

Prilog identifikaciji nekih reagensa nove državne farmakopeje: II

Vukčević-Kovačević, Vera

Source / Izvornik: **Farmaceutski glasnik, 1950, 6, 137 - 146**

Journal article, Published version

Rad u časopisu, Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:163:636995>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-05-18**



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. II.

(Iz Zavoda za farmaceutsku kemiju Farm. fakulteta Sveučilišta u Zagrebu.)

Pri istraživanjima identitetnih reakcija reagensa nove državne farmakopeje ispitani su među ostalima ovi reagensi: feri-amonijev sulfat, fosfo-molibdenska kiselina*), kalijev feri-cijanid, kalijev fero-cijanid, kalijev dikromat, kalijev kromat, kromni trioksid, kupri-klorid*), kupri-nitrat*), natrijev kobalti-nitrit*), natrijev nitroprusid, cink granulirani.

Dosljedno prijašnjim radovima s tog područja (1) posvećena je i kod ovih reagensa posebna pažnja ispitivanju njihovih termijskih reakcija, a od kemijskih reakcija onima, koje se mogu izvesti s ostalim reagensima nove državne farmakopeje. Reakcije s H_2S i SO_2 izvedene su s kapi otopine na papiru za filtriranje**).

Podaci o termijskim reakcijama navedeni su u tablici I, u koju su uvršteni i podaci iz pristupačne literature o promjenama pri grijanju i podaci o svojstvima ovih reagensa s obzirom na topljivost u vodi i na reakciju vodene otopine. Nadalje su reakcije s $NaOH$, NH_4OH , HCl , H_2S , $AgNO_3$, $BaCl_2$, Pb -acetatom, KI , NH_4CNS opisane u tablici II, a ostale u tekstu.

Dopuna tablice I:

Pri grijanju *fosfo-molibdenske kiseline* dolazi do sublimacije kao i pri grijanju amonijeva molibdenata: Stvaraju se sitni, sjajni kristalići već u prostoru epruvete iznad taline.

Za *natrijev kobalti-nitrit* propisuje danska farmakopeja (4) i reakcije, koje izvodi s ostatkom nakon žarenja. U tu svrhu grije 0,5 g krute supstancije u porculanskom lončiću i navodi, da se pri tom supstanca tali, poprima crnu boju i razvija smeđe pare.

Pokazalo se da grijanjem *granuliranog cinka* u epruveti dolazi do stvaranja ZnO bez pojave plamena. Počne se razvijati žut dim, koji se u epruveti zgusne u bijelu, voluminoznu, pahuljastu masu.

Kod *kalijeva dikromata* zapaženo je — kad se zagrije tek toliko da se rastali i zatim ostavi dok se ne ohladi — da se očvrsnuta talina već lakim udarcem dna epruvete o tvrdu podlogu raspadne u pojedinačne kristaliće.

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

**) Za dokazivanje SO_2 upotrebljena je otopina KIO_3 ili joda, a za dokazivanje kloro i nitroznih plinova otopina cink-jodid-škroba.

(1) Vukčević-Kovačević, Farm. glasnik, 6, 113—121, (1950).

(4) Ph. Dan. (1948) I, 176.

