

GYÓGYSZERÉSZDOKTORI ÉRTEKEZÉS

Készült a Szegedi Orvostudományi Egyetemen  
Gyógyszerészeti Intézetében.

Igazgató: Dr. Kedvessy György egyetemi tanár

AZ INFRAVÖRÖS SUGÁRZÁS NÉHÁNY  
ALKALMAZÁSI TERÜLETE A  
GYÓGYSZERÉSZETI TECHNOLÓGIÁBAN

Írta:



PARKAS JUDIT  
okleveles gyógyszerész

1961



B 5005



E - 231





## Tartalomjegyzék:

### I. ÁLTALÁNOS RÉSZ.

- 1./ Bevezetés.
- 2./ A párolgás fiziko-kémiai feltételei.
  - 2,1./ a párolgás folyamata.
  - 2,2./ a levegő nedvességtartalmának jelentősége a szárítási folyamatban.
  - 2,3./ az anyag és a nedvesség kapcsolatának jelentősége a szárításban.
- 3./ A hőközlés módszerei és azok jellemzése.
  - 3,1./ a hőközlés módjai.
  - 3,2./ a hősugárzásról általában.
  - 3,3./ az infravörös sugárzás fizikai jellemzése.
  - 3,4./ az infravörös sugár abszorpciója az anyagban.
  - 3,5./ Az infravörös sugárnak kitett anyagok melegedése.
  - 3,6./ Az infravörös sugárzó leírása.
  - 3,7./ Az infravörös szárítók hatásfoka.
- 4./ Az infravörös hőközlés alkalmazása a gyógyszer-technológiában.

### II. KISÉRLETI RÉSZ.

- 5./ Célkitűzés. Munkaszűrő leírása.
- 6./ Kristályviz tartalmú anyagok szárítása.
  - 6,1./ A bórax dehidratálása.
  - 6,2./ Bórax termogravimetriás görbéje.
  - 6,3./ Kristályos bórax szárítása i.v. sugárral.
  - 6,4./ Kristályos vas (II) szulfát termogramja.
  - 6,5./ Ferrum sulfuricum oxydulatum szárítása i.v. sugárral.
- 7./ Nedvesítéssel készült teakeverék szárítása i.v. hőközléssel.
- 8./ Linimentum saponatum camphoratum készítése i.v. melegítéssel.



- 9./ Natrium bromatum solutum 33,3 % szárítási maradvékának meghatározása.
- 10./ Összefoglalás.
- 11./ Értékelés.
- 12./ Felhasznált irodalom.



## I. ÁLTALÁNOS RÉSZ.

### 1./ Bevezetés.

Az i.v. sugárzás ujabban mind az ipar különböző ágában, beleértve természetesen a gyógyszeripart is, mind a gyógyszer-tári gyakorlatban egyre gyakrabban nyer alkalmazást. Különösen a szárítással kapcsolatos technológiai műveletekben használatos az i.v. sugárzás, ezért e munka első részében a szárítás néhány elméleti és gyakorlati vonatkozásával is foglalkozom.

L i k o v megállapítása szerint a szárítási folyamat kinetikájának a szárítás meghatározott és megindokolt mechanizmusán kell alapulnia és csak így juthatunk a szárított anyag legjobb technológiai tulajdonságaihoz. /1/

A szárítási mechanizmus alaptételeinek lefektetésében nagy jelentőségű C h e r w o o d , L e w i s és K o s s z o - v i c s munkássága. /cit.1/

K o s s z o v i c s és L i k o v a szárítási folyamat szakaszosságának törvényszerűségeit vizsgálta. /1/

D u w a l l a csapadékok helyes hőkezelésének problémájával foglalkozott. /2/ Ezen a téren ki kell emelnünk W i n k - l e r uttörő munkásságát, aki az általa kidolgozott súlyszrinti meghatározásokhoz pontosan megadta a szárítás hőmérőket, amelyen szárítva, a kérdéses csapadék súlya állandónak és összetétele egyértelműnek vehető. /cit.3/

A termogravimetriás módszerek tökéletesítésében nagy jelentősége van G u i c h a r d és B r e t f e r d munkásságának. /4/

Az infravörös hőkezeléssel csak három évtizeddel ezelőtt kezdtek behatósan foglalkozni és szárításra alkalmazni, holott már 1801-ben W i l l i a m H e r s c h e l a nap sugarainak vizsgálatakor felfedezte a sugárzó hőenergiát. /5,6/



## 2./ A párolgás fizikokémiai feltételei.

Ha szárítással behatóan akarunk foglalkozni és biztosítani akarjuk a végtermék jó minőségét, az energia megfelelő kihasználását, akkor ismernünk kell a szárítás közben lejátszódó folyamatokat.

### 2.1. A párolgás folyamata.

A szilárd anyagban jelenlévő folyadékot el lehet távolítani:

- a./ mechanikailag - sajtolással, centrifugálással -
- b./ illó folyadékokat párologtatással.

A mechanikai folyadéktávolítással szemben azt az eljárást nevezzük párologtatásnak, amelynél a folyadékot elgőzöltetjük és a keletkezett gőzt eltávolítjuk a szárítótérből, hogy kihűlés után ne jusson vissza az anyagba.

Ha szilárd testet olyan gáz-atmoszféra vesz körül, amely a testhez kötött folyadék gőzével nincs telítve, a folyadék az atmoszférába párolog. A párolgás mechanizmusa abból áll, hogy a szilárd test felületén lévő folyadékból hő felvételével gázmolekulák szabadulnak ki, /diffundálnak/ és ezek a felület közvetlenül körülvevő gásréteget telítik. Innen a gőz a gáz-atmoszféra nem telített részébe diffundál. Áramlások gyorsítják a gáz gőzkoncentrációjának kiegyenlítődését. A folyadék gőzzé alakuló része helyébe a test belsejéből újabb vízmolekulák jutnak. Ezt a folyamatot **n e d v e s s é g v e s e t é s - n e k** nevezzük. A párolgás következtében a szilárd test szárad. A szárításnak ezt a módját, **p á r o l o g t a t ó** szárításnak lehet nevezni. Ez a szárítás legelterjedtebb módja.

A párolgás módoszerétől függően, megkülönböztetünk **a d i - a b a t i k u s** és **m e l e g i t é s e s** szárítást. Adiabátikus szárítás esetében a szükséges meleget csak a környező levegőből kapja az anyag, melegítés nélkül.



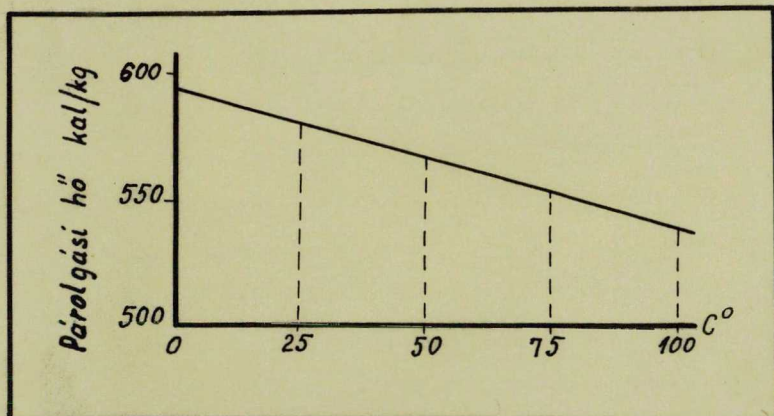


Folyadék gőzzé alakítása hő igényel. Ha a levegő nem elég meleg, a párologtatáshoz szükséges hő a folyadéktól, illetőleg a szilárd anyagtól vonódik el és az lehűl. - Így tehát lehet párologtatással hűteni is. - Gazdaságosan szárítani azonban csak hőközléssel lehet.

Valamely test egységnyi tömegének,  $0^{\circ}\text{C}$ -ról az adott hőmérsékletre való felmelegítéséhez szükséges hő mennyiséget  $h_0$ -tartalonnak nevezzük. /1/

Rejtett /latens/ párolgási hő az a hőmennyiség, amit egységnyi súlyú víz adott hőmérsékleten való elpárologtatásához használunk fel.

A párolgási hő a hőmérséklet függvénye. Az 1.sz. ábrán is láthatjuk, hogy a párolgási hő a hőmérséklet emelkedésével megközelítőleg lineárisan csökken. /1/



1. sz. ábra. A víz párolgási hője a hőmérséklet függvényében.

## 2,2. A levegő nedvességtartalmának jelentősége a szárítási folyamatban.

A szárítandó anyagot rendszerint levegő veszi körül. A levegő hőmérséklete és nedvességtartalma nagymértékben befolyásolja a szárítás folyamatát, ezért röviden összefoglalom a száraz és nedves levegő sajátosságait.



A száraz levegő és a vízgőz keverékét nedves levegőnek nevezzük. A levegő mindig tartalmaz bizonyos mennyiségű vízgőzt.

Megkülönböztetünk **a b s o l u t** és **r e l a t i v** nedvességet.

Abszolút nedvesség alatt az  $1 \text{ m}^3$  levegőben lévő vízgőz grammokban mért súlyát nevezzük.

A relatív nedvesség pedig a levegő abszolút nedvességének és az  $1 \text{ m}^3$  ugyanilyen nyomáson és hőmérsékletű levegőben lehetséges maximális vízgőz tartalomnak az aránya, /1/ amit számszerűen % -ban szokás megadni.

$$\varphi = \frac{\gamma_q}{\gamma_{\max}}$$

$\varphi$  = a levegő relatív nedvessége

$\gamma_q$  = abszolút nedvesség

$\gamma_{\max}$  = a lehetséges maximális gőztartalom.

**N e d v e s s é g t a r t a l o m** ról is szoktunk beszélni, amely alatt a nedves levegőben lévő vízgőznek  $1 \text{ kg}$ . száraz levegőre vonatkoztatott mennyiségét értjük.

Az 1. sz. táblázat a levegő nedvességtartalmát mutatja, a hőmérséklet és a relatív nedvességtartalom függvényében. /6/

A levegőben lévő gőznek a nyomását **p a r c i á l i s** gőznyomásnak nevezzük. Nyitott edényben lévő anyag parciális gőznyomása a folyadék anyagi minőségén kívül csak a hőmérséklettől függ. /9/ A parciális nyomás növekedésével a nedves levegő fajtsúlya csökken, ezért a nedves levegő könnyebb a száraznál. Ennek a jelenségnek az a magyarázata, hogy a parciális nyomás növekedésével nő a nedvességtartalom és mivel a száraz levegő látszólagos molekulásúlya /átlagmolekulásúlya/ 29, a gőz molekulásúlya pedig 18, a kisebb molekulású anyag parciális nyomásának növekedése okozza a fajtsúly csökkenést. Így tehát ventiláció nélkül is lehetséges a nedves és száraz levegő cseréje.

A szárítás sebessége nemcsak az anyag minőségétől és a hőközlés módjától függ, hanem döntő jelentőségű a szárítandó anyag felett lévő levegő /határreteg/ nedvességtartalma - par-



ciális gőznyomása - is. Ha a felszint közvetlenül borító telített levegőrétegben a gőz parciális nyomása és a levegő zömében lévő parciális gőznyomás különbsége nagy, akkor a szárítás sebessége is nagyobb, mert nagyobb a diffúzió. A párolgás intenzitására a következő összefüggés ad magyarázatot /1/:

$$I = i \frac{P_b}{P_b - P_g}$$

$I$  = a párolgás intenzitása

$P_b$  = barometrikus nyomás

$P_g$  = parciális gőznyomás

$i$  = a nedvesség áramlási sűrűsége  $\text{kg/m}^2$  óra.

1. sz. táblázat. A környezeti levegő nedvességtartalma különböző hőmérsékleten. /Tahács /6/ adatai./

| A levegő hőmérséklete $^{\circ}\text{C}$ | A levegő nedvességtartalma $\text{g/m}^3$ , ha a relatív páratartalom: |       |       |       |       |       |
|------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                                          | 50 %                                                                   | 60 %  | 70 %  | 80 %  | 90 %  | 100 % |
| 0                                        | 2,5                                                                    | 3,0   | 3,5   | 3,9   | 4,4   | 4,9   |
| 5                                        | 3,5                                                                    | 4,1   | 4,9   | 5,5   | 6,3   | 6,9   |
| 10                                       | 4,9                                                                    | 5,9   | 6,8   | 7,8   | 8,8   | 9,8   |
| 15                                       | 6,8                                                                    | 8,2   | 9,5   | 10,9  | 12,2  | 13,5  |
| 20                                       | 9,3                                                                    | 11,2  | 13,1  | 15,0  | 16,7  | 18,6  |
| 25                                       | 12,8                                                                   | 15,2  | 17,7  | 20,2  | 22,6  | 25,1  |
| 30                                       | 17,2                                                                   | 20,5  | 23,8  | 27,2  | 30,4  | 33,7  |
| 35                                       | 22,3                                                                   | 26,5  | 31,2  | 35,8  | 40,2  | 44,7  |
| 40                                       | 29,2                                                                   | 35,0  | 40,8  | 46,8  | 52,8  | 58,6  |
| 45                                       | 27,9                                                                   | 45,5  | 53,0  | 60,8  | 68,4  | 76,1  |
| 50                                       | 49,0                                                                   | 58,8  | 68,5  | 78,3  | 88,1  | 97,6  |
| 60                                       | 79,3                                                                   | 95,4  | 101,0 | 126,5 | 142,5 | 157,9 |
| 70                                       | 123,5                                                                  | 148,6 | 173,3 | 198,7 | 223,2 | 246,8 |
| 80                                       | 189,0                                                                  | 227,3 | 264,7 | 302,6 | 340,8 | 375,5 |



Miként magasabb a levegő hőmérséklete, annál több vizgőst tud felvenni, míg végül eljut a telítettségig, a maximális parciális gőznyomásig. /9/

A 2. sz. táblázat azt mutatja meg, hogy a hőmérséklet emelkedésével hogyan nő a vizgőstartalom, illetve a hőfoknak megfelelő telített vizgős parciális nyomása. /1/

2. sz. táblázat. A telített vizgős nyomása /P/ t C°-on. /Likov /1/ adatai./

| t C° | P         | t C° | P          | t C° | P          |
|------|-----------|------|------------|------|------------|
| 0    | 4,6 Hg.mm | 19   | 16,5 Hg.mm | 26   | 25,2 Hg.mm |
| 5    | 6,3 "     | 20   | 17,5 "     | 28   | 28,3 "     |
| 10   | 9,2 "     | 21   | 18,7 "     | 30   | 31,8 "     |
| 15   | 12,8 "    | 22   | 19,8 "     | 35   | 42,2 "     |
| 16   | 13,6 "    | 23   | 21,1 "     | 40   | 55,3 "     |
| 17   | 14,5 "    | 24   | 22,4 "     | 50   | 92,5 "     |
| 18   | 15,5 "    | 25   | 23,8 "     | 60   | 149,5 "    |

Zárt térben, adott hőmérsékleten, a vizgőstartalom növekszik és idővel olyan értéket ér el, amelynél a gőz telítve van, tehát a gőznyomás az adott hőmérsékleten tovább már nem növekedhet. A telített gőz a szárítandó anyaggal dinamikus egyensúlyban van, vagyis másodpercenként annyi gőz kondenzálódik a nedves levegőből, mint amennyi oda párolgás útján eljut.

Ha a nedves levegő még nem telített, de azt hűteni kezdjük, elérjük a h a r m a t p o n t o t, ahol már a telítettség 100 %.

Ha azobahőmérsékleten szárítunk, akkor a levegő vizgőstartalmától függ az a határ, ameddig az adott anyagot párolgatással szárítani lehet, ezt a határállapotot, ahol a dinamikus egyensúly beáll, l é g s á r a s állapotnak nevezzük.

A levegő nedvességét meghatározhatjuk:

a./ kémiaiilag,



b./ higrometrikusan

c./ pszichrometrikusan.

A szárítástechnikában rendszerint csak a pszichrometrikus és higrometrikus módszert használják.

A pszichrométerek két hőmérőből állnak. Egyiknek gömbjét mérés alkalmával nedves anyaggal borítjuk, ez adja az adiabatikusan párolgó folyadék hőmérsékletét, a másik a szobahőmérsékletet méri. Elektromos motor segítségével légáramlást biztosítunk, mert ennek segítségével a nedves hőmérőn fellépő hiba, /amely főleg a kiálló higanyszál hőátadásából és a környező testek sugárzásából adódik,/ jelentősen csökken.

Higrometriás mérésre manapság általában a hajszál-as higrométert használják. Előzetesen zsirtalanított emberi haját egyik végén rögzítenek, a másik végét egy tengely köré csavarják és sulyal terhelik. A tengelyre mutatót rögzítenek, amely a levegő relatív nedvességtartalmának százaléka szerint kalibrált skála előtt mozog. A beosztást minden példányhoz külön készítik el.

### 2.3. Az anyag és a nedvesség kapcsolatának jelentősége a szárításban.

Szárítás folyamán nedvességet távolítunk el az anyagból. Megbontjuk a nedvességekötődés formáit, miközben - általában - energiát fogyasztunk.

Az anyag és nedvesség kapcsolatát több séma szerint lehet osztályozni. A szárítási szempontokat figyelembe véve, a legmegfelelőbb R e b i n d e r elméletét tanulmányozni, /cit. 1./ aki az összes kapcsolati formákat három nagy csoportba osztotta:

a./ vegyi kötődési /stöchiometriai/

1./ iónos kötés, fővegyértékkel

2./ molekuláris kötés, mellékvegyértékkel /kristályviz/

b./ fiziko-kémiai /különböző, nem meghatározott arányokban való kötés/



- 1./ adszorpciós kötés
  - 2./ oszmotikus kötés
  - 3./ strukturális kötés /gél képződés/
- c./ mechanikai kötés /határozatlan mennyiségű víz visszatartása/
- 1./ mikropillárisokban
  - 2./ makropillárisokban
  - 3./ nedvesítési kötés.

ad a./ A legesilárdabbban kötött nedvesség a kémiai kötődéssel jön létre. Mevítéskor a kristályhidrátok viaszos képződése közben kisebb víztartalmu hidráttá, vagy vízmentes sóvá alakulnak át. Ez a folyamat zárt térben egyensúlyra vezet, ha azonban a keletkezett vizgőzt elvezetjük, alacsonyabb kristályviz tartalmu, vagy vízmentes anyagot kapunk.

A kristályhidrátok viasztenziója - száríthatósága - csak a hőmérséklet függvénye. A gőztenzió a hőmérséklet emelkedésével rohamosan nő.

Légköri nyomáson melegítve a kristályviz tartalmu anyagokat, egy bizonyos hőfokon, amikor az anyag gőznyomása eléri a külső nyomást, az anyag bomlani kezd és lead a kristályvizéből. Tovább emelve a hőmérsékletet, alacsonyabb kristályviz tartalmu anyagokat /sicum/ kapunk. /9/

A kristályhidrátok lépcsőzetes adszorpciós és deszorpciós izotermáinak tulajdonságát B e r g m a n tárta fel először. Megállapítása szerint ez a jelenség azzal magyarázható, hogy a kristályhidrátok nedvessége a stöchiometrikus kapcsolatnak megfelelően, szakasszonosan válik le. /1/

A tömeghatás törvényének értelmében ez a folyamat fordítva is érvényes. Kis viasznyomáson az anhidrid állandó, amint azonban a viasznyomást emeljük, a kristályviz tartalmát fokozatosan visszakupja mindaddig, amíg a levegő viasznyomása azonos lesz az anyag parciális gőznyomásával. /9/

ad b./ A fiziko-kémiai kötések egyik csoportja az adszorpciósval kötött nedvesség. A gélek folyadékfelnyelési folyamata tartozik ebbe a csoportba. R e b i n d e r szerint a víz először a gél micellájának külső és belső felületén lévő molekulákhoz kötődik és utána az adott anyag molekuláihoz adszorbeálódik.



Az adszorpciós folyamán hő keletkezik. /1/ A kolloid testek zárt sejtjeibe viszont osmotikus úton hatol be a víz, a sejtek falán keresztül. Ezt szokták duzzadási nedvességnek nevezni. /1/

ad c./ A mechanikai kötődéshez a nedvesítési nedvesség tartozik, amely a test hidrofíli felületén szilárdan tapad és könnyen el is távolítható.

Az anyag és víz kapcsolatának tanulmányozásában igen fontos az adszorpciós és deszorpciós izotermák vizsgálata. Ha a környező levegő gönyomását változtatjuk, az anyag víztartalma és gönyomása közötti összefüggést bizonyos görbe, az úgynevezett *i s o t e r m a* adja meg. Ha a görbét úgy kapjuk meg, hogy az anyagból víz párolog el, akkor deszorpciós /vístelenítési/ izotermának nevezzük; ha pedig vízfelvétel adataiból kapjuk a görbét, akkor adszorpciós izotermáról beszélünk.

A szárítás elméletének tanulmányozásához a következő fogalmakat kell ismernünk:

Az anyag abszolút nedvességtartalmán értjük a szárítandó anyagban tényleg jelenlévő víz súlyának, a száraz anyag súlyára vonatkoztatott viszonyát. /az abszolút szám/

$$\delta = \frac{G_{\text{viz}}}{G_{\text{száraz anyag}}}$$

A szárítás *s e b e s s é g é t* pedig az  $1 \text{ m}^2$  felületű anyagból 1 mp. alatt elpárologtatott víz grammokban mért súlya adja meg. /adott  $\text{m}^2$  súly esetében a felület arányos az anyag súlyával./ A vizagálatnál figyelemmel kell kísérni a szárítandó anyag felületi - és belső rétegének hőmérsékletét az idő függvényében. /10/

A nedvességtartalmat ábrázoló görbe érintőjének iránytangense arányos a szárítási sebességgel. Minél meredekebb tehát a görbe, annál gyorsabb a szárítás.

A felületen lévő víz szárítás közben úgy viselkedik, mint mikor egy edényben vizet melegítünk és az a teljes felületen párolog. Itt az időegységben párologtatott víz mennyisége állandó /állandó hőmérsékleten és nyomáson/ tehát a szárítás sebessége is állandó. Ha ez mind elpárologt, a víz helyét levegő foglalja el. Ha a víz az alatta lévő rétegből a kapillá-



ria erő következtében megfelelő sebességgel jut a felszínre, akkor a szárítás sebessége változatlan, ha azonban nem tud ilyen arányban feljutni, akkor csökken.

A legtöbb esetben csökken a párolgási sebesség, mert a mindinkább kisebb keresztmetszetű kapillárisokba húzódó nedvesség gömnyomása csökken, és a kapillárisok üres részébe távozó gőznek ellenállást kell legyőznie, hogy a felszínre jusson. Ez természetesen az anyag szerkezetétől és a folyadék kötődési módjától függ.

