

410. ENSAYOS GENERALES DE IDENTIFICACIÓN

1 En este capítulo se establecen los ensayos que, con
2 frecuencia, la Farmacopea emplea en la
3 identificación de productos oficiales.

4 Los ácidos, bases u otros reactivos usados no deben
5 interferir con los resultados. Los volúmenes pueden
6 ajustarse proporcionalmente, a menos que se indique
7 lo contrario.

8 [NOTA: estos ensayos no son aplicables a mezclas,
9 salvo que se especifique en la monografía
10 correspondiente.]

11 **Acetato** - Cuando el ácido acético o los acetatos se
12 calientan con unas gotas de ácido sulfúrico
13 concentrado y alcohol, se forma acetato de etilo que
14 puede identificarse por su olor característico. Con
15 soluciones neutras de acetatos, el cloruro
16 férrico (SR) produce un intenso color rojo que
17 desaparece con el agregado de ácidos minerales.

18 **Aluminio** - La combinación de soluciones de sales
19 de aluminio con hidróxido de amonio 6 M produce
20 un precipitado blanco gelatinoso insoluble en exceso
21 de dicho hidróxido. El hidróxido de sodio 1 M o el
22 sulfuro de sodio (SR) producen el mismo precipitado
23 que se disuelve en exceso de cualquiera de dichos
24 reactivos.

25 **Amonio** - Las sales de amonio se descomponen con
26 la adición de un exceso de hidróxido de sodio 1 M,
27 desprendiendo amoníaco que se identifica por su olor
28 característico o por la reacción alcalina del papel de
29 tornasol húmedo expuesto a los vapores
30 amoniacales. Calentando la solución se acelera la
31 descomposición.

32 **Antimonio** - Las soluciones de compuestos de
33 antimonio (III) fuertemente acidificadas con ácido
34 clorhídrico y en presencia de sulfuro de hidrógeno
35 producen un precipitado naranja de sulfuro de
36 antimonio, insoluble en hidróxido de amonio 6 M
37 pero soluble en sulfuro de amonio (SR).

38 **Bario** - Las sales de bario forman un precipitado
39 blanco con ácido sulfúrico 1 M que es insoluble en
40 ácido clorhídrico o nítrico. Las sales de bario
41 confieren un color verde amarillento a una llama no
42 luminosa, la cual se ve de color azul cuando se la
43 mira a través de un vidrio verde.

44 **Benzoato** - Las soluciones neutras de benzoatos
45 forman un precipitado color salmón con cloruro
46 férrico (SR). En soluciones moderadamente
47 concentradas, se observa un precipitado de ácido

48 benzoico por la acidificación del medio con
49 ácido sulfúrico 1 M. El precipitado se
50 disuelve fácilmente en éter.

51 **Bicarbonato** - Ver *Carbonato*.

52 **Bismuto** - Las sales de bismuto disueltas en
53 un ligero exceso de ácido nítrico o ácido
54 clorhídrico, forman un precipitado blanco al
55 diluirse con agua que adquiere color marrón
56 en presencia de sulfuro de hidrógeno. El
57 compuesto resultante se disuelve en una
58 mezcla caliente de partes iguales de ácido
59 nítrico y agua (1:1).

60 **Bisulfito** - Ver *Sulfito*.

61 **Borato** - Cuando a 1 mL de una solución
62 de borato, previamente acidificada con
63 ácido clorhídrico frente al papel de tornasol,
64 se le agrega 3 ó 4 gotas de una solución
65 saturada de lodo y 3 ó 4 gotas de una
66 solución de alcohol polivinílico 1 en 50 se
67 produce un color azul intenso. Si una
68 solución de borato se trata con ácido
69 sulfúrico y se agrega metanol, la solución
70 arde con una llama de borde verde.

71 **Bromuro** - Cuando a las soluciones de
72 bromuros se les agrega cloro (SR) gota a
73 gota, liberan bromo que se disuelve en
74 cloroformo por agitación, coloreándolo de
75 color rojo o castaño rojizo. El nitrato de
76 plata (SR) con soluciones de bromuros
77 forma un precipitado blanco amarillento
78 insoluble en ácido nítrico y poco soluble en
79 hidróxido de amonio 6 M.

