

Министерство здравоохранения СССР

Государственная фармакопея СССР

Часть 2

**Москва
«Книга по Требованию»**

УДК 61
ББК 58
М61

М61 **Министерство здравоохранения СССР**
Государственная фармакопея СССР: Часть 2 / Министерство здравоохранения СССР – М.: Книга по Требованию, 2023. – 340 с.

ISBN 978-5-518-07523-8

Фармакопея – сборник официальных документов, обеспечивающих надлежащее качество лекарственных средств. Государственная фармакопея является энциклопедией стандартов и положений, определяющих качество лекарственных средств. В Фармакопее указывают способы приготовления, проверки качества лекарственных препаратов и форм, высшие дозы, требования к лекарственному сырью и полупродуктам. Требования Фармакопеи обязательны для всех предприятий, изготавливающих, хранящих, применяющих и контролирующих лекарственные средства.

ISBN 978-5-518-07523-8

© Издание на русском языке, оформление
«YOYO Media», 2023
© Издание на русском языке, оцифровка,
«Книга по Требованию», 2023

Эта книга является репринтом оригинала, который мы создали специально для Вас, используя запатентованные технологии производства репринтных книг и печати по требованию.

Сначала мы отсканировали каждую страницу оригинала этой редкой книги на профессиональном оборудовании. Затем с помощью специально разработанных программ мы произвели очистку изображения от пятен, клякс, перегибов и попытались отбелить и выровнять каждую страницу книги. К сожалению, некоторые страницы нельзя вернуть в изначальное состояние, и если их было трудно читать в оригинале, то даже при цифровой реставрации их невозможно улучшить.

Разумеется, автоматизированная программная обработка репринтных книг – не самое лучшее решение для восстановления текста в его первоизданном виде, однако, наша цель – вернуть читателю точную копию книги, которой может быть несколько веков.

Поэтому мы предупреждаем о возможных погрешностях восстановленного репринтного издания. В издании могут отсутствовать одна или несколько страниц текста, могут встретиться невыводимые пятна и кляксы, надписи на полях или подчеркивания в тексте, нечитаемые фрагменты текста или загибы страниц. Покупать или не покупать подобные издания – решать Вам, мы же делаем все возможное, чтобы редкие и ценные книги, еще недавно утраченные и несправедливо забытые, вновь стали доступными для всех читателей.

Магний

К 1 мл раствора соли магния (0,002—0,005 г иона магния) прибавляют 1 мл раствора хлорида аммония, 0,5 мл раствора фосфата натрия и 1 мл раствора аммиака; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в уксусной кислоте.

Мышьяк

1. Арсениты

А. К 0,3 мл раствора соли трехвалентного мышьяка (около 0,03 г иона арсенита) прибавляют 0,5 мл разведенной соляной кислоты и 1—2 капли раствора сульфида натрия; образуется желтый осадок, нерастворимый в концентрированной соляной кислоте, растворимый в аммиаке и карбонате аммония.

Б. К 0,3 мл раствора соли трехвалентного мышьяка (около 0,003 г иона арсенита) прибавляют 1—2 капли раствора нитрата серебра; образуется осадок желтого цвета, растворимый в азотной кислоте и растворе аммиака.

2. Арсенаты

А. К 0,3 мл раствора соли пятивалентного мышьяка (около 0,001 г иона арсената) прибавляют 1—2 капли раствора нитрата серебра; образуется осадок шоколадного цвета, растворимый в азотной кислоте и растворе аммиака.

Б. К 0,3 мл раствора соли пятивалентного мышьяка (около 0,001 г иона арсената) прибавляют 1 мл хлорида аммония, 1 мл раствора аммиака и 1 мл раствора сульфата магния; образуется белый кристаллический осадок, растворимый в соляной кислоте.

Натрий

А. 1 мл раствора соли натрия (0,01—0,03 г иона натрия) подкисляют разведенной уксусной кислотой, если необходимо, фильтруют, затем прибавляют 0,5 мл раствора цинк-уранил-ацетата; образуется желтый кристаллический осадок.

Б. Соль натрия, внесенная в бесцветное пламя, окрашивает его в желтый цвет.

Нитраты

А. К препарату (около 0,001 г иона нитрата) прибавляют несколько капель раствора дифениламина; появляется синее окрашивание.

