

Szegedi Tudományegyetem

## Gyógyszerészi kémia gyakorlatok

### **Szerkesztette:**

Dr. Lázár László

Prof. Dr. Fülöp Ferenc

### **Szerzők:**

Dr. Lázár László

Dr. Miklós Ferenc

Dr. Palkó Márta

Dr. Szakonyi Zsolt

Dr. Zalán Zita

### **Lektorálta:**

Prof. Dr. Perjési Pál

Szeged, 2015.

A tananyag az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával készült, a TÁMOP-4.1.1.C-13/1/KONV-2014-0001 azonosítószámú, „Az élettudományi-klinikai felsőoktatás gyakorlatorientált és hallgatóbarát korszerűsítése a vidéki képzőhelyek nemzetközi versenyképességének erősítésére.” című projekt keretében.

A tananyag semmilyen formában nem árusítható!



# TARTALOM

<b>1. Alapelvek</b> .....	<b>1</b>
1.1. Általános tudnivalók.....	1
1.2. Az általános fejezetekre és a cikkelyekre vonatkozó egyéb rendelkezések.....	1
1.4. Cikkelyek.....	3
1.5. Általános rövidítések és jelek.....	5
<b>2. Analitikai módszerek</b> .....	<b>6</b>
2.1. Eszközök.....	6
2.2. Fizikai és fizikai-kémiai vizsgálatok.....	6
2.3. Azonossági vizsgálatok.....	15
2.4. Határérték-vizsgálatok.....	30
2.5. Tartalmi meghatározások.....	35
2.9. Gyógyszertechnológiai vizsgálati módszerek.....	36
<b>4. Reagensek</b> .....	<b>36</b>
4.1. Reagesek, mértékoldatok, tompítóoldatok.....	36
4.2. Térfogatos meghatározások.....	37
<b>5. Általános előírások</b> .....	<b>39</b>
5.9. Polimorfia.....	39
5.12. Referenciastandardok.....	39
<b>Acidum aceticum glaciale</b> .....	<b>40</b>
<b>Acidum acetylsalicylicum</b> .....	<b>41</b>
<b>Acidum ascorbicum</b> .....	<b>43</b>
<b>Acidum asparticum</b> .....	<b>45</b>
<b>Acidum benzoicum</b> .....	<b>47</b>
<b>Acidum boricum</b> .....	<b>48</b>
<b>Acidum citricum monohydricum</b> .....	<b>50</b>
<b>Acidum lacticum</b> .....	<b>52</b>
<b>Acidum nicotinicum</b> .....	<b>54</b>
<b>Acidum salicylicum</b> .....	<b>56</b>
<b>Acidum sorbicum</b> .....	<b>57</b>
<b>Acidum tartaricum</b> .....	<b>58</b>
<b>Aether</b> .....	<b>59</b>
<b>Alcohol isopropylicus</b> .....	<b>60</b>
<b>Alumen</b> .....	<b>61</b>
<b>Aluminii sulfas</b> .....	<b>62</b>
<b>Ammonii bromidum</b> .....	<b>63</b>
<b>Ammonii chloridum</b> .....	<b>65</b>

Apomorphini hydrochloridum hemihydricum .....	66
Aqua purificata .....	68
Argenti nitras .....	70
Arsenii trioxidum ad praeparationes homoeopathicas .....	71
Atropini sulfas .....	72
Barbitalum .....	74
Barii sulfas .....	75
Benzocainum .....	76
Bismuthi subgallas .....	77
Bismuthi subnitras ponderosus .....	78
Bismuthi subsalicylas .....	79
Borax .....	80
Calcii carbonas .....	82
Calcii gluconas .....	83
Calcii hydrogenophosphas dihydricus .....	85
Calcii sulfas dihydricus .....	87
Carbo activatus .....	88
Chinidini sulfas .....	90
Chinini sulfas .....	92
Chlorali hydras .....	94
Chloramphenicolum .....	96
Cholesterolum .....	98
Cocaini hydrochloridum .....	99
Codeini hydrochloridum dihydricus .....	101
Coffeinum .....	103
Cupri sulfas pentahydricus .....	105
Dinatrii edetas .....	106
Dinatrii phosphas dodecahydricus .....	108
Ephedrini hydrochloridum .....	109
Ethanolum (96 per centum) .....	110
Ethylmorphini hydrochloridum .....	112
Ferri chloridum hexahydricum .....	113
Ferrosi sulfas heptahydricus .....	115
Ferrum ad praeparationes homoeopathicas .....	115
Formaldehydi solutio (35 per centum) .....	117
Fructosum .....	119

Glucosum anhydricum.....	122
Glycerolum (85 per centum).....	124
Homatropini hydrobromidum.....	126
Hydrargyri dichloridum.....	127
Hydrogenii peroxidum 3 per centum.....	128
Indometacinum .....	129
Iodum .....	131
Isoprenalini hydrochloridum.....	132
Kalii bromidum .....	133
Kalii carbonas .....	134
Kalii chloridum.....	136
Kalii hydrogenocarbonas .....	137
Kalii iodidum .....	138
Kalii nitras .....	140
Kalii perchloras.....	141
Kalii permanganas.....	143
Kalii sulfas.....	144
Lactosum monohydricum.....	145
Lidocainum .....	147
Lithii carbonas .....	148
Magnesii oxidum leve .....	150
Magnesii subcarbonas levis.....	151
Magnesii sulfas heptahydricus .....	152
Magnesii trisilicas.....	153
Mangani sulfas monohydricus.....	154
Mannitolum .....	155
Metamizolum natricum.....	156
Methenaminum .....	158
Methylis parahydroxybenzoas .....	160
Methylthionini chloridum.....	162
Metronidazolom .....	164
Morphini hydrochloridum .....	165
Natrii acetat trihydricus.....	166
Natrii benzoas .....	167
Natrii bromidum.....	169
Natrii carbonas decahydricus .....	170

Natrii chloridum .....	171
Natrii citras .....	173
Natrii dihydrogenophosphas dihydricus .....	175
Natrii fluoridum .....	176
Natrii hydrogenocarbonas .....	177
Natrii iodidum .....	178
Natrii metabisulfis .....	180
Natrii nitris .....	181
Natrii sulfas decahydricus .....	183
Natrii sulfis anhydricus .....	184
Natrii thiosulfas .....	185
Nicotinamidum .....	187
Oxytetracyclini hydrochloridum .....	189
Papaverini hydrochloridum .....	190
Paracetamolum .....	191
Phenazonum .....	192
Phenobarbitalum .....	194
Phenobarbitalum natricum .....	196
Phenolphthaleinum .....	197
Phenolum .....	198
Physostigmini salicylas, Eserini salicylas .....	199
Pilocarpini hydrochloridum .....	201
Prednisolonum .....	202
Procaini hydrochloridum .....	203
Promethazini hydrochloridum .....	205
Resorcinolum .....	206
Riboflavinum .....	209
Saccharinum natricum .....	210
Saccharum .....	212
Silica colloidalis hydrica .....	213
Sorbitolum .....	214
Sulfadimidinum .....	216
Sulfur ad usum externum .....	217
Tetracaini hydrochloridum .....	218
Theobrominum .....	220
Theophyllinum .....	222