Tablica I

Naziv reagensa	Oblik	Promjene pri grijanju (termijske reakcije)	Podaci iz literature ^{*)}	Otopa se u vodi	Reakcija vodene otopine [pH]
Fosfo-molibdenska kiselina	narandasto-zuti kristali	Tali se, gubi kristalnu vodu ^{*)} , očvršne, tamni, požuti. Žarenjem se opet tali, sublimira u sitnim, sjajnim kristalicima. Iz taline pri ohlađivanju kristaliziraju sjajni, providni kristali. Ostatak nakon žarenja je žut dok je vruć, a kad se ohladi, pobijeli.	Pri 140° nastaje MoO ₃ [2]. Pare MoO ₃ hlađenjem zgusnu u obliku sitnih sjajnih kristalica [3].	lako [lako u etanolu]	kisela
Kromni trioksid	tamno smeđ-crveni kristalići	Potamni [pocrni], tali se. Talina je tamno crvena. Razvija žute i crvene pare, daje crven sublimat. Žarenjem gubi kisik, pocrni, zatim postane tamno zelen.	T = 106°. Talina je skoro crna. Grijanjem pocrni, malo hlapi. iznad 210° gubi kisik, prelazi u crni kromi-kromat [Cr ₂ O ₃ · CrO ₃]. Daje crvene fino igličaste sublimite. Ostatak je crn, nakon žarenja tamno zelen [2 CrO ₃ → Cr ₂ O ₃ + 3 O ₂].	vrlo lako [topljiv i u eteru, CH ₃ COOH]	jako kisela
Natrijev kobalt-nitrit	narandastožut krist, prašak	Pocrveni, potamni, tali se, razvija nitrozne plinove. Ostatak nakon žarenja je crn [vjerovatno Co ₃ O ₄].		vrlo lako [preko u etanolu]	neutralna ili slabo kisela
Kupri-nitrat	modri kristali	Tali se. Talina je zelene boje. Gubi krist. vodu. Talina očvršne. Razvija nitrozne plinove. Ostatak nakon žarenja je crn [CuO].	Pri 100° gubi krist. vodu i NO ₂ , djelimično prelazi u zelenu baz. sol. Pri crvenom žaru: 2 Cu[N(Cu) ₂] → 2 Cu + 4 NO ₂ + O ₂ .	vrlo lako [vrlo lako u etanolu]	kisela
Kupri-klorid	zelenkasto-modri kristalići	Pucketa, guti krist. vodu, modra boja krist. stalića prijede u smeđastu. Tali se, pocrni, žarenjem gubi klor. Ostatak nakon žarenja je crn dok je vruć, kad se ohladi, zatocrvenkast, a djelimično bijel [CuCl].	Preko 100° gubi krist. vodu. Zaostaje žuto-smeđa masa [CuCl ₂ — bezv.]. T = 500° [Carnelley]. Žarenjem se raspada na CuCl i klor. CuCl je bijel prašak.	lako [lako u etanolu]	
Natrijev nitroprusid	tamno crveni kristali	Pucketa [veći kristali], pobijedi, gubi krist. vodu, razvija cijan, potamni, pocrni, postane sivkast. Ostatak nakon žarenja je crn.	Žarenjem postane smeđ odn. crn, gubi cijan [Mayhofer].	lako [lako u etanolu]	

Ferri-amonijev sulfat	bijedoljubičasti kristali	Požuti, tali se, gubi krist. vodu, tekućina je smeđe boje, ocrvnsne u žutu masu, koja blagim grijanjem pobijeli, jakim grijanjem razvija SO ₂ i zaostaje ostatak smeđecrvene boje [djelomice daje bijel sublimat].	Mayrhofer: bijel sublimat, ostatak boje rde. Sublimat je lako topljiv u vodi, ne daje reakcije s H ₂ S, daje reakciju na amonij.	lako	kisela
Kalijev ferri-cijanid	tamno crveni kristali	Pucketa. Postane bijelkast, smeđast. Žarenjem se tali. Ostatak nakon žarenja je smeđ do crni [na rubovima bjelkast].	Mayrhofer: → KCN, Fe[CN] ₅ , Fe[CN] ₃ → Fe[CN] ₂ [žutosmeđe boje], [CN] ₂ , Fe[CN] ₂ → FeC ₂ , N ₂ .	lako	
Kalijev fero-cijanid	žuti kristali (providni)	Gubi krist. vodu. Žarenjem se tali, pocrni. Ostatak nakon žarenja je crn [na rubovima bjelkast].	Mayrhofer: → KCN, Fe[CN] ₂ , Fe[CN] ₂ → FeC ₂ , N ₂ .	lako	
Cink granulirani	sive, sitne granule	Žarenjem razvija žut do bijel dim i prelazi u laganu, voluminoznu, pahuljastu masu, koja je žuta dok je vruća, a kad se ohladi pobijeli [ZnO].	T = 419,5°, vreli. = 930°. Iznad te temperature destilira. Na zraku izgara uz blještavo modrikastobijelo svijetlo na ZnO.	ne otapa se [otapa se u razr. HCl uz razvijanje vodika]	
Kalijev kromat	žuti kristali	Pucketa, pocrveni, hlađenjem opet požuti.	Pri 660° prelazi u crvenu modifikaciju. T = 971°.	lako	
Kalijev dikromat	narandastožuti kristalići	Tali se. Talina je tamno crvene boje, kad se ohladi krist. skrupe. Ako se zagrije samo do taljenja, ostavi da se ohladi i zatim dno epruvete nekoliko puta udari o tvrdi podlogu, ostatak se raspadne u kristalice.	T = 396° Pri bijelom žaru: → K ₂ CrO ₄ , Cr ₂ O ₃ , kisik.	lako	siabo kisela

