

0 5305

KÖZLEMÉNY

A SZEGEDI TUDOMÁNYEGYETEM GYÓGYSZERÉSZETI INTÉZETE  
ÉS EGYETEMI GYÓGYSZERTÁRA LABORATÓRIUMÁBÓL.

IGAZGATÓ: DÁVID LAJOS DR. E. NY. R. TANÁR.

---

# ADATOK A FERRUM CARBONICUM SACCHARATUM KÉSZÍTÉSÉHEZ, VIZSGÁLATÁHOZ ÉS ELTARTÁSÁHOZ



IRTA :

CSEH TIBOR ZOLTÁN  
GYÓGYSZERÉSZ



SZEGED

1947.

2022 8

SZTE Egyetemi Könyvtár



J000710200

05305



D 5160



00010



## Bevezetés és hatástan.

A IV.Gy.K.-ben, mint ismeretes számos ferrovas tartalmu gyógyszerkészítmény hivatalos. Ezek közé tartozik a ferum carbonicum saccharatum is, melyet az orvosi praxis - a tapasztalat szerint - a legritkább esetekben alkalmaz a gyógyászatban.

A készítmény gyógyító ereje a ferro hatástól függ. Az alábbiakban a ferro és a ferri hatásközi különbségre szeretnék rámutatni, mielőbb dolgozatom tulajdonképpeni céljáról említést tennék.

A szervezet anyagforgalmát és gázcseréjét lebonyolító vér rendkívül komplikált keverék. Részen colloidális oldott fehérjékből, részben valódi oldat alakjában jelenlévő crystalloidokból és ebben az oldatkeverékben a vér u.n. alapelemei foglalnak helyet.

A vörösvérsejtek 7.5 mikron nagyságu alak-  
elemek, számuk  $1 \text{ mm}^3$  vérben nőknél 4.5 millió, férfiaknál 5 millió, mely számtól a normális körülmé-

nyek között is lehetséges eltérések. A vörös vérsejtek számának lényeges csökkenése kóros elváltozást okoz. A vörösvérsejteket a csöves csontokban elhelyezett u.n. vörös csontvelő termeli, míg a szervezetben elhasználódott működésképtelen vörösvérsejtek a májban pusztulnak el. A vörösvérsejtek két részből állanak és pedig a fehérje anyagokból álló vázból, a stromákból és e váz hézagaiban helyet foglaló vastartalmú fehérje anyagokból, a vérfestékből, a haemoglobinból.

A haemoglobin a szervezet légzésének lebonyolításaiban egyik legfontosabb anyag. Kémiai összetételét tekintve, globinból és vastartartalmu haemochromogénből áll, mely utóbbi méreganyagoknak a hatására vastartalmát elveszti és haematopophirinné alakul. A haemoglobin



igen könnyen vesz fel oxygent. Ha ezt laza kötésben tartja, akkor oxyhaemoglobinnak nevezzük, ha azonban az oxygen kötése erősebb, akkor methaemoglobin néven jelöljük.

A vérképzésre ható szerek közül első természetesen a vas. Megtalálható a növényi, állati szervezetben épp úgy, mint az ivóvizben. Vas nélkül, sem állat, sem növény nem élhet. A vas egyik szerepe az, hogy résztvesz a sejtek légzésében, az oxydatiok lebonyolításában katalytikus szerepet tölt be, továbbá a vörösvérsejtek festékanyagának, a haemoglobinnak felépítésében vesz részt.

A vasvegyületeket két külön csoportba kell sorolni, a ferro és ferri vegyületek csoportjába. E két vassféleség viselkedése, alkalmazásuk szerint más és más. A két vegyértékű ferrosók semleges vegyhatásuak, a fehérjét nem csapják le, éppen ezért a szervezet nyálkahártyáira közbösek. A gyomorból és a bélből felszívódnak.



A felszívódáshoz hozzájárul az is, hogy a ferrovegyületek általában lipoidban oldhatók. A ferrovegyületek vizes oldatban erősen disszociálódnak, ezért határozottan savanyu vegyhatásuak, a fehérjéket lecsapják, ezért a gyomor nyálkahártyáját megtámadva fájdalmat és emésztési zavarokat váltanak ki. A fehérjéket ferri albuminát alakjában lecsapják.

Máris látszik a két hatás összehasonlításából, hogy a kivánt vashatás kiváltására csakis a ferró vegyületek, illetve a szinvas alkalmas, /az utóbbiból a gyomorsavban ferróvegyület keletkezik/ miután ezek a vasvegyületek azok, melyek felszívódásra képesek.

A napi táplálékkal kb. 20-30 mg. vas jut a szervezetbe, amiből kb. 10 mg. használdik fel. Ez is azt mutatja, hogy a szervezetnek állandóan szüksége van vasra és pedig elsősorban a vörösvérsejtek festékének a haemoglobinnak a felépítésé-



hez, mely mint láttuk előbb, állandóan pusztul, hiszen a szervezet mindig ürít vasat. Ha a szervezet utánpótlása nem biztosított, úgy a haemoglobin keletkezése akadályozott lévén, a szervezet megbetegedése bekövetkezik. A szervezet vasszegénységének tünetei elsősorban a vérképzés hiányában, a vérfesték megfogyatkozásában nyilvánul meg. A vas belső adagolása indokolt akkor, ha a vérképzésben vagy a haemoglobin felépítésében zavar mutatkozik.

Bár a betegség való oka nem ismeretes, de kétségtelen az, hogy a vas vegyületek alkalmazása után előnyösen változik a helyzet.

Dolgozatom feladata ferrimentes stabil készítményt hogyan lehet előállítani, valamint megállapítani, hogy állás közben a készítmény ferró alkatrésze milyen mértékben alakul át ferrivé s ez megállapítható-e vagy nem. Végül a készítmény teljes értékű vizsgálatát dolgoztam ki.

E l ő á l l i t á s .

A ferrum carbonicum saccharatum előállítását a IV.M.Gy.K. a következőképpen írja elő:<sup>2/</sup>

"Oldj 70 gr. natrium hydrocarbonatot 60°-ot meg nem haladó hőmérsékleten 700 gr. vízben. Szürd meg az oldatot papiroson, mintegy 2 liter ürtartalmu palackban és szürj ahhoz olyan oldatot, amelyet 100 gr. kristályos ferrósulfátot és 400 gr. vízből készítettek, azután töltsd meg a palackot szinig forralt vízzel. Ha a keletkezett csapadék leülepedett, fejtsd le haladéktalanul a felette álló tiszta folyadékot s töltsd meg a palackot újból forralt vízzel. Ismételd e műveletet gyors egymásután annyiszor, míg a mosóviznek salétromsavval megsavanyított próbája barium chlorid oldattól alág zavarosodik meg. A kimosott csapadékot gyűjtsd gyorsan porcelláncsészébe s miután a mosóvizet leöntéssel lehetőleg eltávolítottad, dörzsöld azt el 20 gr. tejcukorporral

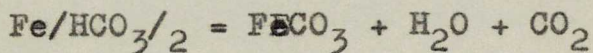
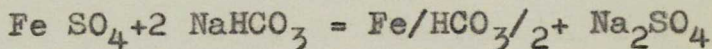


és 20 gr. cukorporral /V/. Süritsd meg a keveréket, gőzfürdön és dörzsöld porrá /V/, azután keverj hozzá annyi cukorport, hogy a készítmény sulya 200 gr. legyen.

Szürke színű, előbb édes, utóbb gyengén vasas ízű szagtalan por."

K é m i á j a.