80 **Calcio** - Las soluciones de sales de calcio
81 forman oxalatos insolubles cuando se las
82 trata del siguiente modo: a una solución de
83 una sal de calcio 1 en 20, agregar 2 gotas de
84 rojo de metilo (SR) y neutralizar con
85 hidróxido de amonio 6 M. Agregar, gota a
86 gota, ácido clorhídrico 3 M, hasta acidez
87 frente al indicador. Agregar oxalato de
88 amonio (SR) para formar un precipitado
89 blanco insoluble en ácido acético 6 M pero
90 soluble en ácido clorhídrico. Las sales de
91 calcio humedecidas con ácido clorhídrico
92 producen un color rojo amarillento
93 transitorio cuando son expuestas a la llama
94 no luminosa.

95 **Carbonato** - Los carbonatos y bicarbonatos
 96 producen efervescencia con ácidos, desprendiendo
 97 un gas incoloro que burbujeado en hidróxido de
 98 calcio (SR) produce un precipitado blanco
 99 inmediatamente. Una solución fría (1 en 20) de
 100 carbonato soluble se colorea de rojo en presencia de
 101 fenoltaleína (SR) mientras que una solución similar
 102 de bicarbonato permanece incoloro o ligeramente
 103 coloreado en presencia del mismo indicador.
 104 **Cinc** - Las sales de cinc en solución, en presencia de
 105 acetato de sodio forman un precipitado blanco con
 106 sulfuro de hidrógeno, insoluble en ácido acético pero
 107 soluble en ácido clorhídrico 3 M. Las sales de cinc
 108 en solución, con sulfuro de amonio (SR) en medio
 109 alcalino o neutro forman un precipitado blanco, con
 110 las mismas características que el arriba mencionado.
 111 En presencia de ferrocianuro de potasio (SR) forman
 112 un precipitado blanco insoluble en ácido clorhídrico
 113 3 M.
 114 **Citrato** - Disolver una cantidad equivalente a 50 mg
 115 de ácido cítrico en 5 mL de agua, agregar 0,5 mL de
 116 ácido sulfúrico y 1 mL de permanganato de potasio
 117 (SR). Calentar hasta que el color del permanganato
 118 desaparezca, agregar 0,5 mL de una solución de
 119 nitroprusiato de sodio al 10 % en ácido sulfúrico
 120 diluido y 4 g de ácido sulfanílico. Agregar gota a
 121 gota amoníaco concentrado hasta disolución
 122 completa del ácido sulfanílico. En exceso de
 123 amoníaco concentrado debe producir coloración
 124 violeta o violeta azulado.
 125 **Clorato** - Las soluciones de cloratos no forman
 126 precipitados con nitrato de plata (SR). El agregado
 127 de ácido sulfuroso a esta mezcla produce un
 128 precipitado blanco insoluble en ácido nítrico pero
 129 soluble en hidróxido de amonio 6 M. Después de la
 130 ignición se reducen a cloruros que son identificados
 131 por los ensayos correspondientes (ver *Cloruros*).
 132 Los cloratos secos en presencia de ácido sulfúrico
 133 concentrado, crepitan y desprenden un gas amarillo
 134 verdoso. Precaución: emplear pequeñas cantidades
 135 de clorato y realizar este ensayo con extremo
 136 cuidado.
 137 **Cloruro MERCOSUR** - Con nitrato de plata (SR), las
 138 soluciones de cloruros producen un precipitado
 139 blanco, grumoso, que es insoluble en ácido nítrico
 140 pero soluble en un ligero exceso de hidróxido de
 141 amonio 6 M. Cuando se analizan clorhidratos de
 142 aminas (incluidos los alcaloides) que no responden a
 143 la prueba anterior, agregar una gota de ácido nítrico
 144 diluido y 0,5 mL de nitrato de plata (SR) a una

