

B-4305

Äratrük. „Pharmacia“ nr. 8, 1933.

# EESTI FARMAKOPÖA MÕÕTLAHUSTEST

TÖÖ TEHTUD TALLINNA ÜHISE HAIGEKASSA  
APTEEGI ANALÜÜTILISES LABORATOORIUMIS

DR. PHARM. VOLD, MADIS

TALLINN, 1938

APH

B-4305

Äratriikk. „Pharmacia“ nr. 8, 1938.

*Auguipidamisavalotsena  
dr. Prof. dr. N. Verdypans'ole  
autograaf*  
26. 5. 38.

# EESTI FARMAKOPÖA MÕÕTLAHUSTEST

TÖÖ TEHTUD TALLINNA ÜHISE HAIGEKASSA  
APTEEGI ANALÜÜTILISES LABORATOORIUMIS

DR. PHARM. VOLD. MADIS

TALLINN, 1938

ESTI FARMAKOPIA  
MÕTLEHUSTEST

TOO TÄHTSUS TALLINNA ÜHISE HARITUSKAMERAS  
ARHIIVI ANALÜÜSILISE LABORATOORIUMIS

Tallinna Eesti Kirjastus-Ühisuse trükikoda, Pikk t. 2. 1938.

DR. PHARM. Voldemar Mägi

ARHIIVKOGU

2

Tartu Riikliku Ülikooli  
Raamatukogu

133601

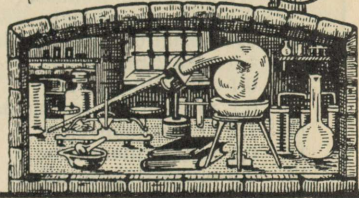
DR. PHARM. Voldemar Mägi

# PHARMACIA

ROHUTEADUSE, ROHUTEADUSLISE BOTAANIKA JA KEEMIA  
KIRJAKOGU NING APTEEKRIKUTSE HÄÄLEKANDJA EESTIS



Eesti Apteekrite Seltsi kuukiri.  
Bulletin de l'Association des  
Pharmaciens d'Estonie (Eesti).  
Organ des Eestischen Apotheker-Vereins.  
Tallinn, Eesti, Olevimägi 14-2.  
Vastutav ja tegev toimetaja  
**Theodor Rosenwald.**



Nr. 8

August — 1938

XVIII aastakäik

## Eesti farmakopõa mõõtlahustest.

Töö tehtud Tallinna Ühise Haigekassa apteegi analüütilises laboratooriumis.

Dr. pharm. Vold. Madis.

Eesti farmakopõa tarvitab ravimite kvantitatiivsetel määramistel mõõt-analüütilisi meetode, millised jagunevad oma keemilise iseloomu poolest kolme peagruppi ja nimelt:

- I. Kesendus-meetodid:
  - a) acidimeetria,
  - b) alkalimeetria.
- II. Sadestus-meetodid:
  - a) argentomeetria,
  - b) rodanomeetria.
- III. Hapendus-meetodid:
  - a) jodomeetria,
  - b) permanganomeetria,
  - c) bromomeetria,
  - d) bromatomeetria.

Tähendatud meetodite läbiviimiseks nõuab Ph. E. I kahekümne mõõtanalüütilise lahuse valmistamist, säilitamist ning tarvitamist. Kui siia juure arvata ka Hübl'i lahuse,\*) mis samuti täidab mõõtlahuse kohuseid, siis tõuseb mõõtlahuste summa kahekümneühele.

Lähemal vaatlusel selgub, et mainitud mõõtlahuseid tarvitab farmakopõa mitmesuguses ulatuses, nagu seda alljärgnevas tabelis nr. 1 näeme.\*\*)

Peale tabelis nr. 1 tähendatud mitmesuguse normaliteediga lahuste tarvitab Eesti farmakopõa veel teisi eri normaliteediga lahuseid, millede valmistusviise aga ei märgi tabel nr. III, ega ka reaktiivide tabel. Nii näiteks olea aetherea juures läheb tarvis 0,5 n NaOH (vististi trüükiviga), olea pinguia juures 0,01 n

\*) Hübl'i lahuse valmistamine ja tiitri kindlaks määramise juhised peaksid olema tabelis nr. 3., kuna teiste mõõtlahuste valmistamise eeskirjad on paigutatud nimetatud osasse.