A szárítás sebességét nemcsak a víz felszínrejutásának sebessége szabja meg, hanem a párolgás sebessége is. Erre igen nagy hatással van a szárító tér levegőjében lévő parciális gömnyomás nagysága, amelyről már az előbbiekben beszéltünk.

Adott hőmérsékleten nem lehet az anyagban lévő összes nedvességet elpárologtatni, mert az egyensúlyi nedvesség beálltakor több vizet nem tud veszíteni. Az eltávolítható nedvesség  $W_y$  a következő képlettel fejezhető ki:

$$W_y = W - W_0$$

$W$  = az anyag teljes nedvessége

$W_0$  = egyensúlyi nedvesség.

L i k o v az összes nedves anyagot a következő csoportba osztotta:

- a./ kolloid testek /szárítás után megszűnnek/
- b./ kapillaris - porózus testek /rideg gélak/
- c./ kolloid - kapillaris - porózus testek.

L i k o v ezek szárítását behatóan tanulmányozta. /1/

### 3./ A hőközlés módszerei és azok jellemzése.

Az alábbiakban röviden ismertetem a három nagy csoportra osztott, hőközlési módszereket. A gyakorlatban alkalmazott hőközlési módszerek mindhárom csoportjával foglalkozom, mint-hogy munkám során főként az i.v. hőközlés eredményeinek összehasonlítása céljából más módszereket is felhasználtam.



### 3.1./ A hőközlés módjai.

A következő csoportosítás ismeretes:

a./ **Hővezetéssel** /kondukciónak/ történő hőközlésről akkor beszélünk, ha az anyag molekuláinak mozgása adja át a kapott meleg mennyiséget. Gyakorlati felhasználása: Ha az anyagot porcelántálban, vagy fém edényben közvetlenül melegítjük.

b./ **Hőáramlással** /konvekció/: Amelynél a hőt a felmelegített közeg mozgása közvetíti. A felmelegítéshez szükséges hőmennyiséget a környező felmelegített levegő adja át. A felmelegedés sebességét a levegő hőmérsékletének emelkedése és az áramlási sebesség növekedése fokozza.

c./ **Hőszugárzással** /radiáció/ történő hőátadás azt jelenti, hogy a meleg test hősugarakat bocsájt ki, amelyek a levegőn áthaladva, szilárd, vagy folyékony halmazállapotú anyagokban - meghatározott feltételek mellett - hővé alakul. A meleg által keletkezik, hogy az elektromágneses sugarak elnyelődnek a besugárzott anyagban és ott rezgés útján alakulnak át hővé. A keletkezett hő mennyisége egyrészt attól függ, hogy az anyag milyen mértékben elszorbeálja a sugarakat és ez jelentősen befolyásolja a felmelegedés sebességét. Az elmondottakon kívül még több tényezőtől függ az anyag felmelegedése, amelyre a későbbiekben részletesebben kitérek.

### 3.2. A hőszugárzásról általában.

William Herschel 1801-ben megfigyelte, hogy a Nap sugarait prizmával bontva, a látható sugarakon túl, a hőmérő hőmérséklet-emelkedést mutatott. Így jött rá, hogy a láthatatlan sugaraknak hőhatása van.

Minden izzó test felületéről látható, vagy nem látható sugárzás indul ki. Ez a sugárzás hullámtermészetű és energia jellegű, vagyis a test energia készletének rovására megy végbe. A kisugárzott energia függ a sugárzó test felületének hőmérsék-



letétől, kémiai és fizikai természetétől. /11/

**P r é v o s t** tétele szerint: két test egymásfelé sugárzás közben a magasabb hőmérsékletű az alacsonyabbat sugárzásban felülkúlja. A sugárzó energia az alacsonyabb hőmérsékletű testben abszorpció útján, molekuláris energia-átalakulással hőenergiává, meleggé alakul át. /1/

A meleg testnek a hősugárzóképességét **e m i s s z i ó - n a k**, míg a hideg test hőfelvevőképességét a **a b s z o r p c i ó - n a k** nevezzük.

Az **e m i s s z ó k é p e s s é g** alatt a sugárzó test  $1 \text{ cm}^2$  felülete által 1 mp. alatt, egy bizonyos hullámhosszon kisugárzott hőenergiáját kell érteni, kcal-ban.

A **a b s z o r p c i ó k é p e s s é g** alatt a besugárzott test  $1 \text{ cm}^2$  felülete által 1 mp. alatt elnyelt hőenergiát értjük, amely az összes sugárzás  $\lambda$ -ában van kifejezve.

Hőugárzásnál a **h a s z n o s h ő m e n n y i s é g** a sugárzó és a felmelegítendő anyag abszolút hőmérséklete negyedik hatványának különbségével arányos. /6/

$$Q_a = K / T_1^4 - T_2^4 / \text{kcal} / \text{m}^2 / \text{óra}$$

$Q_a$  = a sugárzással átadott hőmennyiség

$T_1$  = a sugárzó hőmérséklete  $K^\circ$ -ban.

$T_2$  = a felmelegítendő anyag hőmérséklete  $K^\circ$ -ban.

A hővezetéssel és hőáramlással átadott hőmennyiség pedig a felmelegített és felmelegítendő anyagok hőmérsékletének különbségével arányos: /6/

$$Q_v = Q_a = K / t_1 - t_2 / \text{kcal} / \text{m}^2 / \text{óra}$$

$Q_v$  = vezetéssel átadott hőmennyiség

$Q_a$  = áramlással átadott hőmennyiség

$K$  = arányossági tényező

$t_1$  = a felmelegített anyag hőmérséklete  $C^\circ$ -ban

$t_2$  = a felmelegítendő anyag hőmérséklete  $C^\circ$ -ban



A konvekciós és konduktív hővezetés esetében számolni kell a felületi hővesztéssel. Sugárzásnál a hő gyakorlatilag veszteség nélkül hatol át a levegőn és a hővesztést az anyag konvekciós hővesztése okozza. További előnye még, hogy nem csak a felületet melegíti, hanem behatol az anyag belsejébe is.

K i r c h o f f 1859-ben vezette be a fekete test fogalmát és a sugárzás törvényszerűségeit vizsgálva megállapította, hogy azonos anyagra, azonos hőmérsékleten és hullámhosszon az elnyelési képesség és sugárzási képesség egyenlő. /11/

Az abszolút fekete test extinkcióját és abszorpcióját vesszük 1-nek, így a többi testnél ez kisebb 1-nél.

A gyakorlatban előforduló testek lényegileg abban különböznek a fekete testtől, hogy a felületükre érkező sugárzó energia egy részét visszaverik és átengedik.

S t e f a n 1878-ban kísérletileg, B o l t z m a n n pedig 1884-ben elméletileg vezette le a sugárzás törvényét.

S t e f a n és B o l t z m a n n kimutatták, hogy a fekete test egységnyi felülete által, az időegység alatt kibocsátott energia  $/R_0/$  az abszolút hőmérséklet negyedik hatványával nő: /11/

$$R_0 = A_0 \left[ \frac{T}{100} \right]^4$$

$A_0$  = Boltzmann konstans:  $4,93 \text{ kcal} / \text{m}^2 / \text{óra} \cdot \text{K}^4$

Ugyanazon a hőmérsékleten és hullámhosszon a nem fekete test és az abszolút fekete test által kibocsátott energia hányadosát, s u g á r z á s i k é p e s s é g n e k nevezzük. A sugárzási képesség nagysága 0 - 1 között van.

### 3.3. Az infravörös sugárzás fizikai jellemzése.

Az infravörös sugárzást hővezetés céljára először 1935-ben a Ford-művekben alkalmazták. /5/ Az azóta eltelt idő alatt már sok területen alkalmazták eredményesen.



As elektromágneses sugárzások hullámtervezetűek. Valamely test által kibocsátott energiát különböző hullámhosszú sugarak szállítják. A kibocsátott energiának a különböző hullámhosszak szerinti megoszlását a sugárzás s p e k t r u m á n a k nevezzük.

A hullámhossz egysége a sugárzástechikában a mikron,  $\mu$  vagy ennek ezred része a millimikron  $\mu\mu$ , vagy nanométer  $n$ . A spektroszkópiában pedig az Angström  $\text{\AA}$ .

Ha a spektrumot felbontjuk, a sugárzást a hullámhossz szerint a következő csoportba osztjuk: /3. sz. táblázat./

| A sugárzás                 |                |
|----------------------------|----------------|
| hullámhossza<br>$\mu$ -ben | megnevezése    |
| 0,1 - 0,37                 | ultraibolya    |
| 0,37 - 0,75                | látható        |
| 0,75 - 6,00                | szubinfravörös |
| 0,75 - 300                 | infravörös     |

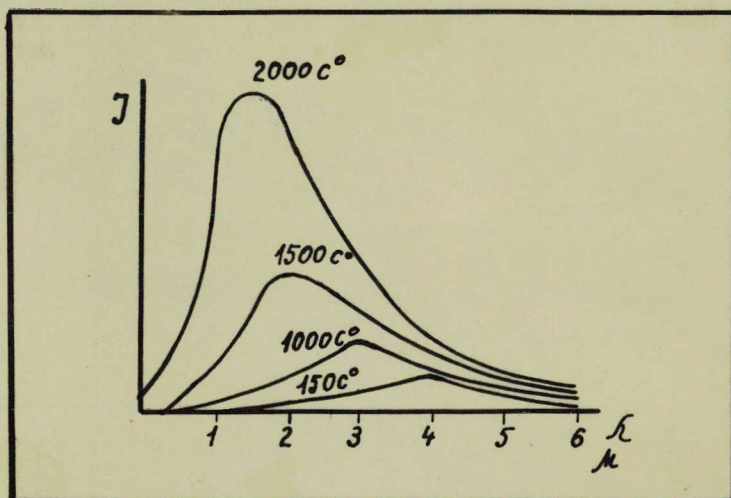
A hősugarak hullámhossza az izzó test hőmérsékletétől függ. A hőfok csökkenésével egyre inkább hosszabb sugarakat bocsát ki. 3600 K°-nál már keletkeznek i.v. sugarak a látható mellett és

775 K° alatt a sugárzás teljesen láthatatlanná válik. /6/

W i e n -féle eltolódási törvény is ezt bizonyítja, amely szerint minél

magasabb egy sugárzó hőmérséklete, annál rövidebb a hullámhossza a sugárzott energiának a maximumában.

A következő alapfogalmak ismerete szükséges az i.v. sugárzás tanulmányozásához.



2.sz. ábra. Különböző hőmérsékleten izzó test viszonylagos energiamegoszlása.





Sugárzási teljesítmény alatt a pontszerű fényforrásból 1 mp. alatt kisugárzott energiát értjük:

$$\phi = \frac{\text{erg.}}{\text{sec.}}$$

Sugárzási intenzitás  $/I/$  pedig az egységi térszögön  $/\omega/$  áthaladó sugárzási teljesítmény:

$$I = \frac{\phi}{\omega}$$

illetve az  $1 \text{ cm}^2$  területre jutó sugármennyiség.  $/5,6/$

#### 3,4. Az infravörös sugar abszorpciója az anyagban.

Az infravörös sugarak a levegőn áthaladva, szilárd, vagy folyékony halmazállapotú testhez érve egy részük reflektálódik, másik részük abszorbeálódik, illetve áthatolnak az anyagban.

Az abszorpció a sugárzás hullámhosszától és az anyag abszorpciós tényezőjétől függ. Az abszorpciós tényező pedig az anyag fizikai és kémiai tulajdonságainak a függvénye.

Az anyagok többsége a rövidebb hullámhosszúságú sugarakból kevesebbet nyel el és többet bocsát át. Annál jobb az eredmény, minél többet abszorbeál az anyag, tehát előnyösebb ebből a szempontból a hosszabb hullámú sugarak alkalmazása. A hullámhossz kiválasztása viszont - amennyiben mód van rá - igen fontos azért, mert a nagyobb hullámhosszúságú sugaraknak is van hátránya, éspedig az, hogy esetleg a felsőbb rétegekben ezek nagy-mértékben abszorbeálódnak és így az alsóbb rétegekhez már csak annyi hő jut, amennyit a felső réteg kondukción, vagy konvekció útján átad. Így tehát a felmelegedés nem lesz egyenletes és ez az eredményt kedvezőtlenül befolyásolja. Ugy kell tehát megválasztani a hullámhosszuságot, hogy azok nagy-mértékben abszorbeálódjának, de a mélyebb rétegekbe is eljussanak.



Az abszorpció nagysága nemcsak a hullámhossztól függ, hanem az anyagok abszorpciós tényezőjétől is. Meg kell tehát ezt a tényezőt is vizsgálni.

M a n d e r s megállapítása szerint a besugárzott anyag színe nagymértékben befolyásolja az abszorpciót. /cit.5/ A felmelegedés a következő sorrendben történik:

fekete > szöld > kék > sárga > fehér > vörös

A hőközlés annál eredményesebb, minél jobban megköszeli a felvevő test abszorpciós maximuma a sugárzó test emissziós maximumát.

A víz i.v. sugár abszorpciója attól függ, hogy kötött állapotban, vagy szabadon van. M a n d e r s megállapítása szerint az  $1,2\mu$  sugárzásai energiának a víz első mm-es rétege az 50 %-ot, a második a 18 %-ot, a harmadik az 5 %-ot abszorbeálja /cit.5/. A konvekció hőátvitelénél viszont a meleg levegő hőenergiájának 95 %-át leköti a víz felső 1 mm-es rétege /cit.5/.

A mérséltve a  $0,5 - 2,5\mu$  hullámhosszu sugaraknak csak körülbelül 10 %-át abszorbeálja, az ennél hosszabb sugarak abszorpciója viszont szinte ugrásszerűen nő és  $5\mu$  felett teljesen elnyeli.

Az anyag felülete is nagymértékben befolyásolja az abszorpciót. A fényes felületű fémeknél már igen nagymértékű a reflexió és igen kicsi az abszorpció mértéke /6/.

### 3.5. Az infravörös sugárzásnak kitett anyagok melegedése.

A sugárzásnak kitett testek igen gyorsan melegsznek. Az így felmelegedett test a meleg mennyiségének egy részét azonban leadja. Ha nedvességet is tartalmaz a hőhatásnak kitett anyag, akkor az eltávozó meleg két részből áll:

a./ abból a hőből, amely az anyag felületén keresztül a környező levegőbe jut,

b./ abból a melegből, amit a nedvesség elpárologtatása-



kor rejtett meleg formájában, a levegőbe diffundáló vízpárák visznek magukkal. /1: 2,1 fejeset/

Az egységnyi felületről 1 óra alatt a levegőnek átadott meleg-mennyiség: /Q/ /12/

$$Q = \alpha / t_f - t_1 /$$

$\alpha$  = hőátadási tényező az anyag felülete és a levegő között

$t_f$  = az anyag felületének hőmérséklete

$t_1$  = a környező levegő hőmérséklete.

Hasonló módon az elpárolgásnál a levegőbe jutó rejtett meleg-mennyiség / $Q_1$ / a következőképpen írható: /12/

$$Q_1 = \alpha_1 r / P_f - P_1 /$$

$\alpha_1$  = a sugárzási hőátadási tényező, dimenziója: mg gőz/óra  $m^2$  atm.

$r$  = a pára rejtett melege

$P_f$  = az anyag felületén elhelyezkedő telített gőz parciális nyomása

$P_1$  = a levegő parciális nyomása.

A fentiek alapján kiszámíthatjuk azt a hőmennyiséget, amely a szárítandó anyagot az időegységben elhagyja és ezt újabb sugárzással kell pótolni. Az i.v. szárításnál az idő nagyon megrövidül, mert nagy a hőátadási együttható és így gyorsan pótolni tudjuk azt a hőmennyiséget, amely az anyagot elhagyja.

A kolloid kapilláris-porózus testek a sugarak legnagyobb részét elnyelik, mert a kapillárisok falain a sugarak egy része visszaverődik ugyan, de a visszaverődéssel megtört sugarak a kapillárisokban elnyelődnek.

L i k o v megállapítása szerint, a szárítandó anyagnak átadott hő mennyisége, a hősugárzással történő szárítással több tízszeresére emelkedik a meleg levegővel átadott hőmennyiségnek. A szárítás sebessége azonban nem mindig arányosan nő ezzel az értékkel, ennek oka az anyagon belüli nedvesség-vándorlás sebességének változása.



P o p o v kerámia-lemezeket i.v. sugárral szárított és megállapította, hogy a lemezről a víz párolgási sebessége hőrosszorosa a víz szabad felületről történő párolgásának. A szárítási sebesség növekedésének fő oka az, hogy a párolgási felület sokkal nagyobb, mint a geometriai szabad felület. A párolgás már a mélyebben lévő nagyobb kapillárisokban megtörténik és a szűkebb kapillárisok szállítják a vizet a felszínre. Ily módon gyorsabb lesz a szárítás. /1/

I.v. sugárzás hatására a nedvességtartalma szilárd test belsejében először a nedvesség felhalmozódását lehet észlelni, mert a víz a felületről a hőáramlás irányába vándorol. Amikor azonban a felületről a párolgás fokozódik, akkor ellentétes irányu lesz a folyamat, vagyis a nedvességvezetés érvényesül és a folyadék a felület felé vándorol.

A besugárzott test hőfoka egy bizonyos h a t á r é r - t é k felé közeledik. A hőmérséklet határértékét a következő tényezők szabják meg:

- a./ a sugárzás erőssége  $/W/ \text{ cm}^2/$
- b./ a besugárzott anyag abszorpcióképessége
- c./ a környező levegő hőfoka.

A határértéket akkor érjük el, amikor a felhevített test által leadott hő /vezetés, áramlás és sugárzás útján/ egyenlő lesz a sugárzási energiától felvett hőenergiával.

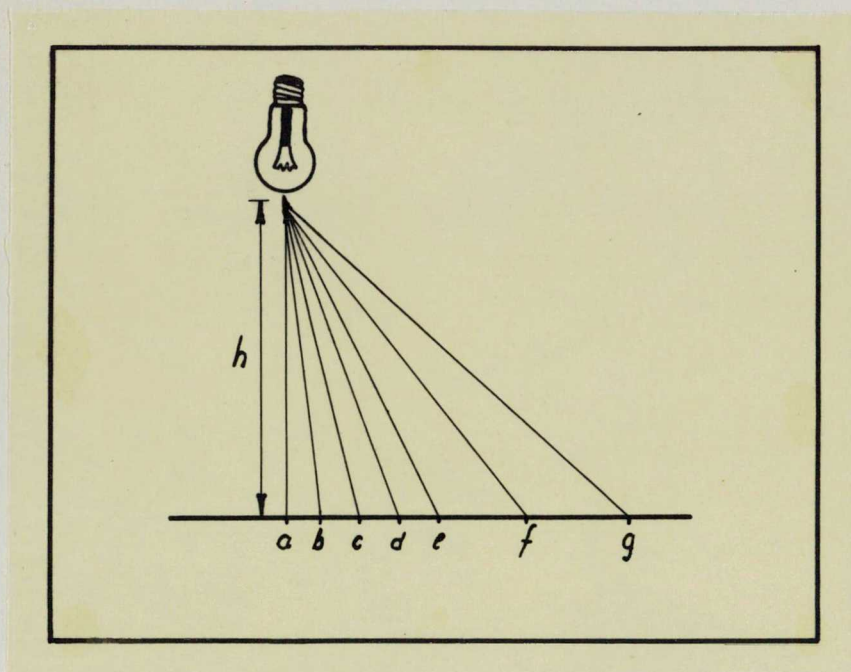
A környező levegő hőmérsékletének azért van jelentősége, mert a szárítandó /besugárzott/ anyagtól kapja a felfűtődéséhez szükséges hőt.

A jó teljesítmény elérése függ a melegítő térség nagyságától, kiképzésétől, a szellőzéstől, az anyagnak a lámpától való távolságától, a sugarak beesési szögétől, stb. A lámpa távolságának és a sugarak hajlásszögének befolyását a sugárzás erősségére a 4. sz. táblázat mutatja: /12/

A táblázatból kitűnik, hogy egyenletes sugárzást lehet biztosítani 250 W i.v. lámpával, ha az üvegtest 10 cm-nél nagyobb távolságra van a szárítandó felülettől és az egyes lámpák közötti távolság körülbelül 15 cm, ugyanis a lámpa tengelyétől körülbelül 7,5 cm. távolságra esik le a fajlagos sugárzási teljesítmény a felére.



A táblázatból is látható, hogy a teljesítményt fokozzuk és így az anyag hőmérsékletét emelni tudjuk, ha az anyag és a lámpa távolságát csökkentjük. Az egymásmelletti lámpák átfedése a fenti beállításonál biztosítja a legegyenletesebb besugárzást. /12/



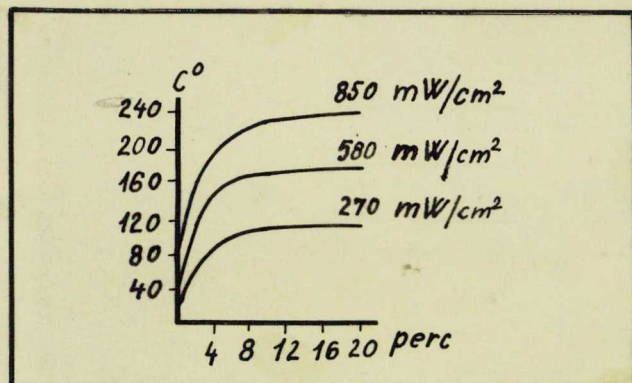
3. sz. ábra. "A sugárzás erőssége  $W/cm^2$ "-című táblázat magyarázata.

4. sz. táblázat. A sugárzás erőssége  $W/cm^2$ . /Umzinger /12/ adatai./

| h cm | 0 cm | 2 cm | 4 cm | 6 cm | 8 cm | 15 cm | 25 cm |
|------|------|------|------|------|------|-------|-------|
|      | a    | b    | c    | d    | e    | f     | g     |
| 10   | 950  | 900  | 770  | 520  | 180  | 65    | 21    |
| 20   | 500  | 500  | 460  | 420  | 170  | 75    | 33    |
| 30   | 250  | 250  | 240  | 220  | 160  | 78    | 25    |
| 40   | 150  | 150  | 144  | 135  | 115  | 68    | 23    |
| 60   | 85   | 80   | 80   | 75   | 75   | 50    | 20    |
| 80   | 45   | 45   | 44   | 43   | 41   | 36    | 18    |
| 100  | 30   | 30   | 29   | 28   | 26   | 23    | 15    |



A sugárzás erősségének befolyását a határhőfokra, M a n d e r s kísérleteinek az eredményei is bizonyítják, aki lakkozott acéllapra végezte el vizsgálatait: /4. sz. ábra./



4. sz. ábra. A sugárzás erősségének befolyása a határhőfok kialakulására. /Manders adatai /cit.6/.

no, rétegvastagsága és a besugárzási időn kívül a hőszagtérfogatnak is igen nagy szerepe van a szárítandó anyag hőmérsékletének emelkedésében. A nagyobb szagtérfogatu anyagok hőmérséklete sokkal gyorsabban emelkedik és 10 mm-es rétegvastagságig lényegesen magasabb értéket ér el.

