

Взамен ГФ X \n Взамен ст. ГФ XI, вып. 1

Алюминий. Около 15 мг лекарственного средства растворяют в 2 мл воды. К полученному раствору или к 2 мл раствора, приготовленного как указано в фармакопейной статье, прибавляют 0,5 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3% и 0,5 мл реактива тиоацетамида; 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%; снова образуется гелеобразный белый осадок.

Амины ароматические первичные. Около 50 мг лекарственного средства растворяют в 1 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3%, нагревают при необходимости, охлаждают во льду, прибавляют 2 мл натрия нитрита раствора 1%; полученный раствор прибавляют к 1 мл щелочного раствора β -нафтола, содержащего 0,5 г натрия ацетата; образуется осадок от желто-оранжевого до оранжево-красного цвета.

Примечание. Приготовление щелочного раствора β -нафтола, содержащего 0,5 г натрия ацетата. 2 г β -нафтола растворяют в 40 мл натрия гидроксида раствора 10% и прибавляют 0,5 г натрия ацетата. После растворения доводят объем раствора водой до 100 мл и перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленным.

Аммоний. 1 мл раствора соли аммония (2 - 6 мг аммоний-иона) нагревают с 0,5 мл натрия гидроксида раствора 10%; выделяется аммиак, обнаруживаемый по запаху и по посинению влажной красной лакмусовой бумаги.

Ацетаты

А. 2 мл раствора ацетата (20 - 60 мг ацетат-иона) нагревают с равным количеством серной кислоты концентрированной и 0,5 мл спирта 96%; появляется характерный запах этилацетата.

Б. К 2 мл нейтрального раствора ацетата (20 - 60 мг ацетат-иона) прибавляют 0,2 мл железа(III) хлорида раствора 3%; появляется красно-бурое окрашивание, исчезающее при прибавлении разведенных минеральных кислот.

Бензоаты. К 2 мл нейтрального раствора бензоата (10 - 20 мг бензоат-иона) прибавляют 0,2 мл железа(III) хлорида раствора 3%; образуется розовато-желтый осадок, растворимый в эфире.

Бромиды

А. К 1 мл раствора бромида (2 - 30 мг бромид-иона) прибавляют 1 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3%, 0,5 мл хлорамина раствора 5%, 1 мл хлороформа и взбалтывают; хлороформный слой окрашивается в желто-бурый цвет.

Б. К 2 мл раствора бромида (2 - 10 мг бромид-иона) прибавляют 0,5 мл азотной кислоты разведенной 16% и 0,5 мл серебра нитрата раствора 2%; образуется желтоватый творожистый осадок, нерастворимый в азотной кислоте разведенной 16% и трудно растворимый в аммиака растворе 10%.

Висмут. А. Указанное в фармакопейной статье количество лекарственного средства (около 50 мг висмут-иона) взбалтывают с 3 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3% и фильтруют. К фильтрату прибавляют 1 мл натрия сульфида раствора 2%; образуется коричневатый осадок, растворимый при прибавлении равного объема азотной кислоты концентрированной.

Б. Указанное в фармакопейной статье количество лекарственного средства (около 50 мг висмут-иона) взбалтывают с 5 мл серной кислоты разведенной 16% и фильтруют. К фильтрату прибавляют две капли калия йодида раствора 10%; образуется черный осадок, растворимый в избытке реактива с образованием раствора желтовато-оранжевого цвета.

Железо(II). К 2 мл раствора соли железа(II) [около 20 мг железо(II)-иона] прибавляют 0,5 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3% и 1 мл калия феррицианида раствора 5%; образуется синий осадок.

Железо(III)

А. К 2 мл раствора соли железа(III) [около 1 мг железо(III)-иона] прибавляют 0,5 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3% и 1 - 2 капли калия ферроцианида раствора 5%; образуется синий осадок.

Б. К 2 мл раствора соли железа(III) [около 1 мг железо(III)-иона] прибавляют 0,5 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3% и 1-2 капли аммония тиоцианата раствора 5%; появляется красное окрашивание.

