

O dokazivanju metanola

Vukčević-Kovačević, V.; Živković, H.

Source / Izvornik: **Farmaceutski glasnik, 1952, 8, 43 - 49**

Journal article, Published version

Rad u časopisu, Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:163:770950>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-05-17**



Repository / Repozitorij:

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



Farmaceutski glasnik

Glasilò Farmaceutskog društva Hrvatske

GOD. VIII.

ZAGREB, FEBRUAR 1952.

BR. 2

NAUČNO-PRAKTIČNI DIO

V. Vukčević-Kovačević i H. Živković:

O dokazivanju metanola

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

(Primljeno 7. II. 1952.)

Prilikom istraživanja identitetnih reakcija reagensa predloženih za novu državnu farmakopeju, ispitivane su i reakcije navedene u literaturi za dokazivanje metanola, pa se za neke od njih predlažu nove modifikacije.

Od novijih farmakopeja metanol propisuju kao reagens danska (Ph. Dan. IX, 1948, II.), engleska (BP VII, 1948), francuska (Cod. Gall. VII, 1949), američka (USP XIV, 1950), a uvršten je i u dodatak njemačkoj farmakopeji (Erg. z. DAB VI, 1948) i u British Pharmaceutical Codex 1949.

U ovim farmakopejama metanol ponekad služi kao zamjena za etanol, na pr. pri izradi otopina za određivanje specifične skretnje i za izvođenje identitetnih reakcija preparata; nadalje za ispitivanje topljivosti preparata, a u francuskoj i u dodatku engleskoj farmakopeji (BP VII, Add. 1951) služi pri postupku mikroodređivanja vode metodom K. Fischera. U francuskoj farmakopeji potreban je i za izradu 5% otopine kalijeva hidroksida i 0,1 n-KOH. Spomoću 0,1 n-KOH u metanolu propisuje ova farmakopeja određivanje preparata Phenobarbitalum, a 5% otopinu kalijeva hidroksida u metanolu propisuje kao reagens pri izvedbi Vitalijeve reakcije na atropin i homatropin.

U svrhu identifikacije metanola farmakopeje uglavnom propisuju određivanje specifične težine i vrelišta odn. temperature destilacije.

1. U prvom redu podvrgli smo ispitivanju reakciju, koju je predložio Sabalitschka (1).

Ova se osniva na svojstvu metanola da u izvjesnoj mjeri otapa kristalni baskarni sulfat. Na temelju te reakcije može se metanol dokazati u smjesi s etanolom u količini od najmanje 20% metanola.

Postupak: U 2 ccm apsolutnog etanola doda se 0,1 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ u prašku, smjesa mućka 10 min., filtrira, filtrat razrijedi sa 5 ccm vode i doda 3 ccm 10% amonijaka: modra boja upućuje na nazočnost metanola.

Pri izvedbi reakcije treba paziti da se ne mučka duže, jer se inače izlučuje bakarni sulfat kao bijel, kristalan talog, stoga što su otopine sulfata u metanolu odn. etanolu nestabilne (2). Male količine vode ubrzavaju kristalizaciju, a autor nalazi, da je otapanje bakarnog sulfata otežano još i uz 2,5% vode.

Naša su ispitivanja pokazala, da se na osnovu stvaranja kompleksnih kupri-amin-sulfata dobiva vrlo izrazita reakcija taloga, koja može uspješno poslužiti za dokazivanje metanola. Ako se oko 2 ccm metanola mučka s približno 0,1 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 5–7 min., metanol oprezno odlije od neotopljenog bakarnog sulfata i tekućini doda 1–2 kapi 10% amonijaka, izluči se ljubičast talog. Ovaj se u višku amonijaka otapa modrom bojom. Doda li se smjesi zatim metanola, izlučuju se tamno ljubičasti do modroljubičasti kristali.

Produkt ljubičaste boje može se prirediti i tako, da se 2–3 ccm etanola pomiješa s nekoliko kapi otopine bakarnog sulfata i smjesi doda 1–2 kapi 10% amonijaka. Daljnjim dodavanjem kap po kap amonijaka, produkt se otapa modrom bojom, a iz otopine se uskoro izluči modroljubičast, kristalan talog.