145 solución de la sustancia que está siendo
 146 examinada que contenga, a menos que se
 147 indique algo diferente en la monografía,
 148 aproximadamente 2 mg de ión cloruro en 2
 149 mL. Se forma un precipitado blanco,
 150 grumoso. Centrifugar la mezcla
 151 inmediatamente y decantar la capa
 152 sobrenadante. Lavar el precipitado con tres
 153 porciones de 1 mL de solución de ácido
 154 nítrico (1 en 100) y desechar los lavados.
 155 Agregar amoníaco (SR) gota a gota a este
 156 precipitado. Se disuelve rápidamente.
 157 Cuando una monografía específica que la
 158 sustancia responde a la prueba para cloruros
 159 secos, mezclar el sólido que se va a analizar
 160 con un peso igual de dióxido de manganeso,
 161 humedecer con ácido sulfúrico y calentar
 162 moderadamente la mezcla. Se produce
 163 cloro, que es reconocible por la producción
 164 de un color azul con papel de yoduro-
 165 almidón humedecido.
 166 **Cobalto** - Las soluciones de sales de
 167 cobalto 1 en 20 en ácido clorhídrico 3 M
 168 mezcladas en volúmenes iguales con una
 169 solución caliente recién preparada de 1-
 170 nitroso-2-naftol 1 en 10 en ácido acético
 171 9 M, producen un precipitado rojo cuando
 172 se calienta la mezcla en un baño de vapor.
 173 Las soluciones de sales de cobalto saturadas
 174 con cloruro de potasio y tratadas con nitrato
 175 de potasio y ácido acético producen un
 176 precipitado amarillo.
 177 **Cobre** - Las soluciones de compuestos
 178 cúpricos acidificadas con ácido clorhídrico
 179 depositan una película roja de cobre
 180 metálico sobre una superficie de hierro
 181 pulida. Las sales cúpricas en presencia de
 182 exceso de hidróxido de amonio 6 M
 183 producen, en un principio, un precipitado
 184 azulado que se redisuelve y luego produce
 185 una solución de color azul intenso. Las
 186 sales cúpricas en presencia de ferrocianuro
 187 de potasio (SR), producen un precipitado
 188 color pardo rojizo insoluble en ácidos
 189 diluidos.
 190 **Fosfato** - [NOTA: cuando la monografía
 191 indique, ensayo de identificación *Fosfato*,
 192 emplear los ensayos para *ortofosfatos*, a
 193 menos que se especifique el uso de ensayos

