

Prilog identifikaciji nekih reagensa nove državne farmakopeje: I.

Vukčević-Kovačević, Vera

Source / Izvornik: **Farmaceutski glasnik, 1950, 6, 112 - 121**

Journal article, Published version

Rad u časopisu, Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:163:286670>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-05-19**



Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Pharmacy and Biochemistry University of Zagreb](#)



NAUKA I PRAKSA

V. Vukčević-Kovačević:

Prilog identifikaciji nekih reagensa nove državne farmakopeje. I.

Pri izradi nove državne farmakopeje bilo je potrebno ispitati identitetne reakcije reagensa kako novih tako i onih, koji su bili uvršteni u Ph. Jug. 1933.

Među ostalima ispitivani su ovi reagensi: amonijev molibdenat, amonijev nitrat*), amonijev tiocijanat, amonijev vanadat*), antimonov triklorid*), kalijev bijodat, kalijev jodat, kalijev klorat, natrijev sulfit, stano-klorid.

Oslanjajući se na dosadašnje radove s tog područja (1), posvećivali smo posebnu pažnju ispitivanju termijskih reakcija.

Termijske reakcije izvodili smo s malo supstancije u epruvetama od teško taljiva stakla tako, da smo supstanciju najprije blago a zatim jače grijali i napokon žarili. Prednost takvog ispitivanja je u jednostavnosti izvedbe pristupačne i farmaceutu-praktičaru.

Radi preglednosti naveli smo podatke o termijskim reakcijama u tablici I, u koju smo uvrstili i podatke iz pristupačne literature o talištu, vrelištu, raspadajnim produktima nastalima pri grijanju ovih supstancija, zatim topljivost u vodi**), reakciju vod. otopine (pH), boju plamena.

Pri ispitivanju kemijskih reakcija uzeli smo osobit obzir na reakcije ovih supstancija koje se mogu izvesti s reagensima nove državne farmakopeje.

Za izvođenje reakcija spomoću H_2S pripremali smo H_2S u epruveti: zrnce FeS prelije se sa 1—2 cm razr. HCl i blago zagrije. Za izvođenje reakcija spomoću SO_2 pripremali smo SO_2 također u epruveti: cca 0,5 g Na_2SO_3 prelije se s malo razr. HCl i po potrebi blago zagrije. Prije i poslije upotrebe H_2S i SO_2 epruveta se zatvori čepom.

Reakcije sa H_2S ili SO_2 kao i dokazivanje H_2S i SO_2 izvodili smo s kapi otopine ili reagensa na papiru za filtriranje tako, da smo papir za filtriranje s kapi otopine ili reagensa stavili na otvor epruvete i prekrili ga stakalcem od sata. Za dokazivanje H_2S služili smo se otopinom Pb -acetata, a za dokazivanje SO_2 otopinom KIO_3 ili otop. joda. Dokazivanje nitroznih plinova i klora izvodili smo na analogan način, a kao reagens upotrebili smo otopinu cink-jodid-škroba.

Radi kratkoće izlaganja navedeni su podaci o ispitivanju ovih supstancija s nekim reagensima u tablici II, dok su ostali navedeni u tekstu.

*) Zvezdicom označeni reagensi ne nalaze se u Ph. Jug. 1933.

(1) V. Vukčević-Kovačević, I.—V., Farm. gl. br. 2—12 (1947).

