

O dokazivanju metanola (II)

Vukčević-Kovačević, Vera

Source / Izvornik: **Farmaceutski glasnik, 1952, 8, 297 - 299**

Journal article, Published version

Rad u časopisu, Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:163:980790>

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](#)



V. Vukčević-Kovačević i H. Živković

O dokazivanju metanola (II)

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

(Primljeno 20. VIII. 1952.)

U nastavku ispitivanja reakcija metanola, podvrgli smo onu, koja je predložena za razlikovanje metanola, etanola, propanola i amilnog alkohola (1) daljnjem ispitivanju sa svrhom, da bismo našli uvjete, uz koje bi ta reakcija mogla poslužiti za pouzdanu identifikaciju samog metanola.

Iz tog razloga ispitivali smo uvjete, uz koje se pri reakciji razvija toliko formaldehida, da se mirisom može nedvoumno utvrditi njegova nazočnost.

Oksidaciju metanola izvodili smo sa svježije pripremljenim smjesama od 5% vodene otopine kalijeva dikromata i 96% sumporne kiseline u različitim volumnim omjerima. Tog reagensa uzimali smo od 2 ccm (1 : 1) do 10 ccm (9 : 1), a metanola 1—10 kapi, t. j. od približno 0,02 ccm do približno 0,20 ccm metanola.

Budući da je i temperatura smjese također od važnosti za reakciju, vršili smo ispitivanje i u tom smjeru:

1. Kako se miješanjem otopine kalijeva dikromata i konc. sumporne kiseline smjesa zagrije, to smo smjese različitih koncentracija kalijeva dikromata i konc. sumporne kiseline najprije prethodno ohladili, pa zatim dodali metanola, te smjesu zagrijali na 50°, pa 60° i t. d. do 100° i svaki put ispitali je na miris.

2. Ohlađeni reagens smo najprije zagrijali na određenu temperaturu (od 50°—100°) i tek onda dodali metanola.

3. Metanol smo dodali u još vruć, svježije pripremljeni reagens.

4. Reagens smo zagrijali do vrenja i dodali metanola.

Uz navedene uvjete s obzirom na temperaturu bila je reakcija mirisa na formaldehid uglavnom negativna. Tek kad smo smjesu nakon dodatka metanola prokuhali, javljao se, više ili manje izrazito, miris formaldehida sa ili bez primjese event. drugih mirisa (metanol, ester i dr.).

Količina metanola — iako u manjoj mjeri — također ima utjecaja na čistoću mirisa. No ako se smjesa, koja sadržava više kapi metanola, kratko vrijeme kuha, dobiva se, uz izvjesne uvjete, vrlo izrazit miris na formaldehid.

Rezultati naših ispitivanja, dobiveni izvođenjem reakcije sa do 6 kapi metanola (približno 0,12 ccm) i najviše 7 ccm reagensa (6 : 1), uvršteni su u tablicu uz naznaku volumnih omjera otopine kalijeva dikromata, konc. sumporne kiseline i metanola.

(1) V. Vukčević-Kovačević i H. Živković, Farm. Glas. 8, 43 (1952).

Tablica

Reagens: 5% otop. $K_2Cr_2O_7$: 96% H_2SO_4 cm/cm	Količina metanola:					
	1 kap	2 kapi	3 kapi	4 kapi	5 kapi	6 kapi
pošto se smjesa prokuha osjeća se miris na formaldehid:						
1 + 1	jedva zamjetljiv	dosta jak	dosta jak	dosta jak, kuhanjem vrlo jak*	vrlo jak*	dosta jak
2 + 1	—	slab	dosta jak*	vrlo jak*	vrlo jak*	dosta jak, kuhanjem jak
3 + 1	—	jedva zamjetljiv	slab, kuhanjem dosta jak*	vrlo jak*	jak, kuhanjem vrlo jak*	jak, kuhanjem vrlo jak*
4 + 1	—	—	slab	dosta jak, kuhanjem jak*	dosta jak, kuhanjem jak*	dosta jak, kuhanjem jak*
5 + 1	—	—	—	slab, kuhanjem dosta jak*	slab, kuhanjem dosta jak*	dosta jak, kuhanjem jak*
6 + 1	—	—	—	slab	slab, kuhanjem dosta jak*	dosta jak, kuhanjem jak*

* bez primjese drugih mirisa.

Dodavanje više od 6 kapi metanola u vruć reagens otežano je zbog razmjerno niskog vrelišta metanola. Izvođenjem pak reakcije sa smjesama, koje su sadržavale više od 6 volumnih dijelova otop. kalijeva dikromata na 1 dio konc. sumporne kiseline kao reagensom, nismo dobivali rezultate, koji bi mogli zadovoljiti.

Iz podataka navedenih u tablici vidi se, da se vrlo jak miris na formaldehid, uglavnom bez primjese drugih mirisa, dobiva tek sa nešto većom količinom metanola. Nadalje, da reakcija najbolje uspijeva, kad se kao reagens upotrebi smjesa, koja sadržava najviše 3 volumna dijela 5% otopine kalijeva dikromata pomiješanih sa jednim volumnim dijelom 96% sumporne kiseline.

Čini se dakle, da je najpovoljnije izvoditi reakciju sa 4—5 kapi metanola, upotrebivši kao reagens smjesu od 2—3 ccm otopine kalijeva dikromata i 1 ccm sumporne kiseline.

Na temelju provedenih ispitivanja predlaže se ovaj postupak: 2—3 ccm 5% otopine kalijeva dikromata oprezno se pomiješa sa 1 ccm konc. sumporne kiseline, vrućoj smjesi doda 4—5 kapi metanola i prokuha, pa odmah nakon grijanja ustanovi miris.

Zaključak

Za dokazivanje metanola predlaže se izvedba reakcije mirisa na formaldehid, pomoću kalijeva dikromata i konc. sumporne kiseline: 2—3 ccm 5% otopine kalijeva dikromata oprezno se pomiješa sa 1 ccm konc. sumporne kiseline, vrućoj smjesi doda 4—5 kapi metanola i prokuha. Miris se ustanovi neposredno nakon grijanja.

On the identification of methanol (II).

By V. Vukčević-Kovačević and H. Živković

Summary

For the purpose of identification of methanol the following performance of the oxidation by means of potassium dichromate and conc. sulfuric acid is proposed: 2—3 ccm of a 5% solution of potassium dichromate is cautiously mixed with 1 ccm of conc. sulfuric acid and thereupon to the yet hot mixture 4—5 drops (cca 0,08—0,1 ccm) of methanol are added. On boiling the mixture for a short time, formaldehyde is formed to such an extent, that it is recognisable by its characteristic odour.

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

ISPRAVAK

U radnji pod (1) str. 45. redak 12. i str. 48. redak 1, mjesto »ugljični dioksid, koji se dokaže« čitaj »vjerojatno mravlja kiselina i ugljični dioksid, koji se dokažu«; str. 48. redak 31, mjesto »boiling« čitaj »hot«; redak 32. mjesto »2—3 ccm« čitaj »2—3 drops«; redak 33. i 34. mjesto »carbone dioxide develops (Carbone d'oxide is identified)« čitaj »probably formic acid and carbone dioxide develop. (Formic acid and carbone dioxide can be detected)«.