<b>Thiamini hydrochloridum .....</b>	<b>224</b>
<b>Thymolum.....</b>	<b>226</b>
<b>Titanii dioxidum .....</b>	<b>227</b>
<b>Tosylchloramidum natricum .....</b>	<b>228</b>
<b>Trometamolom.....</b>	<b>229</b>
<b>Ureum .....</b>	<b>231</b>
<b>Vanillinum.....</b>	<b>232</b>
<b>Zinci oxidum .....</b>	<b>233</b>
<b>Zinci sulfas heptahydricus .....</b>	<b>235</b>
<b>Kérdések.....</b>	<b>236</b>
<b>Tesztkérdések.....</b>	<b>239</b>
Egyszerű feleletválasztás .....	239
Többszörös feleletválasztás .....	247
Megoldások.....	252
<b>Felhasznált irodalom.....</b>	<b>253</b>





A *VIII. Magyar Gyógyszerkönyv* folyamatosan bővülő és változó előiratgyűjteménye indokoltta tette a legutóbb 2008-ban megjelent *Gyógyszerészi kémia gyakorlatok* című jegyzetünk átdolgozását.

Jegyzetünk a gyógyszerészképzés Gyógyszerészi kémia gyakorlatok című kötelező tárgyához kapcsolódik, melynek tematikája a gyógyszeranyagok kémiai minőségellenőrzésének hagyományos módszereit öleli fel. A jegyzet két, megjelenésében is jól megkülönböztethető részre tagolódik: a *VIII. Magyar Gyógyszerkönyv*ben hivatalos gyógyszervegyületek cikkelyeiből kiválasztott kémiai vonatkozású részek mellett – a gyógyszerkönyvi szövegtől történő elkülönítés végett – színes szövegdobozokban találjuk az ezekhez fűzött magyarázatokat, kommentárokat.

A jegyzet fejezeteit a Gyógyszerkönyvnek megfelelően számoztuk, a nem folyamatos fejezetszámozás egyes, a gyógyszeranalitikához nem kapcsolódó gyógyszerkönyvi részek kimaradásának következménye. Néhány esetben a vegyületek szerkezetét a gyógyszerkönyvi ábrázoláson kívül egyéb, a kémiai szakirodalomban szokásos módon is feltüntettük.

Az előiratok szövege a Gyógyszerkönyv 2015. augusztusi állapotának megfelelő, a kiegészítéseket és módosításokat az Országos Gyógyszerészeti és Élelmezés-egészségügyi Intézet VIII. Magyar Gyógyszerkönyv előírásainak változásairól kiadott OGYI-Ph. Hg. VIII. 8/2015. számú közleményével bezárólag vettük figyelembe.

Átdolgozott jegyzetünk a korábbi kiadásokhoz képest a hallgatói ismeretellenőrzést is lehetővé tevő kérdéssorral, illetve egyszerű és többszörös feleletválasztásos tesztkérdésekkel egészült ki.

A szerzők köszönetüket fejezik ki Dr. Perjési Pál tanszékvezető egyetemi tanárnak gondos lektori munkájáért, a reakciók magyarázataihoz fűzött értékes kiegészítése miatt.

2015. augusztus



## 1. ALAPELVEK

### 1.1. Általános tudnivalók

Az Európai Gyógyszerkönyv hivatalos szövege angolul és franciául jelenik meg, de az Európai Gyógyszerkönyvi Egyezményt aláíró országok más nyelvre is lefordíthatják. Kétséges vagy vitás esetekben kizárólag az angol és a francia változat a mérvadó.

A gyógyszerkészítményeknek teljes felhasználhatósági időtartamuk alatt, azaz lejárat idejük végéig, meg kell felelniük a cikkely követelményeinek; az illetékes hatóság a kinyitott vagy felbontott gyógyszerkészítményekre vonatkozó, külön lejárat időt és/vagy specifikációt is megállapíthat. A felhasználhatósági időtartamot, valamint azt az időpontot, amelytől ezt az időtartamot számítani kell, az illetékes hatóság határozza meg, ill. hagyja jóvá a stabilitási vizsgálatok kísérleti eredményeinek ismeretében.

Ha az Alapelvekben vagy a cikkelyekben nincs más utalás, a cikkelyekben közöltek kötelező erejű követelményeket képeznek. Az általános fejezetek akkor válnak kötelezővé, amikor egy cikkely hivatkozik rájuk, kivéve, ha a hivatkozás utal arra, hogy a szöveg idézésének célja nem annak kötelező erejűvé tétele, hanem csak tájékoztatás.

A cikkelyekben leírt hatóanyagok, segédanyagok, gyógyszerkészítmények és egyéb termékek mind ember-, mind állatgyógyászati célra használhatók (kivéve, ha használatukat kifejezetten az egyik területre korlátozzák). A cikkelyek által megjelenített minőségi standardok csak abban az esetben érvényesek, ha a kérdéses cikkelyek tárgyát képező termékeket megfelelő minőségügyi rendszer keretében állítják elő. A minőségügyi rendszernek biztosítania kell a termék következetes gyógyszerkönyvi megfelelését.

A Gyógyszerkönyvben előírt tartalmi meghatározások és egyéb vizsgálatok képezik azokat a hivatalos módszereket, amelyekben a Gyógyszerkönyv követelményei alapulnak. Az illetékes hatóság jóváhagyásával más vizsgálati módszerek is alkalmazhatók az ellenőrzésben, feltéve, ha ezen módszerek alapján egyértelműen eldönthető, hogy a hivatalos módszerek alkalmazása esetén teljesülnének-e a cikkely követelményei. Kétes vagy vitás esetben kizárólag a Gyógyszerkönyv vizsgálati módszerei mérvadók.

Egy termék akkor tekinthető gyógyszerkönyvi minőségűnek, ha a cikkelyben előírt valamennyi követelménynek megfelel. Ez nem jelenti azt, hogy egy cikkely összes vizsgálatának elvégzése szükségszerű előfeltétele annak, hogy a gyártó a termék felszabadítása előtt megállapítsa a Gyógyszerkönyvnek való megfelelést.