**) Topljivost je izražena prema oznakama predloženima za novu državnu farmakopeju.

Tablica I

Naziv supstancije	Skupina	Promjene pri grijanju (termijske reakcije)	Podaci iz literature*)	Otapa se u vodi	Reakcija vod. otop.	Boja plamena
Amonijev nitrat	Grijanjem hlapje i sublimiraju	Tali se, razvija bijele pare, djelomice daje bijel sublimat, gubi vodu**, jake grijanje burno se raspada (plamen), razvija smeđe pare.	T***) cca 165° raspada se pri 185° ($\text{NH}_4\text{NO}_3 \rightarrow \text{N}_2\text{O} + 2 \text{H}_2\text{O}$) djelomice disocira na HNO_3 i NH_3 , da na hladnijim mjestima epruvete opet asocira. Naalim grijanjem raspada se na N_2 , O_2 , H_2O , N_2O , NO (plamen, NO_2).	vrlo lako	neutralna ili slabo kisela	—
Amonijev tiocijanat		Tali se, razvija bijele pare, daje bijel sublimat. Daljnjim grijanjem požuti, razvija NH_3 i H_2S , na stijenkama epruvete hvata se žut obilje. Žuta talina očvršne, a jakim grijanjem ishlapi.	T cca 159° rasp. pri 170°, pri 180°—190° H_2S , jake grijanje na Pt ishlapi bez ostatka.	—	—	—
Stano-klorid		Tali se, razvija bijele pare, gubi krist. vodu, daje bijel sublimat.	T cca 40°. Pri 100° gubi krist. vodu. T bezv. cca 230°, pri 600° destilira gotovo bez rasp. i očvršne u bijelu krist. masu.	bistro — samo u vrlo malo vode (hidroliza)	kisela	—
Antimonov triklorid		Tali se, razvija bijele pare. Ako se otvor epruvete drži u plamenu koji ne svijetli, hvata se na otvori bijel obilje, koji ovi- žen s otop. AgNO_3 potamni u NH_3 .	T cca 72°, vreli. cca 230°.	—	—	bijelo zelenkasta (pare)
Amonijev molibdenat		Pucketa, oboji se modro, razvija NH_3 , gubi krist. vodu, jakim zarenjem požuti, ti se, sublimira u sitnim, sjajnim kristalicima. Talina je, dok je vruća, žuta ili žuc- kasta, kad se ohladi, bijela (MoO_3). Iz ta- line pri ohlađivanju kristaliziraju žuckasti, provitni, sjajni kristali.	MoO_3 — hladan bijel, vruć žut do žuckast, T cca 750°. Sublimira.	lako (uz grijanje)	slabo kisela	—
Amonijev vanadat	Ostavljaju obojen ostatak vruć žut, hladan bijel	Požuti, razvija NH_3 , tamni. Zarenjem se tali, talina je crvenosmeđa (V_2O_5).	Nakon žarenja zaostaje crvenosmed V_2O_5 . (2)	teško (1: cca 200 pri 150°)	neutralna	—

Kalijev jodat	Ostavlja (jakim žarenjem hlape)	Pucketa, jače grijan tali se, oslobađa kisik****, razvija ljubičaste pare joda. Jakim žarenjem hlapi, daje bijel, krist. sublimat.	T cca 560°, rasp. na KI i kisik. — KI—T 700° (9). Pri višoj temperaturi hlapi uz djelimično raspadanje.	dosta teško (1:15)	"	ljubičasta
Kalijev bijodat		Tali se, razvija ljubičaste pare joda, oslobađa kisik. Jakim žarenjem hlapi, daje bijel, krist. sublimat.	$4 \text{ KIO}_3 \cdot \text{HIO}_3 \rightarrow 4 \text{ KI} + 11 \text{ O}_2 + 2 \text{ H}_2\text{O} + 2 \text{ I}_2$	dosta teško	kisela	"
Kalijev klorat		Tali se. Jače grijan oslobađa kisik. Jakim žarenjem hlapi, daje bijel krist. sublimat.	T cca 334° (Mayrhofer). Pri 352° raspada se na O_2 , KCl, KClO_4 , pri višoj temp. na O_2 i KCl. KCl—T 770° (8), hlapi uglavnom bez rasp.	"	neutralna	"
Natrijev sulfit	Ostavlja bijel ostatak	Pucketa, gubi krist. vodu. Žarenjem se tali. Talina je isprva narančastožuta, daljnjim žarenjem bezbojna i razvija se SO_2 . (Narančastožut ostatak daje reakcije na sulfid- i na sulfat-ion, bezbojni ostatak na sulfat-ion.)	Iznad 100° gubi krist. vodu.	lako (1:2)	lužnata	dugotrajno svijetlo-zuta

*) Hager: Handb. d. pharm. Praxis I. (1925), II. (1927). — E. Schmidt: Ausführl. Lehrb. d. pharm. Ch. I. (1933). — A. Mayrhofer: Mikrochem. d. Arzneim. u. Gifte I. (1923). — P. Lebeau: Traité d. Pharm. Ch. I. (1946). — E. Merck: Prüfung d. chem. Reagenzien auf Reinheit, 5. Aufl. (1939). — F. D. Treadwell: Kurz. Lehrb. d. anal. Ch. I. (1923). — Kommentar z. DAB VI. (1928). — Brit. Pharm. Codex (1949). — Hollemann-Wiberg: Anorg. Ch. (1943).