*) Gmelin: Handb. d. anorg. Ch. [1931] 35. — Hager: Handb. d. pharm. Praxis, I [1925], II [1927]. — Komm. z. DAB VI. [1928] I. — A. Mayrhofer: Mikroch. d. Arzneim. u. Gifte [1923] I. — E. Schmidt: Ausfuhr. Lehrb. d. pharm. Ch. I [1933], II. I [1922]. — F. D. Treadwell: Kurzes Lehrb. d. anal. Ch. I [1932].

** Na stijenkama epruvete kondenziraju se kapljice vode.

(2) F. Elias, disert., Bern (1906) 43—cit. Gmelin: Handb. d. anorg. Ch. (1935) 53, 95.

(3) J. Feiser, Met. Erz. 38, 297 (1931) — cit. Gmelin I. c. 96.

Tablica II*)

Naziv reagensa	otop. NaOH	razr. NH ₄ OH	razr. HCl	H ₂ S — plin	otop. AgNO ₃	otop. BaCl ₂	otop. Pb-acetata	otop. KI	NH ₄ CNS**)
Cink granularni	otop. u razr. HCl: talog bijel talog (NaOH)	otop. u razr. HCl: talog bijel talog (NH ₄ OH)	otapa se uz razvijanje vodika	—	—	—	—	—	—
Ferij-amonijev sulfat	crvenosmed talog, grijanjem: NH ₃	crvenosmed talog	zelenožuta boja	u parama NH ₃ : crvenosmeda mrlja; zatim u H ₂ S: mrlja potcrni	—	bijel talog	bijel talog, tekućina crvena (dodatkom HNO ₃ bezbojna)	smeđa boja; CHCl ₃ : ljubičast	crvena boja; eter: crven
Kupriklorid	modar talog (grijanjem potcrni); otapa se u konc. NaOH: otop. je ljubičastomodre boje	zelen talog, otapa se u NH ₄ OH: otop. je azurno modre boje	zeleno boja	smeđecrna mrlja, u parama amonijaka: boja prijede u modru	bijel talog, otapa se u NH ₄ OH: otop. je azurno modre boje	—	bijel mutež ili talog, tekućina je svijetlo modre boje	smeđa boja, bijel talog CHCl ₃ : ljubičast	tamno zelena boja, uskoro: crn talog, koji posiepeno pobijeli (*kuprirodanid)
Kupri-nitrat	"	"	"	"	—	—	—	"	"
Natrijev kobalt-nitrit	žut talog, uskoro potamni	žut talog, grijanjem se otapa	otapa se, otop. je naranč. zatim žuta, razvija se NO ₂ . Grijanjem otop. pozele, poplavi. H adenjem i razr. s H ₂ O modra boja prijede u crvenoljubičastu.	crna mrlja, brže, ako se mrlja prethodno stavi u pare amonijaka	narančastožut talog	žut talog	žut talog	žut talog; ako se smjesi doda razr. HCl—CHCl ₃ : ljubičast	—
Natrijev nitroprusid	narančastožuta do žuta boja, grijanjem: smeđ talog. Ako se doda razr. HCl, talog se otapa; razvijaju se nitrozni plinovi, otopina pozele, a sa FeSO ₄ poplavi	narančastožuta boja	—	smeđa mrlja, stajanjem, smeđecrna mrlja sa smeđim ribom; u parama NH ₃ : zelena; ako se mrlja prethodno stavi u pare NH ₃ : crvenoljubičasta, zatim modra	bjelkast talog (NH ₄ OH)	—	—	—	—