Egyes a Gyógyszerkönyvben hivatalos anyagok különböző minőségfokozatban fordulhatnak elő. Ha a cikkely nem rendelkezik másként, a benne foglalt követelmények az anyag összes minőségi fokozatára vonatkoznak. Tájékoztatás céljából néhány cikkelyhez, különösen segédanyagokéhoz, az anyag alkalmazása szempontjából lényeges jellemzőket tartalmazó lista csatlakozik.

### 1.2. Az általános fejezetekre és a cikkelyekre vonatkozó egyéb rendelkezések

**Mennyiségek.** A számszerű határértékekhez kötött vizsgálatokhoz és a tartalmi meghatározásokhoz előírt anyag mennyisége közelítő értéknek tekintendő. A ténylegesen felhasznált anyagot, amelynek mennyisége legfeljebb 10 százalékkal térhet el a megadottól, pontosan kell tömeg vagy térfogat szerint bemérni, és az eredményt erre a pontos bemérésre kell kiszámolni. Olyan vizsgálatok esetén, amelyekben nincs előírt számszerű határérték, hanem csak az azonos körülmények között vizsgált összehasonlító anyag viselkedéséhez viszonyítunk, a megadott anyagmennyiséget kell bemérni. A reagenseket az előírt mennyiségben kell alkalmazni.

Az anyagmennyiségeket a jelzett pontosságnak megfelelően kell bemérni. Tömegméréskor a pontosság  $\pm 5$  egység az utolsó megadott számjegy után (pl. 0,25 g-ot 0,245 és 0,255 g közé esőnek kell tekinteni). Térfogatméréskor, ha a tizedesvessző utáni számjegy nulla vagy a szám tizedesvessző utáni

része nullára végződik (pl. 10,0 vagy 0,50 ml), a térfogatot célszerűen kétjelű hasas pipettával, mérő-lombikkal vagy bürettával kell mérni; egyébként mérőhengert vagy osztott pipettát használhatunk. A mikroliterben megadott térfogatokat mikropipettával vagy mikrofecskendővel mérjük be.

Előfordul, hogy egyes esetekben az előírtban megadott mennyiségek pontossága nem felel meg a követelményben megadott értékes számjegyek számának. Ilyen esetben mind a tömeg-, mind a térfogatmérést kielégítően megnövelt pontossággal kell végezni.

**Készülékek és eljárások.** A térfogatmérő üvegeszközöknek a vonatkozó Nemzetközi Szabvány „A” osztályú követelményeinek kell megfelelniük, ez utóbbiakat a Nemzetközi Szabványügyi Szervezet (International Organization for Standardization, ISO) állapítja meg.

Ha más előírás nincs, az analitikai vizsgálatokat 15–25 °C hőmérsékleten kell elvégezni.

Az összehasonlító vizsgálatokhoz – hacsak más előírás nincs – színtelen, átlátszó és semleges üvegből készült, lapos fenekű, egyforma kémcsöveket használunk; az előírt folyadéktérfogatokat 16 mm belső átmérőjű kémcsövekre adják meg. Nagyobb belső átmérőjű kémcsövek is használhatók, ekkor azonban a folyadéktérfogatot arányosan meg kell növelni (2.1.5). Az összehasonlítandó folyadékok azonos térfogatait fehér vagy szükség esetén fekete alap felett, felülnézetben vizsgáljuk. A vizsgálatot szórt fényben végezzük.

Ha egy vizsgálat vagy tartalmi meghatározás során indikátort kell alkalmaznunk, az oldószert az előírt indikátorra nézve előzetesen semlegesítenünk kell, hacsak üres kísérletet nem írtak elő.

**Vízfürdő.** A „vízfürdő” kifejezés, hacsak más hőfokú víz nincs előírva, forrásban lévő vizet jelent. A melegítésnek más módja is lehetséges, feltéve, hogy a hőmérséklet megközelíti, de nem haladja meg a 100 °C-ot vagy az előírt hőmérsékletet.

**Reagensek.** A Gyógyszerkönyvben leírt analitikai eljárások megfelelő elvégzése és az eredmények megbízhatósága részben a felhasznált reagensek minőségétől függ. A reagenseket a 4. általános fejezet írja le. Kizárólag analitikai tisztaságú reagensek használhatók; néhány reagens esetében a reagens alkalmasságának megállapítására vizsgálatokat írnak elő.

**Oldószerek.** Ahol az oldószer neve nem szerepel, ott az „oldat” kifejezés vizes oldatot jelent.

Ha a gyógyszerkönyvi analitikai eljárásokhoz vagy reagensek készítéséhez víz használatát írják elő, akkor azon a *Tisztított víz (0008)* cikkelynek megfelelő minőségű vizet kell érteni, figyelembe véve, hogy bizonyos esetekben a bakteriális endotoxinvizsgálat (*Letöltetlen tisztított víz*) és a mikrobiológiai szennyezésvizsgálat (*Letöltött tisztított víz*) követelményeinek való megfelelés nem lényeges. A „desztillált víz” kifejezés desztillálással tisztított vizet jelent.

A külön megjelölés nélküli „etanol” kifejezés vízmentes etanolt jelent. A külön megjelölés nélküli „alkohol” kifejezés 96 % V/V-os etanolt jelent. Az etanol egyéb hígításait az „etanol” vagy „alkohol” kifejezés előtt a megfelelő etanol (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O) térfogatszázalék adat jelöli.

**A koncentráció kifejezése.** A koncentráció megjelölésére utaló százalék kifejezés (illetve %-jel) az alábbi két lehetőség valamelyikét jelenti:

- %m/m (tömegszázalék) az anyag grammjainak száma 100 gramm végtermékben,
- %V/V (térfogatszázalék) az anyag ml-einek száma 100 ml végtermékben.

A „milliomodrész” („parts per million”, illetve „ppm”) kifejezés, ha más előírás nincs, tömeg/tömeg arányra utal.

**Hőmérséklet.** Ha valamely analitikai eljárás előíratában a hőmérséklet számérték nélkül szerepel, akkor az általános kifejezések a következőket jelentik:

Mélyhűtőben:	-15 °C alatt
Hűtőszekrényben:	2–8 °C
Hideg vagy hűvös helyen:	8–15 °C
Szobahőmérsékleten:	15–25 °C

## 1.4. Cikkelyek

### Cím

A cikkelyek főcíme az Európai Gyógyszerkönyvben a termék angol, ill. francia neve, ez alatt szerepel alcímként a latin név. (A VIII. Magyar Gyógyszerkönyvben a cikkelyek főcíme a latin, alcíme pedig a magyar név.)