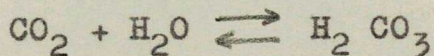
A ferrósulfát és natriumhydrocarbonát egymásra hatása folytán ferróhydrocarbonát keletkezik, amely a meleg közegben a leválás pillanatában ferrócarbonatra és széndioxydra esik szét, tehát élénk széndioxydgáz fejlődés indul meg, míg a nátriumsulfát oldatban marad:



Forróvizet azért kell használni az előállításához, mert így oldott oxygént nem tartalmaz és ezzel mentesíthető a készítmény az oxydatiótól. A víz ugyanis mindig tartalmaz absorbeálva levegőt és-

pedig Winkler szerint 1000 ccm víz 760 mm baromé-  
ter állásnál 20°C-on 18.86 ccm levegőt. Mivel az  
oxygengáz abszorbtiós coefficiense nagyobb, mint  
a nítrogengázé, a vízben oldott levegő oxygen-  
tartalma nagyobb, mint a légköri levegőé. Jelen  
esetben az elnyelt levegő oxygentartalma 34.03 %.

A víz a levegőhöz hasonlóan széndioxyd-gázt  
is tartalmaz. A széndioxyd vízben meglehetősen  
jól oldódik. Abszorbtiós coefficiense Winkler sze-  
rint 20°C-on 0.869. Közönséges hőmérsékleten te-  
hát a víz igen közel vele egyenlő térfogatu  
széndioxydgázt nyel el. Ennek a nagy széndioxyd-  
tartalomnak az a magyarázata, hogy nemcsak egy-  
szerű fizikai oldásról van szó, hanem a szénsav  
a vízzel kémiaailag egyesül, azzal hydroszénsavat  
képez:



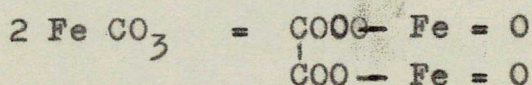
Forraláskor az egyensúly az alsó nyíl irá-  
nyában tolódik el és széndioxyd távozik a vízből.



15 percig tartó forralással ugy a levegő, mint a széndioxyd elűzhető a vizből. A forron tartott viz /60°C/ a gázok előbb említett absorbtios coefficiensét lecsökkenti.

A levegő kiküszöbölését célozza a reactio alkalmával a ferrohydrocarbonátból felszabaduló széndioxydgáz fejlődése is. A később fellépő oxydációt - a ferrocacbonát szárítása alatt - a redukáló tejcukor alkalmazása akadályozza meg. A nátriumsulfát mosással távolitható el a készitményből.

A készitmény eltsrtására vonatkozólag meg kell jegyezni, hogy jól záró, szintelen üvegedényben, száraz, napfényérte helyen kell eltartani. Sötétben ugyanis a ferrcarbonat bázisos ferrioxaláttá alakul<sup>3/</sup>:

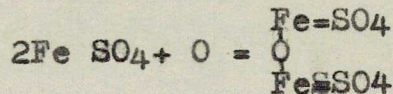


Világosságon azonban még érzékenyítő anyagok jelenlétében sem játszódik le a reactio.



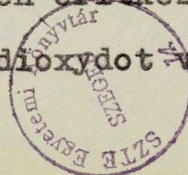
A Gy.K. előírja, hogy aferrum carbonicum saccharatum készítmény szürkés színű, holott a tiszta ferrocarbonát fehér színű por. Hiába a Gy.K. gondossága, úgy látszik még sem sikerült teljes ferrimentes praeparatumhoz jutni. Ennek többféle magyarázata lehet.

Az előállításához használt kristályos ferrosulfát / $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ / szép kékes-zöld kristályokból kell, hogy álljon. A ferrosulfát azonban állás közben a levegő oxigénjének hatására és ha sötét helyen van eltartva oxidálódik:



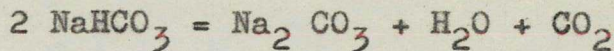
A keletkezett bázisos ferrisulfáttól a zöld ferrosulfát kristályokon barnás-színű kéreg képződ. Ez tehát könnyen szennyezheti a készítményt.

A ferrocarbonát készítéséhez használt natriumhydrocarbonátnak hátránya, hogy por alakban különösen, ha nagy felületen érintkezik levegővel - fiók, papirzsák - széndioxidot veszít és natrium

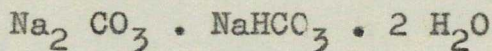




carbonáttá alakul:



Az árubeli só ez oknál fogva lugosabb szokott lenni a megengedettnél, mert szesquicarbonátot tartalmaz:



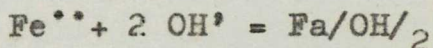
Éppen erre a Gy.K. is vizsgálta: " ha a finoman összedörzsölt sóból 1 gr-ot 20 ccm hideg /15°-nál nem melegebb/ vízben oldasz, az oldat néhány csepp pheholphtaleintől legfeljebb halvány rózsaszín színt öltön; e színeződésnek azonban 1 ccm 0.1 n. sósavtól el kell tűnnie."

A Gy.K. által megengedett natriumcarbonat százalék kb. 0.5. Ha számolok ezzel a ténnyel, hogy natriumhydrocarbonat oldat melegítésekor széndioxidot veszthet, úgy a natriumcarbonat százaléka még magasabbra is emelkedhet. Ennek az eredménye az lesz, hogy a ferrocarbonát készítésekor, dacára a legnagyobb óvatosságnak, eljerülhetetlen a

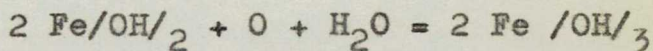
ferriszennyezés. Ugyanis a ferrosulfát és natriumhydrocarbonát oldatok elegyítésekor a hydrolitesen bomló natriumcarbonátból felszabaduló lug



a ferrogýökre hatva, ferrohydroxyd csapadék válik le.



a ferrohydroxyd, a ferrocarbonát és cukor keverésekor levegóvel érintkezik és ferrivé oxydálódik a nedves közegben:



Ha ehez hozzáveszem azt a körülményt, hogy a kristályos ferrosulfát oxydált ferri alkatrészt is tartalmaz, úgy az előállításnál nem sikerül a készítményből a ferrivasat kiküszöbölni.

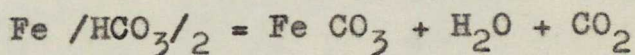
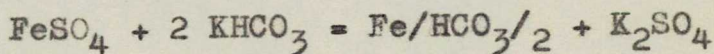
Ha a ferrosulfát az eltartás alatt már bomlott, úgy célszerű átkristályosítani, oly módon jártam el, hogy elegendő kiforralt oxygenmentes vízben oldottam /100 gr.víz 20°C-on 26.42 gr. ferrosulfátot old/ s az oldatot tömény alkoholba szűrtem. Az alkoholban oldhatatlan ferrosulfát



ilyenkor halványzöld kristályvit alakjában válik le. /Ferrum sulfuricum oxydulatum pur. alkohole praecip./ A kristályokat szűrőre gyűjtöttem és alkohollal lemostam, világosságon gyorsan szárítottam.

A natriumhydrocarbonát helyett teljesen tisztán előállítható, levegőn sem változó, sesquicarbonátot nem tartalmazó stabilabb kaliumhydrocarbonátot használtam. Míg a natriumhydrocarbonátból 100 gr. vízben 20°C-on 9.6 gr. oldódik, addig a kaliumhydrocarbonátból 33.2 gr. A kaliumhydrocarbonátot éppen tisztassága és változatlansága miatt előszeretettel használják a térfogatosságon analysisben savmérőoldatok beállítására.

A ferrosulfát és kaliumhydrocarbonát között lejátszódó reakció a következő:



A Gy.K.által előállított ferrum carbonicum saccharatum 200 gr-ja 20 gr ferrovasat /10%, tartalmaz. Ezt 100 gr.kristályos ferrosulfátból állítottam elő 70 gr.~~natrium~~<sup>kalium</sup>hydrocarbonat segítségével. Stöchiometriai számítás alapján a kaliumhydrocarbonatból 70 gr.helyett 85 gr-ot vettem.