Б. Нитраты (около 0,002 г иона нитрата) не обесцвечивают раствор перманганата калия, подкисленный серной кислотой (отличие от нитритов).

Нитриты

А. К препарату (около 0,001 г иона нитрита) прибавляют несколько капель раствора дифениламина; появляется синее окрашивание.

Б. К препарату (около 0,03 г иона нитрита) прибавляют 1 мл разведенной серной кислоты; выделяются желто-бурые пары.

В. Несколько кристаллов антипирина растворяют в фарфоровой чашке в 2 каплях разведенной соляной кислоты, прибавляют 2 капли раствора нитрита (около 0,001 г иона нитрита); появляется зеленое окрашивание.

Ртуть окисная

А. К 2 мл раствора соли окисной ртути (около 0,05 г иона ртути) прибавляют 0,5 мл раствора едкого натра; образуется желтый осадок.

Б. К 1 мл раствора соли окисной ртути (0,01—0,03 г иона ртути) прибавляют несколько капель раствора йодида калия; образуется красный осадок, растворимый в избытке реактива.

В. К раствору соли окисной ртути (около 0,03 г иона ртути) прибавляют 0,5 мл раствора сульфида натрия; образуется коричнево-черный осадок, нерастворимый в разведенной азотной кислоте.

Салицилаты

К 2 мл нейтрального раствора салицилата (0,002—0,01 г иона салицилата) прибавляют 1—2 капли раствора хлорида окисного железа; появляется сине-фиолетовое или красно-фиолетовое окрашивание, которое сохраняется при добавлении небольшого количества уксусной кислоты, но исчезает при добавлении разведенной соляной кислоты. При этом выделяется белый кристаллический осадок салициловой кислоты.

Серебро

А. К 1 мл раствора соли серебра (около 0,005 г иона серебра) прибавляют 2—3 капли разведенной соляной кислоты или раствора хлорида натрия; образуется белый творожистый осадок, нерастворимый в азотной кислоте, растворимый в растворе аммиака.

Б. К 1 мл раствора соли серебра (около 0,005 г иона серебра) прибавляют раствор аммиака до растворения образующегося вначале осадка, затем прибавляют 2—3 капли раствора формальдегида и нагревают; на стенках пробирки образуется блестящий налет металлического серебра.

Сульфаты

К 2 мл раствора сульфата (0,005—0,05 г иона сульфата) прибавляют 0,5 мл разведенной соляной кислоты и 0,5 мл раствора хлорида бария; образуется белый осадок, нерастворимый в разведенных кислотах.

Тартраты

А. К 1 мл раствора тартрата (около 0,02 г иона тартрата) прибавляют кристаллик хлорида калия, 0,5 мл спирта и потирают стеклянной палочкой стенки пробирки; выделяется белый кристаллический осадок, растворимый в разведенных минеральных кислотах и растворах едких щелочей.

Б. 0,25 мл раствора тартрата (около 0,005 г иона тартрата) нагревают с 1 мл концентрированной серной кислоты и несколькими кристаллами резорцина; через 15—30 секунд появляется вишнево-красное окрашивание.

Фосфаты

А. К 1 мл раствора фосфата (0,01—0,03 г иона фосфата) прибавляют несколько капель раствора нитрата серебра; образуется желтый осадок, растворимый в разведенной азотной кислоте и растворе аммиака.

Б. К 1 мл раствора фосфата (0,01—0,03 г иона фосфата) прибавляют 1 мл раствора хлорида аммония, 1 мл раствора аммиака и 0,5 мл раствора сульфата магния; образуется белый кристаллический осадок.

В. К 1 *мл* раствора фосфата (0,01—0,03 *г* иона фосфата) в разведенной азотной кислоте прибавляют 0,5 *г* нитрата аммония и 2 *мл* раствора молибдата аммония и нагревают; раствор окрашивается в желтый цвет, затем выделяется желтый кристаллический осадок.

Хлориды

К 2 *мл* раствора хлорида (около 0,002 *г* иона хлорида) прибавляют 0,5 *мл* разведенной азотной кислоты и 0,5 *мл* раствора нитрата серебра; образуется белый творожистый осадок, растворимый в растворе аммиака. Для солей органических оснований испытание растворимости образовавшегося осадка хлорида серебра проводят после отфильтровывания и промывания осадка водой.