### Relatív atomtömeg és relatív molekulatömeg

A relatív atomtömeg ( $A_r$ ) vagy a relatív molekulatömeg ( $M_r$ ) minden cikkely elején megtalálható, ahol az indokolt. A relatív atomtömeg és molekulatömeg, valamint az összegképlet és szerkezeti képlet nem jelent analitikai követelményt.

### Definíció

A „Definíció” címszó alatt a cikkely tárgyát képező gyógyszeranyag, gyógyszerkészítmény, ill. egyéb termék hivatalos meghatározása található.

**Tartalmi határértékek.** Ha a cikkely tartalmi határértékeket ír elő, akkor ezek a „Tartalmi meghatározás” cím alatt előírt módszerrel kapott értékre vonatkoznak.

### Sajátságok

A „Sajátságok” cím alatt leírtakat nem kell szigorúan értelmezni, és azok nem tekintendők vizsgálati követelményeknek.

**Oldékonyság.** Az „Sajátságok” címszó alatt az oldékonyság jellemzésére használt kifejezések 15–25 °C közötti hőmérsékletre vonatkoznak és jelentésük a következő:

<i>Kifejezések</i>	<i>1 g anyagra vonatkoztatott megközelítő oldószertérfogat milliliterben</i>
Nagyon bőségesen oldódik	< 1
Bőségesen oldódik	1–10
Oldódik	10–30
Mérsékelten oldódik	30–100
Kevéssé oldódik	100–1000
Alig oldódik	1000–10 000
Gyakorlatilag nem oldódik	> 10 000

A „részben oldódik” kifejezés rendszerint olyan keverék leírásában szerepel, amelynek csak egyes alkotórészei oldódnak. Az „elegyedik” kifejezés olyan folyadékokra vonatkozik, amely minden arányban elegyedik a megadott oldószerezellel.

### Azonosítás

**A vizsgálatok célja.** Az „Azonosítás” címszó alatt leírtakat nem a termék kémiai szerkezetének vagy összetételének maradéktalan igazolására szolgálnak, hanem arra, hogy elfogadható biztonsággal megerősítsék, hogy a termék megegyezik azzal, amit a címke feltüntet.

### Vizsgálatok és tartalmi meghatározások

**A vizsgálatok célja.** A követelmények nem terjednek ki valamennyi lehetséges szennyező figyelembevételére. Nem engedhető meg például olyan szennyező jelenléte, amely az előírt vizsgálati módszerekkel ugyan nem mutatható ki, de a józan felfogás és a jó gyógyszerészeti gyakorlat megköveteli kizárását. Lásd még a „Szennyezők” címszó alatt leírtakat.

**Számolás.** Ha valamilyen vizsgálat vagy tartalmi meghatározás eredményét szárított vagy vízmentes anyagra, ill. egyéb megadott alapra vonatkoztatva kell kiszámolni, akkor a szárítási veszteség, a víztartalom vagy egyéb jellemzők meghatározását a cikkelyben előírt megfelelő vizsgálati módszer szerint kell

elvégezni. A „szárított anyagra” vagy „vízmentes anyagra” kifejezéseket, az eredmény után, zárójelben kell feltüntetni.

**Határértékek.** Az előírt határértékek az általános analitikai gyakorlat során nyerhető adatokon alapulnak; figyelembe veszik a szokványos analitikai hibákat, a gyártási folyamat elfogadható ingadozásait, valamint a megengedhető mértékű bomlást. Az előírt határértékeken túli engedmények nem tehetők, ha azt kívánjuk megállapítani, hogy a vizsgált termék megfelel-e a kérdéses cikkely követelményeinek.

Annak megállapítására, hogy egy anyag megfelel-e valamilyen számszerű határértéknek, a vizsgálat vagy meghatározás kiszámolt eredményét mindenekelőtt a követelményben megadott számérték utolsó értékes számjegyéig kerekítjük, amennyiben más előírás nincs. Ha az első elhagyandó számjegy 5 vagy 5-nél nagyobb szám, az utolsó számjegyet eggyel megnöveljük, ha viszont az első elhagyandó szám 5-nél kisebb, az utolsó számjegyet változatlanul hagyjuk.

**A szennyezők megengedett határértékének jelölése.** Az összehasonlításon alapuló vizsgálatoknál a megengedett szennyező, illetve a szennyezők összegének megadott megközelítő mennyisége, melyet zárójelben jelölnek, csak tájékoztató jellegű. Az elfogadás, illetve elutasítás alapja az előírt vizsgálat követelményeinek való megfelelés vagy meg nem felelés. Ha valamilyen megnevezett szennyező kimutatásához nincs előírva a szennyező referenciaanyagának használata, a szennyező mennyisége – ha nincs más előírás – a cikkelyben megadott összehasonlító oldat készítéséhez használt anyag névleges koncentrációjában fejezhető ki.

**Egyenértéktömeg.** Ahol az egyenértéktömeg meg van adva, ott gyógyszerkönyvi célokra csakis ezt szabad alkalmazni az eredmények kiszámolásához.

A titrimetriás tartalmi meghatározások cikkelyeiben megadott egyenértéktömeg a meghatározandó anyag azon mennyisége (mg-ban kifejezve), mely az adott titrálásban használt mérőoldat 1 ml-ével reagál el.

A gyógyszerkönyvi egyenértéktömeg, melyet a tartalmi meghatározásokhoz fűzött magyarázatokban és számításokban E (mg/ml) rövidítéssel jelöltünk, figyelembe veszi a lezajló reakció sztöchiometriáját, illetve a titráló oldat koncentrációját, így ezekre az eredmény kiszámításakor nincs szükség.

## Eltartás

Az „Eltartás” címszó alatt található információk és ajánlások nem jelentenek gyógyszerkönyvi követelményeket; az illetékes hatóság azonban előírhat különleges eltartási körülményeket, amelyek azután kötelező erejűek.

A Gyógyszerkönyvben hivatalos termékeket úgy kell tartani, hogy szennyeződésüket és bomlásukat – amennyire csak lehetséges – megakadályozzuk. Ha különleges eltartási körülmények javasoltak – beleértve a tartályok típusát és a hőmérsékleti határokat is – ezeket az egyes cikkelyek tüntetik fel.

A cikkelyek „Eltartás” részében használt alábbi kifejezések értelmezése a következő.