A következő módon jártam el.<sup>4/</sup>

Kb. 800 ccm-es főzőpohárban destillált vizet 15 percig erősen forraltam s azután 60°C alá hűve feloldottam benne 85 gr.kaliumhydrocarbonátot. Az oldatot redős szűrőpapiroson gyorsan kb. 1500-2000 ccm-es Erlenmeyer lombikba szűrtem. Közben 800 ccm-es Erlenmeyer lombikba 400 gr. felforralt és 80°C alá hűtött vizet öntöttem s feloldottam benne elporított kristályos ferrosulfátból 100 gr-ot. Oldódás után az oldatot redős szűrőpapiroson leszűrtem és részletekben kevergetés közben a kaliumhydrocarbonat-oldathoz



öntöttem, a széndioxyd pezsgés megszűnte után, mi-  
kor már a csapadék fölött a folyadék feltisztult,  
a folyadékot leszivornyáztam, vigyázva, hogy a csa-  
padékot fel ne zavarjam. A dekantálást forró viz-  
zel addig ismételttem, míg a mosóviz részlete hig-  
salétromsavval megsavanyítva baryumnitrát oldat-  
tal fehér zavarosodást nem adott. Végül a sulfá-  
tot már nem tartalmazó csapadékot 250 ccm tömény  
szesszel részletekben a lombikból egy széles por-  
cellántálba mostam. Vizfürdőn a szeszt elpárolog-  
tattam s a még nedves, tehát szeszt tartalmazó  
ferrocarbonátot 20-20 gr. redukáló tejcukor és  
cukorporral /V/ jól elkevertem és vizfürdőn meg-  
száritottam. A megszáritott cukros ferrocarboná-  
tot porcellánmozsárban elporítottam /V/ és cukor-  
porral elkeverve 200 gr-ra kiegészítettem.

A ferrocarbonát-csapadékknak a porcellántál-  
ba való mosása szesszel és a szesszel való bepár-  
lása az ocydatio kiküszöbölése céljából történik.

Egyébként az általam készített praeparatum vizsgálata és összehasonlítása céljából elkészítettem a ferrum carbonicum saccharatumot a IV.Gy. K.-nak megfelelően is.

Ugy általam, mint a IV.Gy.K.alapján előállított készítményeket, szintelen, illetve sötét leparaffinózott üvegekbe helyeztem el.

Szintelen üvegekben lévő készítmények egyrészét direkt napfényen tartottam, a ferrojodidos sziruphoz hasonlóan, a másik részt pedig diffuz fényen, illetve sötét helyen.

Megfigyeltem havonta, mennyi a változás a ferro alkatrész rovására, vagyis milyen mértékű volt az oxydatio.



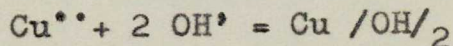


4./ Tejcukor kimutatás. 5 gr.készítményt összerázom kémlőcsőben 10 ccm 96 % szesszel. A szesz a répacukrot feloldja, a tejcukrot nem.<sup>5/</sup> A szeszese rázadékot leöntve félretettem. A maradékot, mely ferrocarbonátot tartalmazza és a tejcukrot összeráztam 10 ccm. melegvizzel. A tejcukor feloldódik a ferrocarbonát nem. Szűr~~tem~~ és a szüredékkel a következő tejcukor-rectiókat hajtottam végre:

a./<sup>6/</sup> 5 ccm szüredéket 2 ccm natriumhydroxyddal meglugositottam és addig csepegtettem rézsulfat oldatot, mig az utolsó csepp fokozta csapadék rázásra sem oldódott fel; forraláskor vörös csapadék  $\text{Cu}_2\text{O}$  keletkezik /Trommer próba./.

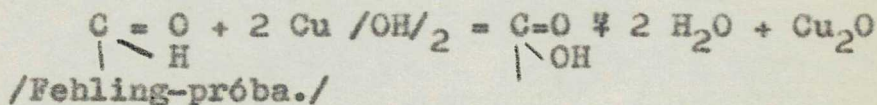
b./ 4 ccm. szüredékhez 4 ccm Fehling I.  $\text{CuSO}_4$ / és 4 ccm Fehling II. /COOK./ $\text{CHOH}/_2$   $\text{COONa}$  +  $\text{NaOH}$ / oldatot adva a sötétibolyaszínű oldatból, forraláskor vörös cuprooxyd csapadék vált le.

A rézsulfát és natronlug egymásra hatásakor világoskék színű cuprihydroxyd csapadék válik ki:

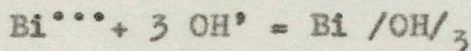




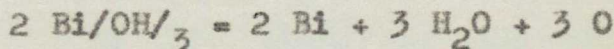
de ezt a jelenlevő Seignette-só komplex vegyület alakjában oldja. Ennek van sötét-ibolyakék színe. A folyamat a komplex vegyület figyelmen kívül hagyásával egyszerűen így formulázható:



c./ 4 ccm szüredékhez 1 gr. bázisos bismuth-nitrátot és 5 ccm nátronlugot adva forraláskor feketeszínű elemi Bi csapadék vált ki.

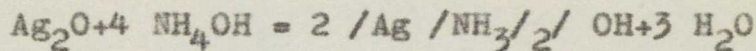
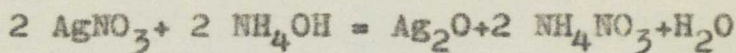


A bonyolult reactio schematicus egyenlete:

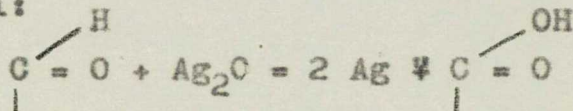


A felszabaduló oxigén oxydálja a tejcukrot.  
/Nylander-próba./

d./ 5 ccm ezüstnitrát-oldathoz addig csepegtettem ammonium hydroxydot, míg a kezdetben kiváló ezüst oxyd fel nem oldódott, majd még kevés lugfelesleget, végül 5 ccm szüredéket. Melegítés-kor a kémcső falán ezüst-tükör jelent meg.



A tejcukor aldehyd csoportjának nem egyéb a szerepe, mint az O elvonás az oldatban tartott ezüst oxydból:



5./ Répacukor kimutatása. A félretett szeszes rázadékot, mely a répacukrot tartalmazza, vízfürdőn szárazra pároltam.

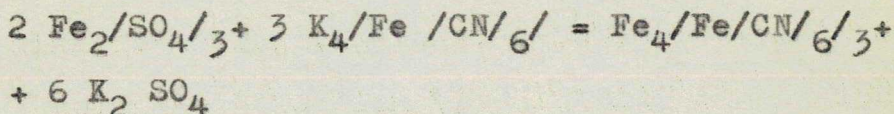
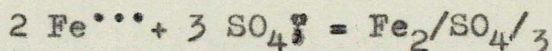
a/ Ha a száraz maradék egyik felét 10 ccm tömény kénsavban oldottam, sárga oldatot kaptam, mely negyedórán belül sötétbarna színt öltött.

b/ Ha a száraz maradék másik felével végrehajtottam a Trommer-próbát vagy a Fehling-próbát, változást nem észleltem.

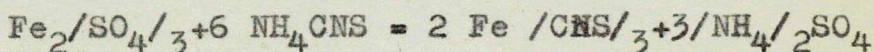
#### Tisztasági vizsgálatok.

a/ Ferri-kimutatás: 0.5 gr.készítményt 5 ccm hig kénsavban oldva, s az oldathoz kaliumferrocyanid oldatot adtam, kevés berlini-kék csapadék keletkezett.





b/ Ha az előbbi oldathoz ammoniumsulfocyanid oldatot adtam, vörös színt kaptam.



c/ A készítmény 0.2 gr-ját 5 ccm 1 %-os hig kénsvan oldottam s az oldathoz 1 ccm 5-sulfosalicyl sav reagens oldatot adtam, ivolyaszineződés keletkezett. Rendkívül érzékeny reactio! 7/

d/ Sulfát kimutatás: 0.5 gr.készítményt/0.5 ccm készítményt/hig sósavban oldottam, s az oldathoz 1 ccm baryumchlorid oldatot adtam,igen gyenge opaleszkálás következett be:



Tartalmi meghatározás.