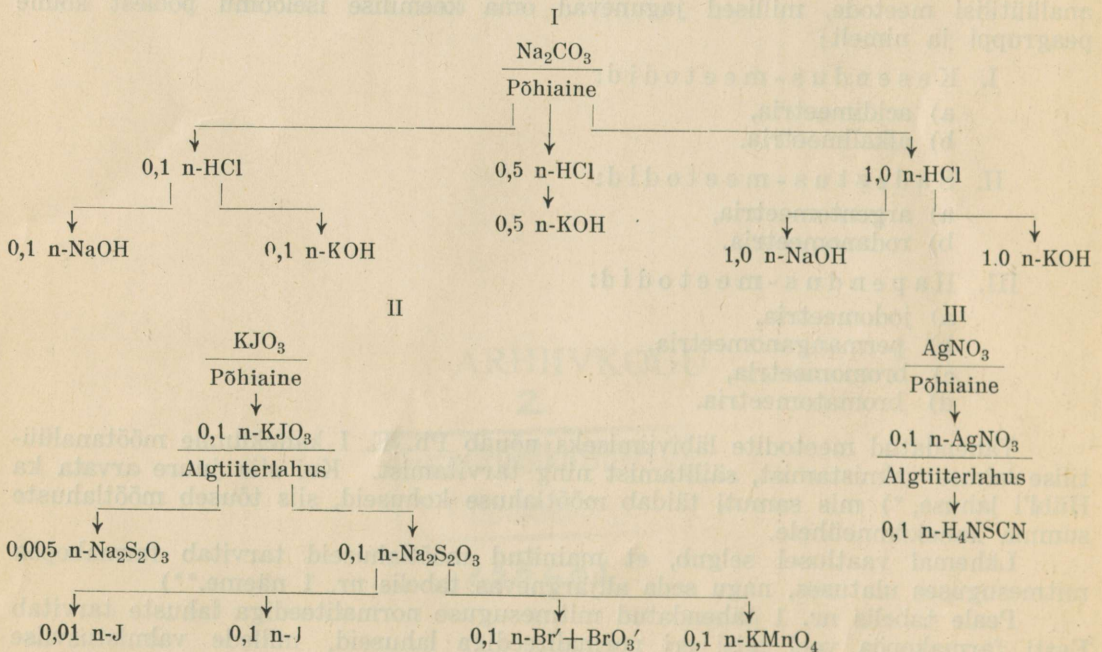
\*\*) Seda tabelit võib kasutada tagavaraks tehtavate mõõtlahuste kindlaksmääramisel.

Tabel nr. I.

M õ õ t l a h u s	Mitme preparaadi juures tarvitav	M ä r k u s e d
1. 0,1 n-ammooniumrodaniid . . . . .	18 prepar.	
2. 0,1 n-bromiid-bromaat . . . . .	6 "	
3. 0,1 n-hõbenitraat . . . . .	24 "	algtiiterlahus
4. 0,1 n-jood . . . . .	18 "	
5. 0,01 n-jood . . . . .	1 "	veinide $\text{SO}_3''$ määramisel
6. 0,1 n-kaaliumbromaat . . . . .	1 "	alum.-oksiini määramisel
7. 0,1 n-kaaliumjodaat . . . . .	—	algtiiterlahus
8. 0,5 n-kaaliumleeline (alkoholne) .	16 "	
9. 1,0 n-kaaliumleeline . . . . .	1 "	
10. 0,1 n-kaaliumleeline . . . . .	10 "	
11. 0,1 n-kaaliumpermanganaat . . . . .	13 "	
12. 1,0 n-naatriumleeline . . . . .	27 "	
13. 0,1 n-naatriumleeline . . . . .	50 "	
14. 0,1 n-naatriumtiosulfaat . . . . .	34 "	
15. 0,005 n-naatriumtiosulfaat . . . . .	1 "	thyreoidea joodi määramisel
16. 1,0 n-soolhape . . . . .	28 "	
17. 0,5 n-soolhape . . . . .	17 "	
18. 0,1 n-soolhape . . . . .	49 "	
19. 0,01 n-soolhape . . . . .	—	leelisvaese klaasi teimimisel
20. 0,001 n-soolhape . . . . .	—	
21. Hübl'i lahus . . . . .	15 "	" " "

$\text{KMnO}_4$ ; physostigminum salicylicumi juures 0,001 n-jood ja 0,001 n- $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ ; pil. Asiaticae juures 0,1 n  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  j. t.