2. Preispitali smo nadalje postupak oksidacije metanola na formaldehid uz bakar kao katalizator.



Sl. 1.

Pri postupcima, koji se primjenjuju za identifikaciju metanola, uzima se bakarna mrežica ili spirala (3, 4, 5). Karakterističan, bodljiv miris formaldehida, koji se pri reakciji razvija, upućuje na nazočnost metanola.

O pouzdanosti takvog načina dokazivanja metanola mišljenja autora se ne podudaraju. Scheunemann (6) na pr. upozorava, da se zbog neispravnog izvođenja reakcije može dobiti negativan rezultat, kad se ispitivanje vrši na pr. tankom bakarnom žicom mjesto bakarnom mrežicom i sl. Prema tome je, kako autor ističe, ova metoda pouzdana samo u rukama iskusna kemičara.

Bruchhausen (7) naprotiv preporučava upravo ovu metodu, ali ujedno navodi da je pri izvedbi reakcije važno dvoje. Površina katalizatora t. j. bakarne spirale mora biti dovoljno velika, a sama spirala mora biti zagrijana toliko, da metanol, u dodiru s katalizatorom hlapi.

Prema Hageru (8) uzima se bakarna žica ili bakarni oksid, koji se užari i stavi u metanol. Pritom se CuO reducira na Cu i razvija se miris na formaldehid.

U dodatku njemačkoj farmakopeji propisuje se, da se komadić CuO velik kao zrno leće užari i stavi u epruvetu, u kojoj se nalazi nekoliko kapi metanola. Pritom se razvijaju pare formaldehida, a istodobno se površina CuO reducira na metalni bakar.

Naša ispitivanja imala su ustanoviti uvjete, uz koje bi ova reakcija bila što pouzdanija. Vršili smo je s nekoliko kapi metanola na stakalcu od sata odn. u porculanskoj zdjelici spomoću zagrijane bakarne žice promjera oko 2 mm.

Uz te uvjete reakcija je bila negativna. No u toku ispitivanja pokazalo se, da se dobiva vrlo intenzivna reakcija, kad se izvodi s bakarnom žicom, kojoj je donji kraj savijen u horizontalan kolut, nutarnjeg promjera oko 10 mm, t. j. kad žica ima oblik miješalice (sl. 1.).

Kad se užareni kolut stavi u tekućinu, uskoro se razvija formaldehid u količini dovoljnoj da na oči natjera suze.

Prema tome nije potrebno, da se reakcija izvodi bakarnom spiralom ili mrežicom, a oblik miješalice čini rukovanje žicom spretnijim.

Izvođeci reakciju uz iste uvjete s etanolom dobivali smo miris na acetaldehid.

3. Oksidaciju metanola izvodili smo i s kalijevim dikromatom u nazočnosti sumporne kiseline, a reakciju smo vršili uporedo i s etanolom, propanolom, izoamilnim alkoholom.

Pokazalo se, da reakcija najbolje uspijeva, kad se izvodi tako, da se vreloj smjesi od 3—4 ccm 5%-otop. kalijeva dikromata i približno 1 ccm konc. sumporne kiseline doda 2—3 kapi odnosnog alkohola. Na taj se način postizava brža oksidacija i time jasnija reakcija.

Dodatkom alkohola prijeđe narančasta boja reagensa u zelenu i uz te uvjete nastaje u nazočnosti:

metanola — *ugljični dioksid*, koji se dokaže tako, da se na komadić papira za filtriranje stavi kap n-NaOH i na nju kap otop. fenolftaleina, papir stavi na otvor epruvete i prekrije stakalcem od sata. Pritom mrlja crvene boje na papiru za filtriranje uskoro postane bezbojna (9).

etanola — miris na ester octene kiseline i na acetaldehid.

izopropanola — *aceton*, koji se dokaže tako, da se na otvor epruvete položi komadić papira za filtriranje, na koji je stavljena kap n-NaOH, a na ovu kap 2,5% otop. natrijeva nitroprusida i papir prekrije stakalcem od sata. Pritom žućkasta boja mrlje na papiru za filtriranje uskoro prijeđe u žuto crvenkastu. Kad se zatim na mrlju stavi kap razr. octene kiseline, boja se mijenja u svijetlo ljubičastu (9).

izoamilnog alkohola — isprva se razvija miris na ester izovalerijanske kiseline, a stajanjem miris na samu *valerijansku kiselinu*.