Цинк

А. К 2 *мл* нейтрального раствора соли цинка (0,005—0,02 *г* иона цинка) прибавляют 0,5 *мл* раствора сульфида натрия или сероводорода; образуется белый осадок, нерастворимый в уксусной кислоте и легко растворимый в разведенной соляной кислоте.

Б. К 2 *мл* раствора соли цинка (0,005—0,02 *г* иона цинка) прибавляют 0,5 *мл* раствора ферроцианида калия; образуется белый студенистый осадок, нерастворимый в разведенной соляной кислоте.

Цитраты

К 1 *мл* нейтрального раствора цитрата (0,002—0,01 *г* иона цитрата) прибавляют 1 *мл* раствора хлорида кальция; раствор остается прозрачным; при кипячении появляется белый осадок, растворимый в соляной кислоте.

ИСПЫТАНИЯ НА ЧИСТОТУ И ДОПУСТИМЫЕ ПРЕДЕЛЫ ПРИМЕСЕЙ

Для определения примесей в препаратах и приблизительной оценки их количества препараты сравнивают с эталонами, содержащими определенные количества данной примеси.

Сравнения производят колориметрическими или нефелометрическими методами.

ОБЩИЕ ЗАМЕЧАНИЯ К КАЧЕСТВЕННЫМ ИСПЫТАНИЯМ

1. Вода и все реактивы должны быть свободны от ионов, на содержание которых производят испытания.
2. Пробирки, в которых проводят наблюдения, должны быть бесцветными и одинакового диаметра.
3. Навески для приготовления эталонных растворов отвешивают с точностью до 0,001 г.
4. Муть и опалесценцию растворов наблюдают в проходящем свете на темном фоне, а окраски — в отраженном свете на белом фоне.
5. Реактивы к испытуемому и эталонному растворам необходимо добавлять одновременно и в одинаковых количествах.
6. В случаях, когда в соответствующей статье Фармакопеи указано, что в данной концентрации раствора не должно обнаруживаться той или иной примеси, поступают следующим образом. К испытуемому раствору прибавляют применяемые для каждой реакции реактивы, указанные в статье, кроме основного реактива, открывающего данную примесь. Затем раствор делят на две равные части; к одной из них прибавляют указанный в статье основной реактив и оба раствора сравнивают между собой. Между ними не должно быть заметных различий.

1. ИСПЫТАНИЕ НА ХЛОРИДЫ И СОЛЯНУЮ КИСЛОТУ

Растворы хлоридов в зависимости от их концентрации дают с раствором нитрата серебра белый творожистый осадок, белую муть или опалесценцию, не исчезающие от прибавления азотной кислоты и легко исчезающие от прибавления раствора аммиака.

Предельная чувствительность реакции — 0,0005 мг хлор-иона в 1 мл раствора. 0,002 мг хлор-иона в 1 мл раствора (0,0002%) дают при этой реакции ясную опалесценцию.

Определение производят следующим образом. К 10 мл раствора испытуемого препарата указанной в соответствующей статье концентрации, доведенного, если нужно, до нейтральной реакции азотной кислотой

или раствором аммиака, добавляют 0,5 мл азотной кислоты, 0,5 мл раствора нитрата серебра, перемешивают и через 5 минут сравнивают с эталоном, состоящим из 10 мл 0,0002% раствора хлор-иона и такого же количества реактивов, какое добавлено к испытуемому раствору.

Опалесценция, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать эталон.

Эталонный раствор хлор-иона

0,659 г слегка прокаленного хлорида натрия растворяют в воде в мерной колбе емкостью 1 л и доводят водой до метки (раствор А).

5 мл раствора А разводят водой до 1 л (раствор Б). Этот раствор содержит 0,002 мг хлор-иона в 1 мл, т. е. 0,0002%.

2. ИСПЫТАНИЕ НА СУЛЬФАТЫ И СЕРНУЮ КИСЛОТУ

Растворы сульфатов в зависимости от их концентрации дают с растворами солей бария белый осадок или муть, не исчезающие от прибавления разведенной соляной кислоты.

Предельная чувствительность реакции 0,003 мг сульфат-иона в 1 мл раствора. 0,01 мг сульфат-иона в 1 мл раствора (0,001%) дает при этой реакции через 5—10 минут заметную муть.