*A légmentesen záró tartályban* kifejezés azt jelenti, hogy a kérdéses terméket légmentesen záró tartályban kell tartani. Ha a tartályt magas páratartalmú légtérben nyitjuk ki, akkor megfelelő elővigyázatossági intézkedések szükségesek. Szükség esetén az alacsony nedvességtartalom a tartályba helyezett szárítóanyaggal biztosítható. A szárítóanyag nem érintkezhet közvetlenül a tárolt anyaggal.

*A fénytől védve* kifejezés azt jelenti, hogy a kérdéses terméket olyan tartályban kell eltartani, amelynek anyaga megfelelő mértékben elnyeli a bomlást előidéző fénysugarakat, vagy olyan tartályban, amely fényvédő burkolattal van ellátva. Megoldás lehet az is, hogy olyan helyen tartjuk a terméket, ahol minden károsító fényhatás kizárható.

## Figyelmeztetések

A cikkelyekben leírt anyagok és a gyógyszerkönyvi használatra előírt reagensek károsak lehetnek az egészségre, ha a szükséges óvintézkedéseket nem tartjuk be. A Helyes Minőségellenőrzési Laboratóriumi Gyakorlat (GCLP) irányelveit és a megfelelő rendelkezéseket mindig szem előtt kell tartani. Egyes cikkelyek szövegében külön figyelmeztetés utal bizonyos speciális veszélyekre, a külön figyelmeztetés hiánya azonban nem jelenti azt, hogy kockázat nem áll fenn.

### 1.5. Általános rövidítések és jelek

$A_r$	Relatív atomtömeg
$[\alpha]_D^{20}$	Fajlagos optikai forgatóképesség
fp	Forráspont
$d_{20}^{20}$	Relatív sűrűség
NE	Nemzetközi Egység (IU)
$\lambda$	Hullámhossz
M	Molaritás
$M_r$	Relatív molekulatömeg
op	Olvadáspont
$n_D^{20}$	Törésmutató
ppm	Milliomodrész
R	A 4. <i>Reagensek</i> fejezetben definiált anyag vagy oldat jelölése
RV	A térfogatos meghatározásban használatos titeralapanyag jelölése

## 2. ANALITIKAI MÓDSZEREK

### 2.1. Eszközök

#### 2.1.1. Cseppentők

A „csepp” fogalmán a normálcseppet értjük, amelyet a következőkben leírt normálcseppentővel mérünk.

A normálcseppentő (2.1.1.-1. ábra) szintelen üvegből készül. Alsó végén kör alakú nyílás van, melynek síkja merőleges a cseppentő tengelyére.

Más cseppentők is használhatók, ha megfelelnek a következő vizsgálatnak.

Húsz csepp  $20 \pm 1$  °C hőmérsékletű, a függőleges helyzetű cseppentőből 1 csepp/másodperc sebességgel szabadon cseppentett *R* víz tömege  $1000 \pm 50$  mg.

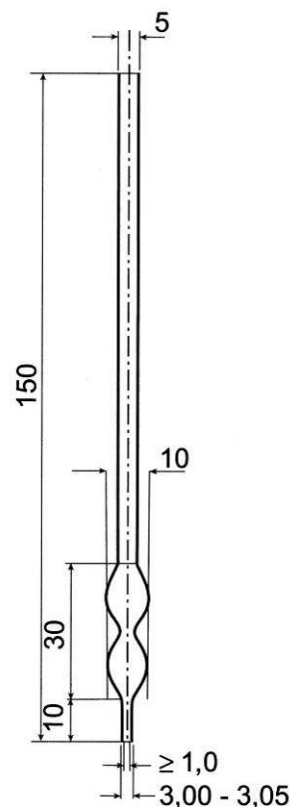
Mérés előtt a cseppentőt gondosan megtisztítjuk. A cseppentővel három mérést végzünk. Az egyes eredmények eltérése a három mérés átlagától legfeljebb 5% lehet.

#### 2.1.5. Összehasonlító vizsgálatokhoz használt kémcsövek

Az összehasonlító vizsgálatokhoz szintelen üvegből készült, azonos belső átmérőjű, átlátszó, lapos aljú, egyforma kémcsöveket használunk.

A folyadékoszlopot felülnézetben, fehér vagy szükség esetén fekete alapon, szórt fényben vizsgáljuk.

Az előírások általában 16 mm belső átmérőjű kémcsövek használatát feltételezik. Nagyobb belső átmérőjű kémcsövek is alkalmazhatók, de ekkor a vizsgálandó folyadék térfogatát úgy kell növelni, hogy a folyadékoszlop magassága a kémcsőben ne legyen kisebb, mint amekkorát az előírt térfogattal 16 mm belső átmérőjű kémcsövekben kapnánk.



2.1.1.-1. ábra – Normálcseppentő  
(mérétek milliméterben)

## 2.2. Fizikai és fizikai-kémiai vizsgálatok

### 2.2.1. Folyadékok tisztasága és opálosságának mértéke

#### Vizuális módszer

A vizsgálandó folyadékot a következőkben leírtak szerint, frissen készített összehasonlító szuszpenziók egyikével hasonlítjuk össze. A vizsgálatához szintelen, átlátszó, semleges üvegből készült, lapos aljú, 15–25 mm belső átmérőjű, egyforma kémcsöveket használunk. Az oldatot szórt nappali fényben, az összehasonlító szuszpenzió elkészítése után 5 perccel, 40 mm-es rétegvastagságban, fekete alapon, felülnézetben vizsgáljuk. A szórt fény olyan legyen, hogy az I. összehasonlító szuszpenziót jól meg lehessen különböztetni az *R* víztől, a II. összehasonlító szuszpenziót pedig az I. összehasonlító szuszpenziótól.

*Tiszta* az a folyadék, amelynek tisztasága – a fent leírt körülmények között vizsgálva – megegyezik az *R* vízzel vagy az adott oldószerével, illetve opálossága nem haladja meg az I. összehasonlító szuszpenzióét.

**Hidrazin-szulfát–oldat.** 1,0 g *R* hidrazin-szulfátot *R* vízzel 100,0 ml-re oldunk. Az oldatot 4–6 órán át állni hagyjuk.

**Meténamin–oldat.** 100 ml-es üvegdugós lombikban 2,5 g *R* meténamint 25,0 ml *R* vízben oldunk.



**Opálössági törzsszuszpenzió (formazin szuszpenzió).** A lombikban lévő meténamin–oldathoz 25,0 ml hidrazin-szulfát–oldatot elegyítünk, és az elegyet 24 órán át állni hagyjuk. Az így készített szuszpenzió – hibátlan felületű üvegedényben tárolva – két hónapig stabil marad. A szuszpenzió nem tapadhat az edény falához; felhasználás előtt alaposan felrázzuk.

