

29. 확인시험법

확인시험법은 각 품목 중의 확인시험을 할 때 쓰이는 방법이다. 따로 규정이 없는 한 시험용액의 농도는 약 1%로 한다.

(1) 나트륨염

(가) 나트륨염의 중성~약알칼리성용액(1→20)에 2배량의 피로안티몬 산수소칼륨시액을 가하면 백색의 결정성 침전이 생긴다(유리봉으로 시험관의 내벽을 긁으면 침전의 생성이 빨라진다).

(나) 나트륨염은 염색반응시험을 하면 황색을 나타낸다.

(2) 살리실산염

(가) 살리실산염의 중성용액에 묽은염화제이철시액 5~6방울을 가하면 적자색을 나타내고 이 색은 묽은염산을 적가하면 처음에는 자색으로 변하다가 그 다음에는 없어진다.

(나) 살리실산염의 용액(1→20)에 묽은염산을 가하면 결정성의 침전이 생긴다. 이 침전을 분리하여 찬물로 씻고 건조한 다음 융점을 측정하면 그 융점은 158~161℃이다.

(3) 안식향산염

(가) 안식향산염의 용액(1→20)에 묽은염산을 가하여 산성으로 하면 결정성의 침전이 생긴다. 이 침전을 분리하여 찬물로 잘 씻고 건조한 다음 융점을 측정하면 약 122℃이다.

(나) 안식향산염의 중성용액(1→20)에 염화제이철시액을 가하면 적

갈색의 침전이 생기고 묽은염산을 추가하면 백색의 침전이 유리된다.

(4) 칼슘염

(가) 칼슘염은 염색반응시험을 하면 적색을 나타낸다.

(나) 칼슘염의 염산산성용액에 수산암모늄용액(1→30)을 가하면 백색의 침전이 생긴다. 침전을 분리하고 이에 묽은초산을 가하여도 녹지 아니하나 묽은염산을 추가하면 녹는다.

(5) 구연산염

(가) 구연산염 2~3mg에 피리딘·무수초산의 혼액(3 : 1)을 가할 때 적홍색을 나타낸다.

(나) 구연산염의 황산산성용액(1→20)에 그 약 3분의 1 용량의 과망간산칼륨시액을 가하여 시액의 색이 없어질 때까지 가열한 다음 브롬시액을 적가하면 백색의 침전이 생긴다.

(6) 아질산염

(가) 아질산염의 용액(1→20)에 묽은황산을 가하여 산성으로 하면 특이한 냄새가 있는 황갈색의 가스가 발생하고 황산제일철의 결정 소량을 추가하면 액은 암갈색을 나타낸다.

(나) 아질산염의 용액에 요오드칼륨시액 2~3방울을 가하고 묽은염산을 적가하면 액은 황갈색이 되고 다음에 흑자색의 침전이 생기며 전분시액을 추가하면 액은 진한 청색을 나타낸다.

(7) 아황산염 및 아황산수소염

(가) 아황산염 및 아황산수소염의 초산산성용액에 요오드·요오드칼

륨시액을 적가하면 시액의 색은 없어진다.

(나) 아황산염 및 아황산수소염의 초산산성용액(1→20)에 묽은염산의 같은 양을 가하면 이산화황(SO₂)의 냄새가 발생하고 액은 탁하여지지 아니한다(치오황산염과의 구별). 이에 황화나트륨시액 1방울을 추가하면 액은 곧 백탁하고 다음에 백탁은 황색의 침전으로 변한다.

(8) 알루미늄염

(가) 알루미늄염의 용액(1→20)에 염화암모늄시액 및 암모니아시액을 가하면 백색의 겔상침전이 생기며 과잉의 암모니아시액을 추가하여도 침전은 녹지 아니한다.

(나) 알루미늄염의 용액(1→20)에 수산화나트륨시액을 가하면 백색의 겔상 침전이 생기며 과잉의 수산화나트륨시액을 추가하면 침전은 녹는다.

(다) 알루미늄염의 용액에 약간의 침전이 생길 때까지 암모니아시액을 가하고 알리자린S용액(1→1,000) 5방울을 추가하면 침전의 색은 적색으로 변한다.