Определение производят следующим образом. К 10 мл раствора испытуемого препарата указанной в соответствующей статье концентрации, доведенного, если нужно, до нейтральной реакции соляной кислотой или раствором аммиака, прибавляют 0,5 мл разведенной соляной кислоты и 1 мл раствора хлорида бария, перемешивают и через 10 минут сравнивают с эталоном, состоящим из 10 мл 0,001% раствора сульфат-иона и такого же количества реактивов, какое добавлено к испытуемому раствору.

Муть, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать эталон.

Эталонный раствор сульфат-иона

1,814 г сульфата калия, высушенного при 100—105° до постоянного веса, растворяют в воде в мерной колбе емкостью 1 л и доводят водой до метки (раствор А).

10 мл раствора А разводят водой до 1 л (раствор Б). Этот раствор содержит 0,01 мг сульфат-иона в 1 мл, т. е. 0,001%.

3. ИСПЫТАНИЕ НА СОЛИ АММОНИЯ И АММИАК

Растворы аммиака и солей аммония в зависимости от их концентрации дают с реактивом Несслера желто-бурый осадок или желтое окрашивание.

Предельная чувствительность реакции 0,0003 мг аммиака в 1 мл раствора; 0,002 мг аммиака в 1 мл раствора (0,0002%) дают при этой реакции ясное желтое окрашивание.

Определение производят следующим образом. К 10 мл раствора испытуемого препарата указанной в соответствующей статье концентрации, доведенного, если нужно, до нейтральной реакции раствором едкого натра, прибавляют 0,15 мл реактива Несслера, перемешивают и через 5 минут сравнивают с эталоном, состоящим из 10 мл 0,0002% раствора аммиака и такого же количества реактива, какое добавлено к

испытуемому раствору. Окраска, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать эталон.

В препаратах, содержащих щелочноземельные и тяжелые металлы, определение производят следующим образом. Испытуемое вещество растворяют в возможно меньшем количестве воды, прибавляют при охлаждении 2 мл раствора едкого натра и 2 мл раствора карбоната натрия. Раствор разбавляют водой до требуемой концентрации, взбалтывают и фильтруют. В 10 мл фильтрата производят определение, как указано выше.

В препаратах, содержащих более 0,03% примеси железа, определение производят следующим образом. К 10 мл раствора испытуемого препарата прибавляют 2 капли раствора едкого натра и 3 мл 20% раствора тартрата натрия-калия. После тщательного перемешивания прибавляют 0,15 мл реактива Несслера и далее поступают, как указано выше.

Эталонный раствор аммиака

0,628 г хлорида аммония, высушенного в эксикаторе над серной кислотой, растворяют в воде в мерной колбе емкостью 1 л и доводят водой до метки (раствор А).

10 мл раствора А разводят водой до 1 л (раствор Б). Этот раствор содержит 0,002 мг аммиака в 1 мл, т. е. 0,0002%.

4. ИСПЫТАНИЕ НА СОЛИ КАЛЬЦИЯ

Растворы солей кальция в зависимости от их концентрации дают с раствором оксалата аммония белый мелкокристаллический осадок или белую муть, не исчезающие от прибавления уксусной кислоты, но легко растворимые при прибавлении соляной или азотной кислоты.

Предельная чувствительность реакции 0,0035 мг кальций-иона в 1 мл раствора; 0,03 мг кальций-иона в 1 мл раствора (0,003%) дают при этой реакции ясную муть.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

К 10 мл раствора испытуемого препарата указанной в соответствующей статье концентрации, доведенного, если нужно, до нейтральной реакции уксусной кислотой или раствором аммиака, прибавляют 1 мл раствора хлорида аммония, 1 мл раствора аммиака, 1 мл раствора оксалата аммония, перемешивают и через 10 минут сравнивают с эталоном, состоящим из 10 мл 0,003% раствора кальций-иона и такого же количества реактивов, какое добавлено к испытуемому раствору.

Муть, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать эталон.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ В ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЯХ

Зольный остаток, полученный после сжигания органического вещества в присутствии серной кислоты, растворяют при осторожном кипячении в 4 мл соляной кислоты. Полученный раствор, если нужно, фильтруют в пробирку. Тигель и фильтр промывают 3 мл воды, присоединяя промывную воду к фильтрату. Фильтрат нейтрализуют раствором аммиака и доводят водой до 10 мл. Далее поступают, как указано выше.

Примечание. В случае испытания на соли кальция органических солей щелочных и щелочноземельных металлов сжигание проводят в платиновых или кварцевых тиглях.