**) Na stijenkama epruvete kondenziraju se kapljice vode.

***) Talište.

****) Trijeska koja tinja stavljena u epruvetu se zapali.

(2) P. Dubois i P. Breton, C. R. 206, 1969 (1938) — cit. P. Lebeau: Traité d. Pharm. Ch. I. (1946), 328.

(3) Hüttner i Tammann, Z. anorg. Ch. 43, 215, (1905) — cit. Schmidt: Ausführl. Lehrb. d. pharm. Ch. I. (1933), 631, 623.

Tablica II *)

Naziv supstancije	otop. NaOH	razr. HCl	H ₂ S — plin	otop. AgNO ₃	otop. BaCl ₂	otop. FeCl ₃	otop. KI
Amonijev molibdenat	grijaanjem razvija se NH ₃	bijel talog (HCl)	+ razr. HCl: modra mrlja	žućkast talog (HNO ₃ , amonijak)	bijel talog (HNO ₃)	žućkast talog (HNO ₃ , HCl)	+ razr. HCl: boja zelena, modra, sloj CHCl ₃ ljubičast
Amonijev nitrat	"	—	—	—	—	—	—
Amonijev tiocijanat	"	žuta boja (grijaanjem)	—	—	—	crvena boja, sloj etera crvenoljubičast	—
Amonijev vanadat	"	žuta zatim žućkasta boja	+ razr. HCl: modra mrlja	narančasto žut talog (HNO ₃ , amonijak)	bijel talog (HNO ₃)	narančast talog (HNO ₃ , HCl)	žutosmeđa boja, sloj CHCl ₃ ljubičast
Antimonoov triklorid	otop. u razr. HCl: bijel talog (NaOH)	otapa se	otop. u razr. HCl: narančasta mrlja (NaOH)	otop. u razr. HNO ₃ : bijel talog	—	—	reakcija se izvodi s krtim KI: crvena boja (vidi dopunju)
Stano-klorid	"	"	otop. u razr. HCl: smeđa mrlja (NaOH)	otop. u razr. HNO ₃ : bijel talog (amonijak-potamn)	—	bez boje	—
Kalijev jodat	—	razvija se klor	smeđa mrlja (SO ₂ -bezob.)	bijel talog (HNO ₃ - teško, amonijak)	bijel talog (HNO ₃)	žućkastobijel talog (HNO ₃ , HCl)	+ razr. HCl: žutosmeđa boja, sloj CHCl ₃ ljubičast
Kalijev bijodot	—	"	"	"	"	"	žutosmeđa boja, sloj CHCl ₃ ljubičast
Kalijev klorat	—	"	—	ostatak nakon zarenja: bijel talog (HNO ₃ , amonijak)	—	—	+ razr. HCl + KBr: žutosmeđa boja, sloj CHCl ₃ ljubičast
Natrijev sulfit	—	razvija se SO ₂	—	bijel talog (HNO ₃ , amonijak) grijaanjem tamni, razvija SO ₂	bijel talog (HNO ₃) grijaanjem opet bijel talog	crvena boja + razr. HCl-žuta	+ razr. HCl: zelenkastozrta boja

*) Redoslijed reagensa u tablici spomoću kojih se vrše reakcije sa supstancijama ugrađenom je analogan redoslijedu, koji je primijenjen kod ispitivanja jliškova (-). — U tablici navedene reakcije izvode se s vod. otopinama uveliko nje istaknuto, da se izvode s otopinama u razr. HCl (HNO₃) ili uz dodatak HCl. — Ako se pri reakciji nastali talog otapa u kiselini ili u lužini ili u amonijaku, navedene su odnosne kiseline, lužina i amonijak u zagradi. — Pri reakciji SnCl₄ i SnCl₄ sa H₂S treba otopinu u razr. HCl razrijediti vodom.

Dopuna tablice I.

Za *amonijev nitrat* u britanskoj farmakopeji (4) nema termijske reakcije, u američkoj (5) se navodi samo da blagim grijanjem hlapi, a u danskoj (6) se opisuje cijeli tok reakcije.

Pri grijanju *antimonova triklorida* ispitivali smo na boju plamena pare SbCl_3 tako, da smo otvor epruvete primakli plamenu koji ne svijetli. Pri tom smo zapazili, da se na otvoru epruvete hvata bijel obljep, koji daje reakciju s otop. AgNO_3 i NH_3 opisanu za Sb_2O_3 .