(9) 암모늄염

암모늄염에 과잉의 수산화나트륨시액을 가하여 가온하면 암모니아냄새가 나는 가스를 발생하고 이 가스는 물에 적신 적색리트머스지를 청색으로 변화시킨다.

(10) 염 화 물

(가) 염화물의 용액(1→20)에 황산 및 과망간산칼륨을 가하여 가열하

면 염소의 냄새가 나는 가스를 발생하고 이 가스는 물에 적신 요오드 칼륨전분지를 청색으로 변화시킨다.

(나) 염화물의 용액에 질산은시액을 가하면 백색의 침전이 생기고 그 일부에 묽은질산을 추가하여도 침전은 녹지 아니하나 다른 일부에 과잉의 암모니아시액을 추가하면 녹는다.

(11) 과산화물

(가) 과산화물의 용액에 초산에틸의 같은 양 및 중크롬산칼륨시액 1~2방울을 가하고 이에 묽은황산을 가하여 산성으로 하면 물층은 청색을 나타내고 곧 흔들어 섞은 다음 방치하면 청색은 초산에틸층으로 옮겨진다.

(나) 과산화물의 황산산성용액에 과망간산칼륨용액(1→300)을 가할 때, 기포가 생기고 액의 색은 없어진다.

(12) 과망간산염

(가) 과망간산염의 용액은 적자색을 나타낸다.

(나) 과망간산염의 황산산성용액에 과잉의 과산화수소시액을 가하면 거품이 생기고 없어진다.

(다) 과망간산염의 황산산성용액에 과잉의 수산시액을 가하여 가열하면 액의 색은 없어진다.

(13) 칼륨 염

(가) 칼륨염은 염색반응시험법에 따라 시험할 때, 옅은 자색을 나타낸다. 불꽃이 황색일 때에는 코발트유리를 통해서 보면 적자색을 나타

낸다.

(나) 칼륨염의 중성용액(1→20)에 주석산수소나트륨시액을 가하면 백색의 결정성침전이 생긴다(유리봉으로 시험관의 내벽을 긁으면 침전의 생성이 빨라진다). 침전물을 분리하고 이에 암모니아시액, 수산화나트륨시액 또는 탄산나트륨시액을 가하면 녹는다.

(14) 글리세로인산염

(가) 글리세로인산염의 용액에 몰리브덴산암모늄시액을 가하면 차가울 때에는 침전이 생기지 아니하나 오래 끓이면 황색의 침전이 생긴다.

(나) 글리세로인산염에 같은 양의 황산수소칼륨의 분말을 섞어 직화에서 조용히 가열하면 아크로레인의 자극적인 냄새를 발생한다.

(15) 초 산 염

(가) 초산염에 황산(1→2)을 가하여 가온하면 초산의 냄새가 발생한다.

(나) 초산염에 황산 및 소량의 에탄올을 가하여 가열하면 초산에틸의 향기를 발생한다.

(다) 초산염의 중성용액(1→20)에 염화제이철시액을 가하면 적갈색을 나타내고 끓이면 적갈색의 침전이 생긴다. 이에 염산을 추가하면 침전은 녹고 액의 색은 황색으로 변한다.

(16) 브롬산염

(가) 브롬산염의 질산산성용액(1→20)에 질산은시액 2~3방울을 가하

면 백색의 결정성침전이 생기고 가열하면 침전은 녹는다. 이에 아질산나트륨시액 1방울을 추가하면 옅은 황색의 침전이 생긴다.

(나) 브롬산염의 질산산성용액(1→20)에 아질산나트륨시액 5~6방울을 가하면 황~적갈색을 나타내고 이에 클로로포름 1mL를 가하여 흔들어서 섞으면 클로로포름층은 황~적갈색을 나타낸다.

(17) 주석산염

(가) 주석산염의 중성용액(1→20)에 질산은시액을 가하면 백색의 침전이 생긴다. 이 침전을 분리하여 그 일부에 질산을 가하면 침전은 녹는다. 다른 일부에 암모니아시액을 가하여 가온하면 침전은 녹고 천천히 은경을 생성한다.

(나) 주석산염의 용액(1→20)에 초산 2방울, 황산제일철시액 1방울 및 과산화수소 2~3방울을 가하고 다시 과잉의 수산화나트륨시액을 가하면 적자~자색을 나타낸다.