194 para *pirofosfatos* o que el producto deba ser
 195 calcinado antes de llevar a cabo el ensayo.]
 196 *Ortofosfatos* – Las soluciones neutras de
 197 ortofosfatos con nitrato de plata (SR), forman un
 198 precipitado amarillo soluble en ácido nítrico 2 M y
 199 en hidróxido de amonio 6 M. En presencia de
 200 molibdato de amonio (SR) se forma un precipitado
 201 amarillo soluble en hidróxido de amonio 6 M.
 202 *Pirofosfatos* - Los pirofosfatos obtenidos por
 203 calcinación producen un precipitado blanco con
 204 nitrato de plata (SR) soluble en ácido nítrico 2 M y
 205 en hidróxido de amonio 6 M. Con molibdato de
 206 amonio (SR) los pirofosfatos forman un precipitado
 207 amarillo soluble en hidróxido de amonio 6 M.
 208 **Hierro** - Los compuestos férricos y ferrosos en
 209 solución producen un precipitado negro con sulfuro
 210 de amonio (SR) que se disuelve en presencia de
 211 ácido clorhídrico 3 M en frío con desprendimiento de
 212 sulfuro de hidrógeno.
 213 *Sales férricas* - Las soluciones de sales férricas en
 214 medio ácido con ferrocianuro de potasio (SR)
 215 producen un precipitado azul oscuro. En exceso de
 216 hidróxido de sodio 1 M se forma un precipitado
 217 marrón rojizo. Las sales férricas en solución en
 218 presencia de tiocianato de amonio (SR) producen un
 219 color rojo intenso que no desaparece con el agregado
 220 de ácidos minerales diluidos.
 221 *Sales ferrosas* - Las soluciones de sales ferrosas con
 222 ferricianuro de potasio (SR) producen un precipitado
 223 azul oscuro insoluble en ácido clorhídrico 3 M que
 224 se descompone en presencia de hidróxido de sodio
 225 1 M. Las soluciones de sales ferrosas en presencia
 226 de hidróxido de sodio 1 M producen un precipitado
 227 blanco grisáceo que cambia rápidamente a verde y
 228 luego, cuando se agita, toma un color marrón.
 229 **Hipofosfito** - Las soluciones de hipofosfitos en
 230 presencia de cloruro mercúrico (SR) producen un
 231 precipitado blanco que se torna gris frente a un
 232 exceso de hipofosfitos. Las soluciones de
 233 hipofosfitos acidificadas con ácido sulfúrico y
 234 calentadas con sulfato cúprico (SR) forman un
 235 precipitado rojo.
 236 **Ioduro** - El agregado gota a gota de cloro (SR) a una
 237 solución de ioduro libera iodo que colorea la
 238 solución de amarillo a rojo. Si esta solución se agita
 239 con cloroformo, la capa clorofórmica se colorea de
 240 violeta. Si a la solución inicial, en lugar de
 241 cloroformo se le agrega almidón (SR), se colorea de
 242 azul, que por calentamiento se decolora.

243 **Lactato** – Las soluciones de lactatos
 244 acidificadas con ácido sulfúrico, mezcladas
 245 con permanganato de potasio (SR) y
 246 calentadas, desprenden acetaldehído que
 247 puede reconocerse poniendo los vapores en
 248 contacto con un papel de filtro impregnado
 249 con una mezcla recientemente preparada de
 250 volúmenes iguales de solución acuosa de
 251 morfolina al 20 % y nitroferrocianuro de
 252 sodio (SR): se produce color azul.
 253 **Litio** - Las sales de litio en soluciones
 254 moderadamente concentradas en medio
 255 alcalino de hidróxido de sodio, con
 256 carbonato de sodio (SR) producen un
 257 precipitado blanco cuando son llevadas a
 258 ebullición. El precipitado es soluble en
 259 cloruro de amonio (SR). Las sales de litio
 260 humedecidas con ácido clorhídrico
 261 producen un color carmesí (rojo grana)
 262 intenso a la llama. Las soluciones de sales
 263 de litio no precipitan en ácido sulfúrico 1 M
 264 o sulfatos solubles (diferencia con el
 265 estroncio).
 266 **Magnesio** - Las soluciones de sales de
 267 magnesio en presencia de cloruro de
 268 amonio, con carbonato de amonio (SR) no
 269 precipitan al neutralizarse, pero la adición
 270 de fosfato dibásico de sodio (SR) produce
 271 un precipitado blanco cristalino insoluble en
 272 hidróxido de amonio 6 M.
 273 **Manganeso** - Las soluciones de sales
 274 manganosas con sulfuro de amonio (SR)
 275 producen un precipitado color salmón
 276 soluble en ácido acético.
 277 **Mercurio** - Las soluciones de sales de
 278 mercurio libres de ácido nítrico en exceso
 279 producen un depósito gris sobre una lámina
 280 de cobre bien pulida y brillante, que al
 281 frotarse adquiere un aspecto plateado
 282 brillante. Las soluciones de compuestos
 283 mercuriales con sulfuro de hidrógeno,
 284 producen un precipitado negro insoluble en
 285 sulfuro de amonio (SR) y en ácido nítrico
 286 2 M en ebullición.
 287 *Sales mercúricas* - Las soluciones de sales
 288 mercúricas producen un precipitado
 289 amarillo con hidróxido de sodio 1 M o un
 290 precipitado escarlata con solución de ioduro
 291 de potasio (SR) muy soluble en exceso de
 292 reactivo.