Meie farmakopöa kontrollib mõõtanaliütilisi lahuseid resp. määrab kindlaks nende tiitrid kolme põhiaine kaasabil, nagu järgnevaist skeemidest näeme:

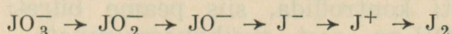


Skeemidest selgub, et Ph. E. I 0,1 n-kaaliumbromaat-mõõtlahust ei kontrolli, milleks mingisugust tarvidust ei olegi, kuna kaaliumbromaat vastab ise kõigile põhiaine nõuetele.

Naatriumkarbonaat kui põhiaine on peaaegu sama hea kui kaaliumhüdrokarbonaat. Praegusel ajal eelistatakse viimast siiski rohkem, kuna kaalium-

hüdrokarbonaadi ekvivalentkaal on kaks korda suurem, kui naatriumkarbonaadil, teiseks, tiitri määramine on lihtsam selle tõttu, et kaaliumhüdrokarbonaat ei nõua nii hoolsat ettevalmistust.

Kaaliumjodaadi mõõtlahust tarvitab Ph. E. I ainult algtiiterlahuseks. Kuigi nimetatud aine evib need omadused, mis on nõutavad põhiainelt, võib teda tarvitusele mitte võtta ning tiosulfaadi, joodi ja permanganaadi tiitrite määramistel kasutada 0,1 n-kaaliumbromaadi lahust. Nimelt 0,1 n-kaaliumbromaat, mida Eesti farmakopöa samuti üheks algtiiterlahuseks peab, on täielikult tarvitatav 0,1 n-kaaliumjodaadi algtiitri lahuse asemel. Nagu katsed on näitanud, 0,1 n-kaaliumbromaadiga tehtud tiitrimised on veel täpsemad kui kaaliumjodaadi mõõtlahusega tehtud.  $KJO_3$ -lahuse vähem täpsus on seletatav sellega, et viimase põhireaktsioon, olles mitmeastmeline, võib kergesti vea tekitajaks olla, kui reaktsioonid ei lõpe igas astmes kvantitatiivselt:

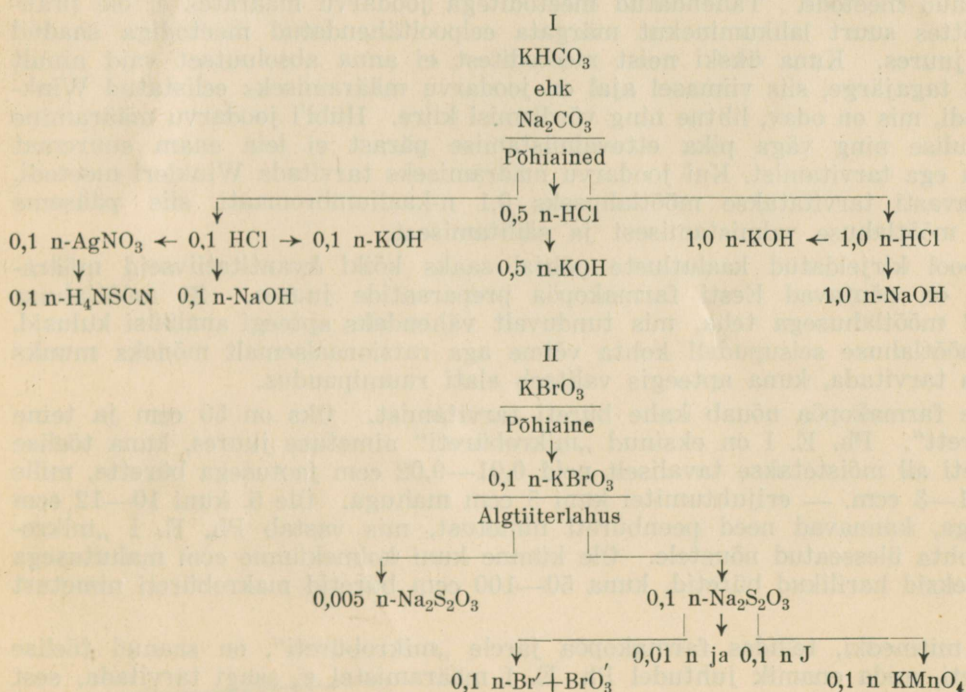


Selle vastu kaaliumbromaadi põhireaktsioon on lihtsam, kiire ja mis peasi, peaaegu stöhhiomeetriliselt kvantitatiivne.

0,1 n-höbenitraadi algtiiterlahuse valmistamiseks tarvitab Ph. E. I niisugust pulbristatud höbenitraati, mis on väävelhappe ekssikaatoris kuivatatud. Kontsentreeritud väävelhape vabastab höbenitraadi niiskusest, kuid ümberkristalliseerumisel okludeeritud vesi jääb ikkagi kristallidesse. Sellepärast on otstarbekohane peale hoolikalt pulbristamist hoida höbenitraat kuivatuskapis 100—110 C° juures vähemalt 1 tund. Peale seda laseme höbenitraadi väävelhappe ekssikaatoris jahtuda.

Soovi korral võime aga 0,1 n-höbenitraadi lahust ka ilma kuivatuseeta teha, kuna ta tiitrit võime väga hästi 0,1 n-soolhappega määrata.

Eelpool kirjeldatu põhjal mõõtanalüütiliste lahuste kontroll resp. tiitri määramine võiks ka järgneva kahe skeemi põhjal sündida:



Ph. E. I mõõtanalüütiliste lahuste peres ei saa säilitada 0,01—0,0001 n-lahuseid, millede valmistamine peaks sündima tarviduse korral, võttes tiitriks sama faktori, mis oli alglahusel. Sarnaste väikeste kontsentratsioonide juures on tehnilise vea võimalused minimaalsed ja neid võib rahulikult mitte arvestada.

Normaal-kaaliumhüdrosiidid ja 0,1 n-KOH on vastava normaliteediga NaOH-ga asendatavad, kuna enamikul juhtudel (vaata tabel nr. 1) Ph. E. I niikuinii n- ja 0,1 n-NaOH tarvitab. Täiesti ükskõik, kas alkaloidide määramisel soolhappe ühikulga naatriumhüdrosiidiga või kaaliumhüdrosiidiga moodame. 0,1 n-KOH on isegi tülikas töötamisel. Nii näiteks, määrates tinct. Stramonii alkaloidide sisaldavust, tuleb Ph. E. I eeskirja järgi 0,1 n-soolhappe tagasi tiitrimiseks 0,1 n-NaOH tarvitada — järgneva tinct. Strychni juures peame büreti puhastama NaOH lahusest, kuna nüüd, pidades kinni farmakopöa eeskirjast, tuleb kasutada tagasitiitrimiseks 0,1 n-KOH mõõtlahust. Ja kui juhustlikult tahaksime äsja tiitritud tinct. Strychni valmistamiseks tarvitatud strühnuseemne alkaloidide sisaldavust uuesti kontrollida, siis peame büreti jälle puhastama ning uuesti täitma 0,1 n-NaOH-ga, sest strühnuseemnete alkaloidide määramisel leidub sarnane korraldus!

0,1 n-bromiid-bromaat mõõtlahus on asendatav täielikult 0,1 n-kaaliumbromaadiga. Teatavasti Ph. E. I tarvitab 0,1 n-KBr+KBrO<sub>3</sub>-mõõtlahust naatriumkalkodülaadi, ol. Thymi, fenooli (ka liquefactumi juures), resortsiini ja tümooli määramistel. Tähendatud ainete määramised on aga ka nii läbiviidavad, et 0,1 n-bromiid-bromaat lahuse asemel 0,1 n-kaaliumbromaat mõõtlahust tarvitame, lisades juurde igal määramisel umbes 0,5 kaaliumbromiidi. Naatriumkalkodülaadi määramisel ei ole bromiidi lisamine tingimata tarvilik, kuna sarnases happe kontsentratsioonis kaaliumbromaadist autokatalüütiliselt tekib kohe vaba broom ja kaaliumbromiid. Tarvitusele võttes seda tähtsuseta muudatust, pääseb apteek jälle ühe mõõtlahuse valmistamisest ja seisupudeli kulust.