Fosfo- molib- denska kiselina	bezbojno	bezbojno, + dosta razr. HNO_3 ili HCl ili H_2SO_4 grijanjem: žut talog (NH_4OH)	—	modra mrlja sa sme- dim rubom; otop. + HCl : jednaka reakcija; ako se mrlja pret- hodno stavi u pare NH_3 ; narančastožuta, ovlažena s razr. HCl potamni	žut talog ($\text{HNO}_3, \text{NH}_4\text{OH}$)	—	bijel talog (HNO_3)	zelena zatim modra boja; CHCl_3 : ljubi- čast	žut talog; ako se zatim doda Zn i razr. HCl : postepeno tamno crvena do crvenoljubi- časta boja (za- tim smeđa; eter: tamno crven (pri re- akciji se izlu- čuje i siv talog)
Kalijev dikromat	žuta boja	žuta boja	—	smeđastozelena mrlja; ako se prethodno stavi u pare NH_3 : smeđa, otop. + HCl : modro- zelena mrlja	tamno crven talog ($\text{HNO}_3, \text{NH}_4\text{OH}$)	žut talog (HNO_3)	žut talog (HNO_3)	smeđa boja; CHCl_3 : ljubi- čast	+ razr. HCl : tamno crvena uskoro ljubi- časta boja
Kromni trioksid	—	—	—	—	—	uz CH_3COONa : žut talog (HNO_3)	—	—	—
Kalijev kromat	—	—	narančasta boja	smeđa mrlja, otop. + HCl : modro- zelena mrlja	—	žut talog (HNO_3)	—	—	—
Kalijev feri-cijanid	—	—	grijanjem: HCN	—	smeđecrven talog (NH_4OH)	—	—	—	—
Kalijev fero-cijanid	—	—	—	—	bijel talog, stajanjem potamni	—	bijel talog (HNO_3)	—	—

*) U tablici navedene reakcije izvođe se s vodenim otopinama ukoliko nije istaknuto, da se izvođe s otopinom u razr. HCl ili uz dodatak razr. HCl , a reakcije na natrijev kobalt-nitrit — izuzev one s H_2S — izvođe se dodatkom otop. reagensa krutoj aupsanciji. — Ako se pri reakciji nastali talog otapa u kiselini ili u lužini ili u amonijaku, navedene su odnosne kiseline, lužina i amonijak u zagradi.

**) Reakcije s NH_4CNS izvođene su dodatkom krutog NH_4CNS ispitivanoj otopini.

Dopuna tablice II:

ad NaOH: Pri grijanju *natrijeva nitroprusida* s otop. NaOH nastaje Fe(OH)_3 , natrijev ferocijanid, NaNO_2 (5). Doda li se smjesi zatim razr. HCl, talog se otapa i intermedijarno nastaje dušičnata kiselina. Zbog toga dolazi do oksidacije ferocijanida, pa se dodatkom kristalića fero-sulfata smjesa oboji modro i izlučuje se tamno modar talog.

ad HCl: Pri grijanju otopine *kalijeva feri- i fero-cijanida* zakiseljene s HCl, nastali HCN dokazivali smo tako da smo kap 0,1n-NaOH na papiru za filtriranje stavili na grlo epruvete i papir prekrili stakalcem od sata. Pri tom se HCN prevede u NaCN. Na bezbojnu mrlju stavi se zatim kap otop. FeSO_4 , kap otop. FeCl_3 i kap razr. HCl: mrlja se oboji modro.

ad H_2S : Reakciju *natrijeva nitroprusida* sa sulfidima u lužnatoj otopini (6) izvodi Feigl (7) s kapi lužnate otopine sulfida kojoj dodaje kap otop. natrijeva nitroprusida. Navodi da se reakcija može izvesti i spomoću papira za filtriranje impregnirana amonijačnom (5%) otopinom natrijeva nitroprusida. U nazočnosti natrijeva sulfida nastaje spoj bruto formule $\text{Na}_4[\text{Fe(CN)}_5\text{NOS}]$.