A vas tartalmi meghatározását illetőleg a IV.Gy.K. jodometrikus módszert használtat:

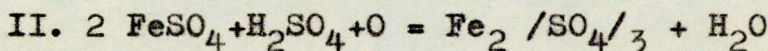
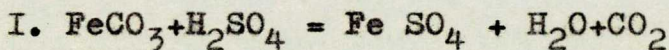
" Oldj a készítményből 0.56 gr-ot 100 ccm-es üvegdugos Erlenmeyer lombikban melegítés nélkül 20 ccm 5.n.kénsavban- Csepegtess az oldathoz addig 0.5 %-os kaliumhypermanganát-oldatot, míg a folyadék rózsaszíne legalább 10-20 másodpercig megmarad. A rózsaszín eltüntével oldj a folyadékban 2 gr. kaliumjodidot, azután zárd el a lombikot és tedd sötétbe. Félóra múlva csepegtess a lombikba annyi 0.1 n. natriumthyosulfát-oldatot, jelzőül keményítő-oldatot használva, míg a folyadék éppen elszíntelenedett. E célra a mérőoldatból 9.8 - 10.2 ccm. fogyjon el."

A ferrovas kaliumpermanganáttal ferrivé oxydálódik. Az oxydás nem csupán a vasra hat, hanem eloxydálja azokat az organikus anyagokat is, melyek jelenléte /cukor/ szintén jodot tehetne sza-



baddá s így a reactio helytelen értéket eredményezne.

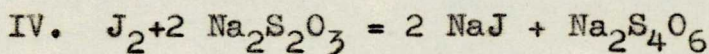
Reactio egyenletek:



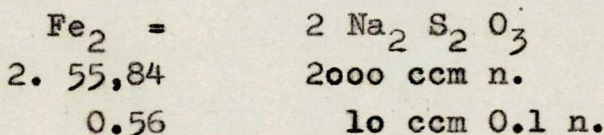
A ferrisulfát a hozzáadott jodkáliból egyenérték-súlynyi jodot tesz szabaddá, miközben maga ferrosulfáttá redukálódik:



A szabaddá váló jod natriumthyosulfáttal mérhető.



A III. egyenletből látható, hogy két ferri vas két atom jodot szabadít fel, ennél fogva a IV. egyenletben a  $\text{J}_2$  helyére  $\text{Fe}_2$  behelyettesíthető:



A vas hatástanánál szó volt, hogy vérképző hatásra csak a ferro vas képes, a ferri nem. A

A Gy.K.-i módszer alapján nem lehet ellenőrizni ferrocarbonát készítmény ferrovas tartalmát, mert a módszer nincs tekintettel esetleg az előállításnál, később a helytelen eltartásnál keletkezett hatástalan ferrivas mennyiségére. Az egész vasat kell mérni ferrivé való oxydálás után jodometrikus uton.

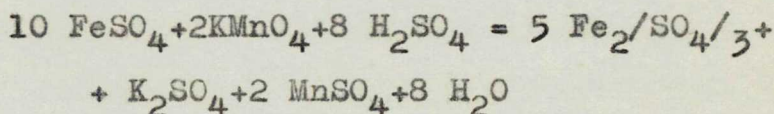
Ennek figyelembevételével ajánlatos lenne olyan ismert módszert kidolgozni,, amely direkt ferrovas mérésére lenne alkalmas, ami sikerül is, ha a ferrocarbonát mellett lévő cukor zavaró jelenlétét ki lehet küszöbölni.

Feladatomban ilyen mérőmódszer alkalmazását, illetve kidolgozását tűztem ki. Az analitikai irodalomban a következő ferro-meghatározásokat találtam: 8/



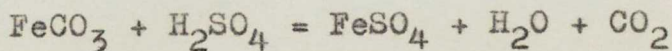
Ferromeghatározás káliumpermanganáttal.<sup>8/</sup>

A módszer lényege: a ferrovas savanyu kénsavas közegben 0.1 n. káliumpermanganáttal ferrivé oxydálódik.



A ferrosulfát szabályos mennyisége mérendő le kb. 100 ccm. vízben oldva és kénsavval megsavanyítva 0.1 n. káliumpermanganát-oldattal titrálható hidegen. Míg ferrovas van az oldatban, a becseppenő káliumpermanganát elszintelenedik és ha az egész ferrovas mennyisége ferrivé oxydálódott, a fölös káliumpermanganát-csepp oxydálható anyag hiányában nem bomlik el s így élénk rózsaszín-színével a mérő oldat önmaga jelzi a reactio, illetve oxydatio végét.

Készítményem esetében a ferrocarbonátot kénsavban kellene oldani:



A káliumpermanganát-oldat a ferrovasnak ferrivé

való oxydatioja után reactióba lépne a jelenlévő cukorral és a reactio továbbmenne, mertna káliumpermanganát a legtöbb szerves vegyületet oxydálja, tehát a valóságnak meg nem felelő, helytelen eredményeket adna.

Lenne egy lehetőség: a tej- és répacukrot melegvizzel kioldánám, az oldhatatlan ferrocarbonátot pedig a cukor eltávolítása után savban oldánám. Ez nem lenne célravezető eljárás, mert oldás, szűrés, mosás közben elkerülhetetlen a ferrocarbonát oxydatioja. Ily módon, mindig helytelen, illetve alacsonyabb értéket kapnék.

Mikroferrovas meghatározás káliumpermanganát-

tal Erioglaucin A. redox indikátor

mellett.

Kiforralt és kénsavval gyengén megsavanyított vízben oldják a ferrovegyületet, s Erioglaucin A. redoxindikátor mellett 0.01 káliumpermanganát-oldattal titrálják szürke színig. 1 mg. ferrovas 0.5 % hibával határozható meg.



Az Erioglaucin A. redoxindikátor a triphenylmethan festékek csoportjába tartozik. Vizben kék színnel oldódik. Ásványi savas közegben, mint minden más triphenylmethan festéknek színe sárgára változik. Nem túl savas közegben /kb. 0.3-0.4 n. zöld színkeveréket mutat.<sup>9/</sup>

Ferromeghatározás káliumbromáttal.<sup>10/</sup>

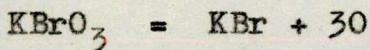
A ferrovas brommal ferrivé oxydálható. Foszforsavas oldatban a fölös brom jodometrikusan lesz visszamérve.

A titrálás kivitele: 10 ccm kb. 0.1 molár ferro-oldathoz 25 ccm 0.1 n. káliumbromát-oldatot csepegtetnek és 10 ccm 25 %-os foszforsav-oldatot. 5 percnyi állás után hozzáadnak 5 ccm. n. jodkáli-oldatot és 2 csepp 3 %-os ammoniummolybdát-oldatot és titrálják a kivált jódot 3 perc múlva 0.1 n. nátriumthyosulfát-oldattal.

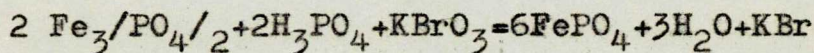
A káliumbromát oxydálható anyag jelenlétében



leadja 3 oxygenjét és káliumbromidra redukálódik:

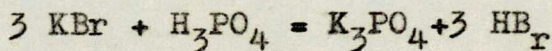


az oxygen a ferrot, mely foszforsavban oldódik, oldhatatlan ferrifoszfáttá oxydálja:



a ferrifoszfát csapadék alakjában kiválik.

A redukálódott káliumbromid savanyu közegben, mint hydrogenbromid reagál a fölös káliumbromáttól alakult bromsavval és elemi brom szabadul fel.



A bróm a reactio elegyhez hozzáadot jódkálból jódot tesz szabaddá, mely 0.1 n. natriumthiosulfát-oldattal mérhető.