Йодиды

А. К 2 мл раствора йодида (3 - 20 мг йодид-иона) прибавляют 0,2 мл серной кислоты разведенной 16%, 0,2 мл натрия нитрита раствора 10% или железа(III) хлорида раствора 3% и 2 мл хлороформа; при взбалтывании хлороформный слой окрашивается в фиолетовый цвет.

Б. К 2 мл раствора йодида (2 - 10 мг йодид-иона) прибавляют 0,5 мл азотной кислоты разведенной 16% и 0,5 мл серебра нитрата раствора 2%; образуется желтый творожистый осадок, нерастворимый в азотной кислоте разведенной 16% и аммиака растворе 10%.

В. При нагревании 0,1 г лекарственного средства с 1 мл серной кислоты концентрированной выделяются пары фиолетового цвета.

Калий

А. К 2 мл раствора соли калия (10 - 20 мг калий-иона) прибавляют 1 мл винной кислоты раствора 20%, 1 мл натрия ацетата раствора 10%, 0,5 мл спирта 96% и встряхивают; постепенно образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и растворах гидроксидов щелочных металлов.

Б. К 2 мл раствора соли калия (5 - 10 мг калий-иона), предварительно прокаленной для удаления солей аммония, прибавляют 0,5 мл уксусной кислоты разведенной 30% и 0,5 мл 10% раствора натрия кобальтинитрита; образуется желтый кристаллический осадок.

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

Кальций

А. К 1 мл раствора соли кальция (2 - 20 мг кальций-иона) прибавляют 1 мл аммония оксалата раствора 4%; образуется белый осадок, нерастворимый в уксусной кислоте разведенной 30% и аммиака растворе 10%, растворимый в разведенных минеральных кислотах.

Б. Соль кальция, смоченная хлористоводородной кислотой 25% и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в кирпично-красный цвет.

Карбонаты (гидрокарбонаты)

А. К 0,2 г карбоната (гидрокарбоната) или к 2 мл раствора карбоната (гидрокарбоната) (1:10) прибавляют 0,5 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3%; выделяется газ, при пропускании которого через раствор кальция гидроксида образуется белый осадок.

Б. К 2 мл раствора карбоната (1:10) прибавляют 5 капель насыщенного раствора магния сульфата; образуется белый осадок (гидрокарбонат образует осадок только при кипячении смеси).

В. Раствор карбоната (1:10) при прибавлении одной капли фенолфталеина раствора 1% окрашивается в красный цвет (отличие от гидрокарбоната).

Магний. К 1 мл раствора соли магния (2 - 5 мг магний-иона) прибавляют 1 мл аммония хлорида раствора 10%, 1 мл аммиака раствора 10% и 0,5 мл натрия фосфата раствора 5%; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и уксусной кислоте.

Мышьяк

1. Арсениты

А. К 0,3 мл раствора соли мышьяка(III) (около 30 мг арсенит-иона) прибавляют 0,5 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3% и две капли натрия сульфида раствора 2%; образуется желтый осадок, нерастворимый в хлористоводородной кислоте концентрированной, растворимый в аммиака растворе 10%.

Б. К 0,3 мл раствора соли мышьяка(III) (около 3 мг арсенит-иона) прибавляют 1 - 2 капли серебра нитрата раствора 2%; образуется желтый осадок, растворимый в азотной кислоте разведенной 16% и аммиака растворе 10%.

2. Арсенаты

А. К 0,3 мл раствора соли мышьяка(V) (около 30 мг арсенат-иона) прибавляют 0,5 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3%, две капли натрия сульфида раствора 2% и нагревают; образуется желтый осадок, нерастворимый в хлористоводородной кислоте концентрированной, растворимый в аммиака растворе 10%.

Б. К 0,3 мл раствора соли мышьяка(V) (около 1 мг арсенат-иона) прибавляют 1 - 2 капли серебра нитрата раствора 2%; образуется коричневый осадок, растворимый в азотной кислоте разведенной 16% и аммиака растворе 10%.