4. Nadalje smo ispitivali reakcije boja, koje teku u dvije faze, od kojih prva sastoji u oksidaciji metanola uz oksidans na formaldehid, a druga u prevođenju nastalog formaldehida u obojeni produkt metodom kondenzacije.

Te su reakcije često vrlo osjetljive, pa dolaze u obzir pri dokazivanju tragova metanola na pr. u etanolu, alkoholnim pićima i t. d.

Za izvođenje prve faze reakcije predlažu kao oksidans najčešće kalijev permanganat. Prema Scheunemannu (6) prvi su upotrebu kalijeva permanganata pri ovoj reakciji predložili Sangle-Ferrière i Cuniasse (10).

Reakcijska smjesa, nakon provedene oksidacije, ne daje miris na formaldehid, jer se on intermedijarno kondenzira s metanolom u metilal, zbog čega reakcija nije kvantitativna. Veća količina metanola se oksidira, ako se oksidacija provodi uz dodatak etanola. Ovaj se teže oksidira od metanola, pa dolazi do kondenzacije formaldehida u formolacetal. Kako Bruchhausen (7) ističe, metanol se može, zbog razlike u brzini oksidacije, dokazati u 10% etanolu, ako se u njemu nalazi još i u količini od 0,5%.

Za izvođenje druge faze reakcije t. j. za dobivanje obojenog produkta formaldehida, predlažu u literaturi različite reagentse, najčešće fenolnog karaktera.

Ova reakcija, u različitim modifikacijama, uvrštena je u farmakopeje uglavnom za dokazivanje tragova metanola u etanolu. U engleskoj farmakopeji ispituje se na taj način i Spir. methyl. industr. kao i stupanj čistoće etera, a u francuskoj dihidrostreptomycin sulfat.

Danska farmakopeja, koja je metanol uvrstila u materiju mediku, propisuje jednu modifikaciju te reakcije — uz određivanje specifične težine i vrelišta — u svrhu potvrde njegova identiteta.

U farmakopejama propisuje se oksidacija s kalijevim permanganatom uz sumpurnu (Ph. Jug. 1933, Ph. Dan. IX, 1948, II, Ph. Helv. V, 1933, DAB VI, 1926), ili tosfornu kiselinu (BP VII, 1948, USP XIV, 1950, Cod. Gall. VII, 1949), Nakon provedene oksidacije otopina se odboji oksalnom kiselinom (Ph. Helv. V, 1933, BP VII, 1948), amonijevim oksalatom (Ph. Dan. IX, 1948, II), natrijevim bisulfitom (Cod. Gall. VII, 1949, USP XIV, 1950) ili grijanjem (DAB VI, 1926) odn. stajanjem (Ph. Jug. 1933), Napokon, pripremanje obojenog produkta izvodi se spomoću gvajakola (DAB VI, 1926) postupkom od Pfyla, Reifa i Hannera (11) ili kalijeva sulfogvajakolata (Ph. Jug. 1933) kako to predlaže Matthes (12), spomoću hromotropne kiseline (Cod. Gall. VII, 1949, USP XIV, 1950) postupkom od Eegriwe-a (13) ili fuksin-sumporaste kiseline (Ph. Dan. IX, 1948, II, BP VII, 1948, Ph. Helv. V, 1933) prema Denigèsu (14).

U komentaru švajcarskoj farmakopeji (15) navedeno je tumačenje Denigèsa s obzirom na mogućnost dokazivanja formaldehida uz acetaldehid spomoću fuksin-sumporaste kiseline. S ovim reagensom aldehidi općenito daju crvenoljubičaste reakcijske produkte, no nazočnost sumporne kiseline uvjetuje, da je reakcija formaldehida intenzivnija, dok onu acetaldehida koči.

Pri našim ispitivanjima provodili smo oksidaciju metanola s kalijevim permanganatom, a drugu fazu reakcije spomoću morfina, kako su to predložili Fendler i Mannich (16) i spomoću kalijeva sulfogvajakolata, t. j. Matthesovom (12) modifikacijom postupka od Pfyla, Reifa i Hannera (11).