Mi smo ovu reakciju izvodili tako da smo kap vodene otopine natrijeva nitroprusida na papiru za filtriranje stavili najprije u pare amonijaka, a zatim je izložili djelovanju H_2S .

ad Pb-acetat: Ispitivanjem otopine *feri-amonijske sulfata* s otop. Pb-acetata dobivena je dvostruka reakcija: bijel talog (PbSO_4) i crvena boja (triferiheksacetato-kompleks).

ad KI: Pri reakciji vodene otopine *feri-amonijske sulfata, kupri-klorida, kupri-nitrata, fosfo-molibdenske kiseline, kalijske dikromata, kalijske kromata i kromnog trioksida* s otop. KI kao i pri reakciji *natrijske kobalt-nitrite* s otop. KI uz dodatak razr. HCl, izlučeni jod otopi se u dodanom CHCl_3 (1). Nakon mućkanja s CHCl_3 kod fosfo-molibdenske kiseline vodeni je sloj modar.

ad NH_4CNS : Pri ispitivanju vodene otopine *fosfo-molibdenske kiseline* s NH_4CNS dobivali smo žut talog. Na ovu reakciju pokušali smo nadovezati reakciju, koja je opisana za molibdenate (8, 9): Ako se otopini molibdenata doda KCNS, HCl i malo cinka, nastaje intenzivna crvena boja $\text{K}_3[\text{Mo(CNS)}_6]$; ako se smjesa promućka s eterom, oboji se sloj etera crveno.

Pokazalo se da i fosfo-molibdenska kiselina daje jednaku reakciju boje, ali se nakon mućkanja s eterom u eterom sloju zapaža i siv talog.

Pri ispitivanju *kalijske dikromata, kalijske kromata i kromnog trioksida* s NH_4CNS ustanovili smo da se dobiva reakcija boje (tamno crvena, uskoro modro-ljubičasta boja), ako se smjesi doda razr. HCl. Pri tom vjerojatno dolazi do redukcije Cr(VI), na Cr(III). Istraživanja ove reakcije se nastavljaju.

(5) E. Schmidt: Pharm. Ch. II. 1 (1922) 872.

(6) H. Král, Z. anal. Ch. 36, 696 (1897) — cit. F. Feigl: Qualit. Anal. m. H. v. Tüpfelr. (1938) 314.

(7) F. Feigl: Qual. Anal. m. H. v. Tüpfelr. (1938) 314.

(8) C. D. Braun, Z. anal. Ch. 2, 36 (1836) — cit. F. Feigl 199.

(9) F. C. Krauskopf i C. E. Swarte, C I, 1346(1927).

Feri-amonijev sulfat [Ferri et Ammonii sulfas — $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$]

Vodena otopina oboji se s otop. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ tamno modro i izlučuje se tamno modar talog.

Fosfo-molibdenska kiselina (Acidum phosphomolybdaenicum — P_2O_5 , 24MoO_3 , aq.)

Vodena otopina daje s vrlo razr. amonijakom talog lako topljiv u višku amonijaka.

Ispitivanja su pokazala da vod. otopina daje s konc. otop. KHSO_4 žut talog topljiv u HNO_3 , nadalje da se s otop. tanina oboji tamno zeleno. Vod. otopina daje s otop. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ tamno crvenosmeđ talog; ako se smjesi zatim doda razr. HCl , boja taloga postane svjetlija; talog se otapa u amonijaku i dobiva se otopina modre boje.

S reducensima daje molibdensko modriilo. Reakciju sa $\text{Sn}(\text{II})$ -solima izvodi Feigl(10) spomoću papira za filtriranje impregnirana amonijevim fosfo-molibdenatom (papir za filtriranje prokvašen otopinom fosfo-molibdenske kiseline izloži se parama amonijaka i zatim osuši), na koji stavi kap ispitivane otopine.

Pri izvođenju ove reakcije u epruveti dodali smo otopini fosfo-molibdenske kiseline najprije razr. amonijaka, a zatim 1%-tne otopine SnCl_2 u razr. HCl : Otopina se oboji tamno modro. Ako se prethodno ne doda amonijaka, dobiva se tamno zelenomodra boja.

Kao reducens upotrebili smo i hipofosforastu kiselinu; grijanjem se otopina oboji zeleno zatim modro.