Эталонный раствор кальций-иона

0,749 г карбоната кальция, высушенного при 100—105° до постоянного веса, взбалтывают в мерной колбе емкостью 100 мл с 10 мл воды, приливают понемногу разведенной соляной кислоты до растворения и после удаления пузырьков углекислого газа доводят объем раствора водой до метки (раствор А).

10 мл раствора А разводят водой до 1 л (раствор Б). Этот раствор содержит 0,03 мг кальций-иона в 1 мл, т. е. 0,003%.

5. ИСПЫТАНИЕ НА СОЛИ ЖЕЛЕЗА

Растворы солей двух- и трехвалентного железа в зависимости от концентрации дают с раствором сульфосалициловой кислоты в аммиачной среде коричнево-красные или желтые растворы феррилсульфосалицилатных комплексов.

Предельная чувствительность реакции 0,00005 мг железо (II)-иона или железо (III)-иона в 1 мл раствора.

0,003 мг железо (II)-иона или железо (III)-иона в 1 мл раствора (0,0003%) дают при этой реакции ясное желтое окрашивание.

Определение производят следующим образом. К 10 мл раствора испытуемого препарата указанной в соответствующей статье концентрации, доведенного до нейтральной реакции соляной кислотой или раствором аммиака, прибавляют 2 мл раствора сульфосалициловой кислоты и 1 мл раствора аммиака и через 5 минут сравнивают с эталоном, состоящим из 10 мл 0,0003% раствора железо (III)-иона и такого же количества реактивов, какое добавлено к испытуемому раствору.

Окраска, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать эталон.

Примечание. 1. Определение солей железа в соединениях магния. Поступают, как указано выше, но перед прибавлением раствора аммиака к раствору препарата добавляют 0,5 мл раствора хлорида аммония.

2. Определение солей железа в соединениях алюминия. К раствору препарата указанной в соответствующей статье концентрации прибавляют 5 мл раствора сульфосалициловой кислоты и 2 мл раствора едкого натра. Полученную окраску сравнивают с эталоном, состоящим из 10 мл 0,0003% раствора железо (III)-иона и такого же количества реактивов, какое добавлено к испытуемому раствору.

3. Определение солей железа в органических соединениях. Зольный остаток после сжигания навески препарата с концентрированной серной кислотой обрабатывают 2 мл концентрированной соляной кислоты при нагревании на водяной бане и прибавляют 2 мл воды. Содержимое тигля, если нужно, фильтруют в пробирку через фильтр небольшого диаметра, тигель и фильтр промывают 3 мл воды, присоединяя промывные воды к фильтрату. Раствор нейтрализуют концентрированным раствором аммиака и доводят водой до объема 10 мл. Далее поступают, как указано выше.

Эталонный раствор железо (III)-иона

Определяют содержание железа в железоаммониевых квасцах методом, описанным для хлорида окисного железа (см. «Реактивы», стр. 879).

На основании полученных результатов готовят 0,1% раствор железо (III)-иона растворением вычисленного количества железоаммониевых квасцов в воде в мерной колбе емкостью 100 мл.

Раствор подкисляют 1 мл соляной кислоты и доводят объем раствора водой до метки (раствор А).

15 мл раствора А разводят водой до 500 мл (раствор Б).

10 мл раствора Б разводят водой до 100 мл (раствор В). Этот раствор содержит 0,003 мг железо (III)-иона в 1 мл, т. е. 0,0003%. Раствор В пригоден только в день его приготовления.

6. ИСПЫТАНИЕ НА СОЛИ ЦИНКА

Растворы солей цинка в зависимости от концентрации дают с раствором ферроцианида калия белый осадок или муть, нерастворимые в разведенных кислотах.

Предельная чувствительность реакции 0,001 мг цинк-иона в 1 мл раствора. 0,005 мг цинк-иона в 1 мл раствора (0,0005%) дают при этой реакции ясную муть.

Определение производят следующим образом. К 10 мл раствора испытуемого препарата указанной в соответствующей статье концентрации, доведенного, если нужно, до нейтральной реакции соляной кислотой или раствором аммиака, прибавляют 2 мл соляной кислоты, 5 капель раствора ферроцианида калия и через 10 минут сравнивают с эталоном, состоящим из 10 мл 0,0005% раствора цинк-иона и такого же количества реактивов, какое добавлено к испытуемому раствору. Муть, появившаяся в испытуемом растворе, не должна превышать эталон.

