

спирт этиловый

Spiritus aethylicus

C_2H_5OH

Описание

Прозрачная, бесцветная, подвижная, летучая жидкость с характерным спиртовым запахом и жгучим вкусом. Спирт этиловый смешивается во всех отношениях с водой, эфиром, хлороформом, ацетоном, глицерином. Кипит при 78 °С. Легко воспламеняется, горит синеватым слабосветящимся бездымным пламенем.

Подлинность

Для испытания подлинности спирта этилового используют следующие реакции:

1. Иодоформная проба:

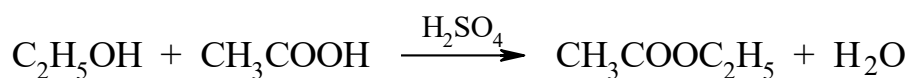
При обработке спирта этилового раствором иода в щелочной среде образуется иодоформ, который плохо растворим в воде и выпадает в виде блестящих жёлтых пластинчатых кристаллов, имеющих характерный “больничный” запах:



Методика: 0,5 мл препарата смешивают с 5 мл раствора едкого натра, прибавляют 2 мл 0,1 мл раствора йода; появляется запах йодоформа и постепенно образуется жёлтый осадок йодоформа.

2. Реакция этерификации:

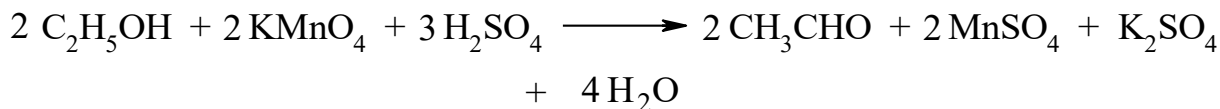
При обработке смеси этилового спирта и ледяной уксусной кислоты в присутствии концентрированной серной кислоты образуется уксусноэтиловый эфир (этилацетат), обладающий своеобразным фруктовым запахом:



Методика: 2 мл препарата смешивают с 0,5 мл ледяной уксусной кислоты и 1 мл концентрированной серной кислоты и нагревают до кипения; обнаруживается характерный запах этилацетата.

3. Реакция окисления:

При обработке этилового спирта перманганатом калия в присутствии концентрированной серной кислоты образуется ацетальдегид (уксусный альдегид) с характерным запахом свежих яблок:



Методика: 0,5 мл препарата смешивают с 2 мл раствора калия перманганата калия, прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты и перемешивают – образуется специфический фруктовый запах.

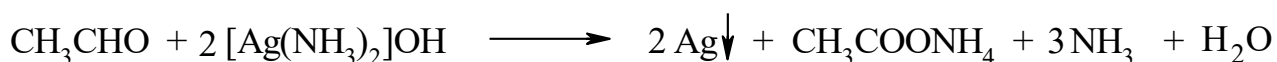
Испытания на чистоту

Спирт этиловый может содержать примеси различных веществ, образовавшихся в процессе производства или хранения. Поэтому спирт этиловый подвергают на содержание примесей:

- восстанавливающих веществ (ацетальдегид);
- органических оснований;
- метилового спирта;
- фурфурола – продукт разложения целлюлозы;
- сивушные масла, дубильные и другие экстрактивные вещества;
- кислотность – наличие уксусной кислоты.

1. Обнаружение ацетальдегида реакция серебряного зеркала

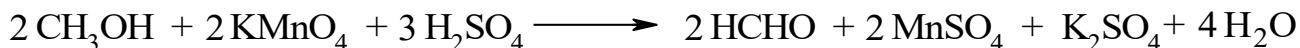
При действии аммиачного раствора серебра на этиловый спирт, содержащий альдегиды, серебро восстанавливается до свободного состояния в виде чёрного аморфного осадка или в виде тонкой плёнки на стенках пробирки – “эффект зеркала”:



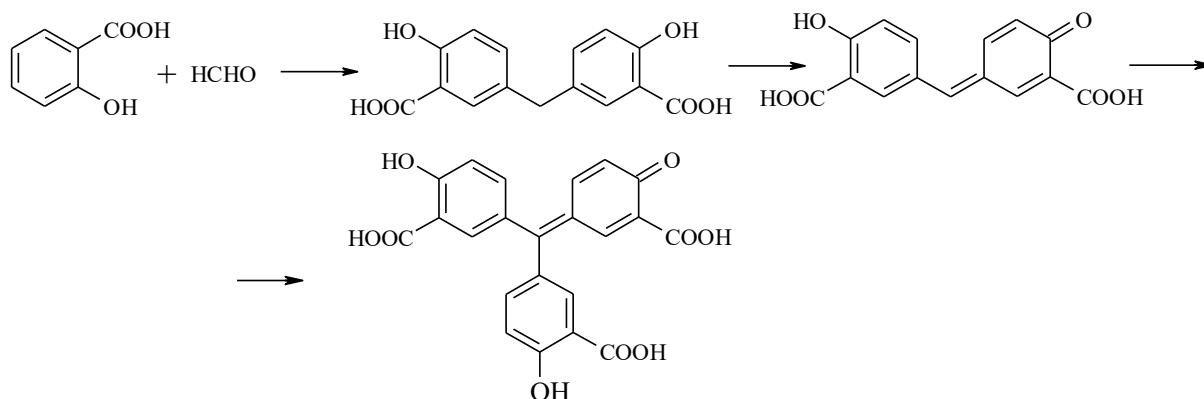
Методика: К 10 мл препарата, 10 мл воды и 1 мл раствора нитрата серебра прибавляют по каплям раствор аммиака до исчезновения образующегося вначале осадка. Смесь должна оставаться бесцветной и прозрачной при стоянии в тёмном месте в течении 12 часов.

2. Обнаружение метилового спирта

Примесь метанола можно обнаружить, используя реакцию окисления перманганатом калия в кислой среде:



Образующийся формальдегид может вступать в реакцию конденсации с салициловой или хромотроповой кислотой с образованием продукта хиноидной структуры красно-фиолетового цвета:



Методика: К 0,5 мл спирта прибавляют 4,5 мл воды, 2 мл перманганата калия и 2 мл концентрированной серной кислоты, встряхивают и через 5 минут добавляют насыщенный раствор бисульфита натрия до обесцвечивания раствора и затем добавляют 0,5 г салициловой кислоты и медленно ещё 2 мл концентрированной серной кислоты (порциями) и перемешивают. Не должно появиться фиолетово-красного окрашивания.

3. Обнаружение дубильных и других экстрактивных веществ

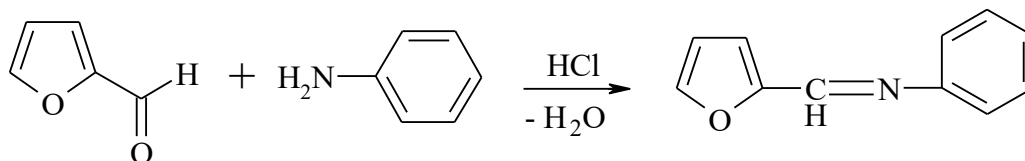
Методика: К 4 мл препарата добавляют 1 мл раствора аммиака. Полученный раствор должен быть бесцветным и прозрачным.

4. Обнаружение сивушных масел

Методика: Полоску фильтровальной бумаги смачивают, состоящей из 0,1 мл препарата 0,1 мл воды и 0,2 мл глицерина. После испарения жидкости не должен ощущаться посторонний запах.

5. Обнаружение фурфурола

При разложении целлюлозы (синтез спирта) может образоваться фурфурол – ароматический альдегид. Его обнаруживают по цветной реакции с анилином в присутствии концентрированной соляной кислоты. При конденсации фурфурола и анилина образуется основание Шиффа розового цвета:

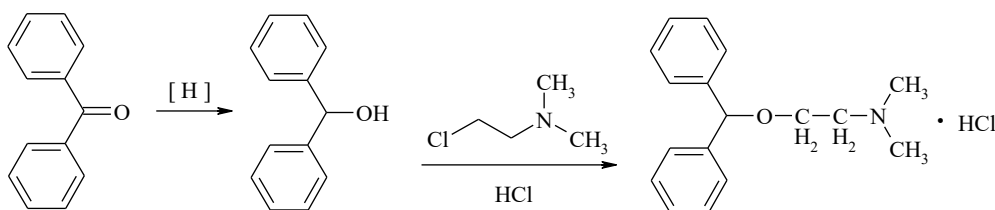


Методика: В цилиндр с притёртой пробкой вносят свежеперегнанного анилина, 3 капли концентрированной соляной кислоты и 9 мл испытуемого этанола. В течении 10 мин жидкость должна оставаться бесцветной.