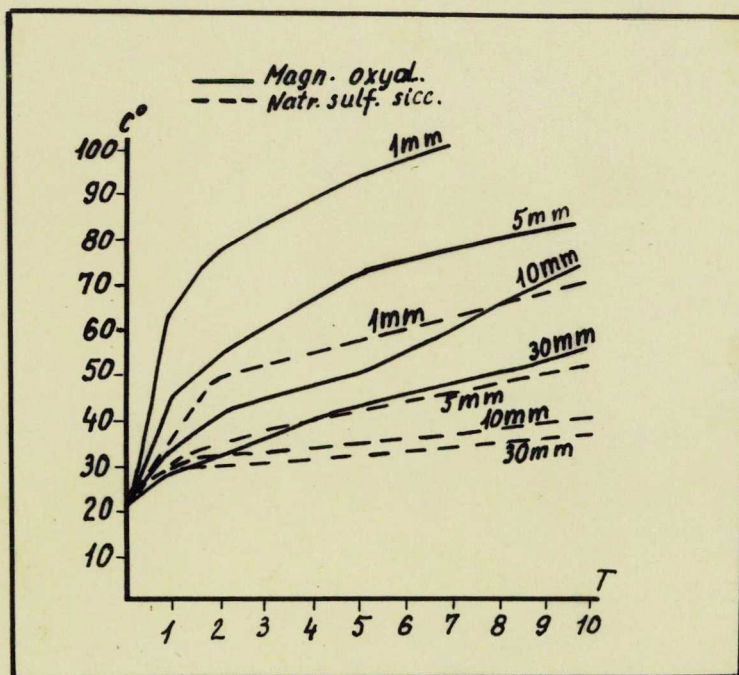
K e d v e s s y és R é d i g e r /10, 13/ vizsgálatai során azt a következtetést vonták le, hogy inkább befolyásolja az anyag felmelegedését annak szagtérfogata, mint a kémiai tulajdonságai. Ezt szerves és szervetlen gyógyszeranyagok vizsgálata során állapították meg. Ezek a kísérleti eredmények egészen új szerűek és igen nagy jelentőségűek a szárítás folyamatának megértéséhez.

A színek abszorpció képességét a fehér, barna, zöld, fekete gyógyszeranyagok vizsgálata az eddigi megállapításoknak megfelelően igazolta.

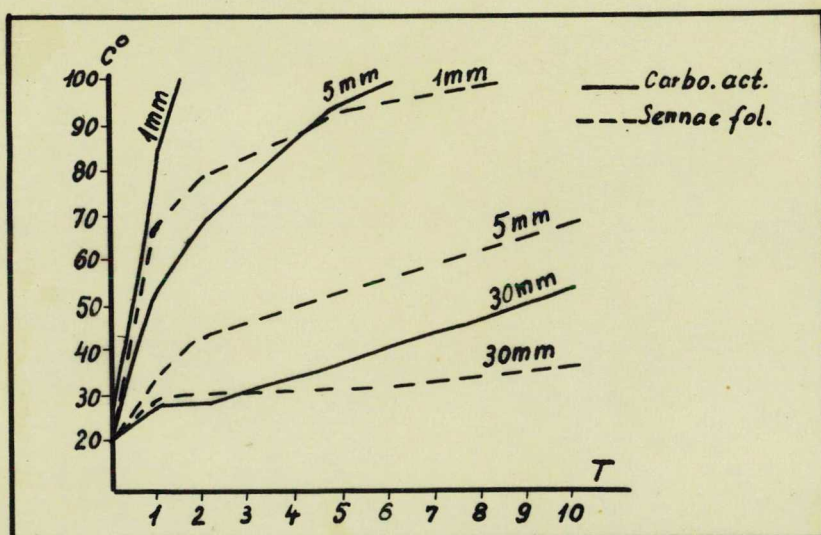
Megfigyeléseik szerint a szárítandó anyag nagyobb nedvességtartalma is csökkenti a hőmérséklet emelkedését. A jelenleg oka a nagymennyiségű rejtett hőmennyiség átadása.

Nem különbözik az anyag felmelegedésének nagyságára, az anyag rétegvastagsága és a besugárzási idő sem. K e d v e s s y és R é d i g e r /10, 13/ behatóan tanulmányozták a besugárzott anyag hőmérsékletének változását az idő és rétegvastagság függvényében. /4 és 5. sz. ábra/. Megállapításuk szerint az anyag színe





5. sz. ábra. Fehér aszínű besugárzott anyag hőmérsékletének változása az idő és rétegvastagság függvényében. /Kedvesay és Rédiger adatai /10, 13/.



6. sz. ábra. Színes anyag hőmérsékletének változása az idő és rétegvastagság függvényében. /Kedvesay és Rédiger adatai /10, 13/.



A szárítás sebességét befolyásolja még az elmondottakon kívül a levegő mozgatása, a ventiláció nagysága is. /6, 10/

Szükség van arra, hogy a levegő parciális gőznyomását csökkentjük, viszont a levegő hőmérsékletének csökkentése - a nagyfokú ventiláció miatt - a hatásfokot rontja, mert a diffúzió csökken. Ha a felület hőmérséklete magasabb, mint a környező közeg hőmérséklete, L i k o v megállapítása szerint a hőmérsékleti gradiens hatására a vizgőz az anyag belseje felé, a levegő pedig a felület felé igyekszik vándorolni és ez akadályozza a párolgást. Ezért nagyon fontos a ventiláció nagyságának megválasztása. /1/

L i k o v vizsgálatai szerint a kolloid anyagok i.v. sugárzással sokkal rosszabbul száradnak, mint a porózus testek, ennek oka a makropórusok hiánya. Ezért a kolloid testek i.v. sugárral történő szárítására a szakaszos besugárzást ajánlja. Ennek a módszernek az a jelentősége, hogy amikor a felület nedvességtartalma csökken és az anyag erősen felmelegszik, a termikus nedvességvezetés akadályozza a viznek a felületre jutását, viszont a besugárzási szünetben a nedvességvándorlás érvényesül, mert a felület alacsonyabb hőmérsékletű lesz és a belülről kifelé irányuló hőáramlással a víz is a felszín felé mozog. Az újabb besugárzás ideje alatt pedig elpárolog. Minél kisebb az anyagban a nedvességvezetés, annál nagyobb szünetet kell tartani, hogy legyen idő a nedvességnek a felületre vándorolni.

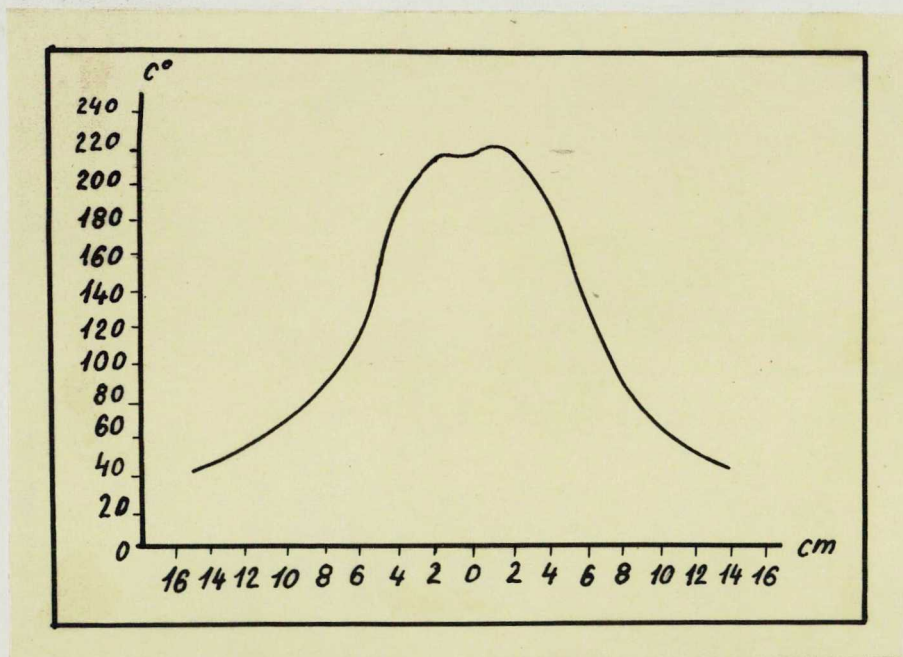
### 3.6. Infravörös sugárzók leírása.

A villamosüzemi sugárzókat világos és sötét sugárzók csoportjára osztjuk fel aszerint, hogy látható sugarakat bocsátanak-e ki, vagy nem. A különbség izzási hőmérsékletük különbözőségéből adódik. A sötét sugárzók energiamaximuma a hosszabb, a világos sugárzóké a rövidebb hullámhosszúságú sugarakat adja. Körülbelül 500 C° felett izzó test által kibocsátott sugarak egy része már látható.

A szubinfravörös - rövidebb hullámhosszu - sugárzókat hazánkban is gyártják. A Tungsten Infrasec égők forgásparaboloid



alaknak. Alumínium-tükör vetíti a sugarakat. A tükör fókuszában van elhelyezve az izzósál. Az üvegbúra kemény üvegből készül, amely a  $2200\text{ K}^{\circ}$  / $1927\text{ C}^{\circ}$ / izzósál által kibocsátott sugarakat átengedi. - Normál lámpafoglalatba csavarható. A sugárzás energiamaximusa  $1,3\text{ }\mu$ . A bura alatt  $10\text{ cm}$  távolságra elhelyezett fekete lemez segítségével megállapították a hőmérsékleteloszlást a lámpa tengelyétől mért távolságban. /6/ /7.sz. ábra./



7. sz. ábra. Tungsten Infravörös sugárzó sugárzásának melegeloszlása a távolság függvényében. /Takács /6/ adatai./

Gyorsítjuk a szárítást, ha az izzót szárítószekrényben helyezzük el, mert így a környező levegő hőmérséklete magasabb lesz. Ekkor azonban biztosítanunk kell a nedves levegő eltávolítását ventiláció útján. Ez megoldható:

a./ elszívással, ventilátor segítségével, vagy visszagőrlégcsivattyúval.

b./ természetes ventilációval, ha a szekrényen megfelelő helyen szellőzőnyílások biztosítják a felszálló páradús levegő eltávolítását és helyette szárazabb levegő bejutását.



A szekrény belső felületét jó visszaverőképességű alumínium lemezzel célszerű borítani. Így a szekunder sugarak sem mennek vessendőbe. /5/

Ha alulról is kívánjuk melegíteni az anyagot, akkor ritka szövésű dróthálóra kell üveglapon elhelyezni.

Mivel a lámpa rögzítve van, az anyagot tartó polcot kell úgy készíteni, hogy a lámpától való távolsága változtatható legyen és így az anyag hőmérséklete, illetve a szárítás sebessége szabályozható.

### 3.7. Az infravörös szárítók hatásfoka.

Ahol energia-átalakulás van, ott számolni kell azszal, hogy a befektetett energiát nem kapjuk vissza teljes egészében. Az átalakult energia és a teljes befektetett energia viszonyát **h a t á s f o k n a k** nevezzük. A használatos infravörös szárítók hatásfoka általában 65 %. A 35 % veszteségben benne van: /12/

a./ az a sugárzási energia, amely mint látható fény keletkezik, vagyis amely nem alakul át hővé,

b./ benne van az a veszteség is, amely a reflektáló felületek abszorpciójából adódik,

c./ számolni kell az anyagot nem érő, oldalt távozó sugárvesztéssel is,

d./ a szárítandó felület a környező levegőnek konvekció útján meleget ad át,

e./ a szárítandó felület is reflektál sugárzó energiát.  
/felület ssine/

Egyes szerzők megállapítása szerint 40 % hatásfokkal kell számolni. /cit.12/

Hátránya az i.v. szárítónak, hogy fényérzékeny anyagokat nem, vagy csak megfelelő körültekintéssel lehet szárítani.

Az i.v. szárítás előnye:

a./ hogy a hőközlés sebessége a fényközlés sebességével történik és nincs előmelegítési idő sem, tehát a bekapcsolás



pillanatában működésre kész,

b./ szükségtelen a készülék erős hőszigetelése,

c./ az izsó tisztítható,

d./ robbanásveszélyes gázok elpárolgztatására is alkalmas,

e./ előnye az is, hogy a sugárzással felmelegített test konvekciós hővesztése a környező levegőt felmelegíti, ami viszont a jobb gázdifúziót biztosítja, viszont a konvekciós szárításnál a szárítótérben elhelyezett anyag hőjét vonja el a szárító tér levegőjéből,

f./ az infravörös sugarak a mélyebb rétegekbe is behatolnak. K e d v e s s y és R é d i g e r vizsgálatai /10/ bizonyítják, hogy fehér és kis sulytérfogatu anyagok, mint például a natr. sulf. sicc. 10 perc alatt 30 mm mélységben  $37^{\circ}\text{C}$ -ra melegszik fel, a nagy sulytérfogatu magnézium oxid pedig  $55^{\circ}\text{C}$ -ra, amely szintén a sugarak áthatoló képességét bizonyítja. A konvekciós és kondukciós szárítás esetében a hő az anyagban kondukciós útján jut a mélyebb rétegekbe és ez csak akkor történik meg, amikor a felületi réteg már bizonyos hőmennyiséget felvett. Hosszabb idő szükséges tehát a mélyebb rétegek felmelegítéséhez, mint az i.v. szárítás esetében, ahol a bekapcsolás pillanatában a mélyebb rétegekben is átalakul az elektromágneses sugár hőenergiává. Ezáltal nemcsak a szárítási idő csökken jelentősen, hanem a felhasznált energia-mennyisége is lényegesen kevesebb, amelynek oka a sugarak nagy behatoló képessége, a készülék előfűtés nélküli, azonnali működése és a hőközlés nagy sebessége.

Hazánkban az i.v. szárítás mintegy egy évtizedes múltat tekint vissza, de külföldön is csak körülbelül három évtizede alkalmazzák, így még igen sok a feltáratlan terület az alkalmazása terén.

A kísérleteknél arra kell törekedni, hogy a megfelelő szárítási viszonyokat megkeressük, hogy minimális szárítási idő alatt, a legkisebb energiafogyasztás mellett a szárított anyag legjobb technológiai tulajdonságait érjük el.



#### 4./ Az infravörös hőközlés alkalmazása a gyógyszer-technológiában.

A gyógyszerek előállításában hosszú ideig csak kondukciós és konvekciós melegítést alkalmaztak. A kondukciós hőközlésnek az a hátránya, hogy túlmelegedés fordulhat elő, a konvekciónál pedig jelentékeny a hővesztesség.

Ujabban már a gyógyszer-technológiában, sőt a gyógyszer-tári gyakorlatban is alkalmazzák az i.v. melegítést, amelynél megfelelő lámpatávolságot alkalmazva, túlmelegedés nem léphet fel.

Az i.v. hőközlés számtalan előnyének ellenére, viszonylag kevés adat áll rendelkezésünkre a gyógyszerészeti alkalmazás területén.

Felhasználható a gyógyszerészeti technológiában granulák, pilulák, teakeverékek, növényi drogok szárítására, kristályviz tartalmu sók dehidratálására, kendcs alapanyagok megolvasztására, szappankészítésre, extraktumok előállítására, stb.

K e d v e s s y és R ó d i g e r kristályos cinkszulfátot  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$  szárítottak. /14/ Megállapításuk szerint a szárítószekrényben víztelenítéssel szemben az i.v. lámpa alatt szárított /lámpatávolság 5 cm/ cinkszulfát sokkal rövidebb idő alatt érte el a körülbelül 1 mol. kristályvizes állapotot, amely vizsgálataik szerint változás nélkül tartható el.

M o n i e r és B e s s o analitikai célból szárítottak különböző anyagokat i.v. sugárral. /16/ Megfigyeléseik szerint az ammonium-sók közül a nitrát-, -klorid-, -szulfát és -oxalát könnyen, bomlás nélkül száradt 50 - 60 °C közötti hőmérsékleten. Az ammoniumfoszfát nehezebben száradt, de ez sem bomlott. Az ammoniumacetát, - karbonát, - fluorid szublimációval bomlik.

Megvizsgálták a nátriumjodid viselkedését is és az i.v. szárítást ebben az esetben is megfelelőnek találták.

B u c h a r d y és M i r i m a n o f f /17/ 5 mol. kristályviz tartalmu réz (II) szulfát dehidratálását végezték el i.v. sugárral. Közlésük szerint 29,5 % vizet a só 30 perc alatt veszített el, míg a szárítószekrényben 24 óra alatt csak 28,5%



viset adott le. /Elméleti 3o W/

Hasonló módon kísérleteket végeztek a kristályos magnézium-szulfát viztelenítésére is.

C s e t s c h - L i n d e n w a l d /18/ is végzett hasonló kísérleteket és megállapítása szerint kemikáliák szárítására, szilikagél regenerálására a leghaladottabb és legolcsóbb hőforrás az i.v. lámpa. Vazelin lágyítására, illetve olvasztására is használta a szerző. A kondukción hőközlés esetében mindig túlmelegszik a vazelin, míg i.v. melegítésnél, ha az égő nincs túl közel és állandóan keverik az anyagot, akkor egyszerre olvad meg. /35 cm távolságról, 8 perc alatt/ Véleménye szerint az égő helyes távolságának és a keverés sebességének megállapítására további kísérletekre van még szükség.

Vizsgálatai szerint a kakaóvaj olvasztására előnytelen, mert nehezen dermedő módosulattá alakul át.

Granula szárításáról számol be S m e c k a /19/ és F o w l e r /20/. P a t e l és tanítványai /cit.20/ 67 kemikáliát szárítottak i.v. sugárral. 55 féle granulált anyagot vizsgálva, amely közül 22 szerves, 19 szervetlen és 14 összetett anyag volt, 90 %-ban bomlást nem találtak. Sikertelen volt a higany-oxid, dinátriumhidrogénfoszfát, csersav, glükóz és atropin-oxid tartalmú granulák szárítása, mert vizsgálataik során bomlást észleltek ezeknél az anyagoknál.

Azt javasolják, hogy részletesen ki kell dolgozni az egyes anyagok szárítását. A pontos időt, hőmérsékletet - lámpatávolságot -, meg kell adni ahhoz, hogy az anyagot bomlási veszély nélkül lehessen szárítani.

Drógek szárításával foglalkozott K e d v e s s y és R é d i g e r /21/, modelkísérleteket végeztek alkaloida- és illóolaj tartalmú drógek szárítására. Friss narancshéjat szárítottak 250 W égővel 35 cm távolságról. A drógekben mért hőmérséklet maximális értéke  $40^{\circ}\text{C}$  volt.

Hasonló módon alkalmazták az i.v. izzót kamillavirág szárítására, 30 cm távolságból.

Vizsgálataik azt bizonyítják, hogy az i.v. hőközlés alkalmas illóolaj tartalmú drógek szárítására és nagy előnye,



hogy a szárítási idő lerövidül. Az így szárított drog illóolaj tartalma megegyezett a szobahőmérsékleten szárított drogéval.

A stramonium levél szárítását is ismertetik. Az eddigi vizsgálataik szerint alkaloida tartalmu drogok szárítására is alkalmasnak bizonyult. /21/

G o u n k e n és H a s e a n /cit.20/ belladonna-levelet szárítottak 1 órán át 2 égővel, 25 cm távolságról. Így  $145^{\circ}\text{C}$ -t értek el, amelynél az alkaloida-tartalom erősen csökkent. Egy lámpával végezték hasonló körülmények között a vizsgálatot 2 órán keresztül, ekkor  $55^{\circ}\text{C}$ -ra melegedett fel az anyag. A drog alkaloida tartalma azonos volt a 6 - 8 héten át szobahőmérsékleten szárítottal.

B u c h a r d y és M i r i m a n o f f /17/ irisz-levelet 110 perc alatt szárítottak meg és vizsgálataik alapján megfelelőnek találták a drogot.

C o l e t t /22/ félsűrű és száraz kivonatok készítése során használta fel az i.v. sugarakat. Több mint 40 féle száraz kivonatot készített. Félsűrű extraktumokat párolt be i.v. hővel és utána megvizsgálta az anyag oldhatatlan maradékát. A magas oldhatatlan anyag tartalom a helytelen - túl magas - hőkezelést bizonyította.

Megállapították, hogy az i.v. szárított anyag oldhatatlan maradéka kisebb volt, mint az eddig szokásos előállítással kapott terméké. A kivonatok színe nagyobb mértékben nem sötétedett. Hét eset kivételével könnyen porlaszthatók voltak. A szárítási idő általában 30 - 50 perc volt, a legmagasabb hőmérséklet  $50^{\circ}\text{C}$ .

A hatóanyagtartalmat megmérve maximálisan 5 % bomlást találtak, amely azt bizonyította, hogy i.v. hővel rövid idő alatt megfelelő száraz extraktumot lehet előállítani.

B u c h a r d y és M i r i m a n o f f /23/ kivonatok nedvességtartalmának meghatározására az eddig ismert eljárások közül a legalkalmasabbnak találták.

Az irodalmi adatok szerint kémiai vizsgálatokhoz is alkalmazták az i.v. szárítást. /16/

A fenti adatok is bizonyítják, hogy a gyógyszerészetben már eredményesen alkalmazzák az i.v. hőkezelést, de még szám-



talan feltáratlan terület van. Az egyes anyagokra vonatkozó-  
an ki kell még kísérletezni a legmegfelelőbb alkalmazást.



## II. KISÉRLETI RÉSZ.

### 5./ Célkitűzés. Munkamódszer leírása.

Kísérleti munkám célja, hogy az i.v. hőközlés eddig ismeretes felhasználási területét bővítsem és a gyógyszer-technológia számára olyan adatokat nyújtsak, amelyek a gyakorlati munkában alkalmazhatók.

A rendelkezéseimre álló szakirodalmat áttanulmányozva célom az volt, hogy az i.v. hőközlést olyan esetekben alkalmazzam, amelyek a gyógyszer-technológiai felhasználás lehetőségét kibővítik.

Az i.v. sugárral végzett szárítás eredményeinek összehasonlíthatósága céljából minden esetben más módszerrel is végeztem vizsgálatokat.

Az i.v. sugárzás felhasználhatóságának tanulmányozására modellkísérletként alkalmasnak véltem a következő technológiai műveletek elvégzését:

- a./ kristályviz tartalmú anyagok dehidratálása,
- b./ nedvesítéssel készült teakeverék szárítása,
- c./ opodeldék készítése,
- d./ oldott anyag szárítási maradékának meghatározása.