Mayrhofer (7) navodi da sublimacija kod *amonijeva molibdenata* počinje pri temperaturi taljenja. Pri žarenju u epruveti, sublimaciju smo mogli jasno zapaziti tek nakon jačeg žarenja rastaljene mase. Pri tom dolazi do stvaranja sitnih, sjajnih kristalića u epruveti iznad taline.

Za *kalijev jodat* propisuje se u švedskoj farmakopeji (8) izvođenje termijske reakcije tako, da se supstancija zagrije u epruveti do taljenja. Ako se zatim ohlađena talina otopi u vodi i zakiseli s HCl , reagira pri grijanju nastali KI s nepromijenjenim KIO_3 , pa se izlučuje jod.

Dopuna tablice II.

ad AgNO_3 : Reakciju *amonijeva vanadata* s otop. AgNO_3 izvodi Mayrhofer (9) s vrućom otopinom supstancije u otopenoj kiselini. Mi smo je izvodili s vod. otopinom pri običnoj temperaturi.

ad FeCl_3 : Pri reakciji *amonijeva rodanida* u danskoj farmakopeji (10) propisuje se i mućkanje s eterom. $\text{Fe}(\text{CNS})_3$ topljiv je u eteru, a s KCNS (NH_4CNS) spaja se u kompleks, koji je u eteru netopljiv (11). Vod. sloj je žutosmeđe boje. Smjesa postane bezbojna, ako se razrijedi s mnogo vode ili promućka.

Reakcija *natrijeva sulfita* s FeCl_3 izvodi se tako, da se konc. vod. otopini doda nekoliko kapi otop. FeCl_3 . Pri tom se pojavi crvena boja, a dodatkom 1–2 kapi razr. HCl crvena boja prijede u žutu ili u zelenkastožutu.

ad KI : Pri reakciji *amonijeva molibdenata*, *amonijeva vanadata*, *kalijeva jodata* i *kalijeva bijodata* s KI izlučeni smo jod dokazivali spomoću CHCl_3 . Smjesa se promućka sa 1–2 ccm CHCl_3 i pri tom se sloj CHCl_3 oboji ljubičasto. Zatim se doda vode u višku: kod *amonijeva molibdenata* vod. sloj je modar, kod ostalih je uglavnom bezbojan.

Prevođenje *antimonova triklorida* u crveni jodid izvodi Mayrhofer (12) ovako: «Otopini SbCl_3 u konc. HCl doda se NaI , pri čem se otopina oboji žuto. Ako se smjesa zatim zagrije, pri ohlađivanju se izlučuje crveni SbI_3 . Djelovanjem vod. otopine NaI na SbCl_3 ili dodatkom vode, izlučuje se žut talog antimonova oksijodida.»

Pri ispitivanju ove reakcije upotrebili smo kao reagens KI , a reakciju smo izvodili na jednostavan način tako, da smo malo krutog SbCl_3 pomiješali (odn. posuli)

(4) BP VII. 1948, 632.

(5) USP XIII. 1947, 739.

(6) Ph. Dan. IX. 1943, I. 126.

(7) A. Mayrhofer: Mikrochem. d. Arzneim. u. Gifte I. (1923), 32.

(8) Ph. Suec. XI. 1946, 730.

(9) l. c. 34.

(10) l. c. 127.

(11) Rosenheim, Z. anal. Ch. 27, 298 (1901) — cit. Treadwell: Kurz. Lehrb. d. anal. Chem. (1923), B. I, 127.

(12) l. c. 172.

s krutim KI. U dodiru sa SbCl_3 kristalići KI oboje se crveno. Kad se zatim doda koja kap konc. HCl dobiva se uz neotopljeni SbI_3 i nešto otopine žute boje, a doda li se malo vode, dobiva se i žut talog oksijodida. Reakciju smo izvodili na stakalu od sata.

U vod. otopini *kalijeva klorata* otopili smo nešto KBr , dodali CHCl_3 , zakiselili s razr. HCl i smjesu promućkali. Kako se ova reakcija osniva na oslobađanju broma, dobiva se otopina žute do narančaste boje (sloj CHCl_3 je narančaste boje). Oslobodeni brom reagira zatim s KI, pri čem se oslobađa jod.

Reakcija *natrijeva sulfita* s KI izvodi se s konc. otopinom supstancije.