В. К 0,3 мл раствора соли мышьяка(V) (около 1 мг арсенат-иона) прибавляют 1 мл аммония хлорида раствора 10%, 1 мл аммиака раствора 10% и 1 мл магния сульфата раствора 10%; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в хлористоводородной кислоте разведенной 8,3% (отличие от арсенитов).

Натрий

А. К 2 мл раствора натриевой соли (7 - 10 мг натрий-иона) прибавляют 2 мл калия карбоната раствора 15% и нагревают до кипения; осадок не образуется. К раствору прибавляют 4 мл раствора калия пироксидимоната и нагревают до кипения. Охлаждают в ледяной воде и при необходимости протирают внутренние стенки пробирки стеклянной палочкой; образуется плотный осадок белого цвета.

Б. Соль натрия, смоченная хлористоводородной кислотой 25% и внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

Нитраты

А. К лекарственному средству (около 1 мг нитрат-иона) прибавляют две капли раствора дифениламина; появляется синее окрашивание.

Б. К лекарственному средству (2-5 мг нитрат-иона) прибавляют по 2 - 3 капли воды и серной кислоты концентрированной, 0,05 - 0,10 г металлической меди и нагревают; выделяются пары бурого цвета.

В. Нитраты (около 2 мг нитрат-иона) не обесцвечивают раствор калия перманганата 0,1%, подкисленный серной кислотой разведенной 16% (отличие от нитритов).

Нитриты

А. К лекарственному средству (около 1 мг нитрит-иона) прибавляют две капли раствора дифениламина; появляется синее окрашивание.

Б. К лекарственному средству (около 30 мг нитрит-иона) прибавляют 1 мл серной кислоты разведенной 16%; выделяются желто-бурые пары (отличие от нитратов).

В. Несколько кристаллов феназона растворяют в фарфоровой чашке в двух каплях хлористоводородной кислоты разведенной 8,3%, прибавляют две капли раствора нитрита (около 1 мг нитрит-иона); появляется зеленое окрашивание (отличие от нитратов).

Ртуть(II)

А. К 2 мл раствора соли ртути(II) [около 50 мг ртуть(II)-иона] прибавляют 0,5 мл натрия гидроксида раствора 10%; образуется желтый осадок.

Б. К 1 мл раствора соли ртути(II) [10 - 30 мг ртуть(II)-иона] прибавляют осторожно по каплям калия йодида раствор 10%; образуется красный осадок, растворимый в избытке реактива.

Салицилаты. К 2 мл нейтрального раствора салицилата (2 - 10 мг салицилат-иона) прибавляют 2 капли железа(III) хлорида раствора 3%; появляется сине-фиолетовое или красно-фиолетовое окрашивание, которое сохраняется при прибавлении небольшого количества уксусной кислоты разведенной 30%, но исчезает при прибавлении хлористоводородной кислоты разведенной 8,3%. При этом образуется белый кристаллический осадок.

Сульфаты. К 2 мл раствора сульфата (5 - 50 мг сульфат-иона) прибавляют 0,5 мл бария хлорида раствора 5%; образуется белый осадок, нерастворимый в разведенных минеральных кислотах.

Сульфиты

А. К 2 мл раствора сульфита (10 - 30 мг сульфит-иона) прибавляют 2 мл хлористоводородной кислоты разведенной 8,3% и встряхивают; постепенно выделяется сернистый газ, обнаруживаемый по характерному резкому запаху.

Б. К 2 мл раствора сульфита (2-20 мг сульфит-иона) прибавляют 0,5 мл бария хлорида раствора 5%; образуется белый осадок, растворимый в хлористоводородной кислоте разведенной 8,3% (отличие от сульфатов).

Тартраты

А. К 1 мл раствора тартрата (около 20 мг тартрат-иона) прибавляют кристаллик калия хлорида, 0,5 мл спирта 96%; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и растворах гидроксидов щелочных металлов.