Примечание. В случае появления в испытуемом растворе синего окрашивания, мешающего нефелометрическому сравнению, следует предварительно отделить железо. Для этого к испытуемому раствору, нагретому до кипения, прибавляют раствор аммиака до остающегося запаха и смесь фильтруют. В соответствующей части фильтрата определяют цинк.

Эталонный раствор цинк-иона

0,625 г окиси цинка, предварительно высушенной до постоянного веса, растворяют в 10 мл азотной кислоты, переносят в мерную колбу емкостью 500 мл и доводят объем раствора водой до метки (раствор А).

1 мл раствора А после прибавления 4 капель азотной кислоты разводят водой до 200 мл (раствор Б). Этот раствор содержит 0,005 мг цинк-иона в 1 мл, т. е. 0,0005%.

7. ИСПЫТАНИЕ НА СОЛИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

Растворы солей свинца в зависимости от концентрации дают с растворами сульфидов черный осадок или бурое окрашивание раствора.

0,0005 мг свинец-иона в 1 мл раствора (0,00005%) дают по этой реакции при наблюдении в слое толщиной 6—8 см заметное буроватое окрашивание (предел чувствительности).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В РАСТВОРАХ ПРЕПАРАТОВ

К 10 мл раствора испытуемого препарата указанной в соответствующей статье концентрации, доведенного, если нужно, до нейтральной или слабощелочной реакции разведенной уксусной кислотой или раствором едкого натра, прибавляют 1 мл разведенной уксусной кислоты, 1—2 капли раствора сульфида натрия, перемешивают и через 1 минуту сравнивают с эталоном, состоящим из 10 мл 0,00005% раствора свинец-иона и

такого же количества реактивов, какое добавлено к испытываемому раствору.

Наблюдение окраски производят по оси пробирок диаметром около 1,5 см, помещенных на белой поверхности.

Окраска, появившаяся в испытываемом растворе, не должна превышать эталон.

В сравниваемых растворах допустима лишь слабая опалесценция от серы, выделяющейся из сульфида натрия.

Примечание. В препаратах, содержащих железо в количестве 0,05% и более, определение тяжелых металлов производят после отделения железа согласно указаниям, приводимым в соответствующих частных статьях.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ЗОЛЬНОМ ОСТАТКЕ ОРГАНИЧЕСКИХ ПРЕПАРАТОВ

Зольный остаток, полученный после сжигания органического вещества в присутствии серной кислоты, обрабатывают при нагревании на сетке 1 мл насыщенного раствора ацетата аммония, нейтрализованного раствором едкого натра (см. Примечание 1), прибавляют 4 мл воды и фильтруют в пробирку через беззольный фильтр небольшого диаметра, предварительно промытый 1% раствором уксусной кислоты, а затем горячей водой. Тигель и фильтр промывают 5 мл воды, пропуская ее через тот же фильтр в ту же пробирку. В полученном растворе тяжелые металлы определяют, как указано выше.

Для приготовления эталона в тигель помещают серную кислоту в количестве, взятом для сжигания препарата, и далее поступают, как с испытываемым препаратом, но промывание тигля и фильтра производят лишь 4 мл воды, после чего к фильтрату прибавляют 1 мл эталонного раствора Б.

Примечание 1. Насыщенный раствор ацетата аммония нейтрализуют следующим образом: сначала прибавляют 30% раствор едкого натра до розового окрашивания по фенолфталеину, а затем избыток едкого натра нейтрализуют насыщенным раствором ацетата аммония до слабо розового окрашивания.

2. Определению тяжелых металлов из зольного остатка наличие солей железа в препаратах не мешает.

Эталонный раствор свинец-иона

0,915 г свежеперекристаллизованного ацетата свинца растворяют в воде в мерной колбе емкостью 1 л, прибавляют 1 мл разведенной уксусной кислоты и доводят объем раствора водой до метки (раствор А).

1 мл раствора А разводят водой в мерной колбе до 100 мл (раствор Б).

1 мл раствора Б разводят водой до 10 мл (раствор В). Этот раствор содержит 0,0005 мг свинец-иона в 1 мл, т. е. 0,00005%.

Растворы Б и В пригодны только в день их приготовления.