Amonijev molibdenat [Ammonii molibdaenas — $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$]

Za izvođenje reakcija pokazala se najpovoljnijom cca 10% otopina. Otopina daje s otop. BaCl_2 (tabl. II), CaCl_2 , Pb -acetata, HgCl_2 bijele taloge, topljive u HNO_3 . Ustanovili smo da i s konc. otopinom KHSO_4 daje bijel talog, topljiv u HNO_3 . S otopinom tanina oboji se crvenožuto. Dodatkom tanina u višku dobivali smo crvenu boju. Ako se otopina zakiselji s HCl , oboji se s H_2O_2 žuto. Kad smo pak vod. otopini bez dodatka HCl dodali H_2O_2 dobili smo žućkastu boju. S otop. Na_2HPO_4 uz dovoljno HNO_3 oboji se žuto, a grijanjem se izlučuje žut, krist. talog (Sonnenschein) (13). S otop. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ uz razr. HCl daje smeđecrven talog. Reakcija je vrlo osjetljiva. Smeđecrven talog se u amonijaku otapa bez boje.

S *reducensima* daje t. zv. molibdensko modriilo (14) prema Guichardu (15) sastava $\text{Mo}_3\text{O}_{14} \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$. Daljnjom redukcijom dobiva se zelena, a zatim smeđa boja. Vod. otopina oboji se dodatkom otop. SnCl_2 modro; zakiseljena s HCl oboji se s H_2S svijetlo modro. Kap vod. otopine na papiru za filtriranje izložena djelovanju SO_2 , a zatim parama NH_3 , oboji se modro.

Kao *reducens* upotrebili smo i hipofosforastu kiselinu, pa se otopina grijanjem obojila modro.

Vod. otopina zakiseljena s HCl se dodatkom cinka također oboji modro. No ako se zakiseljenoj otopini doda KCNS (NH_4CNS) oboji se žuto, a doda li se zatim cinka, postepeno se oboji crveno kao krv zbog nastalog $\text{K}_3[\text{Mo}(\text{CNS})_6]$ (16). Promućka li se smjesa zatim s eterom, oboji se sloj etera crveno, a razrjeđivanjem vodom vodeni je sloj uglavnom bezbojan. Za ovu reakciju upotrebili smo NH_4CNS , a pri izvedbi treba ga dodati u višku, inače nastaje modra boja kako je opisano za reakciju kisele otopine dodatkom cinka.

Vod. otopinu ispitivali smo i s otop. FeCl_3 (tabl. II).

Grije li se kruta supstancija s konc. HNO_3 blago, oboji se žuto. U konc. H_2SO_4 i u konc. HCl se grijanjem otapa, a otopine su žućkaste.

(13) J. prakt. Ch. 53, 339 (1851) — cit. E. Schmidt: Ausführl. Lehrb. d. pharm. Ch. I (1933) 1172.

(14) S. Mallowan, Z. anal. Ch. 84, 209 (1931).

(15) C II, 663 (1900).

(16) C. D. Braun, Z. anal. Ch. 2, 36 (1836) — cit. F. Feigl 199, i F. C. Krauskopf i C. E. Swarte, C I, 1346 (1927).

Amonijev tiocijanat — amonijev rodanid — (Ammonij thiocyanas — NH_4CNS)

Ako se u 1—2 ccm otop. CuSO_4 otopi nekoliko kristala NH_4CNS , otopina se oboji zeleno, no ubrzo se boja izgubi i izluči se crn talog, koji stajanjem pobijeli.

Ako se kruta supstancija grije sa 2—3 ccm konc. H_2SO_4 razrijeđene sa približno jednakim volumenom vode, otapa se, otopina je žute boje i razvija se plin (COS) koji gori modrikastim plamenom*).

Amonijev vanadat (Ammonij vanadas — NH_4VO_3)

Vod. otopina stajanjem, a brže grijanjem, požuti (hidroliza). Budući da je supstancija netopljiva u otop. NH_4Cl , to se iz vod. otopine dodatkom NH_4Cl izlučuje kao bijel talog. S otop. Pb -acetata, HgCl_2 , CuSO_4 daje narančaste taloge topljive u HNO_3 . Otopina daje taloge i s BaCl_2 , FeCl_3 (tabl. II). Ako se otopini doda konc. otop. KHSO_4 , oboji se žuto.