(다) 주석산염의 용액(1→20) 2~3방울에 미리 레소르신용액(1→50) 2~3방울 및 브롬화칼륨용액(1→10) 2~3방울을 가한 황산 5mL를 가하여 수욕상에서 5~10분간 가열하면 진한 청색을 나타내며 이를 식힌 다음 과잉의 물에 넣으면 적색을 나타낸다.

(18) 질산염

(가) 질산염의 용액에 같은 양의 황산을 가하여 잘 흔들어 섞고 식힌 다음 황산제일철시액을 충적하면 접계면에 암갈색의 띠가 생긴다

(나) 질산염에 황산 및 동편을 가하면 황갈색의 가스가 발생한다.

(다) 질산염의 황산산성용액에 과망간산칼륨시액을 가하여도 시액의 색은 퇴색하지 아니한다(아질산염과의 구별).

(19) 탄 산 염

(가) 탄산염에 묽은염산을 가하면 가스가 발생하여 기포가 생긴다. 이 가스를 수산화칼슘시액 중에 통하면 곧 백색의 침전이 생긴다(탄산수소염과 공통).

(나) 탄산염의 용액(1→20)에 황산마그네슘시액을 가하면 백색의 침전이 생기고 묽은초산을 추가하면 침전은 녹는다.

(다) 탄산염의 찬 용액은 페놀프탈레인시액에 의하여 진한 홍색을 나타낸다(탄산수소염과의 구별).

(20) 탄산수소염

(가) 탄산수소염에 묽은염산을 가하면 가스를 발생하여 기포가 생긴다. 이 가스를 수산화칼슘시액중에 통하면 곧 백색의 침전이 생긴다(탄산염과 공통).

(나) 탄산수소염의 용액(1→20)에 황산마그네슘시액을 가하면 상온에서는 침전이 생기지 아니하나 끓이면 백색의 침전이 생긴다.

(다) 탄산수소염의 찬 용액은 페놀프탈레인시액에 의해서 홍색이 나타나지 아니한다. 홍색을 나타내더라도 극히 미약하다(탄산염과의 구별).

(21) 치오시안산염

(가) 치오시안산염의 용액에 과잉의 질산은시액을 가하면 백색의 침전

이 생기고 이 일부에 묽은질산을 추가하여도 침전은 녹지 아니하나 다른 일부에 암모니아수를 추가하면 녹는다.

(나) 치오시안산염의 용액에 염화제이철시액을 가하면 혈적색을 나타내고 이 색은 염산을 추가하여도 없어지지 아니한다.

(22) 제일철염

(가) 제일철염의 약산성용액에 페리시안화칼륨시액을 가하면 청색의 침전이 생기고 이에 묽은염산 또는 묽은질산을 추가하여도 침전은 녹지 아니한다.

(나) 제일철염의 용액에 수산화나트륨시액 또는 암모니아시액을 가하면 백색의 께상침전이 생긴다(이를 잘 흔들어서 섞으면 침전의 색은 곧 회록색이 되고 차차 적갈색으로 변한다). 이에 황화나트륨시액을 추가하면 흑색의 침전이 생기고 묽은염산을 추가하면 침전은 녹는다.

(23) 치오황산염

(가) 치오황산염의 초산산성용액에 요오드·요오드칼륨시액을 적가하면 시액의 색은 없어진다.

(나) 치오황산염의 용액에 묽은염산의 같은 양을 가하면 이산화황의 냄새가 발생하고 액은 차차 백탁하며 백탁은 방치하면 황색의 침전으로 변한다.

(다) 치오황산염의 용액에 과잉의 질산은시액을 가하면 백색의 침전이 생기고 방치하면 침전의 색은 흑색으로 변한다.

(24) 제이철염

(가) 제이철염의 약산성용액에 페로시안화칼륨시액을 가하면 청색의 침전이 생기고 이에 묽은염산 또는 묽은질산을 추가하여도 침전은 녹지 아니한다.

(나) 제이철염의 용액에 수산화나트륨시액 또는 암모니아시액을 가하면 적갈색의 겔상침전이 생기고 황화나트륨시액을 추가하면 침전의 색은 흑색으로 변한다. 침전을 분리하여 이에 묽은염산을 가하면 침전은 녹고 백탁한다.