U svrhu identifikacije metanola nastojali smo reakciju provesti sa što manjom količinom metanola. Uz taj uvjet reakcija dobro uspijeva kad se izvodi ovako:

1—2 kapi metanola u maloj epruveti pomiješa se sa 1 kapi konc. sumporne kiseline i 1 kapi 0,1 n-KMnO₄, pa smjesa ostavi da stoji oko 1 min. odn. dok se ljubičasta boja ne promijeni u crvenu. Zatim se doda kristalić amonijeva oksalata i miješa, dok se ne otopi i tekućina ne postane bezbojna. Nakon toga se u smjesi otopi nekoliko kristalića morfinova hidroklorida odnosno kalijeva sulfogvajakolata i oprezno podlije sa 0,5—1 ccm konc. sumporne kiseline.

Pritom se na dodirnoj plohi obiju tekućina uskoro javlja obojena zona i to:

ružičastocrvena — smjesa s morfinom

ružičastoljubičasta — smjesa s kalijevim sulfogvajakolatom.

Boje stajanjem postanu intenzivnije. Kad se zatim nakon približno 5 min. smjesa pomiješa, oboji se cijela tekućina:

crvenoljubičasto — smjesa s morfinom

modroljubičasto — smjesa s kalijevim sulfogvajakolatom.

5. Ispitivanju smo podvrgli i reakciju metanola s vanilinom uz konc. sumpornu kiselinu, koju predlaže Brown (17) za razlikovanje metanola od etanola, izopropanola, izoamilnog alkohola.

Brown izvodi reakciju sa 10 ccm odnosnog alkohola, u kojem otopi 0,1 g vanilina, pa smjesu oprezno podlije sa 1 ccm konc. sumporne kiseline. U toku od nekoliko minuta javlja se na dodirnoj plohi obiju tekućina obojena zona, pa se prema boji zone i boji sloja alkohola može ustanoviti, o kojem se alkoholu radi:

zona	sloj alkohola
metanol — blijedo zelena	blijedo zelen
etanol — limunski žuta	bezbojan
izopropanol — crvenkasta	modar
izoamilni alkohol — crvenkasta	modar

Kad se smjesa, koja sadržava izopropanol ili izoamilni alkohol, oprezno razrijedi sa 10 ccm vode i promućka:

izopropanol — tekućina je blijedo modra

izoamilni alkohol — sloj alkohola je zelen, a sloj sumporne kiseline je bezbojan.

Pri izvođenju te reakcije dobivali smo nešto drukčije promjene boja nego što ih je autor naveo, a i te promjene nisu se, uz uglavnom jednake uvjete postupka, uvijek podudarale. Daljnim ispitivanjima ustanovili smo da se mijenjanjem uvjeta s obzirom na količinu vanilina, vrijeme stajanja i dr. može s bilo kojim od navedenih alkohola dobiti modra ili ljubičasta ili crvena boja. Ispitivanja ove reakcije se nastavljaju.

6. Za identifikaciju metanola može se uz ostale izvesti i reakcija mirisa prevođenjem metanola u ester salicilne kiseline.

Lako izvediva i karakteristična je i reakcija, koja se izvodi s natrijevim tetraboratom. Kad se malo natrijeva tetraborata prelije metanolom i bez dodatka sumporne kiseline smjesa zagrije i zapali, gori zeleno obrubljenim plamenom (razlika od etanola). Ovu reakciju navodi i Mayrhofer (18).

Mi smo reakciju s natrijevim tetraboratom izvodili tako, da smo smjesu reagensa i metanola zagrijali i tekućinom ovlažili vršak (oko 1 cm dužine) komadića papira za filtriranje savijena u štapić dužine 6—8 cm. Kad se ovlaženi vršak štapića primakne plamenu, tekućina kojom je ovlažen odn. njene pare zapale se i gore zeleno obrubljenim plamenom.

Od ispitivanih reakcija navedenih u literaturi i predloženih modifikacija bile bi za brzo i jednostavno dokazivanje metanola prikladne ove:

reakcija mirisa — oksidacija na formaldehid spomoću bakarne žice oblika miješalice,

reakcija obojenog taloga — otapanjem $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ u metanolu i taloženjem ljubičastog produkta spomoću amonijaka,

reakcija boje plamena — spomoću natrijeva tetraborata.