S otopinom tanina oboji se zeleno do modro. S reducensima oboji se modro, zeleno, ljubičasto, a boja zavisi od stepena redukcije: Vod. otopina zakiseljena s HCl oboji se s H_2S (tabl. II) ili sa SO_2 svijetlo modro. Ako se kiseloj otopini doda cinka, oboji se modro, zeleno i napokon ljubičasto.

Kao reducens upotrebili smo i otop. SnCl_2 i hipofosforastu kiselinu. Otopina daje reakcije i s $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ i NH_4CNS : Vod. otopina daje s otop. SnCl_2 talog zelene boje, koji se otapa u HCl , a grijanjem se otopina oboji modro. Dodatkom hipofosforaste kiseline otopina se oboji žuto, a grijanjem modro. Vod. otopina zakiseljena s HCl daje s otop. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ zelen talog, koji se u otop. NaOH otapa bezbojno. S otop. NH_4CNS oboji se zeleno zatim modro.

Otopina u razr. HCl daje s amonijakom bijel talog. smeđe (17) zbog nastale peroksovanadijeve soli (18). U višku H_2O_2 i kiseline otopina se oboji žuto (ortoperoksovanadijeva kiselina). Prema Feiglu (19) je granična koncentracija 1 : 20.000.

Ispitivanje s konc. kiselinama izvodili smo s krutom supstancijom. S konc. H_2SO_4 ili s konc. HCl pocrveni, grijanjem se otapa. Otopina u konc. H_2SO_4 je crvene, a razrjeđivanjem vodom žute boje. Otopina u konc. HCl je žute boje. Ako se grije s konc. HNO_3 pocrveni. Reakciju s HNO_3 izvode s vod. otopinom tako, da joj dodaju HNO_3 u višku i kuhaju. Pri tom se izlučuje crven talog (20).

Antimonov triklorid (Stibii trichloridum — SbCl_3)

Otopina u razr. HCl daje s amonijakom bijel talog.

Reakciju s $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ izvodili smo s krutom supstancijom tako, da smo SbCl_3 pomiješali s približno jednakim dijelom $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, dodali malo vode i zagrijali. Pri tom smjesa pocrveni (oksisulfid) i razvija se SO_2 .

*) Otvor epruvete primakne se plamenu koji ne svijetli.

(17) G. Werther, J. prakt. Ch. (1), 83, 195 (1861) — cit. F. Feigl 203.

(18) J. Meyer i A. Pawleta, Z. anal. Ch. 69, 15 (1926).

(19) F. Feigl: Qual. Anal. m. H. d. Tüpfelr. (1938) 203.

(20) P. Lebeau: Traité d. Pharm. Ch. I. (1946) 327.

Stano-klorid (Stannosi chloridum — $\text{SnCl}_2, 2 \text{H}_2\text{O}$)

Otopina u razr. HCl daje s amonijakom bijel talog. S otop. HgCl_2 daje bijel, svilast talog, koji stajanjem, a brže grijanjem ili preliiven amonijakom po crni. Odboji kap otop. joda, KMnO_4 , FeCl_3 . S otop. amonijeva molibdenata daje modru boju. Iz otopine u HCl razrijeđene vodom dodatkom cinka postepeno se izlučuje Sn .

S Fehlingovim reagensom ispitivali smo otopinu, koju smo pripremili otapanjem SnCl_2 u otop. NaOH . Grijanjem dolazi do redukcije i izlučuje se crven talog Cu_2O . Supstanciju smo ispitivali i s konc. HNO_3 . Grijanjem se otapa i pri tom se razvijaju smeđe pare (NO_2) odn. nitrozni plinovi.

Kalijev jodat (Kalii iodas — KIO_3), kalijev bijodat [Kalii biiodas — $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$]

Vod. otopina daje s otop. Pb -acetata bijel talog, topljiv u HNO_3 . Otopina kalijeva bijodata oboji se s otop. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$, Na_2SO_3 , KI (tabl. II) žutosmeđe, dok otopina kalijeva jodata daje ovu reakciju tek kad se zakiseli (HCl). Mućkanjem smjese sa 1—2 ccm CHCl_3 , oboji se sloj CHCl_3 ljubičasto.

Sa SO_2 oboji se mrlja na papiru za filtriranje smeđe (jod) da zatim postepeno postane opet bezbojna.

Reakciju na kalij-ion izvodili smo s vinskom kiselinom: Konc. vod. otopini doda se nekoliko kapi otop. vinske kiseline i CH_3COONa , pa smjesa mućka. Pri tom se postepeno izlučuje bijel, krist. talog.