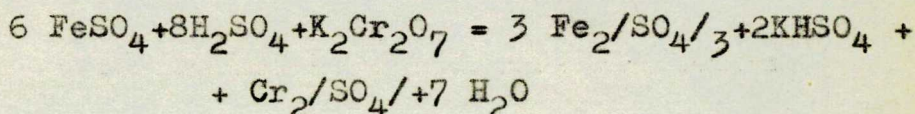
A ferrovas direkt titrálása káliumbromáttal metylvörös vagy indigóoldal, mint indikátor jelenlétébe



használhatatlan eredményeket ad. Az egyenérték pont legtöbbször tulkorán lép, fel.  $\bar{K}$

Ferromeghatározás kaliumbicromáttal.

Kénsavas közegben a ferrosó oldat 0.1 n. kaliumbicromát-oldattal diphenylamin indikátor jelenlétében ferrivé oxydálható:



25 ccm. ferrosó-oldathoz 10 ccm 4 n. kénsavat vagy sósavat adva, azután 5 ccm 25 %-os foszfor-savat és 4 csepp diphenylamin indikátort a titrálás 0.1 n. kaliumbichromáttal történik, 0.5 %-kal az egyenérték pont előtt az oldat színe zöld, most óvatosan tovább titrálunk, az oldat színe hirtelen violakék színű lesz.

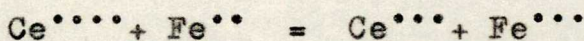
0.1 n. kaliumbichromát-oldattal már van kidolgozva ferromeghatározás, a ferrumcarbonicum saccharatumra, mégpedig a következő módon. <sup>12/</sup> A ferrum carbonicum saccharatumot 15 ccm hígított kénsavban



oldják, felhigitják 100 ccm vízzel és adnak hozzá 0.5 ccm diphenylamin indikátor-oldatot /0.1%/ és azonnal titrálják 0.1 n. káliumbichromát-oldattal. Az egyenérték-pont jól érzékelhető és a módszer reális eredményeket ad.

Ferromeghatározás cerimetrikusan. 13/

A két vegyértékű ferrovasat cerisulfáttal nagyon pontosan meg lehet titrálni redoxindikátorok /diphenylamin vagy diphenylbenzidin/ jelenlétében.



Az oldat 150 ccm-éhez hozzáadnak 15 ccm foszforsavat /1.37 fs./ néhány ccm sósavat és kb. 0.3-05 ccm 0.1 %-os tömény kénsavban oldott diphenylamin indikátort és titrálják kék szineződésig. A cerisulfát redukálása mellett a ferrovas ferrivé oxydálódik. A cerisulfát fölös cseppje a diphenylamint oxydálja. A szín átcsapás nagyon éles. A ferrovasnak a levegő által való oxydálása a titrálás alatt



0.1 %-os hiba, mely kiküszöbölhető korektios hibafaktor alkalmazásával, vagy a levegőnek szénsavval való kiszorításával.

### Ferromeghatározás jodometrikusan.

A ferrovas és a jód között lejátszódó reactio a következő:



Romijn az oldathoz pyrofoszfátot adnak az oxydálódott ferri lekötésére és direkt titrálja a ferrovasat jódoldattal az aequivalens pontig.<sup>14/</sup>

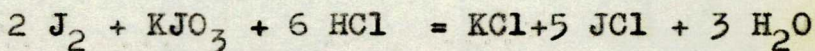
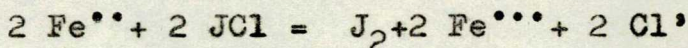
Kolthoff szerint a következő módon lehet eljárni:<sup>15/</sup>

A ferrooldathoz adnak 5 ccm 4 n.kénsavat és Rétszer 250 mg. nátriumbicarbonátot a levegő kiszorítására. Azután 5 gr. porított nátriumpyrofoszfátot hozzáadva gyenge rázással oldják azt. Most fölös 0.1 n. jódoldattal állni hagyják az oldatot, a keletkezett ferripyrofoszfát lecsapódik. A jód-fölösleget 0.1 n. nátriumthyosulfát-

oldattal, keményítő indikátor jelenlétében elszintelenődésig visszatitrálják. A mérési hiba 1-2 százalék.

Ferrovás meghatározás káliumjodáttal.

G.B.Heising oxydálja a ferrovasat erős sósavas oldatban jódmonochloriddal és titrálja a szabadá vált jódot káliumjodáttal.<sup>16/</sup>



E módszer lényege a következő: Tömény sósavas közegben a vizsgálandó ferrovas fölöslegben alkalmazott jódmonochlorid reagensből egyenértékű jódot szabadít fel, miközben a ferrovas ferrivé oxydálódik. A felszabadult jódot 0.1 n. káliumjodát oldattal vissza lehet titrálni jódmonochloriddá.

/A ferrivas jódmonochloridból nem tesz szabadá jódot, mint a kálium vagy nátriumjoditból, ezért nem lehet thyosulfáttal titrálni a kelet-



kezett jód mennyiségét, mert nátriumjodid keletkezik, amely a ferrivassal már reagál./

A titrálás leírása.<sup>17/</sup> Üveg dugós lombikba a vizsgálandó ferrovegyület oldatához előbb ismert mennyiségű fölös jódmonochlorid oldatot adnak, 5 ccm. széntetrachloridot és végül, hogy az oldáskor a ferrovas ne oxydálódjon, annyi tömény sósavat, /1.19 f-s/, hogy az oldat a titrálás végén legalább 3 n. sósavtartalmu legyen. A ferrovasal egyenértékű jód válik ki, melyet a széntetrachlorid ibolyaszinnel old s a fölötte lévő sósavas közeg narancs színűvé válik. Lehülés után káliumjodát oldattal kell titrálni a jódot jódmonochloriddá, vagyis míg a széntetrachlorid ibolyaszíne éppen eltűnik. Ekkor a vizes sósavas fázis narancs színe citromsárga színbe csap át.

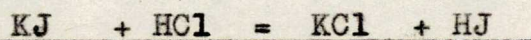
Különböző organikus anyagok jelenléte, mint ecetsav, borosgyánkósav, borkósav, formalin, alkohol, cukor, szűrőpapír, stb. a meghatározást nem zavarja.



Jódmonochlorid reagens oldat készítése.

Lemértem 10 gr. káliumjodidot és 6.44 gr. káliumjodádot, 75 ccm vízben oldottam és hozzáöntöttem tömény sósavat /1.19 f-s/, végül 5 ccm. széntetrachloridot. A széntetrachloridos fázisnak erős rázás után gyengén ibolyaszínűnek kell lennie, ha szintelen lenne, úgy addig adagolok hozzá káliumjodidot, míg éppen minimális szabadjód keletkezik. Másrészt, ha a széntetrachloridos fázis erősebben ibolyaszínű, úgy a szabadjód főlösteget káliumjodáddal kell visszalakítani jódmonochloriddá. Az így elkészített oldat a ferro egyenértéknek megfelelően kb. 0.4 n.

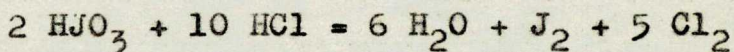
A jódmonochlorid készítését a következő egyenletek fejezik ki:



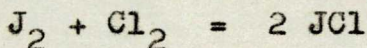
A káliumjodád, illetve jódsav mennyisége úgy van



megválasztva, hogy a hidrogenjodiddal való reakciója után a kiválasztott jodhoz még egyenértékű chlort is szabadít fel a sósavból:



a chlor pedig a joddal jodmonochloridot ad.



Az erősen savanyu oldatban jodmonochlorid van és minimális jód, mely jelzi, hogy a reagens a kívánt összetételnek megfelel-e. A savanyu jodmonochlorid oldatból a jodot széntetrachloriddal kell kirázni, mint előbb említettem, s ennek halvány ibolyaszínűnek kell lennie.<sup>18/</sup>

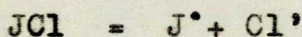
E ttirálási módszer mechanizmusának magyarázata a következő.