Kísérleteim során igyekeztem megtalálni az anyag természetének megfelelő optimális léghőmérsékletet és hőközlési időt. Vizsgálataim eredményeit táblázatokban közlöm és grafikusán ábrázolom.

Munkám során mindig párhuzamos méréseket végeztem. A vizsgálatokhoz használt anyagokat a Ph.Hg.V. szerint megvizsgáltam és azokat az előírásnak megfelelőnek találtam. A rétegvastagságot úgy választottam meg, hogy a gyógyszerértári és galenusi laboratóriumi gyakorlatban is felhasználhatók legyenek.

Vizsgálataimhoz a 3,6 fejezetben ismertetett 250 W-os Tungsten Infresec szubinfravörös sugárzót használtam. A sugárzó által kibocsátott sugárenergia maximuma  $1,3 \mu$ .



Kedvossy és Rédigor kísérleti munkájukhoz olyan szárítószekrényt készítettek, /21/ amelynek oldalán szellőzőnyílások biztosították a légcserét. Az izzó a szekrényen kívül nyert elhelyezést úgy, hogy csak a fénycsöveszártan buratolt volt a szárítószekrényben.

Kísérleti munkák során a szárítást kétféle szekrényben végezték.

1./ Az egyik 250 x 250 mm. alapterületű, 500 mm. magas szekrény. Az i.v. égő alatt a polotávolság változtatható. A sugárzó a fent ismertetett készülékkel ellentétben a szekrényben van

elhelyezve, de a szekrény felső részén nyílások vannak, amelyek a lámpa hűtését biztosítják. Egy alumínium-lemez választja el a felső teret a szárítótértől, amelyen 130 mm. átmérőjű nyílás van. Ez a választólemez úgy van elhelyezve, hogy az égő burájának tükröző része és foglalatja a felső részben, a gömbölyű alakú buratoló pedig a szárítótérben van. Így biztosítható az égő burájának és foglalatjának hűtése anélkül, hogy a szárítóra szolgáló tér hőmérsékletét erősen csökkentené. Szabályozható szellőzőnyílások és visszagárlégeszivattyú csatlakozására szolgáló kivezető nyílás segítségével viszont biztosítottam a magasabb páratartalmú levegő el-



8. sz. ábra. Egy izzóval működő szárítószekrény.

távolítást a szárítótérből. A szekrény belső része fényes alumíniumlemezzel van burkolva, amely a sugarakat jól reflektálja. Irodalmi adatok szerint /cit.6/ a

|                                        |    |   |
|----------------------------------------|----|---|
| nyers alumínium reflexióképessége:     | 65 | % |
| ciszított alumínium reflexióképessége: | 74 | % |
| oxidált alumínium reflexióképessége:   | 90 | % |



A polc is fényes felületű alumínium-lemez, amelynek behelyezésével az alatta lévő részt teljesen el tudom választani a szárítótértől. Ennek azért van jelentősége, mert szárítás közben az alsó rész hidegebb levegője így nem tudja ronítani a szárítótér meleg levegőjének gőzfelvonó képességét. Másik jelentősége, hogy a réses sugarakat reflektálja.

A szekrényt kívül szögvasra erősített eternittlapok fedik, amely tűzbiztos. A szekrényen kívül elhelyezett kapcsoló biztosítja, hogy a megfelelő időben ki, illetve újra bekapcsolhasson a sugárzó.

2./ A másik szerény drág és granula szárításra készült. Alapterülete 250 x 250 mm, magassága pedig 600 mm. /9. sz. ábra/ a szekrény alján és felső részén az infravörös sugárzó úgy



van elhelyezve, hogy a lámpafogalat és tükröző rész nincs a melegítőtérben, csak a burafonccorozatlan része van a szekrényben. /21/ Mindkét lámpa külön állítható üzembe, kapcsolók segítségével és így megoldható, hogy egyszerre két izzóval melegítsék. Egyikkel az anyag felett, a másikkal az anyag alatt.

Es a szekrény is, a másikhoz hasonlóan, fényes alumínium lemezzel van burkolva. A szekrény oldalán szabályozható szellőzőnyílások biztosítják a légeserét. A sugárzó burája melletti 5 mm. nyílás lehetővé teszi a levegő alulról felfelé mozgását és ezzel a magas parciális gőznyomású meleg levegő elszállítását,

9. sz. ábra. Két izzóval működő szárítószekrény.

természetes cirkuláció útján is.

A szárítószekrényben olyan polc van, amely fémkeretből és egymásra merőleges irányban, 20 mm. távolságban kifeszített drótsálakból áll. A lámpától való távolsága állítható. A polc



szála és a szekrény közötti 5 mm. távolság teszi lehetővé a levegő mozgását akkor is, ha a dróthálóra üveglapot helyeznek. Így lehetséges az alsó és felső melegítés.

Az i.v. hőközlésnél a szárítás sebessége a következő tényezőktől függ:

- a./ szárítandó anyag szemcse nagyságától,
- b./ a szárítandó anyag színétől,
- c./ a szárítandó anyag nedvességtartalmától,
- d./ a szárítandó anyag rétegvastagságától,
- e./ sugárzás erősségétől,
- f./ hullámhossztól,
- g./ lámpatávolságtól,
- h./ a lámpa tengelyétől való távolságtól,
- i./ a levegő parciális gőznyomásától /ventilláció/,
- j./ a levegő hőmérsékletétől,
- k./ szárítószekrény reflexiójától

és még számos körülménytől.

Szárításkor mindig a lehetséges leghatékonyabb feltételeket igyekezzük biztosítani, hogy a lehető legjobb eredményt érjük el.

#### 6./ Kristályviz tartalmú anyagok szárítása.

Kristályviz tartalmú anyagok szárítása nem sorolható teljes joggal a jól ismert szárítási folyamatok közé, mert ebben az esetben hő hatására először a molekuláris kötésből kell a vizet felszabadítani és csak ezután kerülhet sor a felszabadított víz elpárologtatására. Ezt a folyamatot együttesen szokták kalcinálásnak, dehidratálásnak nevezni.

A kristályhidrátok szárításának elméletével a 2,3 fejezetben foglalkoztam.

Ismeretes, hogy a kristályos szerkezet megbontása endoterm folyamat /9/ és a dehidratálás a stöchiometrikus kapcsolatnak megfelelően, szakaszos görbét ad. /1/ /2,3 fejezet/



Vannak olyan anyagok, amelyek még a kristályviz teljes leadása előtt bomlanak, ezért javasolják egyes szerzők ezeknek a sóknak vákuumban történő szárítását.

Munkám során két kristályviz tartalmú anyag, a bórax és vas (II) szulfát dehidratálását vizagáltam.

Tekintettel arra, hogy mindkét só szárításával kapcsolatos irodalmi adatok igen eltérőek, megvizagáltam a bóraxnak és vas (II) szulfátnak a súlyváltozását, az idő és hőmérséklet függvényében és felfektettem ezek izotermáit, a termogravimetriás görbéket.

#### 6.1. Bórax dehidratálása.

A következőkben a bórax dehidratálásával foglalkozom. A szárításhoz felhasznált anyagot a Ph.Hg.V. előírása szerint azonosítottam és elvégeztem a minőségi kvalitatív és kvantitatív vizsgálatokat. Lugosság alapján mérve, 0,1 n sósavval középértékben 103,15 %-nak, /103,20 % és 103,10 %/ a bórsav komponensét mérve 0,1 n nátronlúggal középértékben 102,30 %-nak /102,10 % és 102,50 %/ találtam. /Ph.Hg.V. értékei: 99,0 - 103,0 %/ A későbbiekben a kétféle kvantitatív vizsgálattal kapott eredmények középértékével: 102,70 %-os kristályos bóraxsal /10  $H_2O$ / számolekul. A kristályos és szárított bórax tartalmi meghatározásait is egyaránt a homogenizált anyagból vett mintákkal végeztem el.

Molekulaszúly alapján számítva, a kristályos bórax elméletileg 47,24 % vizet és 52,76 % vízmentes bóraxot tartalmaz. Száraz levegőn kissé másképp /7,32/, amit a titrálással kapott eredmény is bizonyít. A tartalmi meghatározás adatai alapján a vizsgálataimhoz felhasznált bórax csupán körülbelül 9,5 mol. kristályvizet tartalmazott.

A szárítás eredményének értékelése céljából felfektettem a bórax dehidratálási adatait, a termogravimetriás görbén ábrázolva. Ezekután különféle módon szárítottam az anyagot. 0,1 g pontossággal körülbelül 50 g-ot mértem Petri-



csészébe, légfókes analitikai mérlegre. Ekkor a rétegvastagság 9 mm. volt. Egyes modellkísérletekben 4 mm. rétegvastagságban szárítottam a bőrxot és ekkor körülbelül 20 g-ot mértem le, hasonló módon.

A dehidratálást 5 cm., 10 cm. és 25 cm. lámpatávolságból és elektromos szárítószekrényben 105 C°-on és 130 C°-on végeztem. Megvizsgáltam az izzított só tulajdonságait is.

Általában a kristályos anyagot használtam szárításra, de egyes esetekben dörzsmossárban, vagy univerzális őrlőgéppel porítottam és azt is szárítottam. A porított só vizsgálati adatait mindig külön közlöm.

I.v. szárítás közben a bőrx hőmérsékletét higanyos hőmérővel mértem, amelyet úgy helyeztem el az anyagban, hogy a higany gőmjét teljesen befedte.

Elektromos szárítószekrényben a légtér hőmérsékletét mértem, szintén higanyos hőmérővel. A szárítószekrényt a kívánt hőfokra felfűtöttem és ekkor helyeztem be a szárítandó anyagot. A nedves levegő a szárítószekrény felső részén, a szellőzőnyíláson keresztül távozott el.

Az i.v. szárításnál, a szárítási idő első 30 - 40 percében a magas parciális gőznyomású levegőt vízgőrlégszivattyú segítségével távolítottam el. A légszivattyú gumicsövét a szekrény szárítóterének felső részén elhelyezett kivezetőcsőre erősítettem. /5. fejezet/ Amikor a jelzett idő eltelt, az elszívást megszüntettem és csupán a szellőzőnyílásokat hagytam nyitva. Ez megfelelő módon biztosította a továbbiakban a ventilációt.

Szárítás közben az anyag súlyát többször mértem és üvegpalódval, vagy kis pisztolussal homogenizáltam. A keletkezett kéregrést gondosan alporítottam.

## 6.2. Bőrx termogravimetriás görbéje.

Igen régi az az elgondolás, hogy a hevített anyag súlyváltozását vizsgálják az idő és hőmérséklet változása közben. A termogravimetria a régen ismert szakaszos hevítési módokerekből



tovább fejlődött. A régi módszer szerint az anyag hevítését időnként megszakítva, súlymérést végeztek. Így a mérések sorozatát kapták, amely képet adott a hőmérséklet hatására bekövetkező változásokról. Később az analitikai mérleget elektromos fűtőberendezéssel kapcsolták össze, amely már folyamatos képet adott a súly-hőfok, súly-idő görbe felvételére.

Az első folyamatos működésű mérleg szerkesztése *H o n d a* nevéhez fűződik és a termomérleg szót is ő vezette be. /2/ A módszer tökéletesítésén számos kutató dolgozott, ezek közül kiemelkedő *G u i c h a r d* és *B r e t f o r d* munkássága, valamint a napjainkban alkalmazott *C h e v e n a r d* és *W a c h e* által kidolgozott automatikus működésű termomérlegek. /4/.

A termogravimetria tárgya, a hőhatásnak kitett anyag vizsgálata és a vizsgálati eredmények ábrázolása termogravimetriás görbén, amelyet *t e r m o g r a m m a k* is nevezünk. /T G görbe/ /4/

A TG görbe felvételére azért volt szükség, mert a bóraz száritására vonatkozóan, a következő irodalmi adatokat találtam:

*G m e l l i n* leírása szerint /24/  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on 5 mol. kristályvizet veszít. A megmaradt 5 mol. kristályvizet  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ig stabilan tartja,  $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on újabb 2 molekula vizet ad le és  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$  felett már csak 1 mol. kristályvize marad.

*P e r e l m a n* közlése szerint /25/  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  felett veszíti el az összes kristályvizét.

*K o g l i n* megállapításai /26/:  $120 - 140\text{ }^{\circ}\text{C}$  között adja le teljesen az 5 mol. kristályvizét és  $360\text{ }^{\circ}\text{C}$  körül lesz teljesen dehidratált.

Ismét más adatok alapján /27/  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on csak 4 molekula kristályvize marad. Egyes szerzők vizsgálataik alapján leírják, hogy  $60 - 62\text{ }^{\circ}\text{C}$  felett már a  $\text{Na}_2\text{B}_6\text{O}_{10}$  és  $\text{Na}_2\text{B}_8\text{O}_{13}$  is keletkezik.  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ -on pedig már mind leadja kristályvizét. /*A t t e n b e r g* /cit. 27/

A kalcinált dekanhidrát megduzzad és magasabb hőmérsékleten bórazúveggé olvad. Ezt az olvadáspontot különböző szerzők más adattal jelzik, így:  $561\text{ }^{\circ}\text{C}$  /cit.27/;  $730\text{ }^{\circ}\text{C}$  /cit.27/;  $741\text{ }^{\circ}\text{C}$  /25/;  $783\text{ }^{\circ}\text{C}$  /cit.27/;  $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$  /cit.27/



Ezek az adatok bizonyítják, hogy bőrax vízmentesítésére vonatkozó vélemények nem egyeznek. Volt kutató, aki azt közölte, hogy a részleges dehidratálási hőmérséklet nem állapítható meg pontosan. /cit.27/

A 6,1 fejezet szerint megvizsgált és szárításra szánt bőraxból állagmintát vettem és több párhuzamos méréssel megkíséréltem, a dehidratálási görbe felvételét, mivel meg kellett állapítanom, a szárítás mértékét, vagyis azt, hogy adott hőfokon mennyi vizet tudok eltávolítani a szárazanyag egységére vonatkoztatva. Eredményeimet az alábbiakban közlöm.

Méréscímkes légfészes analitikai mérleget használtam, amelyen L á b d y a célnak megfelelően átalakított, a folyamatos működésű termomérlegekhez hasonlóra.

A mérleg érzékenységet az erre a célra szolgáló csavar segítségével 1 mg/skálárész érzékenységre állítottam be, így a pontosság  $\pm 1$  mg; volt, amely kielégítőnek bizonyult. Az érzékenység állítására azért volt szükség, mert a súlyváltozást és hőmérsékletváltozást percenként olvastam le és jegyeztem fel, és egy perc alatt nem lett volna lehetőség a fentiekon kívül a mérleg arretálására és a lovasok csoréjára is. Megfelelő beállítás esetén az 1 mg./skálárész érzékenység mellett a 200 mg-os skálaintervallum elegendő az összes súlyvesztesség megállapítására.

A termomérleg bal karjára erősített kvarc rud a mérlegszekrény felé volt kivesetve, 20 - 25 cm-re. Erre helyeztem a vizsgálandó anyagot tartalmazó platina tálkát. Azért szükséges a kvarcrod, mert jól bírja a magas hőmérsékletet és hővezetőképessége rosszabb a fémeknél. Így a mérlegkar nem melegszik fel. A mérlegen kívül lévő kvarcrodát egy üveghenger vette körül, amely a légáramlásoktól védte.

A kvarcrodán helyezték el a hőmérséklet mérésére szolgáló nikkel-krómnikkel termoelemet, amely összeköttetésben volt egy hőmérsékletre kalibrált millivoltmérővel.

A mérleg felső lapja felett, állványon helyeztek el egy magas fűtőképességű kemencét, amely teljesen körülvette a vizsgálandó anyagot és a termoelemet. A kemencét L á b d y tervei



szerint úgy készítették, hogy az alsó lapja és a mérleg közé azbeszt és samot lapot helyeztek, a mérleg felmelegedésének megakadályozására.

A kemence fűtőáramát torroid transzformátor segítségével szabályoztam úgy, hogy percenként szabályosan emelkedjék a hőmérséklet.

Kísérleteim elvégzéséhez körülbelül 0,20 g. anyagot mértem le 0,1 mg. pontossággal a platina-tálkába, 0,1 mg. érzékenységgű analitikai mérlegen. A végtermék kontrollmérését is elvégeztem ezen a mérlegen, így a termomérleg kifogástalan működéséről is meggyőződtem.

A szárítandó anyagot tartalmazó platina tálkát mérés után a kvarcrudra tettem. A mérleget lengésbe hoztam és lovasok segítségével az egyensúlyi helyzetet úgy állítottam be, hogy a mutató a jobboldali 9 - le skálázás között álljon. Ekkor kezdtem el a kemence fűtését a leírt módon. A mérleget nem állítottam, így a súlycsökkenés következtében állandóan változott az egyensúlyi helyzet, amelyet percenként leolvastam és feljegyeztem, ügyelve arra, hogy ugyanazon időben észleljem a műszeren a hőmérsékletet és a mérlegen a súlyt. A mérleg beállítása szerint egy osztályrész csökkenés 1 mg.-nak felelt meg, így közvetlenül mg.-ban kaptam meg a bórax szárítási veszteségét.

A szabályos időközökben, percenként leolvasott súlyváltozás és hőmérsékletváltozás adataiból megkaptam a TG görbét.

A felfűtés sebessége és a be mért anyag mennyisége befolyással van a termogramra, ezért egymástól eltérő be mérésekkel és változó hőközlési sebességgel is elvégeztem a vizsgálatokat. Összehasonlítás céljából minden esetben másleányi mennyiségre számítottam át a be mérései és az észlelési eredményeket.

Az egyes modellkísérleteknél az egyenletes fűtés és az azonos időegységben történő leolvasás lehetőséget adott, hogy a dehidratációról képet kapjak. A kemence hőmérséklete folyamatosan emelkedett, amely a bórax súlyváltozását okozta. Ezt a következő összefüggéssel fejezhetem ki: a bórax súlyváltozás függvénye a hőmérsékletváltozásnak:



$$m = f / t$$

$m$  = bórax sulya

$t$  = hőmérséklet  $^{\circ}\text{C}$ -ban

$f$  = függvénye  $t$ -nek, a függvénytan jelölése szerint.

Est a függvényt ábrázolom a 10. és 11. sz. grafikonon, amelyet mérési adataim alapján készítettem. Az ábrákon hat parallel vizsgálat eredményét közlöm.

10 és 11 sz. ábrák leírása:

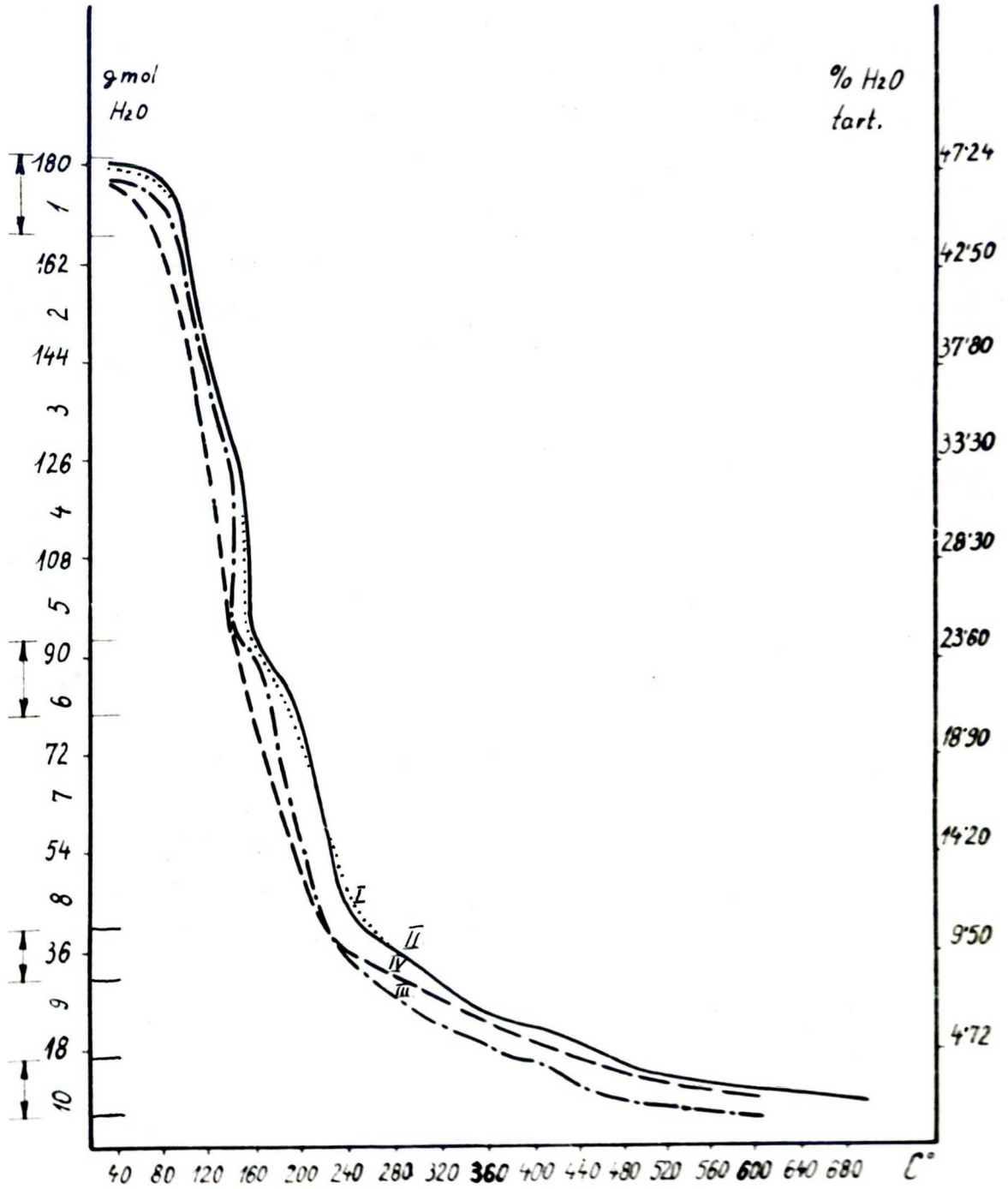
Méréseimet grafikusan ábrázolom. Az abszcissza a szárítás hőmérsékletét mutatja  $^{\circ}\text{C}$ -ban.

Az ordinátán a g. mólusúlyt, illetőleg a vízmolekulák számát jelölöm. Így leolvashatjuk a bórax víztartalmát dehidratálás közben. Ezzel a tengellyel párhuzamosan a jobb oldalon a %-os víztartalmat tüntetem fel, ahol 10 molekula kristályviznek az előzőleg ismertetett 47,24 % felel meg, a stöchiometrikus számításnak megfelelően.