Ako se vod. otopini doda cinka, oboji se zeleno, a zelena boja prijede u tamno modru, kad se smjesi doda razr. HCl .

Jednaka reakcija nastaje i dodatkom SbCl_3 . Feigl(11) izvodi ovu reakciju u svrhu dokazivanja $\text{Sb}(\text{III})$ -oli tako, da na papir za filtriranje impregniran fosfo-molibdenskom kiselinom stavi kap otopine $\text{Sb}(\text{III})$ -oli u HCl i grije spomoću vodenih para. Nakon nekoliko minuta mrlja se oboji modro.

Ako se u vod. otopini otopi nekoliko kristalića FeSO_4 , oboji se tamno zelenomodro, dodatkom razr. HCl tamno modro.

Ako se kap vod. otopine na papiru za filtriranje izloži djelovanju SO_2 , a zatim stavi u pare amonijaka, mrlja se oboji modro.

Kalijev ferri-cijanid [Kalii ferricyanidum — $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$].

Vod. otopina oboji se dodatkom FeSO_4 tamno modro i izlučuje se tamno modar talog dok se s otop. FeCl_3 oboji tamno smeđe; s otop. CuSO_4 daje prljavo smeđ talog.

Reakciju na kalij-ion izvodili smo s otop. vinske kiseline: Promućka li se 1—2 ccm konc. vodene otopine s nekoliko kapi otop. vinske kiseline, postepeno se izlučuje bijel, kristal. talog.

Ako se u 0,5—1 ccm otop. cink-jodid-škroba doda kap vod. otopine, izlučuje se talog i smjesa se oboji modro. Ovu reakciju primjenjuje Feigl (12) za dokazivanje ZnCl_2 u drvu, kad je njime impregnirano. Izvodi je spomoću reagensa koji se sastoji od jednakih dijelova 1% otopine

(10) F. Feigl i F. Neuber, Z. anal. Ch. 62, 382 (1932).

(11) 10, 1. c. 381.

(12) 7, 1. c. 470.

$K_3Fe(CN)_6$, 1% otop. KI i 5% otop. škroba. Nastaje cink-feri-cijanid, koji reagira s KI pri čem se izlučuje jod i u nazočnosti škroba smjesa se oboji modro.

Ako se vod. otopina oprezno podlije s konc. H_2SO_4 , javlja se na dodiru obiju tekućina mutna smeđa zona. Uskoro se i cijeli vod. sloj zamuti i oboji smeđe. Promiješa li se smjesa i razrijedi vodom, prijede smeđa boja u modru.

Grijanjem s konc. H_2SO_4 razara se i pri tom se razvija $CO(13)$. Da bismo nastali CO dokazali spomoću plamena, reakciju smo izvodili ovako: Kruta supstancija prelije se s malo konc. H_2SO_4 i grije. Pri tom smjesa pobijeli i počnu se razvijati mjehurići CO . Kad se otvor epruvete primakne plamenu, CO se zapali i gori plavkastim plamenom.

Kalijev fero-cijanid [Kalii ferrocyanidum — $K_4Fe(CN)_6$].

Vod. otopina oboji se s otop. $FeCl_3$ tamno modro i izlučuje se tamno modar talog; s otop. $CuSO_4$ daje tamno crven talog.

Reakciju na kalij-ion izvodili smo kao kod $K_3Fe(CN)_6$.

Ako se vod. otopina oprezno podlije s konc. H_2SO_4 , javlja se na dodiru obiju tekućina mutna bijela zona. Uskoro se i cijeli vod. sloj zamuti. Pomiješa li se smjesa i razrijedi vodom, mutež se otopi.

Grijanjem s konc. H_2SO_4 raspada se i pri tom se razvija $CO(13)$ kao i kod $K_3Fe(CN)_6$.

Kalijev dikromat (Kalii dichromas — $K_2Cr_2O_7$), Kalijev kromat (Kalii chromas — K_2CrO_4), Kromni trioksid (Chromi trioxydum — CrO_3).

Kap vod. otopine na papiru za filtriranje izložena djelovanju SO_2 oboji se zelenkastomodro.