ДИМЕДРОЛ

Получение димедрола

Исходным для синтеза димедрола был взят дифенилкетон, который окислили до дифенилкарбинола (бензгидрола). Затем полученный спирт конденсировали с диметиламинохлорэтиленом-2. Основание димедрола обрабатывали хлористоводородной кислотой с образованием препарата димедрола:



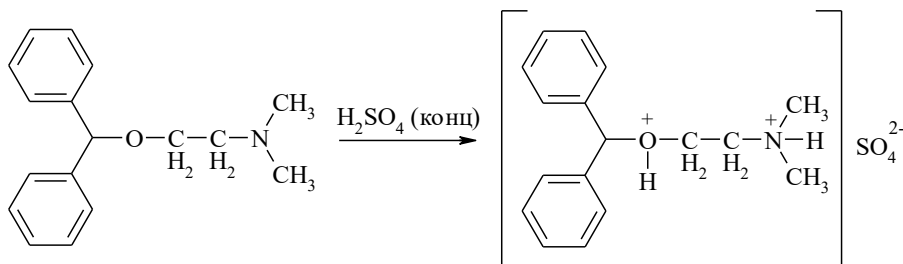
Идентификация димедрола

1. *Спектрофотометрическое определение:*

УФ – спектр 0,05% водного раствора димедрола в этаноле имеет максимумы поглощения при 252, 257 и 263 нм.

2. *Образование оксониевых солей.*

При обработке раствора препарата концентрированной серной кислотой, образуется оксониевая соль, окраска которой из ярко-жёлтой постепенно переходит в кирпично-красную:



При добавлении воды, окраска исчезает.

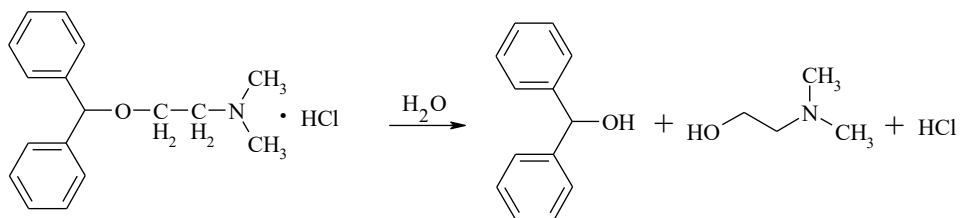
При добавлении смеси концентрированной серной и азотной кислот появляется красное окрашивание, которое при добавлении воды переходит в коричневое, жёлтое, а затем в коричневое. При последующем взбалтывании с хлороформом, его слой окрашивается в фиолетовый цвет.

3. *Взаимодействие с общеалкалоидными реактивами:*

При действии реактива Фреде димедрол дает жёлтое окрашивание, переходящее при нагревании в красное; а с реактивом Марки – оранжевое, переходящее при нагревании в красное, а затем в оранжевое

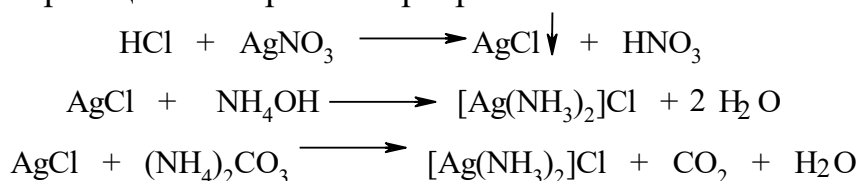
4. Гидролиз препарата:

При кипячении препарата с разведённой соляной кислотой происходит гидролиз с образованием бензги-дрола, температура которого составляет 62 – 67 °С:



5. Обнаружение хлорид-иона.