Vizsgálataimat a már leírt módszerrel a következő beállításokkal és hőmérséklet változtatással végeztem:

- |             |                   |                                                                                                                          |
|-------------|-------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| I. görbe:   | 0,2156 g. beérés. | Száritási idő: 32 perc, per-<br>cenként 20 $^{\circ}\text{C}$ emelkedés.                                                 |
| II. görbe:  | 0,2120 g. beérés. | Száritási idő: 33 perc, per-<br>cenként 20 $^{\circ}\text{C}$ emelkedés.                                                 |
| III. görbe: | 0,2267 g. beérés. | Száritási idő: 45 perc, per-<br>cenként 15 $^{\circ}\text{C}$ emelkedés.                                                 |
| IV. görbe:  | 0,1506 g. beérés. | Száritási idő: 45 perc, per-<br>cenként 15 $^{\circ}\text{C}$ emelkedés.                                                 |
| V. görbe:   | 0,2112 g. beérés. | Száritási idő: 43 perc, per-<br>cenként 15 $^{\circ}\text{C}$ emelkedés. Uni-<br>versális őrle géppel porított<br>bórax. |
| VI. görbe:  | 0,2022 g. beérés. | Száritási idő: 61 perc, per-<br>cenként 5 $^{\circ}\text{C}$ emelkedés.                                                  |
| VII. görbe: | 0,1945 g. beérés. | Száritási idő: 125 perc, per-<br>cenként 2 - 3 $^{\circ}\text{C}$ emelkedés.                                             |



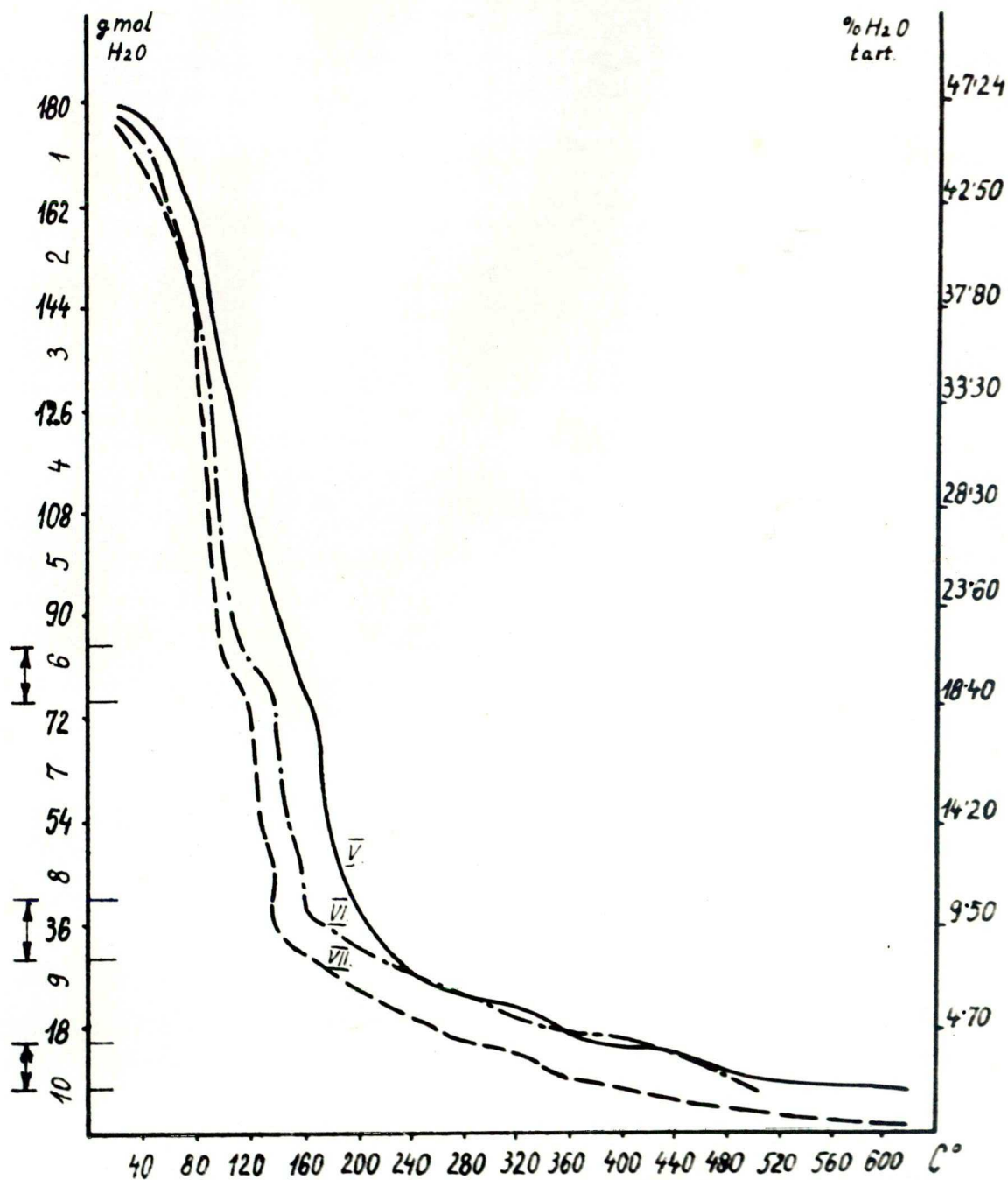


10.sz. ábra.

Bórax TG görbái.







11. sz. ábra.

Bórax. TG görbái.



A görbén láthatjuk, hogy B e r g m a n elméletének megfelelően /cit.1/ a bórax deszorpcióis izotermája is lépcsőzetes, a kristályviz tartalmát szakaszosan adja le hő hatására. /2,3 fejezet./

A TG görbékét értékelve megállapíthatjuk, hogy lineáris felfűtés esetén a száradás sebessége változik. 1 mól. kristályviz leadása után igen gyorsan adja le a következő 4 molekulát, amelyet a görbén látható törés nélküli függőleges szakasz ábrázol. Ekkor a készülék hőmérséklete  $110 - 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Ezután egy csökkentő sebességű szakaszt láthatunk, /↑ jelzés a görbén/ a görbe mellé húzott érintő iránytangense erősen csökken, mielőtt újabb 1 molekula kristályvizet ad le.  $130 - 140\text{ }^{\circ}\text{C}$  elérése után 2 molekula kristályhidrát leadása közben a szárítási sebesség ismét gyorsul, majd összesen 8 molekula víz elvesztése után a szárítási sebesség igen lassu lesz, a görbe ellaposodik. /↓ jelzés a görbén./ 9 molekula víz leadása után kis törés látható a TG görbén, ekkor már a hőmérséklet  $340 - 380\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Méréseink szerint, amint azt az izotermákon láthatjuk, a kristályos bórax teljes víztelenítése  $400 - 420\text{ }^{\circ}\text{C}$  között van.

A szárítás sebességét az anyag fizikai tulajdonságai is befolyásolták. Az izotermák is mutatják, hogy az univerzális őrlőgéppel porított bórax /V. sz. görbe/ dehidratálási görbéjén nincsenek határozott ugrások. A víztelenítést egyenletes lefutásu görbe ábrázolja.

A 10. és 11. sz. ábra jelmagyarázatában láthatjuk, hogy a dehidratálást négyféle hőközlési sebességgel végeztük el. A hőmérséklet percenként  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ -al, majd  $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ -al,  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ -al és végül percenként  $2 - 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ -al emelkedett. Ily módon az egyes kísérleteknél a szárítási idő is különböző. A 11. sz. ábra azt mutatja, hogy a hőközlés sebességének csökkentésével /VI. és VII. görbe/ a hirtelen bekövetkező szárítási sebességváltozás /ugrás a görbén/ valamivel alacsonyabb hőmérsékleten következik be, mint a gyorsabb szárítás esetén. Meglátásunk szerint ennek részben a termoelem tehetetlensége is oka. Ez a műszer által okozott hiba azonban igen csekély.



### 6.3. Kristályos bórax szárítása infravörös sugárral.

K u n vizsgálatai szerint technológiai szempontból szuszpenziós kenőcsök készítéséhez eredményesebb a szárított bórax alkalmazása, mint a kristályos bóraxé. /28/ Készsége szerint a dehidratált bórax lipofil tulajdonságu. Kis szemcséjű és így előnyösebb a felhasználása. Ezért tanulmányoztam a bórax gyors szárításának lehetőségét.

Miután felvettem a kristályos bórax dehidratálási isothermáját, megvizagáltam az i.v. sugárral történő szárítás feltételeit, annak megállapítására, hogy az előzőekben tárgyalt előnyös i.v. szárítás alkalmazható-e, a bórax tisztelenítésére.

Az általam felhasznált bórax ebben az esetben is 102,70 %-os volt. /6,1 fejezet/

A szárítást az 5. sz. fejezetben ismertetett infravörös szárítószekrényben 5 cm, 10 cm. és 25 cm. lámpatávolsággal, valamint alulról történő melegítéssel, végül egyidejűleg alsó és felső irányból történő besugárzással végeztem. Megvizagáltam a szárítás sebességét elektromos szárítószekrényben is, 105 C°-on és 130 C° hőmérsékleten.

A szárított végtermék sulytérfogását is megmértem és összehasonlítottam a kiindulási anyagával, valamint K u n által ismertetett /28/ issított bóraxával.

Az 5. sz. táblázatból láthatjuk, hogy a latens hőmennyiség csökkentésével hogyan emelkedik a bórax hőmérséklete és a besugárzott anyag hőfoka egy bizonyos határértéket ér el. /3,5 fejezet/

Az 5. sz. táblázatban bemutatom a bórax sulyváltozását az idő függvényében. A dehidratálást 5 cm. lámpatávolságból tanulmányoztam i.v. szárítószekrényben. Az anyagot 101 mm. átmérőjű, 14 mm. magas Petri-csészében mértem le és a csészéből méréseket a 30 perces szárítási időpont végén végeztem, légféken analitikai mérlegen, 0,1 mg pontossággal. A szárítás közben keletkezett kéregrést üvegpálcával és kis pisztollyal törtam össze.



A jelzett idők után 30 perc szünetet tartottam. Az emelkedő hőmérsékletet időszakos regisztrálással fejezem ki.

5. sz. táblázat. Bóráx szárítása i.v. sugárral. A számított víztartalom 47,24 %.

| Az anyag mennyisége g-ban. | Szárítási idő                         | Hőmérséklet C° | Súlyvesztés % -ban | g. mols. vízvesztés | Vízmentes bóráx tartalom súlyvesztés alapján |
|----------------------------|---------------------------------------|----------------|--------------------|---------------------|----------------------------------------------|
| 50,0339                    | k i i n d u l á s i m e n n y i s é g |                |                    |                     |                                              |
| 39,3218                    | 30 perc                               | -              | 21,37              | 82,0                | 67,20                                        |
| 33,8312                    | 30 "                                  | 120            | 32,34              | 123,5               | 78,00                                        |
| 31,7405                    | 30 "                                  | -              | 36,51              | 140,0               | 83,20                                        |
| 31,4725                    | 30 "                                  | 135            | 37,07              | 143,0               | 84,00                                        |
| 30,9358                    | 30 "                                  | -              | 38,15              | 146,0               | 85,40                                        |
| 30,8513                    | 30 "                                  | -              | 38,34              | 146,7               | 85,50                                        |
| 30,7536                    | 30 "                                  | 150            | 38,51              | 147,1               | 85,90                                        |
| 30,7248                    | 30 "                                  | -              | 38,57              | 147,8               | 86,00                                        |
| 30,4067                    | 30 "                                  | -              | 39,18              | 149,5               | 86,70                                        |
| 30,0298                    | 30 "                                  | 155            | 39,96              | 153,0               | 87,90                                        |
| 29,7978                    | 30 "                                  | -              | 40,41              | 154,2               | 88,60                                        |
| 28,4168                    | 4 óra                                 | -              | 43,16              | 164,0               | 92,90                                        |
| 28,3968                    | 30 perc                               | 156            | 43,92              | 165,0               | 94,10 <sup>+</sup>                           |

+ = a 6,1 fejezetben leírtak alapján homogenizált bóráx-ból vett minta lugossága alapján mérve: 94,61 % és 94,78 %; bórsav alapján mérve: 94,22 % és 95,31 %.

Egy-egy dehidratálási folyamatban a lámpatávolság állandó volt, így az idő függvényében vizsgáltam a szárítás sebességét. Külön méréseket végeztem abban az esetben, amikor a lámpatávolságot változtattam és itt is a szárítási időt és súlyváltozást mértem.



$$m = f / t /$$

m = bőrax sulya

t = szárítási idő.

A 12. sz. ábra a bőrax dehidratálási izotermiit mutatja az idő függvényében. Három parallel mérés eredményeit ábrázolom.

#### 12. sz. ábra jelmagyarázata:

Az abscissza a szárítási időt mutatja órában mérve.

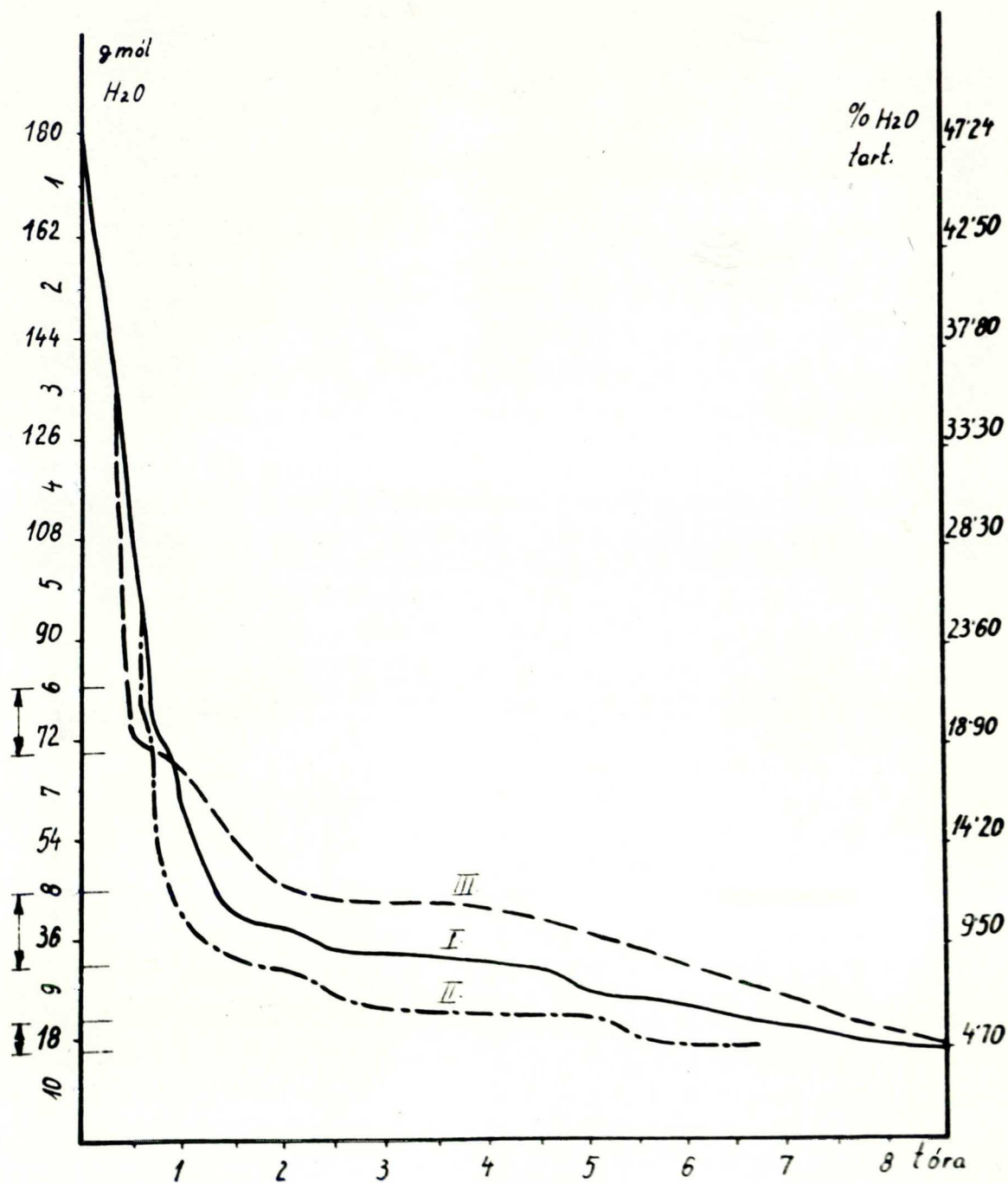
Az ordinátán az előző ábrákhoz hasonlóan a g<sub>1</sub> mólsúly vizet, illetőleg a vízmolekulák számát jelölöm. Az ordinátával párhuzamosan, a jobboldali függőleges tengelyen a % -os víztartalmat tüntetem fel, ahol 10 molekula kristályviznek 47,24 % felel meg, a stöchiometrikus számításnak megfelelően.

Vizsgálataimat 5 cm. lámpatávolságból a következő beállításokkal és besugárzási idővel végeztem:

- I. görbe: 50,0339 g. beérés. Szárítási idő: 10 óra.  
30 perc besugárzás, 30 perc szünettel.
- II. görbe: 50,0896 g. beérés. Szárítási idő: 5 óra.  
10 perc besugárzás, 10 perc szünettel.
- III. görbe: 50,0254 g. beérés. Szárítási idő: 8 óra.  
Besugárzási idő: 30 perc,  
60 perc, 90 perc, 120 perc,  
60 perc, 60 perc, 60 perc.  
Az egyes idők között 30 perc besugárzási szünetet tartva.

A grafikonon jelzett bőrax hőmérsékleti adatait, valamint sulytérfogatót a 6. sz. táblázatban adom meg.





12.sz. ábra.

Bórax szárítása i.v. sugárzóval 5 cm. távolságból.



A 12. sz. ábrán jelzett adatokat úgy kaptam meg, hogy a bóraxot az izzótól 5 cm. távolságban helyeztem el és meghatározott időközökben /a jelmagyarázatban jelzett időközökben/ súlyát megmértem. A kezdeti rétegvastagság 9 mm. volt. A görbén látható ugrások /↑ jelzések/ gyakorlatilag megegyeznek a folyamatos méréssel felvett T3 izotermák értékeivel. Az első szakasz befejeződik 6 mól. kristályviz leadása után. A csökkent sebesség szakaszában 1 mól. kristályhidrátot lead és 8 mól. viz eltávolítása után itt is ellaposodik a görbe.

Az izotermák bizonyítják a L i k o v -féle pulzálsó szárítás előnyét is. A 12. sz. ábrán a II. sz. görbe mutatja /L: 12. sz. ábramagyarázatot/, hogy sokkal rövidebb idő alatt kaptam meg a 2 és 1 mól. kristályviz tartalmu készítményt, ha a szárítást úgy végeztem, hogy 10 perc besugárzás után 10 perc szünetet is tartottam.

Ha a besugárzási idő hosszabb volt, amint azt a 12. sz. ábra jelmagyarázatában a III. sz. görbe ismertetése mutatja, a szárítás sebessége csökkent. Sokkal lassabb lett, a görbe ellaposodott, amint azt a 12. sz. ábrán a III. sz. izoterma mutatja. Ezek az adatok is bizonyítják, hogy bórax szárítására a pulzálsó besugárzás előnyösebb, mint a folyamatos.

A 25 cm. távolság alkalmazása esetében /13. sz. ábra/ láthatjuk, hogy az anyag csak 7 molekula kristályvizet képes leadni, a kiadrieti feltételek mellett, 250 W-os égővel 9 mm. rétegvastagság alkalmazása esetén. Ezután már az izoterma csaknem párhuzamosan halad az abszcisszával, a görbe érintőjének iránytangense közeledik a 0-hoz. Valamivel jobb eredményt kaptam, ha a szárítást úgy végeztem, hogy a lámpát az anyag alatt helyeztem el 25 cm. távolságra.

A szárítási idő nemcsak akkor csökkenthető, ha a lámpát közelebb viszem a bóraxhoz, hanem vékonyabb rétegvastagság alkalmazásával is. Abban az esetben, amikor a szárítandó anyagból csak 20,00 g-ot mértem le a Petri-csészébe, a rétegvastagság 4 mm-t ért el. 5 cm. lámpatávolságban a szárítási idő 2 - 2,5 órára csökkent. A bórax hőmérséklete gyorsan emelkedett és a végtermék dehidratálási mértéke azonos volt azaz az anyaggal, amelyet 9 mm. rétegvastagságban 7 óráig szárítottam.



A ventiláció az 5. és 6,1 sz. fejezetben ismertetett eljárás szerint történt.

Ennél /4 mm./ vékonyabb rétegben történő szárítás már hosszadalmas, ha nagyobb mennyiségű anyagot kell szárítani. Modellkísérleteimben ezért vékonyabb rétegben nem szárítottam a bőrt. A 2 - 2,5 óra szárítási idő és az alkalmazott 4 mm. rétegvastagság a legmegfelelőbbnek látszik. Ez esetben is szükséges az anyag homogenizálása szárítás közben, amelyet a 6,1 sz. fejezetben ismertetett módon üvegpálcával végeztünk el.

A dehidratálási izotermát a 13. sz. ábrán a VI. sz. görbe mutatja, ahol a beárt anyag mennyisége 20,00 g és a szárítási idő 2 - 2,5 óra pulzáló szárítással. Az izó távolsága az anyag felett 5 cm. Láthatjuk, hogy ilyen vékony rétegben 1 órai hőközlés után már csak 2 molekula kristályvizet tartalmaz a bőr. A szárítás adatait a 6. sz. táblázatban foglalom össze.

### 13. sz. ábra jelmagyarázata:

Méréseim adatait grafikusan ábrázolom.

As abszcissza a szárítási időt mutatja órában mérve.

Az ordinátán a bőr g. súlynyi víztartalmát, illetőleg a vízmolekulák számát jelölöm. A párhuzamos tengelyen a % -os víztartalmat tüntetem fel, az előzőekben ismertetett módon.

IV. görbe: 50,00 g beérés. Lámpatávolság: 25 cm.

Száritási idő: 8 óra.

30 perc besugárzás, 30 perc szünet.

V. görbe: 50,00 g beérés. Lámpatávolság: 25 cm.

Száritási idő: 5,5 óra.