Igen erős sósavas közegben a káliumjodát jodchloriddá redukálható. Ilyen meghatározónál jog szabadul fel, amely az egyenértékpontban, ha elegendő sósav van jelen, teljesen jodchloriddá alakul. A meghatározás végpontja akkor észlelhető



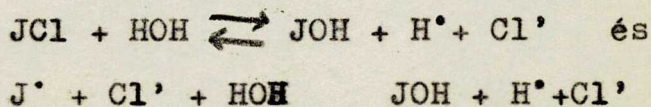
legjobban, ha a reactios térben chloroform vagy széntetrachlorid van jelen s a kaliumjodáttal való titráláskor a lombikot erősen kell rázni, míg a jodos széntetrachlorid fázis ibolyaszine éppen eltűnik. A meghatároznál elsőrendű feltétele a magas sósav concentráció. A reactios oldatnak a titrálás végpontjánál legalább 10-12 % sósavat kell tartalmaznia.<sup>19/</sup>

F.A.Philrich kimutatta, hogy a jodmonochlorid koncentrált sósavas közegben, mint erős elektrolt dissociál:



A jodmonochlorid moláris oldata 3 n. sósavas közegben kb. 80%-ban van dissociálva. Erősebb savas közegben a dissociáció még magasabb.

Higitott savas közegben a jodmonochlorid valószínűleg hydrolysal.





A hypoiodosav reagál a jodionnal:



Ezért célszerű magasabb sósav koncentrációval dolgozni, mert a ~~hydrolysis~~ visszaszorítja és a jodmonochlorid erősebben disszociálhat.

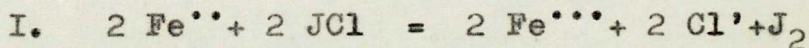
Elégtelen aciditás mellett dolgozni nem tanácsos, mert akkor a reactio érzékenysége a meghatározás vége felé nagyon csekély lesz.<sup>20/</sup>

A ferrum carbonicum saccharátum hatástani értékét a labillis ferro tartalom mennyisége szabja meg, tehát csak a ferrovas mennyiségének a mérése indokolt s nem az összes vas - a már időközben keletkezett ferrivas - mennyiségének a mérése, ~~miót~~ azt a IV.Gy.K.végezteti. Ezért válik szükségessé egy olyan ferrovas meghatározási módszernek az alkalmazása, amely a ferrovastartalmat ilktően a valóságnak megfelelő eredményeket ad. Mivel a készítmény tejcukrot és répacukrot tartalmaz, úgy a ferrovas a már ismert oxydációs meghatá-

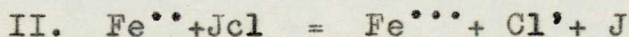
rozásokkal /permanganátos, cerisulfátos stb./  
nem mérhető pontosan, mert a jelenlevő cukor  
is oxydálódik a ferrovasal egyetemben.

A meghatározást zavaró organikus anyagok jelenléte nem jön számításba az előbb tárgyalt jodmonochloridos ferrovas mérésénél. Ezért e módszerrel találtam a legmegfelelőbbnek a készítmény ferrotartalmának quantitativ vizsgálatára és ellenőrzésére.

S z á m i t á s o k.



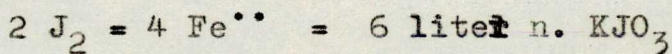
két atomsúlynyi ferrovas molekulásúlynyi jodot szabadít fel, vagyis egy atomsúlynyi ferrovas egy atomsúlynyi jóddal egyenértékű:



A harmadik egyenletből látható, hogy 4 atomsúlynyi jod megfelel 6 liter normál káliumjodát-oldatnak,



viszont 4 atomsúlynyi jód 4 atomsúlynyi ferrovas-  
sl. egyenértékű:



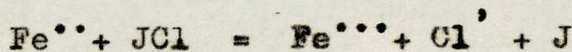
$$\frac{4 Fe}{6} = \frac{4 \cdot 55,84}{6} = 37,27 \text{ gr Fe} = 1 \text{ lit. n. } KJ_3$$

$$0,3727 \text{ gr Fe} = 100 \text{ ccm } 0,1 \text{ n } KJ_3$$

$$0,003727 \text{ gr Fe} = 0,007723 \text{ gr } FeCO_3 = 1 \text{ ccm } 0,1 \text{ n. f.}$$

Titralásnál tehát tulajdokképpen jódot ala-  
kitok át ismét jódmonochloriddá 0,1 n. káliumjo-  
dátal, de ez a jód, illetve 0,1 n. káliumjodát  
egyenértékű a ferrovasal.

Jamieson szerint elkészített jódmonochlorid  
reagens a ferro egyenértéknek megfelelően kb. 0,4  
n. Kérdés, mennyit kell venni a reagensből a 10 %  
ferrovasat tartalmazó készítményhez ?



$$55,84 \quad 1 \text{ lit. n.}$$

$$5,584 \quad 1 \text{ lit } 0,1 \text{ n.} = 250 \text{ ccm } 0,4 \text{ n.}$$

$$0,05584 \quad 10 \text{ ccm } 0,1 \text{ n.} = 2,5 \text{ ccm } 0,4 \text{ n.}$$

Tehát 2 gr.  $\text{ferrum carbonicum saccharatum}$  vizsgálatánál a Jamieson-féle reagensből 10 ccm-t vettem, 1 gr-nál 5 ccm-t.

A meghatározáshoz szükséges oldatok:

Jamieson-féle jodmonochlorid reagens.

0.1 n.  $\text{KJO}_3$ , vagy  $\text{KH/JO}_3/2$

A  $\text{ferrum carbonicum saccharatum}$ ot e módszerrel a következőképpen vizsgáltam meg:

Lemértem 2 - 0.25 gr. készítményt s ezt por-tölcséren keresztül finom szőrecsettel egy üveg-dugós mérőlombikba szórtam quantitative és még hozzáadtam egy kristályka kaliumbicarbonátot. Pipettával hozzámértem 10-3 ccm jodmonochlorid reagenst. /A sósavas reagens hatására a káliumbi-carbonátból széndioxyd-gáz szabadult fel, mely a levegőt kiszorította az oldatból./ 10 ccm tömény sósavat /1.19 f-s/, végül 5 ccm széntetrachloridot mértem a reactio elegybe. A lombikot lerázva sötétben állani hagytam 20-30 percig. /A JCl



a ferrovasat ferrivé oxydálja, miközben egyenértékű jod szabadult fel, mely a széntetrachloridban ibolyaszínnel oldódott./

A felszabadult jódot 0.1 n. káliumbijodát oldattal titráltam, közben a lombikot erélyesen rázogattam, hogy a káliumbijodát a széntetrachloridban lévő szinjóddal reagálni tudjon. A titrálás végpontjánál a reactios elegy összerázása után az elkülönülő széntetrachloridos fázis ibolyaszíne eltűnt és ugyanekkor a sósavas fázis narancsszine citromsárga lett. A lombikot összerázás után bedugva lefelé kell fordítani s a folyadék alján levő széntetrachloridos részt kell vizsgálni. Az elhasznált 0.1 n. káliumbijodát oldat ccm-jeinek száma szorozva a vas faktorával adja a lemért készítmény ferrovas tartalmát.

A készítmény ferrovas százalékának kiszámítására a következő képletet használtam:

$$x = \frac{a \cdot f \cdot 100}{b} \quad \text{ahol}$$

a = 0.1 n.KH/ $\text{JO}_3/2$  ccm

f = vas faktora

b = lemért készítmény gr.

x = ferrovas-százalék

A jodmonochloridos módszer helyességének ellenőrzése végett előbb ferroszulfáttal végeztem vizsgálatokat, párhuzamosan meghatároztam a ferrotartalmat káliumpermanganátos és káliumbi- $\text{chromátos}$  oxydatioval, a már ismert módon.

Eredményeimet az I.sz. táblázatban foglaltam össze.



I.sz. táblázat.