8. ИСПЫТАНИЕ НА МЫШЬЯК

Метод 1

Соединения мышьяка под действием цинка и соляной или серной кислоты восстанавливаются в мышьяковистый водород, который, соприкасаясь с бумагой, пропитанной раствором дихлорида ртути, окрашивает ее в зависимости от количества мышьяка в оранжевый или желтый,

а после обработки раствором йодида калия — в буровато-коричневый цвет.

Минимальное количество мышьяка, которое может быть открыто этим методом в реакционной смеси, равно 0,0005 мг.

Методика определения. В колбу (рис. 5), где находится соответствующим образом подготовленное вещество (см. ниже), прибавляют 10—12 капель раствора дихлорида олова, 2 г гранулированного цинка (без мышьяка) и тотчас закрывают колбу пробкой со вставленной в нее верхней частью прибора. Содержимое колбы осторожно взбалтывают и оставляют на 1 час. При этом температура реакционной смеси не должна превышать 40°. Параллельно в другом таком же приборе проводят контрольный опыт со всеми реактивами и с добавлением 0,5 мл эталонного раствора мышьяка (0,0001%). Через 1 час полоску бумаги, пропитанную раствором дихлорида ртути, помещают в раствор йодида калия. Через 10 минут раствор йодида калия сливают, полоску бумаги тщательно промывают несколько раз водой декантацией в том же стакане и сушат между листами фильтровальной бумаги. Полоска бумаги, взятая из прибора с исследуемым веществом, не должна быть окрашенной или окраска ее не должна быть интенсивнее окраски полоски бумаги в контрольном опыте.

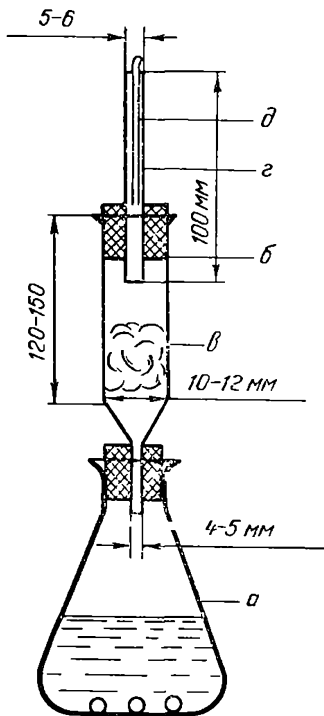


Рис. 5. Прибор для испытания на мышьяк.

а — колба, б — стеклянная трубка, в — тампон из ваты, пропитанной раствором ацетата свинца; г — стеклянная трубка, д — полоска бумаги, пропитанная раствором дихлорида ртути.

Эталонный раствор мышьяка. 0,0132 г мышьяковистого ангидрида помещают в мерную колбу емкостью 100 мл, растворяют в 10 мл 0,1 н. раствора едкого натра, нейтрализуют 0,1 н. раствором серной кислоты и доводят свежeproкипяченной водой до метки (раствор А).

1 мл раствора А помещают в мерную колбу емкостью 100 мл и доводят свежeproкипяченной водой до метки (раствор Б). Этот раствор содержит 0,001 мг мышьяка в 1 мл или 0,0005 мг в 0,5 мл.

Раствор Б пригоден только в день его приготовления.

Подготовка препаратов для определения в них мышьяка. Неорганические препараты. а) Препараты, не содержащие азотной кислоты, нитратов и нитритов и не выделяющие в условиях проведения испытания галогенов, сероводорода, сернистого ангидрида и фосфинов.

Навеску испытуемого препарата, указанную в соответствующей статье, помещают в колбу а прибора для испытания на мышьяк (рис. 5) и туда же прибавляют 20 мл разведенной соляной кислоты.

б) Азотная кислота, нитраты, нитриты, а также соединения, выделяющие в условиях проведения испытания галогены, сероводород, сернистый ангидрид или фосфины.

Навеску испытуемого препарата, указанную в соответствующей статье, помещают в колбу а прибора для испытания на мышьяк, приливают туда же 10 мл концентрированной серной кислоты и кипятят 40 минут. Затем в горячий раствор прибавляют по стенке колбы 3—4 мл пергидроля, нагревают еще 10—15 минут и по охлаждении прибавляют 20 мл воды, не допуская сильного разогревания.

Органические препараты. Навеску испытуемого препарата, указанную в соответствующей статье, помещают в колбу а прибора для