Ako se u 1—2 ccm vod. otopine doda razr. H_2SO_4 i nekoliko kapi etanola pa grije, otopina se oboji zeleno i razvija se miris po CH_3CHO .

Grijanjem krutog $K_2Cr_2O_7$ (K_2CrO_4) s malo konc. H_2SO_4 smjesa se oboji smedastozeleno i oslobađa se kisik (CrO_3 daje odviše burnu reakciju, pa ju je opasno izvoditi!).

Kupri-klorid (Cupri chloridum — $CuCl_2 \cdot 2 H_2O$), Kupri-nitrat [Cupri nitras — $Cu(NO_3)_2$].

Vod. otopina daje s otop. $K_4Fe(CN)_6$ crvenosmed talog.

Ako se konc. vod. otopini kupri-klorida doda 1%-tne otopine $SnCl_2$ u razr. HCl , zelena se boja gubi i izlučuje se bijel talog ($CuCl$).

Kristalići kupri-klorida prelivevi s konc. H_2SO_4 oboje se smeđe. Ako se pak krut kupri-nitrat grije s konc. H_2SO_4 , boja se gubi i izlučuje se bijel talog; kad se smjesa zatim oprezno razrijedi vodom, talog se otapa i daje otopinu modre boje.

Natrijev kobalti-nitrit (Natrii cobalti-nitris — $Na_2[Co(NO_2)_2]$).

Taljenjem s KOH dobiva se smjesa modre boje.

S konc. HCl oboji se zeleno, razvija se NO_2 i nastaje otopina modre boje. U konc. HNO_3 otapa se, razvija se NO_2 , otopina je crvenosmeda boje. U konc. H_2SO_4 otapa se, otopina je intenzivno ružičastoljubičaste boje; pomiješa li se zatim s malo vode, razvija se NO_2 .

Otopina u HCl oboji plamen dugotrajno svijetlo žuto.

Natrijev nitroprusid [Natrii nitroprussidum — $\text{NaFe}(\text{NO})(\text{CN})_5 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$].

Iz vod. otopine izlučuje se stajanjem modar talog. Vod. otopina daje s otop. CuSO_4 svijetlo zelen talog.

Reakciju s otopinom sulfita odn. SO_2 (14), izvodi Feigl (15) tako da najprije pomiješa kap otop. ZnSO_4 , kap otop. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ i kap otop. natrijeva nitroprusida. Pri tom nastaje bijel talog $\text{Zn}_2\text{Fe}(\text{CN})_6$. Ako se ovoj smjesi zatim doda kap neutralne otopine sulfita, dobiva se crven talog (granična koncentracija 1:16.000). Ovako se naime reakcija znatno pojačava, budući da se inače i s konc. otopinama sulfita dobiva samo slaba crvena boja.

Mi smo ovu reakciju izvodili s kapi vod. otopine na papiru za filtriranje. Pokazalo se da reakcija sa SO_2 najbolje uspijeva ako se kap vodene otopine na papiru za filtriranje najprije stavi u pare amonijaka, a tek zatim izloži djelovanju SO_2 . Pri tom se mrlja oboji crveno. Pri ispitivanju ove reakcije ustanovili smo nadalje da se crvena boja mrlje daljnjim djelovanjem SO_2 gubi. No izvan SO_2 postepeno se opet javlja boja, a ako se zatim ponovo stavi u pare amonijaka, mrlja se oboji tamno crveno. Ispitivanja ove reakcije se nastavljaju.

Zaključak

Ispitane su identitetne reakcije za ove reagensne nove državne farmakopeje: feri-amonijev sulfat, fosfo-molibdensku kiselinu, kalijev ferocijanid, kalijev fero-cijanid, kalijev dikromat, kalijev kromat, kromni trioksid, kupri-klorid, kupri-nitrat, natrijev kobalti-nitrit, natrijev nitroprusid, cink granulirani.

Posebna pažnja posvećena je ispitivanju njihovih termijskih reakcija (tablica I) i onih kemijskih reakcija koje se mogu izvesti s ostalim reagensima nove državne farmakopeje (tablica II i tekst).

Predložene su neke nove reakcije kao i nove modifikacije za neke reakcije opisane u literaturi.

