

Jednostavna sprava za sublimaciju

Vukčević-Kovačević, Vera

Source / Izvornik: **Farmaceutski glasnik, 1954, 10, 467 - 471**

Journal article, Published version

Rad u časopisu, Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:163:213368>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-04-28**



Repository / Repozitorij:

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



Molimo naše pretplatnike, da shvate potrebu ovog povišenja pretplate, koje su uzrokovalе sadašnje prilike, i da redovitim plaćanjem omoguće i dalje nesmetano izlaženje svog »Farmaceutskog Glasnika«.

Uprava
»Farmaceutskog Glasnika«

NAUČNO-PRAKTIČNI DIO

V. Vukčević-Kovačević:

Jednostavna sprava za sublimaciju

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

Za orijentacijsko ispitivanje identiteta farmaceutskih preparata od osobite su važnosti termijske reakcije(1). Pri izvođenju termijskih reakcija u epruveti grije se nekoliko kristalića ili po potrebi 0,01—0,03 g supstancije najprije blago, zatim jače i konačno žari.

Pri ispitivanju supstancija, koje sublimiraju, grijanjem se na hladnijim dijelovima epruvete stvara sublimat u obliku kristala, koji većinom posve prijanjaju uz stijenku epruvete.

U nastojanju, da postignemo što potpunije oblikovan sublimat, koji bi se mogao i lako skidati i prenositi, ispitali smo uvjete, uz koje bi to bilo moguće.

Za sublimaciju, mikro-sublimaciju i sublimaciju u vakuumu predlažu se različiti ponekad komplicirano građeni aparati(2,3,4,5,6,7).

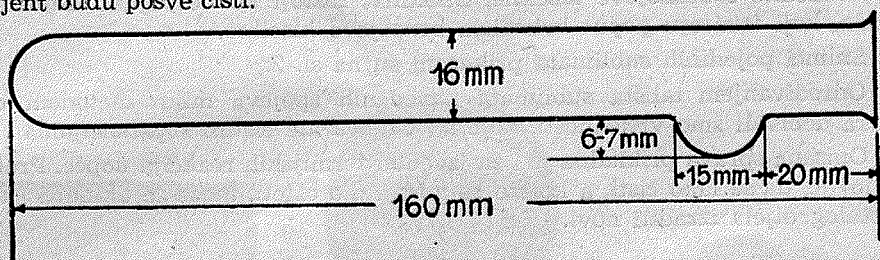
Pri našim se ispitivanjima pokazalo, da se dobro oblikovan sublimat dobiva, kad se supstancija grije oko 2 cm udaljeno od otvora epruvete, držane u horizontalnom položaju pomoću drvene hvataljke, kojom se obuhvata grlo epruvete. Malim plamenom najprije se zagriju stijenke iznad i oko supstancije. Zatim se mjesto, na kojem se nalazi supstancija, oprezno grije dok ne počne razvijanje bijelog dima. Grijanje se tada prekine i oprezno opet nastavlja, kad razvijanje dima jenjava. Da bismo spriječili izlazak para, stavili smo na otvor epruvete malo stakalce od sata. Otvor epruvete se lakim pomakom stakalca od sata povremeno oslobodi, što uvjetuje pojačani rast kristala sublimata.

Uz opisane uvjete izvedbe postizava se povoljan razmak između površine, na kojoj se očekuje izgradnja sublimata i površine supstancije, nad kojom se uz određenu temperaturu postizava optimalna napetost para. Najbolje oblikovan sublimat stvara se na stijenki epruvete iznad supstancije.

Kako je površina, na kojoj se izgrađuju kristali sublimata u izvjesnoj mjeri također zagrijana, najčešće se postizava rast kristala sa stijenke prema unutrašnjosti epruvete. Kako pak do procesa sublimacije dolazi u blizini otvora epruvete, dobiveni sublimat se lako skida i prenosi.

No pri grijanju supstancije u epruveti u horizontalnom položaju, lako dolazi do pomicanja taline duž stijenke epruvete, ako se pri sublimaciji dostigne temperatura taljenja dotične supstancije. Da bi se taj nedostatak uklonio, izrađena je na mjestu, gdje se stavlja supstancija, mala izbočina oblika polukugle, promjera oko 15 mm (Slika 1).

Ta jednostavna modifikacija pokazala se vrlo prikladnom. U izbočinu (recipijent) stavlja se toliko supstancije, da joj površina ne nadvisuje okolnu stijenku epruvete. Pritom treba paziti, da dio stijenke, na kojem se očekuje izgradnja sublimata, kao i otvor epruvete nakon unosa supstancije u recipijent budu posve čisti.



Sl. 1.

Tok sublimacije može se pratiti prostim okom, a regulira se primicanjem i odmicanjem plamena.

Stavljanjem daljnjih količina supstancije u recipijent, sublimacija se može nastavljati.