**Opálössági alapoldat.** Az opálössági törzsszuszpenzió 15,0 ml-es részletét *R* vízzel 1000,0 ml-re hígítjuk. Az opálössági alapoldatot frissen készítjük, és legfeljebb 24 óráig tároljuk.

**Összehasonlító szuszpenziók.** Az összehasonlító szuszpenziókat a 2.2.1.-1. táblázat alapján készítjük, és használat előtt felrázzuk.

2.2.1.-1. táblázat

	I	II	III	IV
Opálössági alapoldat	5,0 ml	10,0 ml	30,0 ml	50,0 ml
<i>R</i> víz	95,0 ml	90,0 ml	70,0 ml	50,0 ml

**Zavarossági alapoldat.** A formazin szuszpenziót – amelyet egyenlő térfogatarányú hidrazin-szulfát–oldat és meténamin–oldat elegyítésével készítünk – 4000 NTU értékű összehasonlító szuszpenzióként definiáljuk (NTU: nefelometriás zavarossági egység). Az I., II., III. és IV. összehasonlító szuszpenziók így számszerűsített értékei rendre: 3 NTU, 6 NTU, 18 NTU és 30 NTU. Stabil, hígított zavarossági alapoldatok készítésére használható stabilizált formazin szuszpenziók a kereskedelemből is beszerezhetők, és a leírás szerint készített alapoldatokkal való összehasonlítás után használhatók.

Néhány kívánatos, jellemző tulajdonsága következtében a formazin kitűnő zavarossági standard. Meghatározott kiindulási anyagokból reprodukálhatóan készíthető. Fizikai jellemzői következtében kiváló fényszóródási kalibrációs standard. A formazin polimert különböző hosszúságú láncok alkotják, amelyek véletlenszerű alakzatokba kapcsolódnak. Ez a részecskealakzatok és -méretek széles választékát eredményezi, amely analitikailag jól modellezi a reális minták különböző részecskealakjait és -méreteit.

### 2.2.2. Folyadékok színeződésének mértéke

A folyadékok színeződésének mértékét barna-sárga-piros színtartományban – a megfelelő cikkelyben előírtak szerint – a következő két módszer egyikével vizsgáljuk.

*Színtelen* az a folyadék, illetve oldat, amely színét tekintve az *R* víztől vagy az adott oldószertől nem különböztethető meg, illetve színeződése nem erősebb, mint a B<sub>9</sub> szín-mértékoldaté.

#### I. módszer

A vizsgálandó folyadék 2,0 ml-es részletét *R* víz vagy az adott oldószertől vagy a cikkelyben előírt szín-mértékoldattal 2,0 ml-ével hasonlítjuk össze (lásd szín-mértékoldat táblázatok). A vizsgálathoz színtelen, átlátszó, semleges üvegből készült, 12 mm külső átmérőjű, egyforma kémcsöveket használunk. Az összehasonlítást szórt nappali fényben, fehér hátteret alkalmazva, előlnézetben végezzük.

#### II. módszer

A vizsgálandó folyadékot *R* vízzel vagy az adott oldószertől vagy a megfelelő cikkelyben előírt szín-mértékoldattal hasonlítjuk össze (lásd szín-mértékoldat táblázatok). A vizsgálathoz színtelen, átlátszó, semleges üvegből készült, lapos aljú, 15–25 mm belső átmérőjű, egyforma kémcsöveket használunk. Az összehasonlítást szórt nappali fényben, 40 mm-es rétegvastagságban, fehér alapon, felülnézetben végezzük.

### Reagensek

#### Törzsoldatok

*Sárga törzsoldat.* 46 g *R* vas(III)-kloridot 25 ml *R* tömény sósav és 975 ml *R* víz elegyével 1000,0 ml-re oldunk. Az oldatot megtitraljuk, majd a sósav-víz-eleggyel úgy hígítjuk, hogy milliliterenként 45,0 mg FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O-t tartalmazzon. Az oldatot fénytől védve tároljuk.

Titrlás. 250 ml-es üveg dugós Erlenmeyer-lombikba bemérünk 10,0 ml törzsoldatot, 15 ml *R* vizet, 5 ml *R* tömény sósavat és 4 g *R* kálium-jodidot. A lezárt lombikot sötét helyre tesszük. 15 perc várakozás után az oldatot 100 ml *R* vízzel hígítjuk, és a keletkezett jódot 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. Indikátorként 0,5 ml *R* keményítő-oldatot használunk, amelyet a végpont közelében adunk az oldathoz.

1 ml 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal 27,03 mg  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  egyenértékű.

A vas(III)-klorid törzsoldat koncentrációját jodometriás módszerrel határozzuk meg, mely a jodid vas(III)-ionokkal történő oxidációján alapul. A képződő jódot tioszulfáttal titráljuk (egyenletek: lásd *Ferri chloridum* cikkely „Tartalmi meghatározás” magyarázata).

$$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O-tartalom (mg/ml)} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{V_P \text{ (ml)}}$$

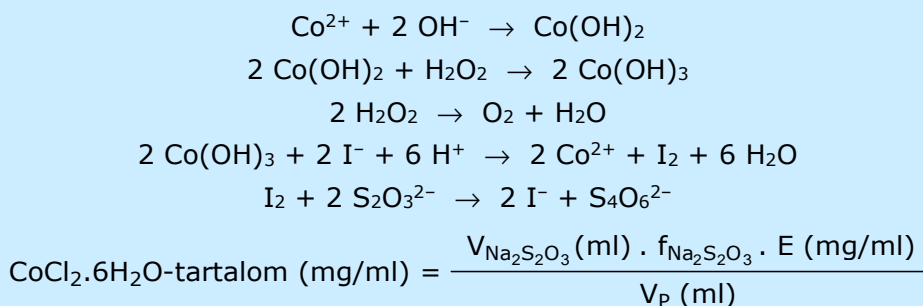
ahol  $V_P$  a kipipettázott törzsoldat-részlet térfogata.

Piros törzsoldat. 60 g *R* kobalt(II)-kloridot 25 ml *R* tömény sósav és 975 ml *R* víz elegyével 1000,0 ml-re oldunk. Az oldatot megtitráljuk, majd a sósav-víz-eleggyel úgy hígítjuk, hogy milliliterenként 59,5 mg  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -t tartalmazzon. Az oldatot fénytől védve tároljuk.

