**Лабораторна робота №9-10**

ВИЯВЛЕННЯ РЕЧОВИН, ЩО ЕКСТРАГУЮТЬСЯ ОРГАНІЧНИМИ РОЗЧИННИКАМИ З КИСЛОГО РОЗЧИНУ (ПОХІДНІ САЛІЦИЛОВОЇ, БАРБІТУРОВОЇ КИСЛОТ ТА ПІРАЗОЛОНУ)

Описані нижче якісні реакції вивчаються у водних або хлороформних розчинах (або сухому залишку)

ПОХІДНІ БАРБІТУРОВОЇ КИСЛОТИ

**Загальні реакції барбітуратів**

**Реакція з аміачним розчином кобальт нітрату або ацетату.** Залишок досліджуваної речовини після видалення хлороформу розчиняють в 2 краплях абсолютного метилового спирту. Спиртовий розчин вбирають смужкою фільтрувального папірця, заздалегідь обробленого 1% розчином кобальт нітрату або ацетату в метиловому спирті і висушеного. Досліджуваний розчин повинен змочити не більш 1/3 «кобальтового папірця». Папірець висушують, а потім обкурюють парами амоніаку (підносячи до горла склянки, що містить концентрированный NH4OH). За наявності барбітуратів з'являється рожево-фіолетове забарвлення. При значних кількостях досліджуваної речовини можна виконати цю реакцію в іншій модифікації: до залишку після видалення хлороформу у парцеляновій чашці додають краплю свіжоприготованого аміачного розчину кобальт нітрату. За наявності барбітуратів з'являється червоно-фіолетове забарвлення.

**Мурексидна проба**. Розчин досліджуваної речовини в метиловому спирті поміщають у парцелянову чашку діаметром близько 5 см, спирт обережно випаровують, до залишку додають 0.1 мл розчини амоній хлориду, що містить сліди солі Мора і 0.1 мл 30% розчину гідроген пероксиду. Реакційну суміш перемішують і чашку нагрівають на газовому пальнику. Через 5 хвилин по краях сухого залишку з'являється рожеве або червоне забарвлення. Забарвлення стає інтенсивнішим при нанесенні на залишок краплі 25 % розчину амоніаку. Чутливість реакції різна для кожного з барбітуратів. В середньому вона складає 3-5 мг речовини в пробі.

**Реакція переведення в ізонітрозобарбітурову кислоту**. Залишок після видалення хлороформу (не менше 6-8 мг) поміщають у фарфорову чашку діаметром 8-9 см і додають 0.05 г NH4ОН і 10 мл 30 % розчину гідроген пероксиду. Чашку поміщають на киплячу водяну баню і нагрівають до отримання сухого залишку, періодично перемішуючи рідину скляною паличкою. Кінець процесу окиснення необхідно проводити обережно, щоб не пересушити осад. Отриманий залишок розчиняють при нагріванні на киплячій водяній бані в 3 мл води і по краплям додають розчин натрій сульфіду до утворення жовтого забарвлення, після чого рідину продовжують нагрівати на киплячій водяній бані ще 3-4 хвилини. Потім розчин підкисляють 0.5 н хлоридною кислотою до рН=3 (по універсальному індикаторному паперу) і додають по краплям 10 % розчин натрій нітриту до появи пурпурного або рожевого забарвлення. Рідину знову нагрівають протягом 3 хвилин. Отриману каламутну рідину фільтрують, охолоджують і за допомогою 0.5 н розчину натрій гідроксиду підлужнюють до рН=7.5 – 8, після чого до розчину додають декілька кристалів ферум (ІІ) сульфату. За наявності барбітуратів (окрім гексеналу) виникає інтенсивно синє забарвлення.

**Реакція виділення кислотної форми барбітуратів.** На предметне скло наносять декілька крапель хлороформного розчину досліджуванї речовини, видаляючи хлороформ при кімнатній температурі. Наступну краплю наносять після випаровування попередньої. Сухий залишок розчиняють У краплі концентрованої сульфатної кислоти. Через 3-5 хвилин поряд з цією краплею поміщають одну краплю дистильованої води, після чого їх обережно сполучають за допомогою капіляра. Через 10-20 хвилин, а при малих кількостях барбітурату через 1-2 години спостерігають появу кристалічного осаду, характерного для кожного окремого барбітурату. Цю реакцію можна провести в інших модифікаціях: до сухого залишку на предметному склі додають одну краплю 10 % розчину амоніаку, а після розчинення залишку одну краплю 10 % розчину сульфатної кислоти; через 10-15 хвилин спостерігають характерні зростки кристалів. Замість 10 % розчину амоніаку можна додати кристали солі NaH2PO4 або NaHSO4.Через декілька хвилин спостерігають виділення кислотної форми барбітуратів.