Ova jednostavno konstruirana sprava za sublimaciju izrađena je iz epruvete 16×160 mm od neutralnog stakla. Ostali pribor sastoji od plamenika, hvataljke, malog stakalca od sata, staklene lopatice i staka za stavljanje epruveta u horizontalan položaj, radi očuvanja dobivenih kristala sublimata. Stalak se može izraditi od staklenih štapova.

Opisanim postupkom mogli smo pripremiti dobro oblikovane sublimat kofeina, salicilne kiseline, benzojeve kiseline i naftalena i to u količini dovoljnoj za određivanje tališta i za izvedbu kemijskih reakcija. Ujedno, prilikom sublimacije mogli smo zorno promatrati donekle različito vladanje tih spojeva.

Kofein. — Već prije taljenja dolazi do razvijanja bijelog dima, što se znatno pojača pri temperaturi tališta. Pritom se zapaža strujanje sitnih kristalića sublimata u zračnom prostoru epruvete. Na stijenki iznad supstancije postepeno se stvaraju rahle, voluminozne nakupine providnih, igličastih kristalića, koje su jednim dijelom učvršćene uz stijenku i rastu u zračni prostor. S obje strane recipijenta, sublimat se također skuplja i to u lagane, rahle, bijele nakupine sitnih kristala. Nagomilavanje sublimata na pojedinim mjestima stijenke iznad i oko supstancije ubrzava se uklanjanjem sublimata s drugih dijelova stijenke opreznim grijanjem i zatim postepenim ohlađivanjem zraka u epruveti, što se postizava uklanjanjem plamena i povremenim pomicanjem stakalca od sata s otvora epruvete.

Salicilna kiselina. — Blizu tališta dolazi do intenzivnog razvijanja bijelog dima. Ako se zatim plamen odmakne, zapaža se strujanje sitnih, svjetlucavih kristalića sublimata u zračnom prostoru epruvete i postepeno počnu na stijenki epruvete iznad supstancije rasti bezbojni, providni, tanki, pojedinačni kristali. Oni su jednim svojim krajem učvršćeni uz stijenku, a drugim rastu u zračni prostor prema površini supstancije. Reguliranjem grijanja i ohlađivanjem, kristali postaju sve brojniji i dulji tako, da iznad supstancije konačno tvore gustu nakupinu pojedinačnih kristala dugih i preko 10 mm.

Benzojeva kiselina. — Vlada se poput salicilne kiseline. Kristali sublimata su pločasti ili igličasti. Kristalići iriziraju, pa im plohe izgledaju crvene, zelene, ljubičaste ili modre.

Naftalen. — Razvijanje para nije tako uočljivo kao pri grijanju kofeina, salicilne i benzojeve kiseline. Sublimat sastoji od bezbojnih listićavih kristala, koji iriziraju poput kristalića benzojeve kiseline.

Snimci pojedinih sublimata prikazani su na sl. 2.

Određivanjem tališta sublimata navedenih spojeva mikro-metodom od Koflera dobivali smo vrijednosti, koje su odgovarale čistim supstancijama.

Opisana sprava prikladna je i za izvedbu termijskih reakcija uopće. Prednost joj je, da se lako čisti, a koliko se gornji dio ošteti, može se ukloniti i od preostalog dijela izraditi novi.

Zaključak

Za sublimaciju i izvođenje termijskih reakcija predlaže se jednostavna sprava. Ona se može izraditi od epruvete veličine cca 16×160 mm od neutralnog stakla (sl. 1.).

Postupak. — U izbočinu (recipijent) sprave stavi se toliko supstance, da joj površina ne nadvisuje okolnu stijenk u epruvete. Sprava se drži u horizontalnom položaju pomoću drvene hvataljke. Zatim se otvor zatvori malim stakalcem od sata i recipijent oprezno grije malim plamenom, dok ne započne razvijanje bijelog dima.

Stvaranje i rast kristala sublimata regulira se primicanjem i odmicanjem plamena i povremenim oslobađanjem otvora sprave lakim pomakom stakalca od sata.

Opisanim postupkom pripremljeni su dobro oblikovani sublimati kofeina, salicilne kiseline, benzojeve kiseline i naftalena (sl. 2.).

A simple sublimation device

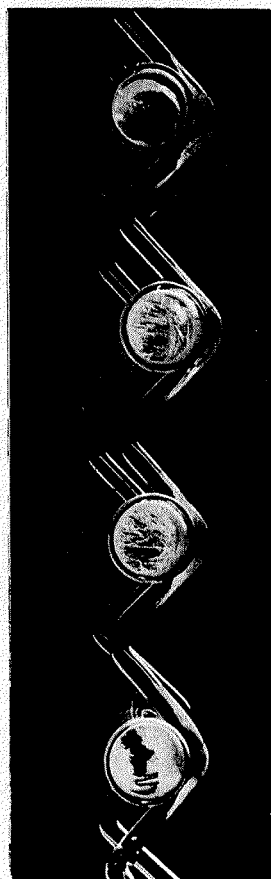
By V. Vukčević-Kovačević

Summary

A simple sublimation device is suggested, by which well formed crystals of sublimates are obtainable, which are easily to collect without need of scraping. It consists of a testing tube 16/160 mm of neutral glass, the wall of which is about 2 cm from the opening blown out in a semiglobular recipient, about 15 mm in diameter (Fig. 1).