Contribution to the identification of some reagents (II)

by V. Vukčević-Kovačević

Summary

The reactions for identification of following reagents of the new Pharmacopoea have been examined: Chromium trioxide, Cupric chloride, Cupric nitrate, Ferric ammonium sulfate, Phosphomolybdic acid, Potassium chromate, Potassium dichromate, Potassium ferriocyanide, Potassium ferrocyanide, Sodium cobaltinitrite, Sodium nitroprusside, Zinc granular.

The termic reactions carried out in a testing tube as previously described (Farm. glas., 6, 113—121, 1950) are described in table I.

By heating granular zinc in a testing tube yellow fumes evolve, which cooled give a white voluminous flocky mass (ZnO).

Potassium dichromate if heated only to the temperature of its melting point, gives when cold a mass which falls to single crystals by taping the bottom of the testing tube upon a hard surface.

(14) C. Bödecker, A. 117, 193 (1861) — cit. F. Feigl 318.

(15) 7, l. c. 318.

The reactions described for sodium cobaltinitrite (table II) are carried out on adding the solutions of reagents to the solid sodium cobaltinitrite.

Phosphomolybdic acid yields with a conc. solution of potassium bisulfate a yellow precipitate. — A drop of an aqueous solution of phosphomolybdic acid on a piece of filter paper becomes blue when exposed first to sulfur dioxide and then to the vapor of ammonia. — For the purpose of reducing phosphomolybdic acid (blue color) hypophosphorous acid was also used. — Phosphomolybdic acid yields with ammonium thiocyanate a yellow precipitate; on addition of diluted hydrochloric acid and granular zinc the mixture soon becomes dark red in color; upon shaking with 2–3 ml of ether the red color passes into the ethereal layer which contains also an undissolved greyish product.

Solutions of potassium dichromate, potassium chromate and chromium trioxide yield with ammonium thiocyanate on addition of diluted hydrochloric acid a violet-blue color.

When to an aqueous solution of potassium ferrieyanide sulfuric acid is cautiously added to form a lower layer, a brown turbid zone is produced at the junction of the two liquids, and soon the aqueous layer also becomes turbid and brown. Upon agitation and diluting with water the brown color turns into blue. Potassium ferrocyanide gives a white turbid zone; on diluting with water, the white product dissolves.

A drop of an aqueous solution of sodium nitroprusside on a piece of filter paper, when exposed to the vapor of ammonia and then to sulfur dioxide, becomes first red in color and then colorless again. Out of the vapor of sulfur dioxide it again gradually becomes red, exposed to the vapor of ammonia, dark red in color.

A drop of an aqueous solution of sodium nitroprusside on a piece of filter paper, when exposed first to the vapor of ammonia and then to hydrogen sulfide, becomes red-violet in color which soon turns into blue.

(From the Institute for Pharmaceutical chemistry at the Faculty of Pharmacy,
University in Zagreb, Croatia.)

M. Ternbah:

Biljni hormoni

(Predavanje održano na 14. farm. kolokviju u Zagrebu, 5. V. 1950.)

(Iz Zavoda za organsku kemiju Farm. fakulteta u Zagrebu; predstojnik prof.
dr. ing. E. Cerkovnikov.)

Hormonima se općenito nazivaju tvari, koje su svim nižim i višim biljnim i životinjskim organizmima prijeko potrebne za tok njihovog normalnog metabolizma. Njih proizvodi sam organizam u određenim organima i oni imaju sposobnost da u najminimalnijim količinama razvijaju specifično biološko djelovanje i to na dijelovima u organizmu koji su udaljeni od mjesta nastanka hormona. Na osnovu minimalnih koncentracija u kojima djeluju u živom organizmu, pripisuje im se katalitičko djelovanje, te se smatraju organskim katalizatorima životnih procesa, a hormonalno djelovanje se smatra kao endogeni, kemijski, regulacioni sistem, koji nalazi analogiju samo u nervnoj regulaciji mijena tvari.

Da bi se neki spoj smatrao hormonom, on treba da ispunjava uglavnom četiri uvjeta: 1. sposobnost da izaziva određeno farmakološko djelovanje, kojim utječe na