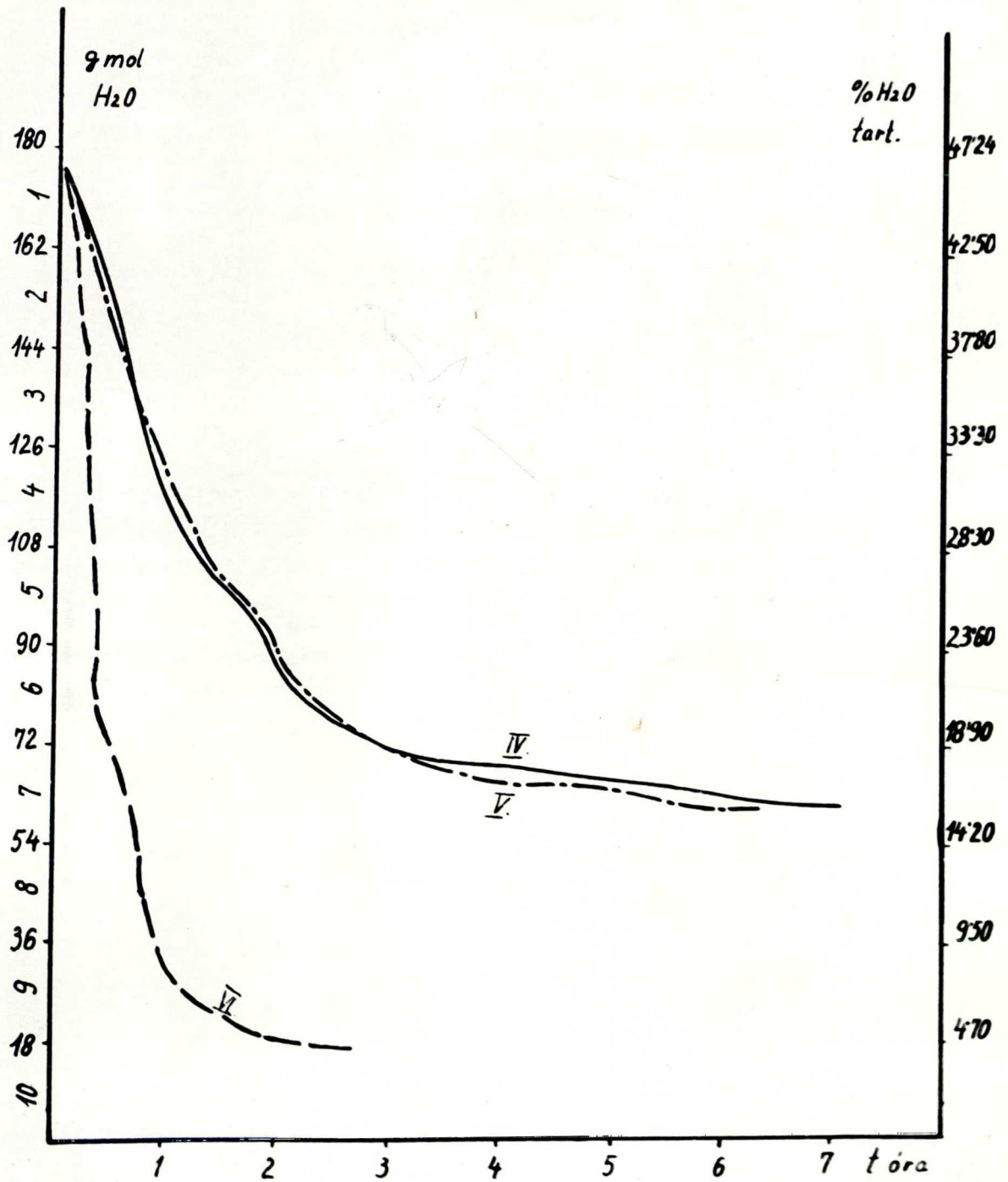
30 perc besugárzás, 30 perc szünet, egyidejű alsó és felső besugárzással.

VI. görbe: 20,00 g beérés. Lámpatávolság: 5 cm.

Száritási idő: 2,5 óra.

15 perc besugárzás, 15 perc szünet.





13. sz. ábra.

Bórax szárítása i.v. sugárzással.



A 3,5 sz. fejezetben ismertetett adatok alapján 25 cm. lámpatávolságból a 110 mm. átmérőjű Petri-csészé besugárzása egyenletesnek vehető.  $/400 - 500 \text{ W/cm}^2/$

Az 5 cm. és 10 cm. magasságban elhelyezett izzó tengelyétől mért 2 cm. távolságban a sugárhatás igen erős. A bőrak megduzzadt, erős kéregréteg keletkezett. A lámpa tengelyétől mért 6 cm. távolságban is még kb.  $500 \text{ W/cm}^2$  a sugárzás erőssége. /A 4. sz. táblázat adatai alapján./

Az egyenletes dehidratálás céljából az i.v. szárítószekrénybe helyezett anyagot levegővel többször összekeverték és a keletkezett kéregréteget pisztollyal összetörték. A ventillációt a 6,1 sz. fejezetben ismertetettek szerint biztosították.

A 14. sz. ábra a szárítószekrényben történő szárítás izotermiát mutatja be. Láthatjuk, hogy az első törés 4 - 5 mol. kristályvíz leadása után következik be. 1 óra után a bőrak hőmérséklete elérte a  $100^\circ\text{C}$ -t és mivel a szárítószekrény hőmérséklete nem emelkedett, a dinamikus egyensúly beállt az anyag és a szárító tér között. /2,2 sz. fejezet/ A görbe ellaposodik. 7 órai  $105^\circ\text{C}$ -on történő szárítás után még 4 molekula kristályvizet tartalmazott a bőrak.

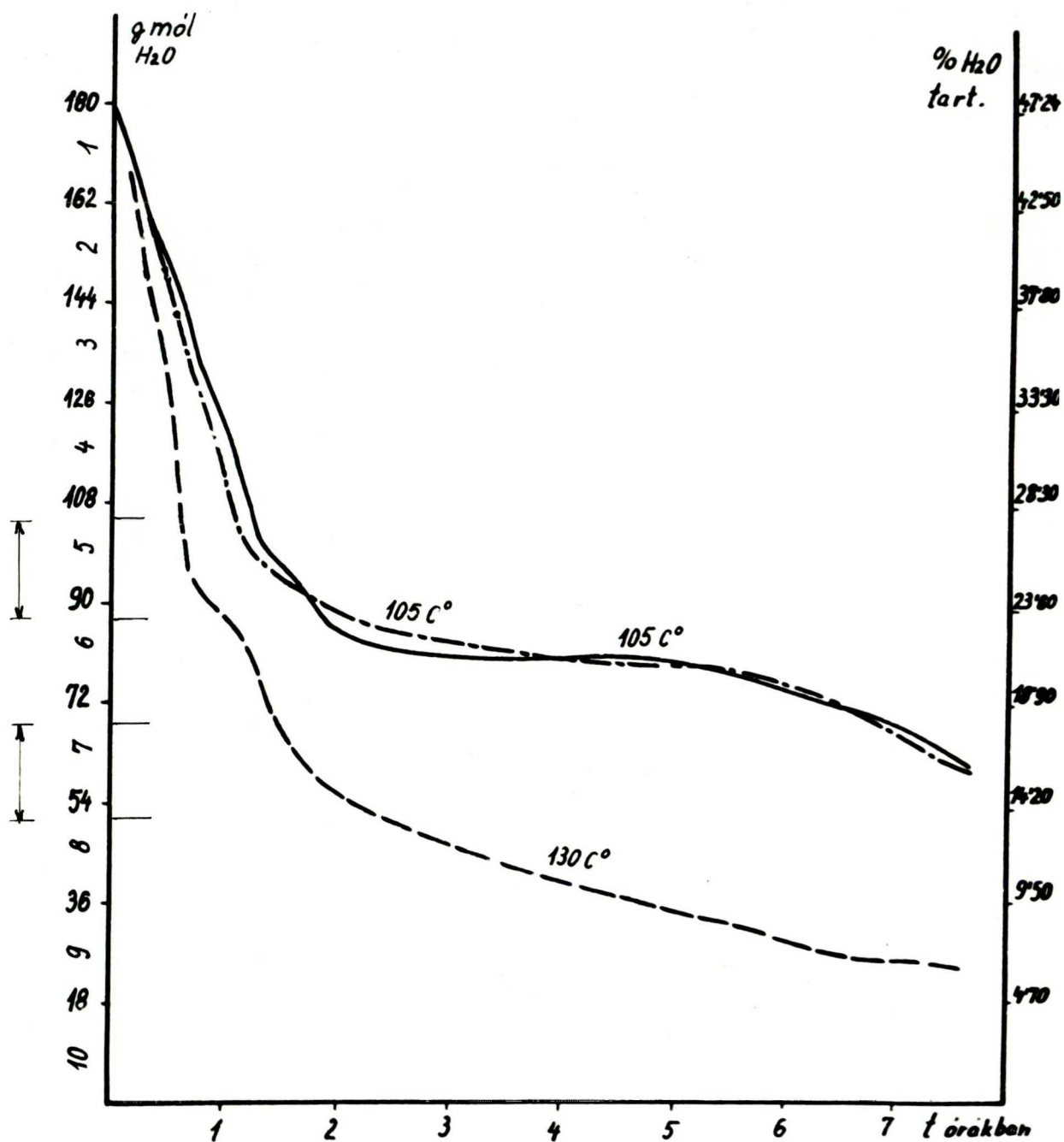
Mivel a görbék érintőjének iránytangense a szárítás sebességével arányos, a 12. és 14. sz. ábrát összehasonlítva, megállapíthatjuk, hogy a szárítószekrényben történő szárításnál a sebesség 4 mol. kristályvíz leadása után csökken, míg az i.v. szárításnál /lámpatávolság 5 cm/ csak 6 mol. víz eltávolítása után éri el a görbe a második sebességi szakaszt. Az i.v. szárításnál viszont a harmadik szakaszban sokkal kisebb a szárítási sebesség, mint a szárítószekrényben szárítottánál.

#### 14. sz. ábra jelmagyarázata:

Az ábrán a tengelyeket a szokásos módon jelölöm.

A szárítási sebességben létrejött ugrásokat  $\uparrow$  jellel jelölöm.





14. sz. ábra.

Bórax szárítása elektromos szárítószekrényben.



A 6. sz. táblázatban foglaltam össze a bóráx szárítási adatait. A részeredményeket nem közlöm, csupán a végeredményeit. Valamennyi mérésomet az 5. sz. táblázattal kapcsolatban leírtak alapján végeztem.

A kísérleteimhez használt szárítószekrény elektromos termoregulátoros laboratóriumi készülék.

A 12. sz. ábrán és a 6. sz. táblázatból láthatjuk, hogy 5 cm. lémpatávolság alkalmazása esetén a bóráx 9 mm. rétegvastagságban 7 órai szárítás után, 4 mm. rétegvastagságban 2,5 óra után súlyállandónak vehető. A hőmérséklet határértéke  $150^{\circ}\text{C}$ . Az ilyen módon történő szárítás után a bóráx 1 molekula kristályvizet tartalmaz.

A táblázat adatait értékelve megállapíthatjuk, hogy az 5 cm-es lémpatávolsággal szárított anyag sulytérfogata /Ph. Hg.V. II. 324. Magnesium oxydatum-nál leírt módon meghatározva/, körülbelül 50 ml/20 g. A 25 cm. lémpatávolsággal szárított anyagé alig haladja meg a 30 ml-t. A szárítószekrényben szárítotté pedig az eredeti sulytérfogat alá esik. Ugyanis a felhasznált kristályos bóráx sulytérfogata 28 - 30 ml/20 g. Ebből azt a következtetést vontam le, hogy nemcsak a hőmérséklet és a víztelenítés nagysága, de a hőközlés sebessége is befolyásolja a végső térfogatot, vagyis a por volumínózságát.

Az iszított bóráx sulytérfogata meghaladja a 300 ml/20 g-ot. A kristályok szétrobbánásával magyarázható a sulytérfogat növekedése. Az iszított bóráx sulytérfogata is bizonyítja, hogy a magasabb hőhatásnak kitett, nagy sebességgel víztelenített bóráx igen laza anyaggá alakul át.

Mikroszkóppal megmértem a különféleképpen szárított bóráx szemcsenagyságát is. A porítatlan anyagban 300  $\mu$  feletti hosszúságú kristályokat is találtam. A porított bóráx maximuman 150 - 170  $\mu$  szemcsenagyságú volt, /makroszkópos méret/. Az i.v. sugárral 5 cm. távolságból szárított anyag 8 - 35  $\mu$ , az iszított 3 - 15  $\mu$  /mikroszkópos méret/.

A szárításkor bekövetkező kristályos szerkezet szétrobbánásával magyarázható a kis szemcsenagyság és részben a sulytérfogat növekedése is.



6. sz. táblázat. A bőr szarítási adatainak összehasonlítása. A teoretikus súlyvesztés: 47,24 %.

| Sor-<br>szám | Réteg-<br>vastag-<br>ság mm. | Szarítás<br>módja    | Léghatá-<br>ralság<br>cm. | Szarítás<br>ideje<br>óra | Végző<br>hőmér-<br>séglet<br>C | Súlyvesz-<br>tés 100 g<br>bőrre<br>%-ban | Súlyvesz-<br>tés össz.<br>viz 100 g-<br>nak vége | Vízmentes<br>bőr<br>tart.tit-<br>rálással | 20 g bő-<br>r súly-<br>térfo-<br>ga-<br>ta | Megjegyzés                  |
|--------------|------------------------------|----------------------|---------------------------|--------------------------|--------------------------------|------------------------------------------|--------------------------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------------------|-----------------------------|
| 1            | 9                            | i.v.                 | 5                         | 10                       | 155                            | 43,92                                    | 93,0 %                                           | 94,70 %                                   | 69 ml                                      | pulzáló szárítás            |
| 2            | 9                            | i.v.                 | 5                         | 5                        | 142                            | 41,21                                    | 87,3 "                                           | 89,25 "                                   | 52 "                                       | 10'-10' pulzáló<br>szárítás |
| 3            | 9                            | i.v.                 | 5                         | 7                        | -                              | 42,64                                    | 90,4 "                                           | 91,90 "                                   | 50 "                                       | 15'-15' "                   |
| 4            | 9                            | i.v.                 | 5                         | 6                        | -                              | 39,27                                    | 81,6 "                                           | -                                         | -                                          | peritett                    |
| 5            | 9                            | i.v.                 | 5                         | 8                        | 150                            | 39,20                                    | 81,3 "                                           | -                                         | 36 "                                       | 12.sz. ábra III. görbe      |
| 6            | 9                            | i.v.                 | 10                        | 5                        | 125                            | 35,50                                    | 75,2 "                                           | -                                         | 35 "                                       | 30'-30' pulzáló<br>szárítás |
| 7            | 9                            | i.v.                 | 10                        | 6                        | -                              | 38,40                                    | 77,1 "                                           | -                                         | -                                          | 30'-30' "                   |
| 8            | 9                            | i.v.                 | 25                        | 8                        | -                              | 31,05                                    | 65,6 "                                           | -                                         | 34 "                                       | 30'-30' "                   |
| 9            | 9                            | i.v.                 | 25                        | 5,5                      | 80                             | 30,71                                    | 65,0 "                                           | 76,27 "                                   | 33 "                                       | 30'-30' "                   |
| 10           | 9                            | i.v.alul             | 25                        | 5,5                      | -                              | 33,78                                    | 71,6 "                                           | 79,85 "                                   | 32 "                                       | 30'-30' "                   |
| 11           | 9                            | i.v.alul<br>és felül | 5 - 5                     | 1,5                      | -                              | 39,40                                    | 83,4 "                                           | -                                         | 50 "                                       | 15'-15' "                   |
| 12           | 4                            | i.v.                 | 5                         | 4                        | -                              | 40,50                                    | 85,7 "                                           | -                                         | -                                          | 30'-30' "                   |
| 13           | 4                            | i.v.                 | 5                         | 4,5                      | -                              | 41,10                                    | 87,1 "                                           | 89,75 "                                   | -                                          | folyamatos besu-<br>gázás   |
| 14           | 4                            | i.v.                 | 5                         | 2,5                      | 150                            | 40,90                                    | 86,5 "                                           | -                                         | 34 "                                       | 15'-15' pulzáló<br>szárítás |
| 15           | 4                            | i.v.                 | 5                         | 2                        | -                              | 40,00                                    | 84,8 "                                           | -                                         | -                                          | peritett                    |
| 16           | 4                            | i.v.                 | 5                         | 1                        | -                              | 37,70                                    | 79,8 "                                           | -                                         | -                                          | 10'-10' pulzáló<br>szárítás |
| 17           | 9                            | szarító-<br>szekrény | -                         | 7                        | 105                            | 30,00                                    | 63,5 "                                           | 75,35 "                                   | 27 "                                       | 30'-30' "                   |
| 18           | 9                            | "                    | -                         | 11                       | 105                            | 36,55                                    | 77,5 "                                           | 83,50 "                                   | -                                          | folyamatos szár-<br>ítás.   |
| 19           | 9                            | "                    | -                         | 5,5                      | 105                            | 26,62                                    | 56,4 "                                           | 72,26 "                                   | 26 "                                       | 30'-30' pulzáló<br>szárítás |
| 20           | 9                            | "                    | -                         | 6                        | 130                            | 39,69                                    | 84,1 "                                           | 87,50 "                                   | 22 "                                       | folyamatos szárí-<br>tés    |
| 21           | -                            | iszítás              | -                         | -                        | 380-<br>450                    | 46,97                                    | 99,5 "                                           | -                                         | 316 "                                      | "                           |
| 22           | -                            | "                    | -                         | -                        | 380-<br>450                    | 46,72                                    | 99,0 "                                           | -                                         | 340 "                                      | "                           |

Táblázat magyarázata:

A megjegyzés rovatban az első idő a szárítást, a második a szűnetet jelzi. /Pl. 10'-10' pulzáló szárítás/

A hőmérsékletmérést, súlytérfigatmérést és a tartalmi meghatározást nem minden kísérletnél végezték el. Ekkor a jelzés: ..

A jelzett hőmérsékletet a szárítás utolsó percében mértem, mint hőmérsékleti határértéket.

Ha a beáztatott anyag mennyisége 50,00 g volt, a rétegvastagság 9 mm.

Ha a beáztatott anyag mennyisége 20,00 g volt, a rétegvastagság 4 mm.

A súlyvesztést mindig 100,0 g anyagra vonatkoztatva %-ban adom meg.



As i.v. szárítással /5 cm. távolság/ és iszítással nyert bóráx mosásában igen könnyen porítható, mert csak az összetapadt kis kristályokat, aggregátumokat kell desintegrálni. A kristályos bóráxot mosásában viszont igen nehéz porítani. Gondosan végzett porítás után is még érdesnek találtam.

Mikroszkóppal, 120 és 200-szoros nagyítással vizsgáltam a bóráxal készült kandecskéket. /Alapanyag: ung. simplex Ph.Hg. V. Add./. Megfigyeléseim szerint az i.v. lámpa alatt 5 cm. távolságban, 4 mm. rétegvastagságban, 2,5 órán keresztül szárított bóráxot szuszpendálva az egyszerű kandecskében, finomszemcséjű volt. A maximális szemcsenagyság  $85\mu$ . Ha kristályos bóráxot porítottam és ezzel készítettem a kandecskét maximálisan  $170\mu$  nagyságú kristályokat, összetapadt nagyobb szemcséket találtam. /Kandecskélő gépet nem használtam./

Írható tehát, hogy a nagyobb háztartásfogató, volumínózusabb, kis szemcsenagyságú bóráx alkalmasabb szuszpenziós kandecskék készítésére, mint a kristályos.

A Ph.Hg.V. a kristályos bóráx oldékonyságát a következő adatokkal ismerteti: 20 gr. 20 C°-os víz oldja, 0,6 gr. forróvíz, 1,5 gr. glicerin.

P e r e l m a n /25/ kísérése szerint a vízmentes bóráx 20 C°-on 2,6 %-ban oldódik vízben. Kíséréseim szerint 2,7 %-os oldatot tudtam készíteni a gyakorlatilag vízmentes, iszított bóráxból. As i.v. hővel szárított 1. sz. bóráx /6. sz. táblázat/ 2,8 %-ban oldódott vízben. Vízmentes bóráxra átészámítva 2,65 %-os volt az oldat.

A szárított és iszított bóráx glicerinen való oldékonyságát nem tudtam megállapítani, mert 17 % bóráx tartalom után már sűrű, kocsonya állományu lett, amely még mindig üledékmentes, tiszta volt.

Vizsgálataim szerint a szárított és iszított bóráx oldhatatlan folyékony parafinban, napraforgóolajban, kloroformban. Azt tapasztaltam, hogy míg a kristályos bóráx gyorsan ülepedik ezekben a folyadékokban, a szárított és iszított készítmény ülepedése igen lassú, egyes esetekben 5 - 10 óra. A kloroformban sokáig lebegett és áttetsző, pelhes csapadék látványát keltette.



Vizsgálatokat végeztem arra vonatkozóan is, hogy a szárított és iszított bóraxnak van-e nedvességszívó képessége a levegőben. Az iszított és i.v. hővel szárított készítményekből 10,00 g-t lemértem és kis porcelán-tálkába tettem, amelyet nem fedtem be. Egy-egy készítményt 58 - 61 % relatív nedvességtartalmu laboratóriumban /pszichrométerrel mérve/ és 80 % relatív nedvességtartalmu higrosztátban /26,5 % kénsav légtérben/ tartottam. 3 naponként megmértem a tálka súlyát. Megfigyeléseim szerint az iszított bórax gyorsabban veszi fel a nedvességet, mint az i.v. sugárral szárított készítmény.

### 15. sz. ábra jelmagyarázata:

A grafikonon azt tüntetem fel, hogy mennyi vizet vesz fel az iszított és i.v. sugárral szárított bórax.

Az abszcisszán a szárított bórax vízfelvételének idejét tüntetem fel napokban kifejezve.

