

По окончании сжигания содержимое колбы встряхивают и оставляют на 30 – 60 мин при периодическом перемешивании. Стенки колбы, платиновую проволоку с корзиночкой и пробку промывают водой, промывные воды присоединяют к основному раствору и проводят определение элемента методом, указанным в фармакопейной статье.

Параллельно проводят контрольный опыт.

Примечание. При проведении работы необходимо надеть защитные очки, колбу поместить в предохранительный чехол, установить защитный экран. Колба для сжигания должна быть тщательно вымыта и свободна от следов органических веществ и растворителей.

Определение хлора и брома. Точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, сжигают, как описано выше, используя в качестве поглощающей жидкости 20 мл водорода пероксида раствора 6 %. Стенки колбы и держатель образца обмывают 40 мл воды, прибавляют 5 капель бромфенолового синего раствора спиртового 0,1 % и нейтрализуют по каплям натрия гидроксида раствором 0,1 М до перехода желтой окраски в синюю. Затем прибавляют 1 мл азотной кислоты раствора 0,3 %, 5 капель раствора дифенилкарбазона и титруют ртути(II) нитрата раствором 0,005 М до перехода желтой окраски в светло-фиолетовую.

1 мл ртути(II) нитрата раствора 0,005 М соответствует 0,7091 мг хлора или 1,598 мг брома.

Определение йода. Точную навеску вещества, указанную в фармакопейной статье, сжигают, как описано выше, поглощая продукты сжигания 10 мл натрия гидроксида раствора 0,2 М. Шлиф и держатель обмывают 25 мл калия ацетата раствора 10 % в уксусной кислоте ледяной, к которому предварительно прибавляют 15 капель брома, затем пробку с держателем и стенки колбы тщательно промывают 40 мл воды, прибавляют по каплям муравьиную кислоту безводную 85 % до обесцвечивания раствора, 20 мл серной кислоты раствора 0,025 М, 0,5 г калия йодида и выдерживают в темном месте в течение 5 мин. Выделившийся йод титруют натрия тиосульфата раствором 0,1 М (индикатор – крахмал).