The sublimation is carried out as follows: The apparatus is held horizontal by means of a holder. The substance is placed in the recipient in a quantity, that its surface does not overpass the surrounding walls. Thereupon, the opening of the apparatus is closed with a small watch-glass and the recipient is warmed by means of a small flame until white vapours begin to develop. The heating is then interrupted, and when the development of vapour ceases, it is cautiously continued. The sublimate forms on the wall above the surface of the substance and on the area surrounding the recipient. By a slight shift of the watch-glass, the opening of the apparatus is from time to time partly set free, what causes promotion of the growth of the crystals.

By this outmost simple procedure sublimates of caffeine, salicylic acid, benzoic acid and naphthalene were prepared (Fig. 2).

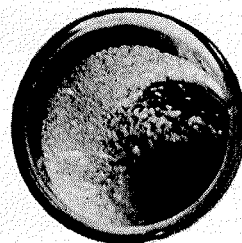
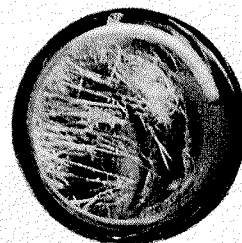
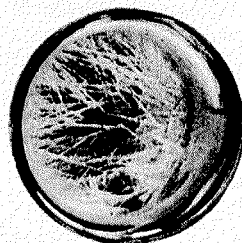


kofein

salicilna
kiselina

benzojeva
kiselina

naftalen



Sl. 2. Sublimati kofeina, salicilne kiseline, benzojeve kiseline i naftalena

The sublimate of caffeine on the wall above the substance consists of flocky, crystalline formations with one end attached to the wall and with the other directed toward the surface of the substance. Right and left of the recipient the sublimate also forms, and consists of a white, fine, crystalline, loose mass.

The sublimate of salicylic acid is located mainly on the wall above the recipient. It consists of well formed, colourless, transparent, bright, thin, needle-formed, long, individual crystals with one end only attached to the wall, with the other directed toward the surface of the substance, and which can grow on to a length of about 10 mm.

The sublimate of benzoic acid is similar to that of salicylic acid, but the crystals are iridescent and appear to be red, green, violet or blue.

The sublimate of naphthalene consists of colourless crystals which are also iridescent.

Sublimates of caffeine, salicylic acid, benzoic acid and naphthalene can be obtained in a quantity sufficient for the determination of their melting-points and the performance of chemical reactions.

The suggested sublimation device is convenient also for carrying out thermic reactions in general. It is easily to restore and can be cleaned with ease.

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

Literatura — References

- (1) V. Vukčević-Kovačević: Kratak uvod u kemijsko ispitivanje lijekova, I. dio, Identifikacija farm.-kem. prep., Farm. Glas., Zagreb 1948.
- (2) M. H. Hubacher, Ind. Eng. chem. Anal. ed. 15, 448 (1943).
- (3) A. O. Gettler, Ch. J. Umberger i L. Goldbaum, Anal. chem. 22, 600 (1950).
- (4) B. L. Clarke i H. W. Hermance, Ind. Eng. chem. Anal. ed. 11, 50 (1939).
- (5) L. A. Burckardt, Anal. chem. 26, 1255 (1954).
- (6) A. Mayrhofer: Mikrochem. d. Arzneimitt. u. Gifte II, Urban u. Schwarzenberg, Berlin—Wien, 1928, 165.
- (7) R. Kempf, Z. anal. chem. 62, 284 (1923).

I. Corubolo:

Upotreba tuba za ekspediciju, pomasti u recepturi

Tuba je sa gledišta higijene svakako najprikladnija oprema za ekspediciju ljekovitih pomasti, a osobito pomasti namijenjenih liječenju očiju, rana i t. d. Dok farmaceutska industrija ljekovite pomasti redovito oprema u tubama, magistralno priređene pomasti u ljekarni gotovo se uvijek izdaju u lončićima.

S obzirom na očitu prednost tuba pred lončićima ispitali smo mogućnosti uvođenja tuba za ekspediciju pomasti u recepturi. Radi toga smo, služeći se podacima iz engleske i američke literature, izvršili niz pokusa u Sveučilišnoj apoteci kao i u 20. narodnoj apoteci u Zagrebu.

Rezultati ispitivanja pokazali su, da punjenje pomasti u tube, za potrebe individualne recepture, ne predstavlja nikakvu teškoću. Imajući još pred očima i činjenicu, da su tube jeftinije od lončića, nema razloga, da se u našim ljekarnama ne uvede ova higijenska i estetska oprema za ekspediciju pomasti.