293 *Sales mercuriosas* - Los compuestos mercuriosos se
 294 descomponen en hidróxido de sodio 1 M
 295 produciendo un color negro o, en presencia de ácido
 296 clorhídrico, un precipitado blanco que se ennegrece
 297 con el agregado de hidróxido de amonio 6 M. Las
 298 mismas sales en presencia de ioduro de potasio (SR)
 299 producen un precipitado amarillo que, con el tiempo,
 300 se torna verde.

301 **Nitrato MERCOSUR** - A una solución de nitrato se le
 302 agrega igual volumen de ácido sulfúrico y se enfría.
 303 Cuando se agrega a la misma sin mezclar, una
 304 solución de sulfato ferroso se desarrolla un anillo
 305 color marrón entre los dos líquidos. Cuando los
 306 nitratos son calentados en ácido sulfúrico
 307 concentrado y cobre metálico desprenden vapores de
 308 color rojo castaño. Los nitratos no decoloran el
 309 permanganato de potasio (SR) en medio ácido (a
 310 diferencia de los nitritos).

311 **Nitrato** - Los nitritos tratados con ácidos minerales
 312 diluidos o ácido acético 6 M desprenden vapores
 313 rojo marrón. Las soluciones de nitritos colorean de
 314 azul el papel de ioduro impregnado con almidón.

315 **Oxalato** - Las soluciones neutras o alcalinas de
 316 oxalatos con cloruro de calcio (SR), forman un
 317 precipitado blanco insoluble en ácido acético 6 M
 318 pero soluble en ácido clorhídrico. Las soluciones de
 319 oxalatos acidificadas y a 80 °C decoloran la solución
 320 de permanganato de potasio (SR).

321 **Permanganato** - Las soluciones de permanganatos
 322 en medio sulfúrico se decoloran en presencia de
 323 peróxido de hidrógeno (SR), de bisulfito de
 324 sodio (SR) en frío y de ácido oxálico (SR) a 80 °C.

325 **Peróxido** - Las soluciones de peróxidos acidificadas
 326 ligeramente con ácido sulfúrico, con la adición de
 327 dicromato de potasio (SR) producen un intenso color
 328 azul. Si la solución se agita con éter el color azul
 329 pasa a la capa etérea.

330 **Plata** - Las sales de plata en solución, en presencia
 331 de ácido clorhídrico, forman un precipitado blanco
 332 cremoso insoluble en ácido nítrico y soluble en
 333 hidróxido de amonio 6 M. Las soluciones de sales
 334 de plata a las que se les agrega hidróxido de amonio
 335 6 M y una pequeña cantidad de formaldehído (SR)
 336 forman un espejo de plata en las paredes del tubo.
 337 Esta solución debe eliminarse porque se forma
 338 amido de plata que es un explosivo espontáneo.

339 **Plomo** - Las soluciones de sales de plomo en ácido
 340 sulfúrico 2 M producen un precipitado blanco
 341 insoluble en ácido clorhídrico 3 M o ácido nítrico
 342 2 M pero soluble en hidróxido de sodio 1 M y en

343 acetato de amonio (SR). Las soluciones de
 344 sales de plomo en medio neutro o
 345 ligeramente acidificadas con ácidos
 346 minerales, con cromato de potasio (SR)
 347 producen un precipitado amarillo insoluble
 348 en ácido acético 6 M pero soluble en
 349 hidróxido de sodio 1 M.

350 **Potasio MERCOSUR** - Estos ensayos no son
 351 aplicables a mezclas, salvo que se
 352 especifique en la monografía
 353 correspondiente. 1) Las sales de potasio en
 354 una solución alcalina con tetrafenilborato
 355 sódico a 1% (p/v); forman un precipitado
 356 blanco. 2) Las sales de potasio en una
 357 solución alcalina con ácido acético (SR) y 1
 358 mL de cobaltonitrato de sodio (SR) forman
 359 inmediatamente un precipitado amarillo o
 360 amarillo-anaranjado, en ausencia de iones
 361 amonio. 3) La solución de una muestra,
 362 acidificada con ácido clorhídrico (SR), en
 363 una zona reductora de llama adquiere el
 364 color violeta; la presencia de una pequeña
 365 cantidad de sodio enmascara el color, a
 366 menos que se discrimine a través de un
 367 cristal de cobalto. 4) Las sales de potasio en
 368 una solución con ácido perclórico (SR);
 369 forma un precipitado blanco cristalino. 5)
 370 Las sales de potasio en soluciones neutras
 371 concentradas o moderadamente
 372 concentradas (dependiendo de la
 373 solubilidad y contenido de potasio), con
 374 bitartrato de sodio (SR) producen un
 375 precipitado blanco cristalino soluble en
 376 hidróxido de amonio 6 N y en soluciones
 377 alcalinas de hidróxidos y carbonatos. La
 378 formación del precipitado es generalmente
 379 lenta, pero puede acelerarse por agitación o
 380 raspado de las paredes internas del tubo de
 381 ensayo o por el agregado de pequeñas
 382 cantidades de ácido acético glacial o etanol.

383 **Salicilato** - Las soluciones moderadamente
 384 diluidas de salicilatos en presencia de
 385 cloruro férrico (SR) producen un color
 386 violeta. La adición de ácidos a soluciones
 387 moderadamente concentradas de salicilatos
 388 produce un precipitado blanco cristalino de
 389 ácido salicílico que funde entre 158 y
 390 161 °C.

391 **Sodio** - Preparar una solución que contenga
 392 0,1 g de compuesto de sodio en 2 mL de

393 agua, agregar 2 mL de carbonato de potasio al 15 %
394 y calentar hasta ebullición: no se forma precipitado.
395 Agregar 4 mL de piroantimoniato de potasio (SR) y
396 calentar hasta ebullición. Dejar enfriar en agua con
397 hielo y, si fuera necesario, raspar las paredes internas
398 del tubo con una varilla de vidrio: se forma un
399 precipitado denso. Las sales de sodio confieren un
400 intenso color amarillo a la llama.
401 **Sulfato** - Las soluciones de sulfatos en presencia de
402 cloruro de bario (SR) producen un precipitado
403 blanco insoluble en ácido clorhídrico y ácido nítrico.
404 Con acetato de plomo (SR) forman un precipitado
405 blanco soluble en solución de acetato de amonio. El
406 ácido clorhídrico no produce precipitado cuando se
407 agrega a las soluciones de sulfatos (diferencia con
408 tiosulfatos).
409 **Sulfito** - Los sulfitos y bisulfitos tratados con ácido
410 clorhídrico 3 M desprenden dióxido de azufre
411 reconocible por su olor pungente característico y
412 porque ennegrece el papel de filtro impregnado con
413 una solución de nitrato mercurioso (SR).

414 **Tartrato** - Disolver unos mg de tartrato con
415 2 gotas de una solución de periodato de
416 sodio 1 en 20 y acidificar con 1 gota de
417 ácido sulfúrico 0,5 M. Dejar en reposo
418 durante 5 minutos y agregar algunas gotas
419 de ácido sulfuroso seguido de unas gotas de
420 fucsina-ácido sulfuroso (SR): aparece un
421 color rosado rojizo a los 15 minutos.
422 **Tiocianato** - Las soluciones de tiocianatos
423 en presencia de cloruro férrico (SR)
424 producen un color rojo que no desaparece
425 con el agregado de soluciones
426 moderadamente concentradas de ácidos
427 minerales.
428 **Tiosulfato** - Las soluciones de tiosulfatos
429 en medio clorhídrico forman un precipitado
430 blanco que cambia al amarillo rápidamente
431 con desprendimiento de dióxido de azufre
432 identificable por su olor característico. El
433 agregado de cloruro férrico (SR) a las
434 soluciones de tiosulfatos produce un color
435 violeta intenso que desaparece rápidamente.