Kalijev klorat (Kalii chloras — KClO_3)

Vidi tabl. II.

Natrijev sulfid (Natrii sulfis — $\text{Na}_2\text{SO}_3, 7 \text{H}_2\text{O}$)

Vod. otopina daje s otop. BaCl_2 (tabl. II), ili Pb -acetata bijel talog, topljiv u HNO_3 . Ako se smjesa zatim kuha, ponovo se izlučuje bijel talog (BaSO_4 odn. PbSO_4).

Reakcija s BaCl_2 može poslužiti i za razlikovanje sulfita od bisulfita. Vod. otopina sulfita je nakon dodatka BaCl_2 neutralna, dok otopina bisulfita reagira kiselo (21).

Vod. otopina odboji kap otop. joda, s kapi otop. K_2CrO_4 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) oboji se zeleno. S kapi otop. KMnO_4 oboji se smeđasto, a ako se doda razr. H_2SO_4 , otopina postane bezbojna. Kuhanjem vod. otopine s nekoliko kapi otop. HgCl_2 izlučuje se bijel talog (Hg_2Cl_2). Ako se zatim doda amonijaka, smjesa po crni.

Otopina daje reakcije i s FeCl_3 i s KI (tabl. II), a dobivene reakcije opisane su naprijed.

(21) A. Villiers, C 578 (1887).

Zaključak

U vezi s izradom nove državne farmakopeje ispitane su identitetne reakcije za ove reagense: amonijev molibdenat, amonijev nitrat, amonijev tiocijanat, amonijev vanadat, antimonov triklorid, kalijev bijodat, kalijev jodat, kalijev klorat, natrijev sulfid, stano-klorid.

Posebna pažnja posvećena je ispitivanju termijskih reakcija. Ove se izvode s malo supstancije u epruvetama od teško taljiva stakla (tabl. I).

Pri ispitivanju kemijskih reakcija stavljeno je težište na reakcije, koje se mogu izvesti s reagensima nove državne farmakopeje (tabl. II i tekst). Za neke reakcije predložena je jednostavnija izvedba, a za neke supstancije reakcije s nekim drugim reagensima.

Contribution to the identification of some reagents.

by V. Vukčević-Kovačević

Summary

The reactions for identification of following reagents of the new Pharmacopoea have been examined: Ammonii molibdaenas, Ammonii nitras, Ammonii thiocyanas, Ammonii vanadas, Antimonii trichloridum, Kalii biiodas, Kalii iiodas, Kalii chloras, Natrii sulfis, Stannosi chloridum.

A special importance is given to their termic reactions (tabl. I) and to the reactions which can be performed by means of other reagents of the new Pharmacopoea.

The termic reactions are carried out first by gently than stronger heating and finally glowing a small quantity of the substance in a testing tube.

Reactions with hydrogen sulfide and sulfur dioxide are carried out with a drop of the solution on a piece of filter paper (hydrogen sulfide and sulfur dioxide are prepared in a testing tube by adding diluted hydrochloric acid to a small quantity of ferric sulfide respectively sodium sulfite).

For the purpose of identification of hydrogen sulfide, sulfur dioxide, chlorine and nitrous gases, evolving by some reactions — a drop of a solution of lead acetate, respectively of potassium iodate or iodine and of zinc-iodide-starch solution is used.

By heating antimony trichloride in a testing tube — after exposing the vapor to a non luminous flame, on the opening of the tube remains a white cover, which after moistening with silver nitrate solution darkens on exposure to vapor of ammonia.

The reaction with antimony trichloride and potassium iodide is carried out as follows: on a watch-glass antimony trichloride is strewn with potassium iodide. In contact with antimony trichloride the crystals of potassium iodide become red in color. On addition of a few drops of concentrated hydrochloric acid a yellow solution is obtained, and on further addition of water a yellow precipitate is formed.

Ammonium molybdate yields with a concentrated solution of potassium bisulfate a white precipitate, and the solution of ammonium vanadate becomes yellow.

For the purpose of reducing of ammonium molybdate and ammonium vanadate (blue color) hypophosphorous acid is also used.

A concentrated solution of sodium sulfite gives with a few drops of ferric chloride a red color. On adding hydrochloric acid the color changes into yellow. Acidulated with hydrochloric acid a concentrated solution of sodium sulfite becomes greenish-yellow or yellow on adding a few drops of potassium iodide solution.