Bemért FeSO <sub>4</sub> gr. <sup>4</sup>	Számi- tott Fe <sup>++</sup> %	Elhasznált o.l n. KMnO <sub>4</sub> ccm	Talált Fe %	Elhasznált o.l n K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	Talált Fe <sup>++</sup> %	Elhasznált O.l n KHJO <sub>3</sub> ccm	Talált Fe <sup>++</sup> %
0.6950	20.09	24.80 24.93 24.88 <u>24.86</u>	19.98	24.85 24.85 24.90 <u>24.86</u>	19.98	37.25 37.20 37.20 <u>37.22</u>	19.96
0.5560	20.09	19.87 19.85 19.89 <u>19.87</u>	19.96	19.90 19.85 19.90 <u>19.88</u>	19.95	29.75 29.75 29.75 <u>29.75</u>	19.93
0.4170	20.09	14.85 14.88 14.87 <u>14.87</u>	19.91	14.90 14.85 14.90 <u>14.88</u>	19.91	22.30 22.40 22.20 <u>22.30</u>	19.91
0.2780	20.09	9.90 9.89 9.93 <u>9.91</u>	19.86	9.90 9.85 9.95 <u>9.90</u>	19.86	14.80 14.85 14.90 <u>14.85</u>	19.90
0.1390	20.09	4.93 4.96 4.94 <u>4.94</u>	19.84	4.95 4.95 4.95 <u>4.95</u>	19.88	7.40 7.45 7.40 <u>7.42</u>	19.88

Minhárom módszerrel csaknem egyforma eredményeket kaptam, az egyes mérések közötti különbség minimális, tehát a jodmonochloridos módszer a további vizsgálatok során felhasználható.

A módszer használhatóságának és érzékenységének ~~az~~ megállapíthatása végett a meghatározásokat 2-1-0.50-0.25 gr. súlynyi készítménnyel hajtottam végre. Így megkaptam a ferrovasra vonatkozó eredményeket. Ugyancsak meghatároztam a fenti súlymennyiségű anyagokkal a készítmény összvas-tartalmát, s kiszámítottam az oxydált ferrivas értékét is. Eredményeimet táblázatban foglaltam össze.

Méréseknél a következő anyagokat vizsgáltam meg:

Frissen készített ferrum carbonicum saccharatum Gy.K.-i előiratnak megfelelően és a módosított előirat szerint. /II. III., valamint IV. összefoglaló táblázat./



II.sz.táblázat.

a IV.Gy.K.-i friss készítmény ferro és ferrivas aránya.

Bemért készítm. gr.	Számított ferrovas gr.	Elhasznált o.ln. ccm. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Talált összesen %	Elhasznált o.ln.ccm. $\text{KH}/\text{JO}_{3/2}$	Talált ferrovas %	Ferrivas %
2.0	0.200	35.50	9.99	43.10	8.03	1.96
1.0	0.100	17.79	9.93	21.50	8.01	1.92
0.5	0.050	8.91	9.96	10.80	8.04	1.92
0.25	0.025	4.45	9.92	5.35	7.94	1.92

Az eredmények középértékelve vannak.

III.sz.táblázat.

A saját készítmény /friss/ ferro- és ferrivas aránya.

Bemért készítm. gr.	Számított ferrovas gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Talált összesen %	Elhasznált 0.1 n.ccm. $\text{KH}/\text{JO}_3/2$	Talált ferrovas %	Ferri-vas %
2.0	0.200	35.75	9.98	48.25	8.44	1.54
1.0	0.100	17.78	9.93	22.60	8.42	1.51
0.5	0.050	8.93	9.98	11.35	8.46	1.52
0.25	0.025	4.43	9.92	5.92	8.40	1.52

Az eredmények középértékelve vannak.





IV.sz.táblázat.

Összehasonlító táblázat a IV.Gy.K.-i és a saját készítmény ferrovas tartalma között.

Bemért készítm. gr.	IV.Gy.K.-i készítm. ferro %	Saját készítm. ferro %	Ferrovas kbség %
2.00	8.03	8.44	0.41
1.00	8.01	8.42	0.43
0.50	8.04	8.46	0.42
0.25	7.98	8.40	0.42

Méréseim eredményei szerint a saját készítmény ferrovas tartalma 8.40 - 8.46 % között van, a Gy.K.-i készítmény ferrovas tartalma alacsonyabb 7.98-8.04 % között. A kb. 0.4 % magasabb ferrovas-tartalom a ferrosulfát átkristályosítása, káliumcarbonáttal való lecsapás, a csapadéknak alkohollal való mosása, valamint bepárlása által nyerhető. Egyébként

mindkét készítményben az öszvas-tartalom kerekén 10 % a Gy.K.által előirt vizsgálat alapján. Ebből is látható, hogy a mérés nem helyes, mert az öszvas mennyisége változatlan a készítményben, míg a hatásképes ferrovas mennyiségére nem lehet következtetni s ezáltal a készítmény jóságára. Fontos tehát a ferrovas direkt meghatározása.

Mint már az előállítás alkalmával is említettem, ugy a Gy.K.-i, mint saját készítményemet világos /szintelen/ üvegben direkt-fényen /mint a ferri-jodidos szirupot/ és diffuz-fényen, világos helyen tartottam el. Féléven keresztül 5 ízben vizsgáltam meg a változékony ferrovasat, eredményeimet az V.,VI.,VII, valamint VIII., IX.X, illetve összefoglalva a XI.táblázatokban tüntettem fel.



V.sz. táblázat.

IV.Gy.K.-i készítmény szintelen üvegben direkt fényen tartva.

Vizsg száma	Bemért anyag gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Összvas tart. %	Bemért anyag dr.	Elhasznált 0.1 n.ccm. $\text{KH}/\text{JO}_3/2$	Ferrovás tart. %	Ferrivas tart %
I.	0.56	9.95	9.95	0.50	10.80	8.04	1.91
II.	0.56	9.95	9.95	0.50	10.68	7.96	1.99
III.	0.56	9.93	9.93	0.50	10.60	7.90	2.03
IV.	0.56	9.95	9.95	0.50	10.58	7.89	2.06
V.	0.56	9.95	9.95	0.50	10.60	7.90	2.05

Az eredmények középértékelve vannak.

VI.sz.táblázat.

IV.Gy.K.-i készítmény szintelen üvegben diffúz fényen tartva.

Vizsg. száma	Bemért anyag gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Összvas tart. %	Bemért anyag gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm. $\text{KH}/\text{JO}_3/2$	Ferrovass tart. %	Ferrivas tart. %
I.	0.56	9.95	9.95	0.50	10.80	8.04	1.91
II.	0.56	9.95	9.95	0.50	10.63	7.92	2.03
III.	0.56	9.98	9.98	0.50	10.60	7.90	2.08
IV.	0.56	9.98	9.98	0.50	10.58	7.89	2.09
V.	0.56	9.98	9.98	0.50	10.55	10.87	2.11.

Az eredmények középértékelve vannak.



VII.sz.táblázat.

A IV.Gy.K.-i készítmény barna üvegben tartva.

Vizsg. száma	Bemért anyag gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Összvas tart. %	Bemért anyag gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm $\text{KH}/\text{JO}_{3/2}$	Ferrovass tart. %	Ferri- vas %
I.	0.56	9.95	9.95	0.50	10.80	8.04	1.91
II.	0.56	9.93	9.93	0.50	9.67	7.22	2.71
III.	0.56	9.93	9.93	0.50	9.15	6.82	3.11
IV.	0.56	9.95	9.95	0.50	8.50	6.34	3.61
V.	0.56	9.95	9.95	0.50	8.02	5.98	3.97

Az eredményeket középértékeltem.

VIII.sz.táblázat.

Saját készítmény szintelen üvegben direkt napfényen eltartva.

Vizsg. száma	Bemért anya gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Összvas tart. %	Bemért anyag gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm. $\text{KH}/\text{JO}_3/2$	Ferrovás tart. %	Ferri vas %
I.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.35	8.46	1.49
II.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.30	8.42	1.53
III.	0.56	9.90	9.90	0.50	11.20	8.36	1.54
IV.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.15	8.32	1.63
V.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.15	8.32	1.63

Az eredmények középértékelve vannak.