Samuti nagu 0,1 n-kaaliumjodaadi ja 0,1 n-bromiid-bromiidi mõõtlahused on asendatavad 0,1 n-kaaliumbromaadiga, on viimasega asendatav ka Hübl'i lahus. Joodarvu määramiseks on Hübl, Wijs, Hanusz ja Winkler — vanematest aga Knop, Allen, Snodgrass, Halphen, Mosler jne. väljatöötanud meetode. Tähendatud meetoditega joodarvu määramiseks ei ole praktilises mõttes suurt lahkuminekut märgata eelpooltähendatud meetodiga saadud joodarvu juures. Kuna ükski neist meetoditest ei anna absoluutset vaid ainult relatiivset tagajärge, siis viimasel ajal on joodarvu määramiseks eelistatud Winkleri meetodi, mis on odav, lihtne ning võrdlemisi kiire. Hübl'i joodarvu määramine oma keerulise ning väga pika ettevalmistamise pärast ei leia enam suuremat poolehoidu ega tarvitamist. Kui joodarvu määramiseks tarvitada Winkleri meetodi, kus teatavasti tarvitatakse mõõtlahuseks 0,1 n-kaaliumbromiidi, siis pääseme jälle ühe mõõtlahuse valmistamisest ja säilitamisest.

Eelpool kirjeldatud kaalutluste põhjal saaks kõiki kvantitatiivseid määramisi, mis on nõutavad Eesti farmakopöa preparaate juures, 21 mõõtlahuse asemel 12 mõõtlahusega teha, mis tunduvat vähendaks apteegi analüüsi kulusid. Üheksa mõõtlahuse seisupudeli kohta võime aga ratsionaalsemalt mõneks muuks otstarbeks tarvitada, kuna apteegis valitseb alati ruumipuudus.

Meie farmakopöa nõuab kahe büreti tarvitamist. Üks on 50 ccm ja teine „mikrobürett“. Ph. E. I on eksinud „mikrobüreti“ nimetuse juures, kuna tõelise mikrobüreti all mõistetakse tavaliselt neid 0,01—0,02 ccm jaotusega bürette, mille maht on 1—3 ccm. — erijuhtumitei kuni 5 ccm mahuga. Üle 5, kuni 10—12 ccm mahutusega, kannavad need peenbüreti nimetust, mis vastab Ph. E. I „mikrobüreti“ kohta ülesseatud nõuetele. Üle kümne kuni kolmekümne ccm mahutusega büretid oleksid harilikud büretid, kuna 50—100 ccm büretid makrobüreti nimetust kannavad.

Nii mitmedki, tellides farmakopöa järele „mikrobüreti“, on saanud tõelise mikrobüreti, mida enamik juhtudel Ph. E. I määramistel ei saagi tarvitada, sest

büreti viiekordsel täitmisel (juhtudel, kui mõõtlahust kulub rohkem kui 20 ccm) on tervelt 10 büreti lugemist, kus büreti järeljooksu ja paralaktilise vea võimalused nii suured on, et saadud tagajärgi ei saa õigeks pidada. Kui arvestada ka sellega, et büretid on kaliibrimatud, siis nii saadud tagajärjega pole midagi peale hakata.

Kuigi meie farmakopöa bürettide, pipettide ja mõõtkolbide kaliibrimist ei nõua, peab seda endastmõistetavalt tegema, kuna tähendatud riistad tulevad väga ebatäpsetena turule. Nii näiteks keskmised büretid 20—30 ccm mahu juures on harilikult kuni  $\pm 0,20$  ccm ebatäpsed. Ühe büreti kaliibrimisel leidsin isegi 0,32 ccm lahkuminekut 20 ccm juures. Loomulik, et sarnaste riistadega töötades võime mõne halva preparaadi vastu võtta, kuid ka vastupidiselt — võib väga kergesti juhtuda, et hea preparaadi tagasi saadame.

---