Titrlás. 250 ml-es üveg dugós Erlenmeyer-lombikba bemérünk 5,0 ml törzsoldatot, 5 ml hígított *R* hidrogén-peroxid-oldatot és *R* nátrium-hidroxid 300 g/l töménységű oldatából 10 ml-t. Az oldatot 10 percig óvatosan forraljuk. Lehűlés után 60 ml *R* hígított kénsavat és 2 g *R* kálium-jodidot adunk hozzá. A kivált csapadékot a lezárt lombik óvatos rázogatóásával oldjuk. A keletkezett jódot 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal megtitráljuk. Indikátorként 0,5 ml *R* keményítő-oldatot használunk, amelyet a végpont közelében adunk az oldathoz. A végpontban az oldat rózsaszínű lesz.

1 ml 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal 23,79 mg  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  egyenértékű.

A kobalt(II)-klorid törzsoldat koncentrációját jodometriás módszerrel határozzuk meg. A lúgos közegben leváló rózsaszínű kobalt(II)-hidroxid csapadékot hidrogén-peroxiddal sötétbarna kobalt(III)-hidroxiddá oxidálunk, majd a hidrogén-peroxid feleslegét forralással elbontjuk. A kobalt(III)-hidroxid a jodidot jóddá oxidálja, melyet tioszulfáttal mérünk.



ahol  $V_P$  a kipipettázott törzsoldat-részlet térfogata.

Kék törzsoldat. 63 g *R* réz(II)-szulfátot 25 ml *R* tömény sósav és 975 ml *R* víz elegyével 1000,0 ml-re oldunk. Az oldatot megtitráljuk, majd a sósav-víz-eleggyel úgy hígítjuk, hogy milliliterenként 62,4 mg  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -t tartalmazzon. Az oldatot fénytől védve tároljuk.

Titrlás. 250 ml-es üveg dugós Erlenmeyer-lombikba bemérünk 10,0 ml törzsoldatot, 15 ml *R* vizet, 12 ml *R* hígított ecetsavat és 3 g *R* kálium-jodidot. A keletkezett jódot 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal megtitráljuk. Indikátorként 0,5 ml *R* keményítő-oldatot használunk, amelyet a végpont közelében adunk az oldathoz. A végpontban az oldat halványbarna színű lesz.

1 ml 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal 24,97 mg  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  egyenértékű.

A kék törzsoldat koncentrációját jodometriás módszerrel határozzuk meg, mely a jodid réz(II)-ionokkal történő oxidációján alapul. A képződő jódot tioszulfáttal titráljuk (egyenletek: lásd *Cupri sulfas* cikkely „Tartalmi meghatározás” magyarázata).

$$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O-tartalom (mg/ml)} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{V_P \text{ (ml)}}$$

ahol  $V_P$  a kipipettázott törzsoldat-részlet térfogata.

### Alapoldatok

Az öt alapoldatot a három törzsoldatból készítjük a következő (2.2.2.-1.) táblázat alapján.

2.2.2.-1. táblázat

Alapoldat	Térfogat ml-ben			Sósav (1 g/100 ml HCl)
	Sárga	Piros	Kék	
B (barna)	3,0	3,0	2,4	1,6
BS (barnás-sárga)	2,4	1,0	0,4	6,2
S (sárga)	2,4	0,6	0,0	7,0
ZS (zöldes-sárga)	9,6	0,2	0,2	0,0
P (piros)	1,0	2,0	0,0	7,0

A szín-mértékoldatok színes szervesetlen vegyületek különböző koncentrációjú vizes oldatai. A mértékoldatok típusát a szín kezdőbetűjével (B, BS, S, ZS, P), a szín erősségét a betűjel jobb alsó indexébe tett számokkal jelöljük (pl. BS<sub>2</sub>, P<sub>3</sub>). Az 1-7 vagy 1-9 jelzésű szín-mértékoldatok az szín-alapoldatok 1 %m/V sósav-oldattal történő hígításával készülnek. Legerősebb színű az 1, leggyengébb a 7, ill. 9 jelzésű oldat.

### Szín-mértékoldatok az I. és II. módszerhez

A szín-mértékoldatokat az öt alapoldatból készítjük a következő (2.2.2.-2.–2.2.2.-6.) táblázatok alapján.

2.2.2.-2. táblázat – Barna (B) szín-mértékoldatok

Szín- mértékoldat	Térfogat ml-ben	
	B-alapoldat	Sósav (1 g/100 ml HCl)
B <sub>1</sub>	75,0	25,0
B <sub>2</sub>	50,0	50,0
B <sub>3</sub>	37,5	62,5
B <sub>4</sub>	25,0	75,0
B <sub>5</sub>	12,5	87,5
B <sub>6</sub>	5,0	95,0
B <sub>7</sub>	2,5	97,5
B <sub>8</sub>	1,5	98,5
B <sub>9</sub>	1,0	99,0

2.2.2.-3. táblázat – Barnás-sárga (BS) szín-mértékoldatok

Szín-mértékoldat	Térfogat ml-ben	
	BS-alapoldat	Sósav (1 g/100 ml HCl)
BS <sub>1</sub>	100,0	0,0
BS <sub>2</sub>	75,0	25,0
BS <sub>3</sub>	50,0	50,0
BS <sub>4</sub>	25,0	75,0
BS <sub>5</sub>	12,5	87,5
BS <sub>6</sub>	5,0	95,0
BS <sub>7</sub>	2,5	97,5

2.2.2.-4. táblázat – Sárga (S) szín-mértékoldatok

Szín-mértékoldat	Térfogat ml-ben	
	S-alapoldat	Sósav (1 g/100 ml HCl)
S <sub>1</sub>	100,0	0,0
S <sub>2</sub>	75,0	25,0
S <sub>3</sub>	50,0	50,0
S <sub>4</sub>	25,0	75,0
S <sub>5</sub>	12,5	87,5
S <sub>6</sub>	5,0	95,0
S <sub>7</sub>	2,5	97,5

2.2.2.-5. táblázat – Zöldessárga (ZS) szín-mértékoldatok

Szín-mértékoldat	Térfogat ml-ben	
	ZS-alapoldat	Sósav (1 g/100 ml HCl)
ZS <sub>1</sub>	25,0	75,0
ZS <sub>2</sub>	15,0	85,0
ZS <sub>3</sub>	8,5	91,5
ZS <sub>4</sub>	5,0	95,0
ZS <sub>5</sub>	3,0	97,0
ZS <sub>6</sub>	1,5	98,5
ZS <sub>7</sub>	0,75	99,25

2.2.2.-6. táblázat – Piros (P) szín-mértékoldatok

Szín-mértékoldat	Térfogat ml-ben	
	P-alapoldat	Sósav (1 g/100 ml HCl)
P <sub>1</sub>	100,0	0,0
P <sub>2</sub>	75,0	25,0
P <sub>3</sub>	50,0	50,0
P <sub>4</sub>	25,0	75,0
P <sub>5</sub>	12,5	87,5
P <sub>6</sub>	5,0	95,0
P <sub>7</sub>	2,5	97,5

### Eltartás

Az I. módszerhez használt szín-mértékoldatok színtelen, átlátszó, semleges üvegből készült, 2 mm külső átmérőjű, leforrasztott kémcsövekben, fénytől védve tárolhatók.