(다) 제이철염의 중성 또는 약산성용액에 치오시안산암모늄시액을 가하면 혈적색이 나타나며 이 색은 염산을 추가하여도 없어지지 아니하나 염화제이수은시액을 가하면 없어진다.

(25) 제이동염

(가) 제이동염의 염산산성용액에 잘 닦은 철판을 담그어 방치하면 그 표면에 적색의 금속이 석출된다.

(나) 제이동염의 용액에 소량의 암모니아시액을 가하면 옅은 청색의 침전이 생기고 암모니아시액을 추가하면 침전은 녹고 액은 진한 청색을 나타낸다.

(다) 제이동염의 용액에 페로시안화칼륨시액을 가하면 적갈색의 침전이 생기고 그 일부에 묽은초산을 추가하여도 침전은 녹지 아니하나 다른 일부에 암모니아시액을 추가하면 녹고 액은 진한 청색을 나타낸다.

(26) 젓산염

젖산염의 황산산성용액(1→20)에 과망간산칼륨시액을 가하여 가열하면 아세트알데히드의 냄새를 발생한다.

(27) 마그네슘염

마그네슘염의 용액에 염화암모늄시액 및 탄산암모늄시액을 가하여도 침전이 생기지 아니하나 제이인산나트륨시액을 추가하면 백색의 결정성 침전이 생긴다. 침전을 분리하고 이에 암모니아시액을 가하여도 녹지 아니한다.

(28) 황 산 염

(가) 황산염의 용액에 염화바륨시액을 가하면 백색의 침전이 생기고 염산 또는 묽은질산을 추가하여도 침전은 녹지 아니한다.

(나) 황산염의 중성용액에 초산납시액을 가하면 백색의 침전이 생기고 초산암모늄시액을 추가하면 침전은 녹는다.

(다) 황산염의 용액에 묽은염산의 같은 양을 가하여도 백탁은 생기지 아니한다(치오황산염과의 구별). 또 이산화유황의 냄새를 발생하지 아니한다(아황산염과의 구별).

(29) 인산염(정인산염)

(가) 인산염의 중성용액에 질산은시액을 가하면 황색의 침전이 생기고 묽은질산 또는 암모니아시액을 추가하면 침전은 녹는다.

(나) 인산염의 중성~질산산성용액에 폴리브덴산암모늄시액을 가하여 가온하면 황색의 침전이 생기고 수산화나트륨시액 또는 암모니아시액을 추가하면 침전은 녹는다.

(30) 브롬화물

(가) 브롬화물의 용액에 질산은시액을 가하면 옅은 황색의 침전이 생기며 묽은질산 또는 암모니아시액을 추가하여도 침전은 거의 녹지 아니한다. 침전을 분리하고 이에 암모니아수를 가하여 흔들어 섞은 다음 분리한 액에 묽은질산을 가하여 산성으로 하면 백탁한다.

(나) 브롬화물의 용액에 염소시액을 가하면 황~적갈색을 나타낸다. 이 일부에 클로로포름 또는 이황화탄소를 가하여 흔들어 섞으면 아래 층은 황~적갈색을 나타낸다. 다른 일부에 페놀을 가하면 백색의 침전이 생긴다.

(31) 아 연 염

(가) 초산나트륨의 존재하에서 아연염은 황화수소에 의해 백색침전을 생성한다. 이 침전물은 초산에는 불용성이나 묽은염산에는 용해된다. 이와 유사한 침전은 중성 또는 알칼리성용액에서 황화암모늄에 의해서도 생성된다.

(나) 아연염용액은 페로시안화칼륨과 반응하여 묽은염산에 불용성인 백색침전을 생성한다.

(32) 요오드염

이 품목의 수용액에 염소시액을 넣으면 황색에서 적색으로 변하면서 요오드가 유리된다. 이 용액에 클로로포름을 넣고 흔들면 클로로포름층은 자주색이 된다. 유리된 요오드에 전분시액을 넣으면 청색으로 되며 질산은시액을 넣으면 질산이나 암모니아시액에 불용성인 황색의 침전

물이 생성된다.

(33) 호박산염

호박산염 용액(1→20)을 pH 6-7로 조정하고, 이 액 5mL에 염화제이철시액 1mL를 가하면 담황색-적색의 침전을 생성한다.