

Около 0,75 г (точная навеска) сырья, измельченного до величины частиц, проходящих сквозь сито с отверстиями размером 0,5 мм, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 500 мл, прибавляют 200 мл уксусной кислоты разведенной 12 % и нагревают на кипящей водяной бане 30 мин при периодическом перемешивании. После охлаждения содержимое колбы с помощью уксусной кислоты разведенной 12 % количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят объем раствора тем же растворителем до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые 20 мл фильтрата.

25,0 мл фильтрата переносят в делительную воронку вместимостью 250 мл, в которую затем последовательно добавляют 6 мл аммиака раствора концентрированного 25 % и 100 мл метиленхлорида и встряхивают в течение 30 мин. После расслоения нижний (органический) слой отделяют. 50 мл органического слоя помещают в круглодонную колбу вместимостью 100 мл и выпаривают при температуре 40 °С на роторном испарителе в вакууме досуха. Сухой остаток растворяют в 2 – 3 мл спирта 96 %, слегка нагревая колбу в горячей воде и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 25 мл. Ополаскивают круглодонную колбу 2 раза по 10 мл серной кислоты разведенной 9,8 % и переносят в ту же мерную колбу, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают (испытуемый раствор А).

5,0 мл испытуемого раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл, прибавляют 5 мл хромотроповой кислоты натриевой соли раствора 1 % в серной кислоте концентрированной, закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Доводят объем раствора серной кислотой концентрированной до метки и перемешивают (испытуемый раствор Б).

Аналогичным образом готовят раствор сравнения в мерной колбе вместимостью 25 мл, который состоит из 5 мл серной кислоты разведенной 9,8 % и 5 мл хромотроповой кислоты натриевой соли раствора 1 % в серной кислоте концентрированной. Колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают, доводят объем раствора серной кислотой концентрированной до