IX.sz.táblázat.

Saját készítmény szintelen üvegben diffuz fényben tartva.

Vizsg. száma	Bemért anyag gr	Elhasznált 0.ln.ccm. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Összvas tart. %	Bemért anyag gr	Elhasznált 0.l n.ccm. $\text{KH}/\text{JO}_3/2$	Ferrovás tart. %	Ferri- vas %
I.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.35	8.46	1.49
II.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.15	8.34	1.61
III.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.13	8.30	1.65
IV.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.10	8.28	1.67
V.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.05	8.24	1.71

Az eredmények középértékelve vannak.

X.sz.táblázat.

Saját készítmény barna üvegben tartva.

Vizsg. száma	Bemért anyag gr.	Elhasznált 0.1 n.ccm. Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Összvas tart. %	Bemért anyag gr	Elhasznált 0.1 n.ccm. KH/JO <sub>3/2</sub>	Ferrovás tart. %	Ferrivas tart. %
I.	0.56	9.95	9.95	0.50	11.35	8.46	1.49
II.	0.56	9.95	9.95	0.50	10.18	7.77	2.18
III.	0.56	9.95	9.95	0.50	9.62	7.17	2.78
IV.	0.56	9.95	9.95	0.50	8.95	6.68	3.27
V.	0.56	9.90	9.90	0.50	8.48	6.32	3.58

Az eredmények középértékelve vannak.



XI. Összefoglaló táblázat.

Vizsg. száma	IV.Gy.K.-i készítmény			Saját készítmény		
	Világos ü. direkt f.	Világos ü. diffuz f.	Barna ü. sötét	Világos ü. direkt f.	Világos ü. diffuz f.	Barna ü. sötét
	f e r r o v a s s z á z a l é k					
I.	8.04	8.04	8.04	8.46	8.46	8.46
II.	7.96	7.92	7.22	8.42	8.34	7.77
III.	7.90	7.90	6.82	8.36	8.30	7.17
IV.	7.89	7.89	6.34	8.32	8.28	6.68
V.	7.90	7.87	5.98	8.32	8.24	6.32

A Gy.K.-i készítménynél a ferrovas-tartalom 6 hónap alatt világos üvegben direktfényen tartva 0.14 %-kal esett, ugyanakkor a saját készítménynél a ferrovas-esés szintén 0.14 %.

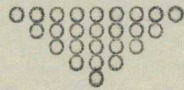
A Gy.K.-i készítménynél a diffuz-fénynél tartott ferrovas esése 0.17 %, saját készítménynél 0.22 %.

A Gy.K.-i készítménynél a ferrovas esése barna üvegben fénynemérte helyen tartva 2.06 %, saját készítménynél 2.14 %. /Megjegyzendő, hogy a barna üvegben lévő készítményt világos helyen is tartottam, de lényeges különbséget nem találtam, a sötét helyen tartottal együtt vizsgálva a ferrovasat./

A táblázatokból kitűnik, hogy a ferrum carbonicum saccharátumot legcélszerűbb jól záró világos, /szintelen/ üvegben, fény által erősen ért helyen tartani. Így, mint ismeretes, a nap direkt fénye meggátolja a ferrovas redukcióját, amit a készítményben lévő redukáló tejcukor is előidéz. Ily mó-



don eltartva is esik a ferrovas tartalom, ez a ferrocarbonát labilis voltát igazolja. A változás, vagyis a ferrovas csökkenés sötét üvegben természetesen nagyobbfokúvá válik.



## Ö s s z e f o g l a l á s

Dolgozatomban a ferrum carbonicum saccharatum előállításánál a következő célszerű ujjitásokat alkalmaztam.

A kiindulási ferrosulfátot alkoholból átkristályosítottam, hogy ferrimentes legyen. A ferrovas lecsapására a lugosabb natriumbicarbonát helyett a tisztább és jobban oldódó kaliumbicarbonátot alkalmaztam. A lecsapás után a ferrocarbonát mosásához, valamint bepárlásához alkoholt használtam az oxydatio meggátlására. Ilymódon k.b. 0.5 %-kal több ferrotartalmat értem el, mint a Gy.K.-i uton előállított készítménynél.

A készítménynek ismert reactiókkal kidolgoztam teljes minőleges vizsgálatát.

A mennyileges vizsgálatnál a Gy.K.-től eltérően a ferrovas mennyiségét határoztam meg Heising jódmonochloridos ferrovas mérési módszerével, amely azon alapszik, hogy a ferrovas jódmonochlorid rea-



gensből egyenértékű jodot tesz szabaddá, miközben maga ferrivé oxydálódik. A felszabadult jodot a ferrum miatt káliumbijodát oldattal titráltam vissza. Így a hatásképes ferrovasat határoztam meg és arra az eredményre jutottam, hogy a Gy.K. által előírt 10 % vastartalomból csak 8.46 % a ferrovas. A titrálás igen egyszerű és a gyakorló gyógyszerész vegyszereivel elvégezhető.

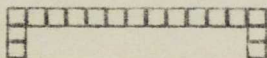
Az eltartásra vonatkozólag azt találtam, hogy a direkt-fényen, szintelen üvegben tartott készítmény a legstabilabb. /félév alatt a ferro mennyiség 8.46 %-ról 8.32 %-ra csökkent, míg sötét üvegben tartottnál 8.46 %-ról 6.32 %-ra esett./

Tehát a ferrum carbonicum saccharátumot jól záró, szintelen üvegben, direkt-fényen, ~~mint~~ a ferrojodidos szirupot, kell eltartani.

XXXXXX XXXXX  
X X

I r o d a l o m

- Frita: Gyógyszerhatástan 110.  
IV. Magyar Gyógyszerkönyv 168 /1930/  
E. Bauer: Z. phys Chem. 131 /1928/  
Rex: Szervetlen kémia  
Kommentár z. D.A.B. VI. I. 587.  
Dávid: Gyógyszerészet, pótfüzet 8. /1937./  
Zechmeister: Org. kémia I. 74. 161. /1930/  
G. Gutzeit: Helv. chim. Acta. 12, 829. /1929/  
Mohr Fr.: Liebigs Ann. 113, 260. /1860/  
Marguérite: Ann. Chim Physique 18, 244 /1846/  
Knop J.: Z. f. anal. Chem. 77, 111 /1929/  
Knop és Kubelkova: Z. f. anal. Chem. 77, 125 /1929/  
Kolthoff: Z. f. anal. Chem. 60, 454, /1921/  
Ph. U.S.A. XI. 228. /1926/  
Cooc-Lawall: Practice of Pharmacy VIII. 745 /1936/  
Willard és Joung: Journ. Amer. Chem. Soc. 50, 1134. /1928/  
Romijn: Pharm. Weekblad 48, 996, /1911/  
Kolthoff: Z. f. anal. Chem. 60, 453, /1921/  
Heising G. B.: Journ. Amer. Chem. Soc. 40, 1687 /1928/  
Jamieson G. S.: Volumetric iodate Methods. New-York /1926/  
Andrews L. W. Journ. Amer. Chem. Soc. 25, 756, /1903/  
Swift E. H.: Journ. Amer. Chem. Soc. 52, 894. /1930/





Munkám végeztével tiszteletteljes hálával  
köszönöm meg Dr. DÁVID LAJOS e.ny.r.tanár  
urnak, az egyetemi gyógyszerészeti intézet  
és egyetemi gyógyszertár igazgatójának, hogy  
dolgozatom sikeres elvégzéséhez lehetőséget  
adott és értékes tanácsaival ellátott.

Hálás köszönetet mondok Dr. NOVÁK ISTVÁN  
e.m.tanár, egyetemi fővegyész urnak, aki  
állandó figyelemmel kísérte munkámat és  
jóakaratu utbaigazításaival sokszor meg-  
segített.