**Специфічні реакції барбітуратів**

**Реакція з хлорцинкйодом**. На залишок досліджуваної речовини на предметному склі (після видалення хлороформу) наносять краплю розчину хлорцинкйоду. Через 10-15 хвилин під мікроскопом спостерігають утворення кристалічних осадів. Якщо осад довго не утворюється, до крапель на 61 предметному склі додають кристали йоду і знову через 10-15 хвилин розглядають під мікроскопом .

**Реакція з залізойодидним комп**лексом. До сухого залишку на предметному склі додають одну краплю залізойодидного комплексу; через 10-15 хвилин спостерігають утворення характерних зростків кристалів. Якщо кристалічний осад виходить дуже рясним, реакційну суміш обережно випаровують на предметному склі на полум`ї спиртівки, а до сухого залишку додають потім краплю дистильованої води. Через 10-15 хвилин знову розглядають під мікроскопом.

**Реакція з міднойодидним комплексом**. До сухого залишку досліджуваної речовини на предметному склі додають одну краплю міднойодидного комплексу. Через 10-15 хвилин спостерігають утворення кристалічних осадів.

**Реакція з міднопіридиновим реактивом**. До сухого залишку на предметному склі додають 2 краплі 10 % розчину амоніаку і 1-2 краплі міднопіридинового реактиву. Через 10-15 хвилин спостерігають під мікроскопом зростки кристалів фіолетового кольору.

**Виявлення саліцилової кислоти та її похідних**

**Попередні проби Реакція з реактивом Тріндлера.** До 1 мл сечі додають 2-3 краплі реактиву Тріндлера. Поява пурпурного забарвлення вказує на наявність саліцилової кислоти в сечі.

**Реакція з ферум (ІІІ) нітратом**. До 0.5 мл сечі чи плазми крові додають 4.5 мл 0.55 % розчину ферум (ІІІ) нітрату у 0.04 н розчині нітратної кислоти. Поява пурпурного забарвлення вказує на наявність саліцилової кислоти у досліджуваних об’єктах.

**Реакція з ферум (ІІІ) хлоридом**. Декілька крапель хлороформної витяжки, що містить саліцилову кислоту, вносять у фарфорову чашку і випаровують насухо. До сухого залишку додають краплю 1 % свіжоприготованого розчину ферум (ІІІ) хлориду. При цьому з’являється синьо-фіолетове забарвлення, не зникаюче від додавання 2-3 крапель пропілового (етилового) спирту.

**Реакція утворення метилсаліцилату**. Декілька крапель хлороформної витяжки вносять в пробірку. При слабому нагріванні пробірки на водяній бані рідину випаровують насухо. До сухого залишку додають 2 краплі метилового спирту і 2 краплі концентрованої сульфатної кислоти. Вміст 62 пробірки нагрівають на водяній бані. Поява характерного запаху метилсаліцилату вказує на наявність саліцилової кислоти в досліджуваній пробі.

**Виявлення антипірину та його похідних**

**Реакція з натрій нітритом та сульфатною кислотою**. В пробірку вносять 3-5 мл хлороформної витяжки, яку на водяній бані випаровують насухо. Сухий залишок розчиняють в 3-5 краплях води, додають 2-4 краплі 10 % розчину сульфатної кислоти і 2-3 краплі насиченого розчину натрій нітриту. За наявності антипірину з'являється зелене забарвлення. Анальгін дає зеленувато-синє забарвлення, яке зникає.

**Реакція з ферум (ІІІ) хлоридом**. У фарфорову чашку вносять декілька крапель хлороформної витяжки, яку випаровують насухо. До сухого залишку додають краплю 5 % розчину ферум (ІІІ) хлориду. За наявності антипірину з'являється криваво-червоне або оранжево-червоне забарвлення. Анальгін дає червоно-фіолетове забарвлення.