Zaključak

U vezi s izradom nove državne farmakopeje ispitivane su identitetne reakcije metanola navedene u literaturi i za neke od njih predlažu se modifikacije.

1. Za reakciju od Sabalitschke, koja se osniva na svojstvu metanola da otapa kristalni bakarni sulfat, a ovaj se u otopini dokaže spomoću amonijaka (modra boja), predlaže se ova modifikacija:

U 1—2 ccm otopine kristalnog bakarnog sulfata u metanolu doda se 1—2 kapi 10% amonijaka. Pritom se izluči talog ljubičaste boje.

2. Reakcija oksidacije metanola na formaldehid uz bakar kao katalizator dobro uspijeva, kad se izvodi tako da se u 2—3 kapi metanola na stakalcu od sata ili u porc. zdjelici stavi zagrijana bakarna žica oblika miješalice (sl. 1.).

3. Za izvođenje oksidacije metanola kalijevim dikromatom predlaže se ovaj postupak:

Vreloj smjesi od 3—4 ccm 5% otop. kalijeva dikromata i približno 1 ccm konc. sumporne kiseline doda se 2—3 kapi metanola.

Pritom narančasta boja reagensa prijeđe u zelenu i razvija se *ugljični dioksid*. Ovaj se dokaže reakcijom kapi na papiru za filtriranje.

Isti postupak predlaže se i za dokazivanje etanola, izopropanola, izoamilnog alkohola. Pri reakciji se razvija miris na ester octene kiseline i na acetaldehid (etanol) ili miris na ester izovalerijanske kiseline, a stajanjem na samu *valerijansku kiselinu* (izoamilni alkohol) ili se stvara *acetone* (izopropanol), koji se dokaže također reakcijom kapi na papiru za filtriranje.

4. Preispitana je metoda od Fendlera i Mannicha kao i metoda od Matthesa i postupak za izvođenje reakcije je modificiran.

5. Metodom od Browna, koji predlaže reakciju boje spomoću vanilina i sumporne kiseline, nismo mogli postići jedinstvene rezultate.

On the identification of methanol

by V. Vukčević-Kovačević and H. Živković

Summary

The reactions for identification of methanol have been examined.

1. A modification of the reaction of Sabalitschka is proposed as follows:

To about 1 ccm of a solution of cupric sulfate in methanol 1—2 drops of 10% ammonia are added: immediately a violet precipitate is formed.

The solution of cupric sulfate in methanol is prepared on shaking a mixture of about 0,1 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in 2 ccm of methanol during 5—7 min. The liquid is then cautiously decanted from the undissolved cupric sulfate.

2. For the purpose of identification, the oxidation of methanol to formaldehyde by means of the catalytic action of copper is proposed to be carried out as follows:

In 2—3 drops of methanol on a watch-glass or in a porcelain dish a warmed copper wire, at its end circular in form (fig. 1) is plunged. Soon an intense odor of formaldehyde develops.

3. The reaction by means of potassium dichromate is proposed to be carried out as follows: to the boiling mixture of 3—4 ccm of a 5% solution of potassium dichromate and about 1 ccm of conc. sulfuric acid 2—3 ccm of methanol are added. The color of the reagent changes into green and carbonyl dioxide develops.

(Carbonyl dioxide is identified by means of a mixture of a sol. of sodium hydroxide and phenolphthalein on a piece of filter paper. On a drop of n-NaOH on the paper one drop of a solution of phenolphthalein is dropped. Thereupon the paper is exposed to carbonyl dioxide on the opening of the testing tube in which the reaction is performed. The red color of the reagent gradually disappears.)

The same procedure is proposed for identification of ethanol, isopropanol and isomyl alcohol. By these reactions the odour of acetic ester and acetaldehyde (ethanol), the odour of isovalerianic ester and soon that of isovalerianic acid (isomyl alcohol) or acetone (isopropanol) results. Acetone is identified by means of sodium nitroprusside as follows: A drop of n-NaOH and of a solution of sodium nitroprusside on a piece of filter-paper is exposed on the opening of the testing tube in which the reaction is performed. The yellow spot soon becomes reddish in color, which changes into violet when moistened with diluted acetic acid.