Б. 0,25 мл раствора тартрата (около 5 мг тартрат-иона) нагревают с 1 мл серной кислоты концентрированной и несколькими кристаллами резорцина; через 15 - 30 с появляется вишнево-красное окрашивание.

Фосфаты

А. К 1 мл раствора фосфата (10 - 30 мг фосфат-иона), нейтрализованного до рН около 7,0, прибавляют несколько капель серебра нитрата раствора 2%; образуется желтый осадок, растворимый в азотной кислоте разведенной 16% и аммиака растворе 10%.

Б. К 1 мл раствора фосфата (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 разведенных минеральных кислотах.

В. К 1 мл раствора фосфата (10-30 мг фосфат-иона) в азотной кислоте разведенной 16% прибавляют 2 мл аммония молибдата раствора 10% и нагревают; образуется желтый кристаллический осадок, растворимый в аммиака растворе 10%.

Хлориды. К 2 мл раствора хлорида (2 - 10 мг хлорид-иона) прибавляют 0,5 мл азотной кислоты разведенной 16% и 0,5 мл серебра нитрата раствора 2%; образуется белый творожистый осадок, нерастворимый в азотной кислоте разведенной 16% и растворимый в аммиака растворе 10%. Для солей органических оснований испытание растворимости образовавшегося осадка проводят после отфильтровывания и промывания осадка водой.

Цинк

А. К 2 мл нейтрального раствора соли цинка (5 - 20 мг цинк-иона) прибавляют 0,5 мл натрия сульфида раствора 2%; образуется белый осадок, нерастворимый в уксусной кислоте разведенной 30% и легко растворимый в хлористоводородной кислоте разведенной 8,3%.

Б. К 2 мл раствора соли цинка (5 - 20 мг цинк-иона) прибавляют 0,5 мл калия ферроцианида раствора 5%; образуется белый осадок, нерастворимый в хлористоводородной кислоте разведенной 8,3%.

Цитраты

А. К 1 мл нейтрального раствора цитрата (2 - 10 мг цитрат-иона) прибавляют 1 мл кальция хлорида раствора 20%; раствор остается прозрачным; при кипячении образуется белый осадок, растворимый в хлористоводородной кислоте разведенной 8,3%.

Б. К лекарственному средству (1 - 2 мг цитрат-иона) прибавляют 0,5 мл уксусного ангидрида и нагревают; через 20 - 40 с появляется красное окрашивание.

Определение примесей в лекарственных средствах и оценку их содержания проводят с помощью:

- визуального сравнения с эталонными растворами, устанавливающими предел содержания данной примеси, после проведения реакции с испытуемым и эталонным растворами. Окраска или опалесценция/помутнение испытуемого раствора должна быть не интенсивнее окраски или опалесценции/помутнения эталонного раствора;

- физико-химических методов (спектроскопические, хроматографические и другие методы).

Общие замечания

1. Вода и все реактивы должны быть свободны от ионов, на содержание которых проводят испытания.

2. Пробирки, в которых проводят наблюдения, должны быть бесцветными, прозрачными, из

нейтрального стекла с плоским дном, одинакового диаметра (около 1,5 см, если не указано иначе).

3. Если не указано иначе, навески для приготовления эталонных растворов отвешивают с точностью до 0,001 г.

4. Наблюдения помутнения и опалесценции растворов проводят в проходящем свете на темном фоне, а окраски - по оси пробирок при дневном отраженном свете на матово-белом фоне.

5. Прибавление реактивов к испытуемому и эталонному растворам проводят одновременно и в одинаковых количествах.

6. В случае, когда в соответствующей фармакопейной статье или нормативной документации указано, что в данной концентрации раствора не должно обнаруживаться той или иной примеси, поступают следующим образом. К 10 мл испытуемого раствора прибавляют применяемые для каждой реакции реактивы, указанные в методике, кроме основного реактива, открывающего данную примесь. Затем раствор делят на две равные части: к одной из них прибавляют основной реактив и оба раствора сравнивают между собой. Между ними не должно быть заметной разницы.