Наличие хлорид-иона в димедроле после гидролиза определяют по реакции с нитратом серебра:

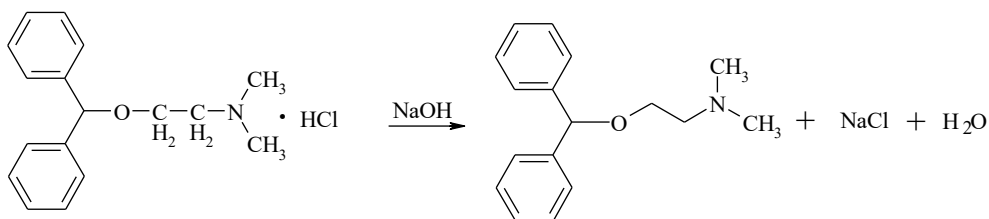


Образующийся при этом осадок хлорида серебра растворяется в растворе аммиака и карбонате аммония, но не растворим в азотной кислоте:

Количественное определение димедрола.

1. Метод нейтрализации (алкалиметрическое титрование).

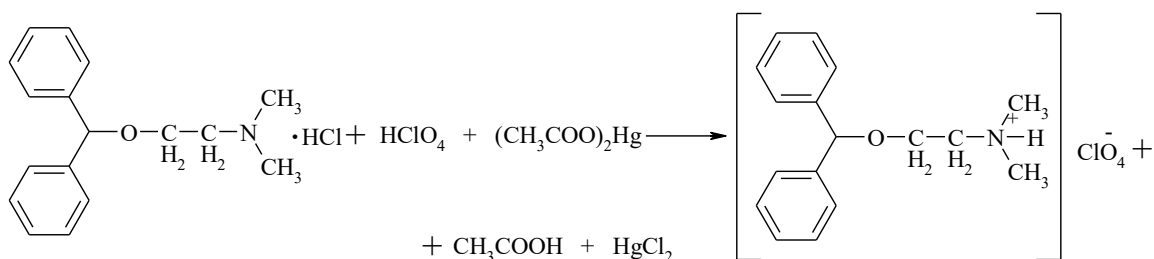
Препарат растворяют в воде. Раствор титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты до розового окрашивания (индикатор метил-оранж):



Для того, чтобы осадок основания не мешал определению, в раствор добавляют диэтиловый эфир.

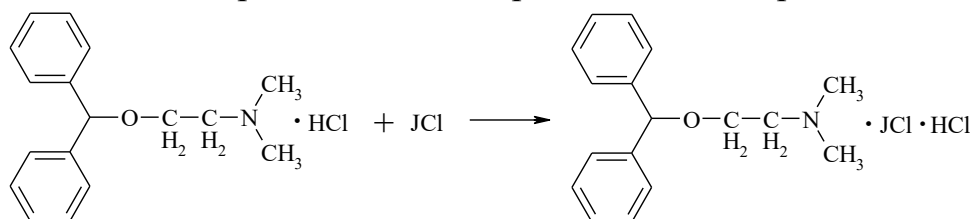
2. Неводное титрование.

Титруют димедрол в среде уксусного ангидрида раствором 0,1 М хлорной кислоты (индикатор кристаллический фиолетовый). Титрование проводят в присутствии ацетата ртути, подавляющего диссоциацию галогенид-иона:



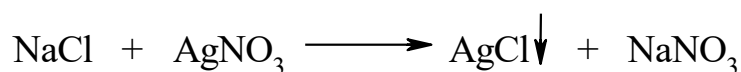
3. Иодхлорметрическое определение.

Иодхлорметрическое определение основывается на образовании комплекса с монохлоридом иода, которое основано на реакции:



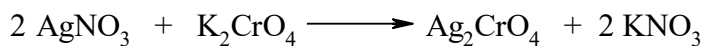
4. Осадительное титрование. Аргентометрия.

Аргентометрическое определение димедрола основано на определении хлорид-иона:



а) метод Мора:

Это прямое титрование. Точку эквивалентности определяют индикатором хроматом калия:



Образующийся хромат серебра окрашен в яркий оранжево-красный цвет.

б) Метод Фольгарда:

Это обратное титрование. Избыток рабочего раствора нитрата серебра оттитровывается рабочим раствором роданида аммония в присутствии индикатора – железоаммонийных квасцов. В точке эквивалентности раствор окрашивается в кроваво-красный цвет:

