

O određivanju tališta organskih farmaceutsko-kemijskih preparata: (nastavak 1)

Vukčević-Kovačević, Vera

Source / Izvornik: **Farmaceutski glasnik, 1948, 4, 121 - 124**

Journal article, Published version

Rad u časopisu, Objavljena verzija rada (izdavačev PDF)

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:163:535707>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-05-21**



Repository / Repozitorij:

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



V. Vukčević-Kovačević:

O određivanju tališta organskih farmaceutsko-kemijskih preparata

(Nastavak 1.)

II.

Za određivanje tališta organskih supstancija služe različne metode i aparati, od kojih su neki važniji niže navedeni i opisani.

A) Kapilarne metode

U praksi najčešće služe tzv. kapilarne metode, pa su te metode uvrštene i u farmakopeje. Supstancija, koja se ispituje, stavi se u kapilaru i grije indirektno. Kao prenosilac topline služi koja prikladna tekućina (najčešće konc. sumporna kiselina) ili zrak. Talište se na taj način može u kratko vrijeme odrediti s malim količinama supstancije, a za određivanje služe različni, razmjerno jednostavni aparati.

Princip određivanja tališta kapilarnom metodom potječe od R. Bunsena, koji je tim načinom mogao određivati tališta s točnošću od cca 0,2°–0,3°. ¹³⁾

Kapilare za određivanje tališta moraju biti tankih stijena (cca 0,3–0,5 mm) i zataljena dna. Unutarnjeg su promjera obično oko 1 mm⁶⁾ odn. $\frac{3}{4}$ –1 mm⁴⁾, a duljina im je prema potrebi (obično cca 6–10 cm). Prave se od stakla, koje treba da sadržava što manje alkalijs. Uputu za izradu kapilara navodi u propisu za određivanje tališta Ph. Ross. VII., te zahtijeva — kao i većina ostalih farmakopeja — da im je unutarnji promjer cca 1 mm (USP XIII.: 0,8–1,2 mm).

U kapilaru se stavi toliko suhe supstancije smrvljene u prah, da se ona, nakon lakog udaranja kapilare u tvrdu podlogu, skupi na dnu kapilare u zbijen sloj visok najviše nekoliko mm: 2 mm,⁴⁾¹⁰⁾ 2–3 mm,⁶⁾ 5 mm.¹⁴⁾ Od farmakopeja propisuju Ph. Ross. VIII., Ph. Jug. i DAB VI. visinu sloja supstancije 2–3 mm, USP XIII. 2,5–3,5 mm, Ph. Helv. V., Ph. Bs I i Cod. Gall. VI. 3 mm; Ph. Ross. VII. 3–5 mm, Ph. Ned. V. 5 mm.

Kod većine postupaka treba kapilaru pričvrstiti uz termometar. Najbolje ju je pričvrstiti uz termometar pomoću kapi tekućine, koja služi kao kupelj za grijanje. Kapilara se može pričvrstiti i gumenim prstenom ili Pt-žicom. Sloj supstancije treba da se nalazi u visini rezervoara žive. Prema Michaelu⁶⁾ se 2–3 cm iznad rezervoara žive utali na termometar sitna staklena kuglica, oko koje se ovije Pt-žica da se ne kliš. Prema Lenzu⁵⁾ se kapilara pričvrsti uz termometar pomoću kolutića od platine, koji ima s izvanje strane metalnu spiralu od platin-iridija.

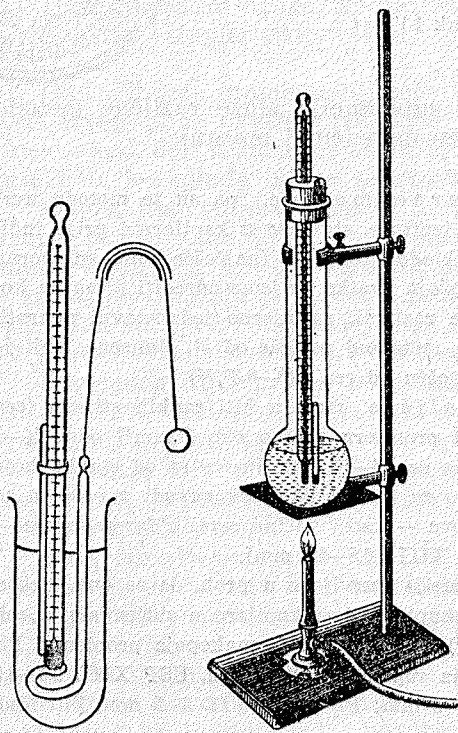
L. W. Winkler⁹⁾ je za određivanje tališta predložio mjesto kapilara staklene cjevčice tankih stijena (cca 0,3 mm), unutarnjeg promjera 4–5 mm, duljine 20–25 cm. U cjevčicu se stavi nekoliko cg supstancije i ova rastali opreznim grijanjem. Cjevčicu s talinom okrećemo zatim oko njene osi u gotovo horizontalnom položaju, dok se dno cjevčice i stijenke u visini od cca 2–3 cm od dna ne oblože tankim što jednoličnijim slojem taline. Cjevčica sa supstancijom se zatim ohladi vodom i stavi u aparat za određivanje tališta. Cjevčice dimenzija, kako ih predlaže Winkler, propisuje Ph. Hung IV.

¹³⁾ R. Kempf i F. Kutter: Schmelzpunktstabellen z. org. Mol. Anal. nebst e. Einführung (1928)

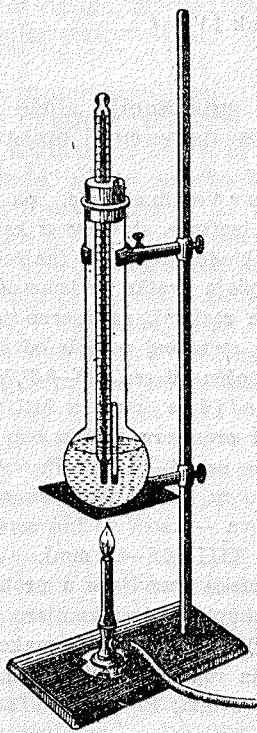
¹⁴⁾ Hager: Handb. d. pharm. Praxis, I. (1925)



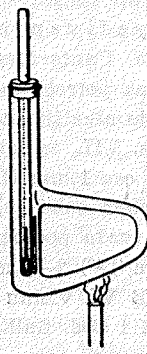
Ima razliĉnih aparata za odreĊivanje tališta prema principu R. Bunsena. Najjednostavnija naprava je na pr. nešto šira epruveta (sl. 1.) ili ĉašica, u koju se stavi prikladna tekućina i u nju uroni termometar s kapilarom. Otvor kapilare mora biti iznad površine tekućine. U ĉašicu ili u epruvetu stavi se staklena miješalica, kojom se tekućina pri grijanju vertikalno miješa, da bi se temperatura u svim slojevima tekućine što bolje izjednaĉila.



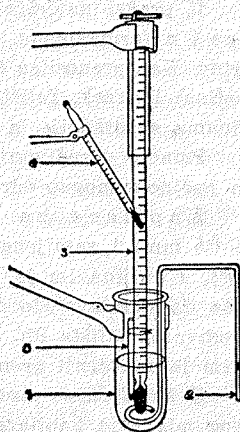
Sl. 1.



Sl. 2.



Sl. 3.
(L. Thiele)



Sl. 4. (B. P. VI.)

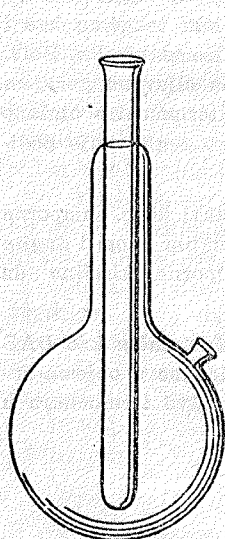
1. Široka epruveta
2. Miješalica
3. Glavni termometar
4. Pomoćni termometar
5. Kapilara

Jednostavna naprava za odreĊivanje tališta je i tikvica s okruglim dnom i dugim vratom (sl. 2.) U tikvici se ulije toliko tekućine za grijanje, da ispuní cca $\frac{3}{4}$ ili $\frac{2}{3}$ kuglastog dijela tikvice. Zatim se termometar s kapilarom uroni u tekućinu i učvrsti u grlo tikvice pomoću plutena ĉepa (termometar se prethodno provuĉe kroz probušen pluteni ĉep, koji pristaje u otvor tikvice). Radi komunikacije zraka pri grijanju aparata i radi mogućnosti oĉitavanja temperature na tom dijelu skale termometra, obiĉno se ĉep sa strane izreže u širini skale. Tikvica može imati i postrane otvore za stavljanje kapilara u tekućinu za grijanje. Kapilara se u otvoru učvrsti pomoću kapi iste tekućine, tako da se dio gdje se nalazi supstancija, dotiĉe rezervoara žive termometra. Ako aparat nema miješalice, treba temperaturu povisiti vrlo polako, kako bi se u aparatu pri grijanju postigla izjednaĉena temperatura.

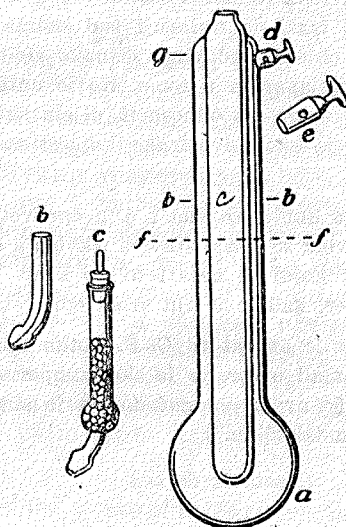
Weygand smatra najprikladnijim aparat od L. Thiele-a (sl. 3.), koji može također imati postrane otvore za stavljanje kapilara. U aparat se stavi toliko kone. sumporne kiseline, da ova, kad se u nju uroni termometar, ispuní tikvicu do nešto iznad gornjeg otvora postranog luka, a rezervoar žive termometra treba da se

nalazi otprilike u visini pregiba luka. Aparat se grije na postranom luku, pri čemu tekućina u glavnoj cijevi cirkulira odozgo prema dolje. Ovaj se aparat često upotrebljava u kemijskim laboratorijima, jer se u njemu vrlo dobro postizava jednolična temperatura u svim slojevima tekućine.

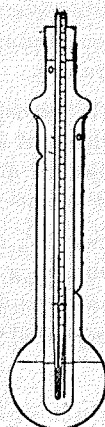
Za određivanje tališta propisuje B. P. VI. epruvetu unutarnjeg promjera 3—4 cm, duljine 10—20 cm (ovisno o duljini termometra, koji se upotrebi za određivanje); USP XII. epruvetu tankih stijena (ne više od 1,5 mm), unutarnjeg promjera 3—4 cm, duljine cca 10 cm, od stakla, koje podnosi grijanje slobodnim plamenom Bunsenova plamenika (sl. 4.). USP XIII. izmijenila je propis obzirom na duljinu epruvete (12 cm). Ph. Ross. VII. propisuje čašu ili tikvicu, a Ph. Jug. tikvicu, no pobliže ih ne opisuju i ne navode im dimenzije. Aparat tipa L. Thiele-a propisuje Ph. Bs. 1. Cod. Gall. VI. zahtijeva, da se talište određuje kapilarnom metodom tako, da se termometar s kapilarnom stavi u tekućinu i ova postepeno grije, a temperatura tekućine homogenizira miješanjem ili strujanjem tekućine, ali iz propisa nije vidljivo kakav aparat propisuje.



Sl. 5.
(R. Anschütz i G. Schultz)



Sl. 6.
(C. F. Roth)



Sl. 7. (Ph. Helv. V.)

Da bi se postigla izjednačena temperatura pri određivanju tališta u aparatima bez miješalice, služe različni tipovi aparata s dvostrukom kupelji. Ovi sastoje od izvanjeg i unutarnjeg suda. Kod nekih aparata sudovi nisu učvršćeni jedan u drugi, no obično je unutarnji utaljen u grlo izvanjeg ili je ubrušen te pristaje u ubrušeno grlo izvanjeg suda. U izvanji sud stavlja se tekućina za grijanje, unutarnji pak sadržava ili istu tekućinu ili zrak. (U zračnoj se kupelji toplina brže izjednačuje negoli u tekućini.)

Aparat s dvostrukom kupelji na pr. od R. Anschütza i G. Schultza (sl. 5.) sastoji od tikvice s okruglim dnom, a grlo tikvice ima postrani otvor za komunikaciju zraka pri grijanju i za punjenje tikvice tekućinom za grijanje. U grlo tikvice utaljena je dovoljno široka epruveta. U tikvicu se stavi toliko konc. sumporne kiseline, da ispuni cca $\frac{1}{2}$ njena kuglasta dijela. U unutarnji sud — ispunjen zrakom — učvrsti se termometar s kapilarnom.

Aparat od C. F. Rotha (sl. 6.) sastoji od tikvice s okruglim dnom i dugim vratom, koji također ima postrani otvor za komunikaciju zraka i za punjenje tikvice tekućinom za grijanje. U otvor tikvice utaljena je dovoljno široka epruveta. Kroz postrani otvor ulije se u tikvicu toliko konc. sumporne kiseline, da doseže do cca $\frac{1}{2}$ dužine vrata tikvice. U nutarnji sud — ispunjen zrakom — učvrsti se termometar s kapilarom. Pri grijanju aparata podiže se sloj sumporne kiseline toliko, da okružuje zračnu kupelj t. j. nutarnji sud i u nj pričvršćen termometar s kapilarom do visine od cca 280° na skali.

Aparate tipa C. F. Rotha u različnim modifikacijama propisuju Ph. Ross. VIII., Ph. Helv. V. (sl. 7.), DAB VI. i Ph. Hung. IV.

Ph. Ross. VIII. propisuje, da se u epruvetu određenih dimenzija učvrsti termometar s kapilarom, koji je provučen kroz pluteni čep, i epruveta stavi u tikvicu s okruglim dnom i dugim vratom, u kojoj se nalazi toliko tekućine za grijanje da, kad se u nju uroni epruveta, ispunji cca $\frac{2}{3}$ kuglasta dijela tikvice. Ph. Helv. V. također zahtijeva, da izvanji sud sadržava toliko tekućine za grijanje, da ispunji cca $\frac{2}{3}$ kuglasta dijela tikvice. Nadalje traži da nutarnji sud sadržava istu tekućinu kao i izvanji, a sloj tekućina da je u objema sudovima jednake visine. Komentar Ph. Helv. V. navodi, da je nedostatak ovog aparata u tome, što je nutarnja cijev na gornjem dijelu kuglasto proširena, te je stoga na odnosnom dijelu skale termometra otežano očitavanje temperature. Ujedno je zbog dvostruke kupelji otežano reguliranje podizanja temperature.

DAB VI. propisuje, da se u unutarntji sud t. j. u epruvetu stavi konc. sumporne kiseline do visine od 5 cm. Epruveta se zatim stavi u tikvicu s okruglim dnom i dugim vratom propisanih dimenzija, u kojoj se nalazi toliko konc. sumporne kiseline da ispunji cca $\frac{2}{3}$ dužine vrata tikvice, kad se u nju uroni epruveta.

Ph. Hung. IV. modificirala je aparat od C. F. Rotha na sličan način kao DAB VI., a dno nutarnjeg suda ima mali otvor, te je sloj sumporne kiseline u objema sudovima jednake visine. Na taj je način omogućeno, da je stupac žive termometra u nutarnjem sudu posve uronjen u tekućinu.¹²⁾

(Nastavit će se.)

BILJEŠKE IZ PRAKSE

INTRAGLUTEALNE INJEKCIJE KININA ne bi valjalo prirediti s jako kiselim 25% otopinom Chininum dihydrochloricum, jer takve otopine mogu kada izazvati neugodne nuspojave (uzetosti). Osim toga uzrokuje kiselost tih otopina (pH=3,5) prilikom injiciranja bolesti, a pogđjekad i nekroze.

Da bismo priredili koncentrirane otopine kinina, a koje nisu kisele, treba da potražimo sredstvo za lakše otapanje kinina, jer je poznato da se neutralne soli kinina ne otapaju tako lako, kao što kisele. Kao takva sredstva možemo upotre-

biti antipirin ili uretan. Osim toga ima antipirin i izvjesnu snagu anestezije, što je također poželjno.

Propis bi glasio: Chinin. hydrochlor. 0,25, Antipyrin. 0,125, Aqua dest. ad 1 cem. M. f. sol. steril.

U ovoj otopini iznosi pH 6,5. Mjesto antipirina može se u jednakoj količini upotrebiti i uretan. Otopine s pH 6,5—6,3 za intramuskularne injekcije podnose bolesnici uglavnom dobro. U solvohinu nalazi se i nešto kinina kao baze, pa takva otopina pokazuje pH 7,2 (Ars Medici 37, 1947, 565; Schw. Ap. Ztg. 86, 1948, 209.)