦИНК

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

осадок. Прибавляют ещё 2 мл натрия гидроксида раствора концентрированного *P*; осадок растворяется. К полученному раствору прибавляют 10 мл аммония хлорида раствора *P*; раствор остаётся прозрачным. К раствору прибавляют 0,1 мл натрия сульфида раствора *P*; 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 хлороводородной кислоте разбавленной 7,3 %.

ЦИТРАТЫ

А. Количество испытуемого образца, соответствующее около 50 мг лимонной кислоты, растворяют в 5 мл воды *P*. К полученному раствору или к 5 мл раствора, указанного в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл серной кислоты *P* и 1 мл калия перманганата раствора *P*. Раствор нагревают до обесцвечивания, прибавляют 0,5 мл раствора 100 г/л натрия нитропруссида *P* в серной кислоте разбавленной *P* и 4 г сульфаминовой кислоты *P*. К смеси прибавляют амиака раствора концентрированного *P* до щелочной реакции среды, прибавляя его по каплям до полного растворения сульфаминовой кислоты. Прибавление избытка амиака раствора концентрированного *P* приводит к появлению фиолетовой окраски, переходящей в фиолетово-синюю.

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 хлороводородной кислоте разбавленной 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 красная окраска.

ЭФИРЫ

К около 30 мг испытуемого образца или указанному в фармакопейной статье количеству прибавляют 0,5 мл раствора 70 г/л *гидроксиламина гидрохлорида Р* в *метаноле Р* и 0,5 мл раствора 100 г/л *калия гидроксида Р* в *этаноле (96 %) Р*. Нагревают до кипения, охлаждают, подкисляют *хлороводородной кислотой разбавленной Р* и прибавляют 0,2 мл *железа(III) хлорида раствора Р1*, разбавленного в 10 раз; появляется синевато-красная или красная окраска.