4. The reaction based on the method of Fendler and Mannich and that of Matthes is proposed to be carried out as follows:

To 1—2 drops of methanol a drop of conc. sulfuric acid and a drop of 0,1 n- KMnO_4 is added and the mixture is allowed to stand for about 1 min. For the purpose of discoloring, a small crystal of ammonium oxalate is added. The color reaction is then carried out by dissolving a small quantity of morphine hydrochloride and potassium sulfoguaiacolate respectively, and thereupon by cautious addition of 0,5—1 ccm of conc. sulfuric acid to the mixture. Soon a pink-red (morph.

hydrochl.) and a pink-violet (potass. sulfoguaiac.) zone respectively develops. On standing the colors become more intense. When, after about 5 min. the mixture is thoroughly mixed, the whole liquid becomes red-violet (morph. hydrochl.) and blue-violet (potass. sulfoguaiac.) respectively in color.

5. The reaction by means of vanilline and conc. sulfuric acid proposed by Brown for distinction of methanol, ethanol, isopropanol, isoamylid alcohol is found not to give reproducible results.

(From the Institute for Pharmaceutical Chemistry
at the Faculty of Pharmacy, Zagreb).

Literatura — References

- (1) T. Sabalitschka, B. d. d. pharm. Ges. 29, 214 (1919). — (2) L. Bruyn, Z. physik. Ch. 10, 782 (1892). — (3) BPC, 1949, 65. — (4) Mulliken i Scuder, Amer. Chem. J. 21, 266 (1899) — cit. B. Scheunemann, Pharmazie 4, 514 (1949). — (5) B. Tollens, B. 19, 2133 (1866). — (6) B. Scheunemann, Pharmazie 4, 517 (1949). — (7) Bruchhausen, Pharmazie, 4, 517 (1949). — (8) Hager's Handb. d. pharm. Praxis II, 1927, 172. — (9) V. Vukčević-Kovačević, Farm. Glas. 6, 171 (1950). — (10) Sangle-Ferrière i Cuniasse, Ann. chim. anal. appl. 8, 82 — cit. C 1903 I, 898. — (11) Pfyl, Reif i Hanner, Z. Unters. Nahrungs- u. Genussmitt. 42, 218 (1921) — cit. C 1922 II, 584. — (12) Matthes, Pharm. Ztg. 71, 1508 (1926) — cit. H. Auterhoff, Pharm. Zhalle 89, 293 (1950). — (13) E. Eegriwe, Mikrochim. Acta 2, 329 (1937). — (14) G. Denigès, C. r. d. l'Acad. d. sciences 150, 832 — cit. C 1910 I, 1992. — (15) Komm. z. Ph. Helv. V, 1947. 778. — (16) G. Fendler i C. Mannich, Arb. a. d. Pharm. Inst. d. Univers. Berlin 3, 251 (1906) — cit. C 1906 II, 821. — (17) L. M. Brown, Pharm. J. 133, 560 — cit. C. 1935 I, 758. — (18) A. Mayrhofer, Mikrochem. d. Arzneimitt. u. Gifte II, 1928, 78.

Ratko Košak:

Rhizoma Filicis maris iz Bosne (Kemijsko i biološko istraživanje)

(Nastavak 1.)

EKSPERIMENTALNI DIO

I. Kemijska istraživanja

1. Sabiranje paprati

D. F. mas je bran u VI. mjesecu 1949. u blizini Sarajeva na Trebeviću, na Crepoljskom i na Igman planini.

D. austr. spinulosa brana je u VI. mjesecu 1949. na izvoru rijeke Bosne podno Igman planine. Nadalje kod Korana između obronaka Romanije i Jahorine planine, na trulim panjevima uz šumski potocić, koji je stvarao močvarni teren.

P. lobatum je bran u VI. mjesecu 1949. na Trebeviću i na Crepoljskom kod Sarajeva.

A. F. femina je brana u VI. mjesecu 1949. na Trebeviću, na Crepoljskom i kod Korana blizu Sarajeva.

2. Sušenje droge

Pošto je droga oprana destiliranom vodom, sušena je na suhom, zračnom mjestu (povremeno uz ventilator) na sobnoj temperaturi do konstantne težine.