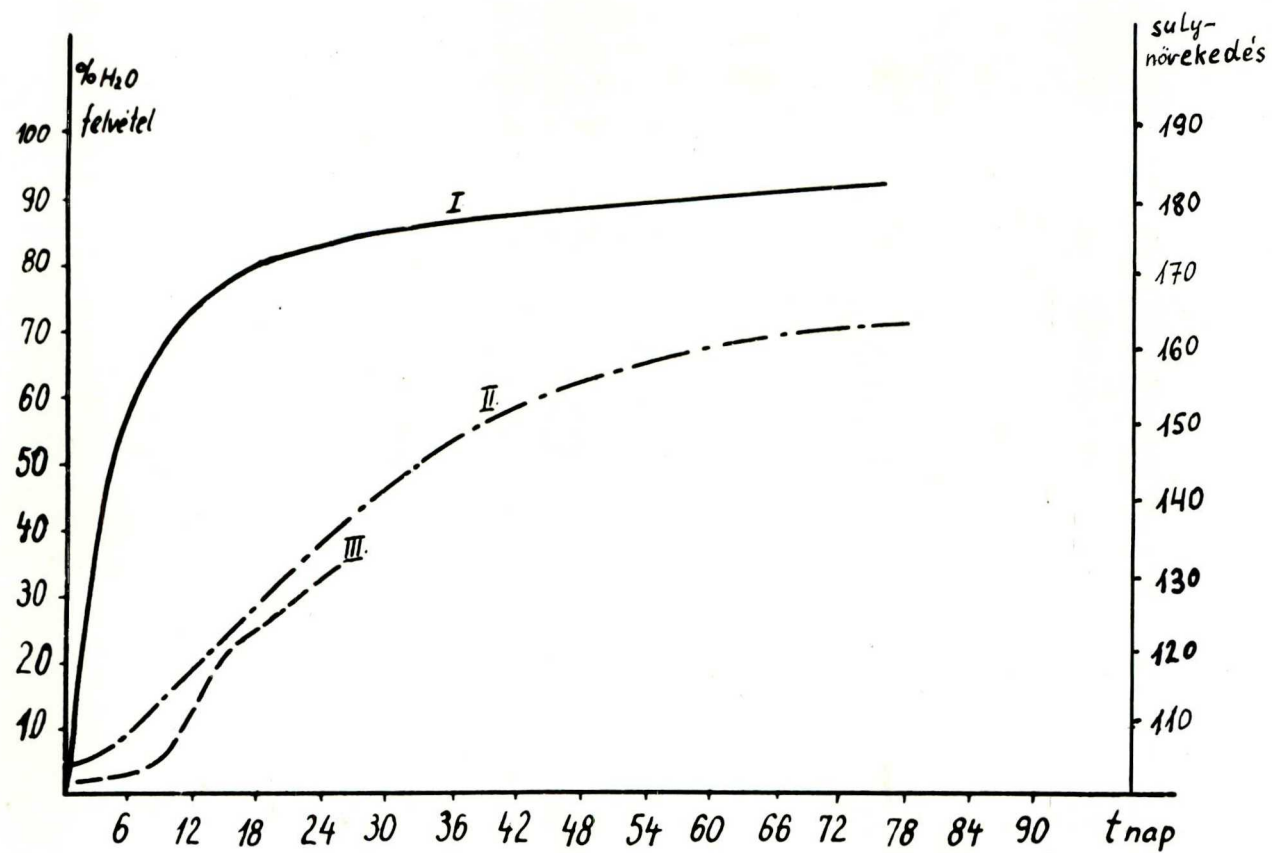
Az ordinátán a vízfelvételt jelzem százalékban. A kristályos bórax 10 molekula kristályviz tartalmát vettem 100 %-nak. Az ordinátával párhuzamos jobb oldali tengelyen a szárított bórax súlynövekedését tüntetem fel, a vízmentes anyag súlyát 100-nak véve. A molekulaszúlyok alapján számított maximális érték 190.

- |             |                                                                                                      |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| I. görbe:   | az i.v. hővel szárított készítmény vízfelve-<br>tele 61 % relatív nedvesség-tartalmu levegő-<br>ben. |
| II. görbe:  | i.v. sugárral szárított készítmény vízfelve-<br>tele 80 % relatív nedvesség-tartalmu levegő-<br>ben. |
| III. görbe: | iszított bórax vízfelve-tele 80 % relatív<br>nedvesség-tartalmu levegőben.                           |

- . -

Vizsgálataim szerint 14 nap alatt az i.v. sugárral szárított bórax körülbelül a g. mol. súlyra vonatkoztatva 2 mo-





15. sz. ábra.

Száritott bórax vízfelvétele.



lekula vizet vett fel a higrosztátban, míg az iszított készítmény ugyanazon idő alatt körülbelül 7,5 molekula vizet kötött meg.

Az iszított bőrax adszorpciós izotermájához huzott érintő iránytangense esetén csökkenni kezdett. Az i.v. hővel szárított készítmény izotermája 45 - 50 napig egyenletesen emelkedett, ezután az adszorpció sebessége kezdett csökkenni. Méréseink eredményét a 15. sz. ábrán tüntetett fel.

Láthatjuk, hogy az iszított bőrax adszorpciós izotermája sokkal meredekebb, mint a szárítotté. Megítélásunk szerint ennek oka a nagy súlytérfogásban rejlik, amely nagy felületet biztosít a nedvességfelvételre. A parciális gőznyomás növekedése viszont nem befolyásolja nagy mértékben a vízfelvétel sebességét. /I és II sz. görbék./

A bőrax nedvességfelvételére végzett kísérletek mutatják, hogy a szárított készítménynek nagy a vízfelvevő képessége, ezért jól záró üveg dugós üvegben kell eltartani.

#### 6.4. Kristályos vas (II) szulfát termogramja.

A Ferrum sulfuricum oxydulatum szárításával azért foglalkoztam, mert a Ph.Hg.V. Add. /8/ a p i l . f e r r . s u l f u r i c i o x y d u l a t i készítését olyan vas (II) szulfáttal végezteti, amelyet előzetesen 3 órán át 120 C°-on szárítottunk. A készítmény barnás szürke színű lesz a szárítás végére. Ezért vizsgálat tárgyává tettem néhány szárítási módszert, amelyet a következő fejezetben ismertetni fogok.

Meghatároztam a feldolgozásra szánt készítmény vas (II) szulfát tartalmát 0,1 n. ceriászulfáttal, ferroin indikátor mellett. Méréseink eredményei: 99,98 %; 100,02 %; 99,99 %. Tehát a szárítandó anyag 100 %-nak vehető  $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ -ra nézve.

Irodalmi adatok szerint 100 C°-on a kristályos vas (II) szulfát /7 H<sub>2</sub>O/ elveszít 6 molekula kristályvizet. A megmaradt egy molekulát stabilan tartja és csak 300 C°-on adja le, miköz-



ben erősen oxidálódik. /24, 25, 26/

A bóraxhoz hasonlóan felfektetve a vas (II) szulfát TG görbáját is, a 6,6 fejezetben ismertetett folyamatos fűtési elektronsugár kemencével hevítve az anyagot és az átalakított légfókus analitikai mérleggel mérve a súlyváltozást. Eredményeimet a 16. sz. ábrán mutatom be.

Méréseim eredményei egyeznek az irodalomban talált adatokkal, amennyiben az ábrán látható két görbét összehasonlítva megállapíthatjuk, hogy a hővezetés sebessége nem befolyásolta nagy mértékben a vizelődés sebességét. A kiindulási szakasztól eltérően, a görbékhez húzott érintőtangens értékei megközelítőleg egyeznek.

A folyamatos hőmérséklet emeléssel és folyamatos súlyregisztrálással kapott szárítási értékek eldöntik, hogy milyen hőmérsékletet kell alkalmazni a dehidratáláshoz.  $250^{\circ}\text{C}$  felett a vas (II) szulfát már erősen szinesedött, ami az oxidáció jele, ezért az izotermia utolsó szakasza már nem ad reális képet a víztelenítésre vonatkozóan.

#### 16. sz. ábra jelmagyarázata:

Méréseimet grafikusán ábrázolom.

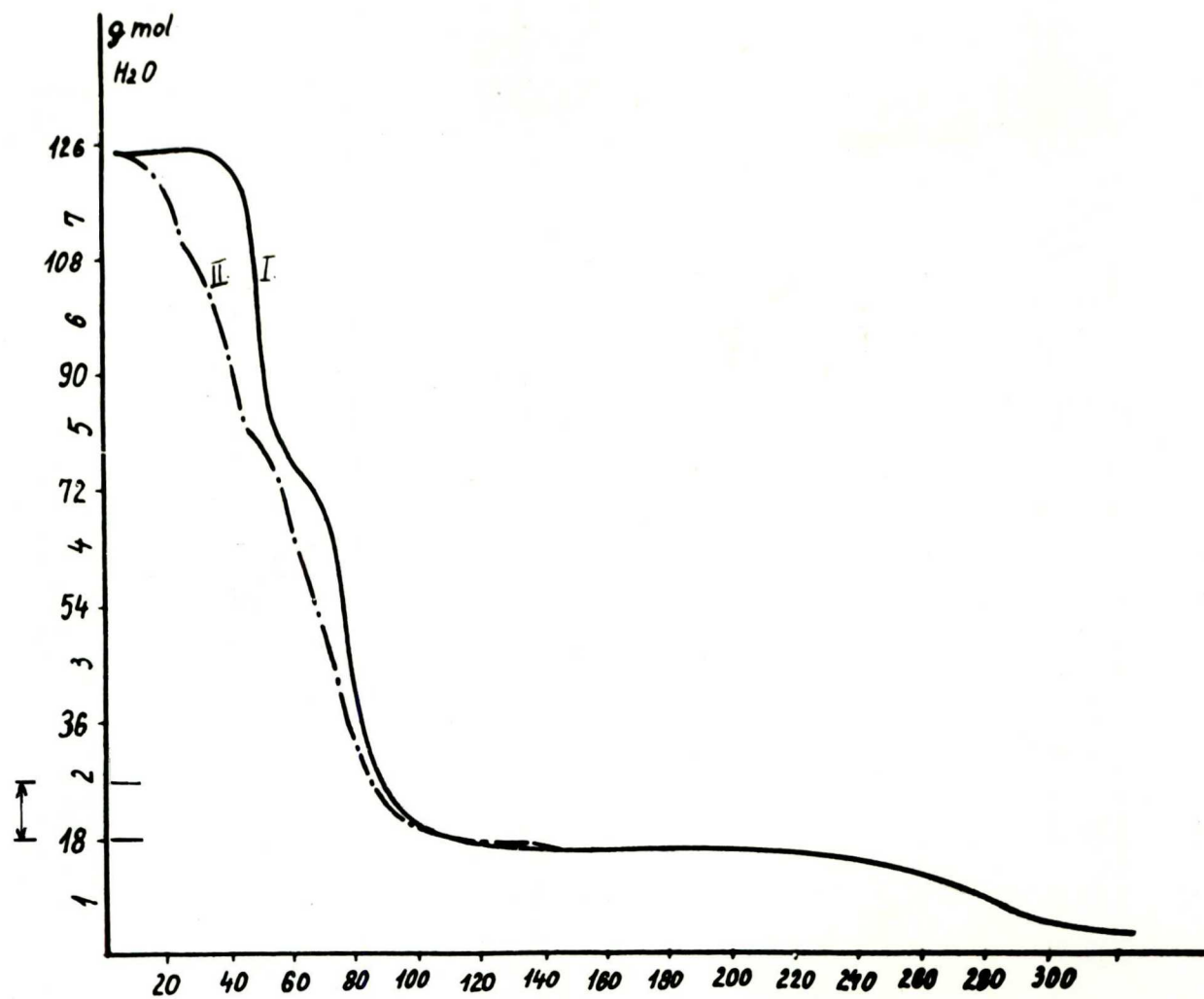
Az abszcissza a szárítás hőmérsékletét mutatja  $^{\circ}\text{C}$ -ban.

Az ordinátán a g. molekuláryi víztartalmat, illetve a vízmolekulák számát jelölöm.

- |                             |                                                                                     |
|-----------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| I. görbe: 0,2468 g beérés.  | Szárítási idő: 40 perc.<br>Perceként 2 - 3 $^{\circ}\text{C}$ hőmérsékletemelkedés. |
| II. görbe: 0,2369 g beérés. | Szárítási idő: 70 perc.<br>Perceként 1 - 2 $^{\circ}\text{C}$ hőmérsékletemelkedés. |

Az ábrán leolvashatjuk a vas (II) szulfát víztartalmát dehidratálás közben.





16. sz. ábra.

Vas II szulfát TG görbái.



### 6,5. Ferrum sulfuricum oxydulatum szárítása infravörös sugárral.

Megvizagáltam a gyógyszerkönyvi vas (II) szulfát dehidratált i.v. lámpa alatt. Ennek a készítménynek a tulajdonságait összehasonlítottam a szárítószekrényben, különböző hőmérsékleten tisztított anyagokéval.

A felhasznált vas (II) szulfát 7 molekula kristályvizet tartalmazott, amely a vízmentes sóra számítva 45,36 % víz-tartalomnak felel meg.

Azint a felvett TG görbén láthatjuk, 100 °C hőmérséklet eléréseig 6 molekula kristályvizet ad le, amely 38,88 %-nak felel meg a molekulasúlyok alapján számítva.

Méréseimhez az előző fejezetben ismertetett 100 %-os vas (II) szulfátot használtam.

A szárításhoz 0,1 mg pontossággal körülbelül 10,0 g. anyagot mértem le becsiszolt dugóju üveg-száritó edénykébe. A szárítandó vas (II) szulfát 5 - 6 mm. rétegvastagságban volt. A szárítószekrényt a kívánt hőfokra felfűtött elektromos szárítószekrényben helyeztem el. I.v. lámpa alatt 5 cm. és 15 cm. távolságból szárítottam. Szárítás közben az anyagot üvegpálcával többször megkevertem. A szárítás első időszakában az anyag erős nedvesedését figyeltem meg, a keverő-pálcára rátapadt.

Az anyag kis bomlására való tekintettel nem alkalmaztam a visszága légszivattyus levegő elszívást. A ventilációt csupán a szekrény oldalán lévő szellőző nyílások biztosították.

Méréseim eredményét a 7. sz. táblázatban foglaltam össze.

A táblázatban jelölt egy molekula kristályviz tartalma vas (II) szulfát értékét ceriasulfátos titrációval kaptam ferroin indikátorral mellett. Párhuzamosan végeztem fotometriás meghatározást is a Ph.Hg.V. előírása szerint, 3 50 szineszűrővel, 50 mm-es üvegvetettében, Pulfrich-féle fotométerrel. A vas (II) és összes vastartalmat is meghatároztam  $\alpha\alpha'$  dipiridiles módszerrel. A titrimetriás meghatározásra azért volt szükség, mert a különböző módszerrel szárított vas (II) szulfát értékei egyes esetekben csak kis mértékben különböztek és a fotometriás mérés hibahatárán belül voltak.



8. sz. táblázat. Vas (II) szulfát szárítási adatai. Teoretikus súlyvesztés: 45,36 %.

| Sor-<br>szám | Szárítás<br>módja    | Lempata-<br>volság<br>mm. | t<br>perc | Hőmér-<br>seklet<br>C° | Besugárzási idő<br>és szünet pere-<br>ben | Súlyvesz-<br>tés<br>%. | Végtermék                                         |                           |                |
|--------------|----------------------|---------------------------|-----------|------------------------|-------------------------------------------|------------------------|---------------------------------------------------|---------------------------|----------------|
|              |                      |                           |           |                        |                                           |                        | FeSO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O<br>tartalma % | Fe (III) tar-<br>talma %. | Színe          |
| 1            | szárítás<br>szekrény | -                         | 180       | 120                    | -                                         | 37,07                  | 88,63                                             | 2,22                      | barna szürke   |
| 2            | "                    | -                         | 180       | 120                    | -                                         | 37,59                  | 86,75                                             | 2,60                      | " "            |
| 3            | "                    | -                         | 120       | 105                    | -                                         | 38,60                  | 93,83                                             | 0,98                      | világos szürke |
| 4            | "                    | -                         | 120       | 105                    | -                                         | 37,00                  | 96,76                                             | 0,28                      | " "            |
| 5            | i.v.                 | 5                         | 30        | -                      | -                                         | 37,30                  | 85,78                                             | 2,54                      | sárgás "       |
| 6            | i.v.                 | 5                         | 30        | -                      | 10 perc besugárzás<br>10 perc szünet      | 35,97                  | 90,80                                             | 1,21                      | világos "      |
| 7            | i.v.                 | 5                         | 40        | -                      | "                                         | 38,72                  | 74,52                                             | 5,11                      | világos barna  |
| 8            | i.v.                 | 15                        | 30        | -                      | "                                         | 31,60                  | 89,60                                             | 0,65                      | világos szürke |
| 9            | i.v.                 | 15                        | 40        | -                      | 20 perc besugárzás<br>10 perc szünet      | 36,74                  | 89,23                                             | 1,70                      | sárgás "       |
| 10           | i.v.                 | 15                        | 40        | -                      | 10 perc besugárzás<br>10 perc szünet      | 36,92                  | 90,18                                             | 1,48                      | világos "      |

A vas (II) szulfát tartalmat 0,1 n cerisszulfáttal határoztam meg. Az összes vastartalmat vas (II) alakban a Ph.Hg.V. szerint fotometriчески mértem. Összes vastartalom és vas (II) tartalom értékeinek a különbségét közlöm a táblázatban.



A táblázatban a vas (III) tartalom értékét a fotometrián mért összes vas-tartalom és vas (II) tartalom értékének különbségéből számítottam ki.

A tartalmi meghatározás eredményét azért számítottam 1 mol. kristályviz tartalmu vas (II) szulfátra, mivel a kísérleteimnél alkalmazott hőmérőskísten még 1 molekula kristályvizet tartalmaz a só a TG görbék és irodalmi adatok alapján.

A gramm mol. súlynyi kristályos vas (II) szulfátból eltávolítható nedvesség  $W_y$  a 2,3 sz. fejezetben ismertetettek alapján 100 - 110 C°-on:

$$\begin{aligned} W_y &= W - W_o \\ W_y &= 126,11 - 13,00 \\ W_y &= 103,11 \text{ g viz.} \end{aligned}$$

---

A 7. sz. táblázatból láthatjuk, hogy a Rh.Hg.V. Add. /8/ szerint szárított készítmény gyakorlatilag 1 mol. vástartalomnak vehető, viszont a Fe (III) tartalma magas. /2,22 - 2,60%.

Az i.v. sugárral 5 cm. távolságban 30 percig szárított vas (II) szulfát vástartalma és vas (III) tartalma megközelítőleg egyezik az Addendum-i módszerével. Jobb eredményt kaptam abban az esetben, ha azonos módon szárítottam a sót, de 10 perc besugárzás után, 10 perc besugárzási szünetet tartottam, így a vas kevésbé oxidálódott. Ha ezt a pulzáló szárítást úgy végeztem, hogy az összes besugárzási idő 40 perc volt, igen nagymértékű oxidációt állapítottam meg. /7. sz. minta/

A vas (II) szulfátot 15 cm. távolságból 30 percig szárítva a vas (III) tartalma alacsony volt ugyan, de nedvességtartalma magas. Ha a besugárzási időt 40 percre emeltem, akkor megfelelőbb végeredményt kaptam. A pulzáló szárítás alkalmazásánál, amikor a besugárzási idő és a szünet is 10 - 10 perc volt, a vástartalom és az oxidálódott vas értéke is alacsonyabb volt mint akkor, amikor 20 perc hőkezelés után csak 10 percig hagytam hűlni az anyagot.



A 7. sz. táblázatból megállapíthatjuk azt is, hogy kísérleteim szerint a legmegfelelőbb szárított vas (II) szulfátot akkor kaptam, amikor  $105^{\circ}\text{C}$ -on elektronos szárítószekrényben végeztem a szárítást 120 percig. A végtermék vas (III) tartalma így érte el a legalacsonyabb értéket. A készítmény világos sárga színű. Nedvességtartalma gyakorlatilag megegyezett az Addendum előírása szerint szárítottal, valamint az i.v. hőkezeléssel 5 cm. távolságból 30 percig pulzáló szárítással vizellenített készítménnyel. Hasonló eredményt kaptam, ha az iz-  
rá alatt 15 cm. távolságban szárítottam a készítményt 40 percig szokásos besugárzást alkalmazva. A szárítószekrényben  $105^{\circ}\text{C}$ -on szárítva a készítményt a szárítási idő 2 óra volt, ellentétben az i.v. sugárral, ahol rövid idő alatt veszítette el a kristályvizét, de annak vas (III) tartalma valamivel magasabb.

Ha termoregulátoros szárítószekrény nem áll rendelkezésre, a túlfűtés veszélyének elkerülése céljából az i.v. hőkezelést megfelelően találom. Megállapításomat kísérleteim eredményei is bizonyítják. Az i.v. lámpa alkalmazása esetén a lámpatávolságot és szárítási időt gondosan kell megválasztani.

#### 7./ Nedvesítéssel készült tea-keverékek szárítása infravörös sugárral.

A Ph.Hg.V. a species antiasthmatica ad fumigationem-et úgy készítetteti, hogy a megadott mennyiségű drogokat összekeverve, kálium nitrát vizes oldatával egyenletesen átmedvesítetteti. Ezután az asztma elleni drogkeveréket meg kell szárítani. A szárítás szobahőmérsékleten történik, vékony rétegben kiterítve.

A gyógyszerkönyvi követelményeknek megfelelően aprított /II. rostanyagú/ 35 g. beléndek-levelet, 30 g. belladonna levelet és 30 g. stramonium-levelet összekevertem és az átmedvesítés előtt megvizsgáltam a nedvességtartalmát. A leírt



Drógkeveréket kalciumoxidot tartalmazó exsikkátorba tettem és azt állandó súlyig szárítottam. A nedvességtartalma 13,5 %. A Ph.Hg.V. az asztmaelleni drógkeverék alkotórészeinek maximum 14, illetve 15 % nedvességtartalmat engedélyez.

Vizsgálataimhoz felhasznált dróglevelet nem szárítottam meg exsikkátorban, hanem a 13,5 % nedvességtartalmu /egyen-súlyi nedvesség/ anyagot használtam, tekintettel arra, hogy a Ph.Hg.V. is ilyen dróglevelel készítetteti az asztmaelleni drógkeveréket.

A gyógyszerkönyv előírása szerint 130,00 g. átnedvesített tonkeverék 30,00 g. vizet tartalmaz, tehát a hozzáadott vize-tartalom számított mennyisége 23,02 %.

A drógkeverék tehát két főle nedvességet tartalmaz:

a./ a fentiek alapján meghatározott 13,5 % nedvességet, amely a felhasznált drógkeverékben volt. A gyógyszerkönyv az asztma elleni drógkeverék készítése előtt nem száríttatja ki a drógleveleket. A Ph.Hg.V. az egyes drógokat ismertető cikke-lyekben is engedélyez 14 - 15 % nedvességet. A felhasznált dróglevelek tehát a gyógyszerkönyv követelményeinek megfelel-tek.

b./ A drógkeverékhez 23,02 % vizet adtam akkor, amikor a káliumnitrát vizes oldatával átnedvesítettem.

Igy tehát a teoretikus a + b nedvességtartalom a felhasznált drógkeverékben 36,52 %.

A tonkeverék összes vize-tartalmának meghatározása céljából az előírt 95,00 g. drógkeveréket lemértem és 30,00 g. vízben oldott 5,00 g. káliumnitrát-oldattal egyenletesen átnedvesítettem. Az előzőekben ismertetettekhez hasonlóan kalciumoxidos exsikkátorban állandó súlyig szárítottam. Az így kapott összes vize-tartalmat 36,42 %-nak találtam.

Célon csupán az volt, hogy megállapítsam a különböző ré-tegvastagságú asztmaelleni drógkeverék szárítási idejét i.v. sugárzót alkalmazva és összehasonlítsam a szobalevegőn szárí-tott készítménnyel. Szem előtt tartottam azt, hogy a Ph.Hg.V. előírásának megfelelő tonkeveréket állítsak elő.

A hőmérsékletet a drógkeverékbe kerülő higanyos hőmérővel mértem. Ha a hőmérséklet elérte az 55 - 60 C°-ot, a sugárzót



kikapcsolom, majd néhány perc múlva ismét üzemeltettem. Ké-  
delikiesérleteimhez 25 cm. lámpatávolságot használtam. A drógot  
szárítás közben többször megkevertem. A súlyvesztességet 100 g.  
nedves drógkeverékre vonatkoztatva adom meg.

A 8. sz. táblázatban tüntetem fel az asztmacelleni dróg-  
keverék szárítási adatait. Az 1 és 2 sz. mintát szobaleve-  
gőn, vékony rétegben kiterítve /15 mm./ szárítottam. A követ-  
kező nyolcat i.v. sugárral különböző ideig, 15 - 20 - 30 mm.  
rétegvastagságban. 15 mm. rétegvastagság esetén 20,00 g. dróg-  
keveréket mértem le 116 mm. átmérőjű Petri-csészébe. 100,00 g.  
és 150,00 g. asztmacelleni drógkeveréket egy 250 x 250 mm. nagy-  
ságu üveglapra terítettem ki, 20 illetve 30 mm. rétegvastagság-  
ban.

8. sz. táblázat. Spec. antiasthm. ad fumig. szárítási adatai.  
Az összes nedvességtartalom: 36,42 %. A nedvesítéssel hozzá-  
adott víztartalom: 23,02 %.

| Sor-<br>szám | Szárítás<br>módja | Szárítás<br>ideje | Réteg-<br>vastag-<br>ság mm. | Lezárt anyag<br>súlyveszte-<br>sége %-ban | Megjegyzés                              |
|--------------|-------------------|-------------------|------------------------------|-------------------------------------------|-----------------------------------------|
| 1            | szoba-<br>levegőn | 72 óra            | 15                           | 22,92                                     | Petri-csészében                         |
| 2            | "                 | 48 "              | 15                           | 22,18                                     | "                                       |
| 3            | i.v.              | 50 perc           | 15                           | 24,96                                     | "                                       |
| 4            | i.v.              | 40 "              | 15                           | 23,22                                     | "                                       |
| 5            | i.v.              | 15 "              | 15                           | 23,30                                     | " alsó és fel-<br>ső besugárzással      |
| 6            | i.v.              | 50 "              | 20                           | 21,60                                     | 250x250 mm. üveglap                     |
| 7            | i.v.              | 40 "              | 20                           | 23,00                                     | "                                       |
| 8            | i.v.              | 45 "              | 30                           | 21,40                                     | pulzáló szárítás<br>250x250 mm. üveglap |
| 9            | i.v.              | 60 "              | 30                           | 23,10                                     | "                                       |
| 10           | i.v.              | 50 "              | 30                           | 23,08                                     | "<br>pulzáló szárítás                   |



A 8. sz. táblázatban feltüntetett adatokból megállapíthatjuk, hogy 25 cm. lámpatávolságból végezve a viztelenítést, 116 mm. átmérőjű Petri-csészében, a 15 mm. rétegvastagságú anyag szárításához 40 perc volt szükséges. Ha a rétegvastagságot 20 mm-re növeltük, akkor 50 perc, pulzáló szárítás esetén /10 perc beugárzás, 10 perc szünet/ 40 perc alatt érte el a kívánt súlyt. 30 mm. rétegvastagságú asztmaelleni dróghverék 60 perc alatt, pulzáló szárítással pedig 50 perc alatt érte el a légszáraz állapotnak megfelelő súlyt.

As i.v. sugárral szárított végtermékek színe nem különbözött a szobalevegőn szárítottétól. A szobalevegőn szárított dróghverék közelében erős csipős szagot éreztem, amely szag az i.v. szárításnál még fokozottabban érezhető volt. Szem és orrnyálkahártya szárazságot tapasztaltam.

A dróg sűlő színe elősegítette a jó abszorpciót /3,4 fejezet/. Az i.v. szárítószekrényben keletkezett nagymennyiségű gőz eltávolását egyrészt a természetes ventiláció, a lámpa melletti résen keresztül biztosította, másrészt a szárítószekrény oldalán elhelyezett szellőzőnyílások segítették elő. A szárítás idején az első 10 - 15 percen, igen nagymértékű volt a gőzképződés, amely a szárítás mértékének növekedésével erősen csökkent és az anyag felmelegedése erősödött. Ezért a szárítási idő második felében a lámpát többször ki kellett kapcsolnom.

A dróghverék szárítása is igazolja R e b i n d e r elméletét /1/ /2,3 fejezet/, amely szerint a mechanikailag kötött víz az anyag hidrofil természetű mikro és makro-kapillárisaiban kötődik és hő hatására ez a kötés gyorsan megszűnik. A párolgás az első időszakban erősebb, mint a víz szabad felületéről. Ennek oka az, hogy a kapillárisok erősen megnövelik a párolgási felületet. A szárítási idő második felében azért csökken a párolgás sebessége, mert a dróg felületéről és a nagy kapillárisokból már elpárolgott a víz. A mikrokapillárisokban pedig már az eltávolodó gőznek ellenállást kell legyőznie, hogy a felszínre jusson és így sokkal kisebb a gőznyomás. A latens hőmennyiség csökken. /2,1 és 3,5 fejezet/



8./ Linimentum saponatum camphoratum készítése infra-  
vörös melegítéssel.

Az opodeldok készítése igen sok problémát jelent. A Ph. Hg.V. szerint 50 - 60 C<sup>o</sup>-on oldjuk a stearin-szappant, az előírt mennyiségű vízben. A gyakorlat azt mutatja, hogy 30 perces melegítés után is még igen sok oldhatatlan szappan van az oldat alján. Ezért modellkísérletekben megvizsgáltam, hogy i.v. melegítés hogyan segíti elő az oldódást.

A Ph.Hg.V. szerint megvizsgált és megfelelőnek talált stearin-szappant, hígított ammóniát, kámfort, levendula-olajat és legkönnyebb szeszt használtam fel az opodeldok készítéséhez.

100 és 200 g. mennyiséget készítettem vízfürdőn és i.v. besugárzással melegítve az oldatokat. Melegítés közben üvegpálcával többször megkevertem és részegattam az oldatot. A gyógyszerkönyv által előírt hőmérséklet ellenőrzésére higanyos hőmérőt használtam, amelyet az oldatba merítettem.

100 g. opodeldok készítéséhez szükséges 43 g. vizet és 7 g. stearin-szappant vízfürdőn addig melegítettem az előírt 50 - 60 C<sup>o</sup> hőmérsékleten, amíg a szappan teljesen oldódott. A párhuzamosan vizsgált két oldat 45 - 50 perc alatt üledékmentes lett. A stearin-szappan teljes mértékben oldódott. Hozzáadtam az előírt mennyiségű kámfort, hígított ammóniát, levendula-olajat és legkönnyebb szeszt, az oldat ekkor is teljesen tiszta üledékmentes maradt.

200 g. opodeldok készítéséhez előírt vízmennyiséget és stearin-szappant hasonló módon melegítettem. Ekkor 65 - 70 perc alatt oldódott fel teljesen a stearin-szappan.

Ugyanilyen mennyiségeket mértem össze és i.v. lámpával úgy melegítettem az elegyeket, hogy a szárításkésztrénybe az oldat térfogatának megfelelően 200 és 300 ml-es lombikot 5 cm. lámpatávolságban az izsó fölé helyeztem, a már ismertetett drótháló polcra. /5. sz. fejezet/

100 g. opodeldokot készítve a stearin-szappan 10 perc besugárzás után teljesen oldódott. Az előírt mennyiségű kámfort, hígított ammóniát, levendula-olajat és legkönnyebb szeszt hoz-



zódva, oldhatatlan maradékot nem találtam.

200 g.-nyi mennyiség készítéséhez mért vizet és stearin-szeppent 300 ml-es lombikban melegítettem hasonló módon. Így 25-30 perc alatt kaptam teljesen tiszta oldatot, amelyben már oldhatatlan maradék nem volt.

Az i.v. iszóval történő melegítés tehát nagymértékben elősegítette az oldódást.

9. sz. táblázat. Opodelécek készítése vízfürdőn és i.v. sugárral melegítve.

| Sorszám | Melegítés módja | Melegítés ideje percben | Készítmény mennyisége g-ban |
|---------|-----------------|-------------------------|-----------------------------|
| 1       | vízfürdő        | 45                      | 100                         |
| 2       | "               | 50                      | 100                         |
| 3       | "               | 65                      | 200                         |
| 4       | "               | 70                      | 200                         |
| 5       | i.v.            | 10                      | 100                         |
| 6       | i.v.            | 10                      | 100                         |
| 7       | i.v.            | 25                      | 200                         |
| 8       | i.v.            | 30                      | 200                         |

A 9.sz. táblázat adatai azt bizonyítják, hogy i.v. iszóval melegítve a stearin-szeppen viszes oldatát, az oldódási idő lényegesen rövidebb, mint vízfürdőn. Minden egyes módszernél 2 - 2 párhuzamos vizsgálatot végeztem. A vízfürdőn melegített két oldat 100 g készítésekor 45 - 50 perc alatt lett teljesen oldékony. 200 g. oldat pedig 65 - 70 perc alatt tisztult fel teljesen, amelyben már oldhatatlan maradék nem volt. Az i.v. sugárral alulról melegített oldat 10 perc alatt, 200 g.-nyi mennyiség 25 - 30 perc alatt tisztult fel teljesen. /5 - 8 sz. minták./

A minőségi kvalitatív vizsgálatot elvégezve, a vízfürdőn készült opodelécek fenoltalein indikátortól szobahőmérsékleten



halvány rózsaszínű volt, az i.v. hővel melegített a gyógyszer-  
könyv követelményeinek megfelelt.

9./ Natrium bromatum solutum 33,3 % szárítási maradékának  
meghatározása.

A nátriumbromid erősen nedvesodószívó tulajdonsága, /7,  
32/ ezért az V. Magyar Gyógyszerkönyv előírja, hogy 33,3 %-os  
oldatban kell készletben tartani. Az elkészített tömény oldat  
tartalmi meghatározása *V o l h a r d , M o h r ,* vagy  
*F a j a n s* szerint történik /31/. A kapott értékek igen el-  
térők, az *E r d e y* által ismertetett okok miatt. Ezért a  
tartalmi meghatározást gravimetriásan végeztük el.

A gyógyszerkönyv szerint 130 C°-on szárított kristályos  
nátriumbromidból mértem le az előírt mennyiségű anyagot  
/33,33 g-t/ és szabály szerint elkészítettem az oldatot. Be-  
mérésen alapján az elkészített oldat 33,33 %-os volt. Ösze-  
hasonlítás céljából ugyanazon oldatból párhuzamos méréseket  
végeztünk, titrimetriás módszerrel, valamint meghatároztuk a  
szárítási maradékot is.

A szárítási maradék meghatározásához lemerít oldat men-  
nyisége 0,2 - 0,3 g. között volt. A nátriumbromid-oldatot  
kis cseppekben tettem a becsiszolt dugós szárító edényke  
aljára, hogy ezzel is nagy felületet biztosítsak és a párol-  
gást elősegítsen. A szokásos módon 0,1 mg. pontossággal le-  
merít anyagot vízfürdőn szárazra pároltam, majd elektronos  
szárítószekrényben, vagy i.v. sugárzó alatt állandó sulyig  
szárítottam. Az elektronos szárítószekrényt 130 C°-ra állí-  
tottam. A felfűtött szárítószekrénybe helyeztem az előzőleg  
vízfürdőn szárazra párolt nátriumbromidot tartalmazó edény-  
két.

Hasonló meghatározást végeztünk i.v. szárítószekrényben  
is, ahol az iszó 5 és 10 cm-re volt az anyag felett. Ebben  
az esetben is az előzőleg vízfürdőn szárazra párolt anyagot



tetten a lámpa alá és állandó súlyig szárítottan.

Az elkészített 33,3 %-os nátriumbromid kvantitatív vizsgálatainak eredményét a 10. sz. táblázatban foglaltan össze.

10. sz. táblázat. Nátriumbromid oldat tartalmi meghatározásainak eredményei. Teoretikus érték: 33,33 %.

| Meghatározás módja                                        | Parallel vizsgálatok eredményei |        | Mohr tartalom közép-értékben | Eltérés a teoretikus értéktől %. |
|-----------------------------------------------------------|---------------------------------|--------|------------------------------|----------------------------------|
|                                                           | I.                              | II.    |                              |                                  |
| Száritási maradék meghatározása                           | 33,29%                          | 33,35% | 33,32 %                      | - 0,03                           |
| Volhard szerinti eredmény indikátor: vas III szomon.sulf. | 33,33"                          | 33,45" | 33,39 "                      | + 0,18                           |
| Mohr szerinti eredmény; indikátor: kálium-kromát          | 33,42"                          | 33,56" | 33,49 "                      | + 0,48                           |
| Fajans szerinti eredmény; indikátor: eosin-Na.            | 33,42"                          | 33,50" | 33,46 "                      | + 0,39                           |

A vízfürdőn bepárologatott oldat elektromos szárítószekrényben 150 C<sup>0</sup>-on 80 - 90 perc alatt érte el az állandó súlyt. Az i.v. hővel szárított anyag 10 cm. távolság alkalmazása esetén 30 - 40 perc alatt veszítette el a víztartalmát, a beárt anyag mennyiségétől függően. Az i.v. hővel 5 cm. lámpatávolságból szárított készítmény 20 perc alatt elérte az állandó súlyt. A szárított készítményt a gyógyszer-könyv előírása szerint kalciumoxidos exsikkátorban hagyta lehűlni és a gyógyszerkönyvben előírt módon mérte.



A szárítási maradék meghatározásnak nagy előnye, hogy zavaró tényezők nincsenek. A titrimetriás meghatározásnál az esüst ionok adszorpciója /Volhard szerinti/, valamint az esüstkromát oldékonysága /Mohr szerinti/ és az adszorpció indikátor színváltozásának hibái eltéréseket okoznak.

A 33,33 % teoretikus értéket a súlyszerinti meghatározás közelítette meg a legjobban. A szárítási maradék meghatározásnak egyetlen hátránya volt, hogy a szárítás hosszú ideig tartott /80 - 90 perc/. Az i.v. sugárzó alkalmazásával és az idő csökkent 30 - 40 percre, 10 cm. lámpatávolságban. Az izzó távolságát 5 cm-re állítottam be, így az állandó súly eléréséhez 20 perc elegendőnek bizonyult.

Vizsgálataim eredményét értékelve megállapíthatom, hogy a szárítási maradék meghatározás sokkal pontosabb eredményt ad, mint a titrimetriás módszer. A párhuzamos mérések eredményei maximálisan 0,5 %-ban tértek el egymástól. I.v. hőközléssel megnyugtató módon tudtam a nátriumbromid oldat szárítási maradékát meghatározni.

### 10./ Összefoglalás.

Dolgozatomban összefoglaltam a szárítással kapcsolatos fizikai és fiziko-kémiai alapfogalmakat. Ismertettem a hővel végzett szárítás módszereit, különös tekintettel az i.v. hőközlésre.

Összefoglaltam a rendelkezésére álló irodalmi adatok alapján az i.v. sugár eddig kidolgozott felhasználási lehetőségeit, a gyógyszerészeti technológiában.

Kísérleti munkámban megvizsgáltam két kristályviz tartalmú sónak, a bórsáwnak és vas (II) szulfátnak a dehidratálását. Összehasonlítottam az i.v. hővel vístelenített készítményeket, más módszerrel szárítottal.

Nedvesítéssel készült asztmaelleni drágkeverék i.v. szárítását is vizsgálat tárgyává téve, értékeltem az eredményeket.





Felhasználtam az i.v. hőközlést opodeldok készítésére és a nátrium-bromid oldat szárítási maradékának a meghatározására is.

Vizsgálataimat elvégezve, megállapíthatom, hogy a bórax szárítására alkalmazható az i.v. hőközlés. A legmegfelelőbb készítményt akkor kaptam, amikor 5 cm. lámpatávolságban szárítottam a 4 mm. rétegvastagságú bóraxot pulzáló szárítással.

A vas (II) szulfát szárítására a legmegfelelőbbnek a  $105^{\circ}\text{C}$ -on 2 óra hosszán szárított készítményt találtam, de a viztelenítés mértéke és a vas (II) szulfát tartalma megközelítőleg egyezett az 5 cm. lámpatávolságból 30 percig pulzáló szárítással és 15 cm. távolságból 40 percig szakaszos besugárzással szárított készítménnyel.

Tizenöt mm. rétegvastagságú nedves asztmaelleni drógkeveréket 25 cm. lámpatávolságból, felső besugárzással 40 perc alatt, alsó és felső besugárzással 15 perc alatt szárítottam.

A nátrium-bromid oldat szárítási maradékának meghatározására is megfelelőnek bizonyult az i.v. hőközlés.

Kísérleti munkámmal konkrét adatokat kívántam adni az i.v. sugárzás felhasználására, a gyógyszerészeti technológia területén.

### 11./ Értékelés.

Feladatam volt kidolgozni az i.v. sugárzás néhány alkalmazási területét a gyógyszerészeti technológiában. Munkám során csupán néhány lehetőséget vizsgáltam meg abból a célból, hogy eldönthető legyen, megfelelő-e az i.v. hőközlés alkalmazása, vagy sem.

A negativumokat bizonyító eredményeket is közöltem, mert csak így kaphatunk reális képet, felhasználásának helyességéről.

Nem szabad figyelmen kívül hagynunk, hogy nem lehet minden esetben i.v. hősugárzót alkalmaznunk, így pl. fényérzékeny anyagoknál sem, hanem kísérletekkel kell meggyőződünk felhasználásának lehetőségéről. Munkámat ilyen szempontok alapján végeztem.



Köszönetet mondok Dr. K e d v e s s y G y ö r g y egyetemi tanár urnak, a Szegedi Orvostudományi Egyetem Gyógyszerészeti Intézet Igazgatójának, tőlem kijelöléséért, valamint azért, hogy munkámat állandóan figyelemmel kísérve, tanácsaival segített. Gondos irányításával lehetővé tette, hogy feladatomat kidolgozhassam.

Ezuton köszönöm meg L á b d y K á l a n n a k , a Veszprémi Vegyipari Egyetem Analitikai Kémiai Intézet tanársegédjének, hogy a termogravimetriás mérleget rendelkezésemre bocsájtotta.

Megköszönöm a Veszprém megyei Tanács Egészségügyi Osztálya főgigyezőjének, S z á v a i A u r é l n a k és O s t o r o s G y ö r g y n e k , a Gyógyszertári Központ igazgatójának, hogy kísérleti munkám tárgyi feltételeit biztosították és lehetővé tették, hogy feladatomat a szakfelügyelői laboratóriumban kidolgozhassam.



12./ Felhasznált irodalom.

- 1./ Likov A.V. : A szárítás elmélete. Nehézipari Könyv és Folyóirat Kiadó Váll. Budapest, 1952.
- 2./ Duwall C.: Inorganic thermogravimetric analysis. New-York, 1953.
- 3./ Schulek E.: Kvantitatív kémiai analízis. TTK. Egyetemi jegyzet. Budapest, 1950.
- 4./ Chevenard - Duwall.: Anal. Chemistri. 23. 1271. /1951/.
- 5./ Kedvessy Gy.: Gyógyszerészet. 4. 168. /1960/.
- 6./ Takács P.P.: Infravörös hőközlés és hőkezelés. Nehézipari Könyv és Folyóirat Kiadó Váll. Budapest, 1954.
- 7./ Magyar Gyógyszerkönyv V. Egészségügyi Kiadó Budapest, 1954.
- 8./ Magyar Gyógyszerkönyv V. Addendum. Medicina. Budapest, 1953.
- 9./ Erdőy-Gras T.: Bevezetés a fizikai kémiába. Egyetemi nyomda. Budapest, 1948.
- 10./ Kedvessy Gy. és Rédiger B.: Pharmaz. Zhalle. 99. 398. /1960/
- 11./ Benedek P.: A kémiai technológiai számítások fizikokémiai alapjai. Tankönyvkiadó, Budapest, 1954.
- 12./ Umminger O.: Physikalische Grundlagen der Infrarottrocknung. Deutsche Farbenzeitschrift. 1951.
- 13./ Kedvessy Gy. és Rédiger B.: Gyógyszerészet 5. 301 /1961/
- 14./ Rédiger B. és Kedvessy Gy.: Gyógyszerészet. 3. 226 /1959/
- 15./ Brajness Ja. M.: Vegyipari műveletek, gépek és készülékek. Tankönyvkiadó, Budapest, 1951.
- 16./ Monnier D. és Basso Z.: Helv. Chim. Act. 32. 1870. /1949/
- 17./ Bouchardy M. és Mirimanoff A.: Phara. Act. Helv. 23. 189. /1948/
- 18./ Czetsch-Lindenwald H.v.: Ost. Apoth. Zg. 11. 116. /1957/
- 19./ Smocka V.: Česk. Farn. 1. 599. /1952/
- 20./ Fowler H W.: J. Pharm. 4. 932. /1952/
- 21./ Kedvessy Gy. és Rédiger B.: Gyógyszerészet. 4. 455. /1960/
- 22./ Collett S.: J.A. Ph.A. sc. Ed. 41. 476. /1952/
- 23./ Bouchardy M. és Mirimanoff A.: Pharm. Act. Helv. 23. 321. /1948/



- 24./ Gmelins: Handbuch der Anorganischen Chemie: Berlin, 1928.
- 25./ Ferrelman W.I.: Taschenbuch der Chemie. Berlin, 1959.
- 26./ Koglin: Kurzes Handbuch der Chemie. Göttingen, 1952.
- 27./ Meller J.W.: Comprehensive treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry. V. 1946.
- 28./ Km F.: Gyógyszerek Nagygyűlése. Szeged, 1955. Művelt Nép Könyvkiadó. Budapest, 1956.
- 29./ Münzel K. - Büchi J. - Schultz O.E.: Galenisches Praktikum. Stuttgart 1959.
- 30./ Medvesay Gy.: Gyógyszervizsgálat. Egyetemi Nyomda. Budapest, 1947.
- 31./ Erdőy L.: Bevezetés a kémiai analízisbe. Tankönyvkiadó. Budapest, 1951.
- 32./ Turi P. és mta.: Gyógyszerek és gyógyszergyártás. Műszaki Könyvkiadó. Budapest, 1957.