A II. módszerhez a szín-mértékoldatokat közvetlenül a felhasználás előtt készítjük az alapoldatokból.

### 2.2.3. A pH potenciometriás meghatározása

A pH vizes oldatok hidrogénion-koncentrációjának jellemzésére bevezetett mérőszám. Gyakorlati célokra mérés útján definiáljuk. Valamely vizsgálandó oldat pH-ja és az összehasonlító oldat pH-ja (pH<sub>s</sub>) között a következő összefüggés áll fenn:

$$\text{pH} = \text{pH}_s - \frac{E - E_s}{k},$$

ahol

$E$  = a vizsgálandó oldatban mért cellafeszültség voltban,

$E_s$  = az ismert pH-jú (pH<sub>s</sub>) összehasonlító oldatban mért cellafeszültség voltban,

$k$  = a pH egységenkénti feszültségváltozás voltban, a Nernst-egyenletből számolva (2.2.3.-1. táblázat).

A pH potenciometriás meghatározása a vizsgálandó oldatba merülő két megfelelő elektród közti potenciálkülönbség mérésén alapul: az elektródok közül az egyik a hidrogénionokra érzékeny elektród (rendszerint üvegelektrod), a másik a referenciaelektrod (pl. telített kalomelektrod).

**Készülék.** A mérőberendezés olyan voltmérő, melynek bemenő ellenállása legalább százszor akkora, mint az elektródoké. A készülékeken általában pH-skála található, és érzékenyséjük legalább 0,05 pH-egység vagy 0,003 V megkülönböztetését teszi lehetővé.

2.2.3.-1. táblázat – *A k értéke különböző hőmérsékleten*

Hőmérséklet °C	<i>k</i>
15	0,0572
20	0,0582
25	0,0592
30	0,0601
35	0,0611

*Vizsgálat.* Ha a cikkelyben más előírás nincs, akkor minden mérést ugyanazon a hőmérsékleten (20–25 °C) kell végezni. A 2.2.3-2. táblázat a kalibrációhoz használt néhány tompítóoldat pH-változását mutatja be a hőmérséklet függvényében. Ha hőmérsékleti korrekció szükséges, a készülék kezelési utasítását kell követni. A készülék kalibrálásához elsőként a kálium-hidrogén-ftalát összehasonlító tompítóoldatot (első standard), majd egy ettől eltérő pH-jú tompítóoldatot (lehetőleg a táblázatban bemutatottak egyikét) használjuk. Egy közbülső pH-értékű, harmadik tompítóoldatnak a műszer skálájáról leolvasott pH-ja legfeljebb 0,05 pH-egységgel térhet el a tompítóoldat deklarált pH-értékétől. Az elektródokat ezután a vizsgálendő oldatba merítjük, majd a kalibrálással azonos körülmények között leolvassuk a pH-t.

2.2.3.-2. táblázat – *Összehasonlító tompítóoldatok pH-ja különböző hőmérsékleteken*

Hőmérséklet (°C)	0,05 M kálium-tetraoxalát-oldat	Kálium-hidrogén-tartarát-oldat (25 °C-on telített)	0,05 M kálium-dihidrogén-citrát-oldat	0,05 M kálium-hidrogén-ftalát-oldat	0,025 M kálium-dihidrogén-foszfát + 0,025 M dinátrium-hidrogén-foszfát-oldat	0,0087 M kálium-dihidrogén-foszfát + 0,0303 M dinátrium-hidrogén-foszfát-oldat	0,01 M dinátrium-tetra-borát-oldat	0,025 M nátrium-karbonát + 0,025 M nátrium-hidrogén-karbonát-oldat	Kalcium-hidroxid-oldat (25 °C-on telített)
	C <sub>4</sub> H <sub>3</sub> KO <sub>6</sub> ·2H <sub>2</sub> O	C <sub>4</sub> H <sub>5</sub> KO <sub>6</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>7</sub> O <sub>7</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>5</sub> KO <sub>4</sub>	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> , + Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> , + Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> ·10H <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , + NaHCO <sub>3</sub>	Ca(OH) <sub>2</sub>
15	1,67		3,80	4,00	6,90	7,45	9,28	10,12	12,81
20	1,68		3,79	4,00	6,88	7,43	9,23	10,06	12,63
25	1,68	3,56	3,78	4,01	6,87	7,41	9,18	10,01	12,45
30	1,68	3,55	3,77	4,02	6,85	7,40	9,14	9,97	12,29
35	1,69	3,55	3,76	4,02	6,84	7,39	9,10	9,93	12,13
$\frac{\Delta \text{pH}^*}{\Delta t}$	+0,001	-0,0014	-0,0022	+0,0012	-0,0028	-0,0028	-0,0082	-0,0096	-0,034

\* pH-variáció °C-onként

A gyakran használt készülékeket rendszeresen ellenőrizni kell. A ritkábban használtakat minden mérés előtt ellenőrizni kell.

Minden vizsgálendő oldatot és összehasonlító tompítóoldatot *R szén-dioxid-mentes vízzel* kell készíteni.

### 2.2.4. Az oldat kémhatása, közelítő pH-értéke és néhány indikátor színe közötti összefüggés

Ha az alábbi táblázatban (2.2.4.-1.) nincs más előírás, 10 ml vizsgálandó oldatot 0,1 ml indikátoroldattal elegyítünk.

2.2.4.-1. táblázat

Kémhatás	pH	Indikátor	Szín
<b>lúgos</b>	>8	<i>R piros lakmuszpapír</i>	kék
		<i>R timolkék-oldat</i> (0,05 ml)	szürke vagy ibolyáskék
gyengén lúgos	8,0–10,0	<i>R fenoltalein-oldat</i> (0,05 ml)	színtelen vagy rózsaszínű
		<i>R timolkék-oldat</i> (0,05 ml)	szürke
erősen lúgos	>10,0	<i>R fenoltaleines papír</i>	piros
		<i>R timolkék-oldat</i> (0,05 ml)	ibolyáskék
<b>semleges</b>	6,0–8,0	<i>R metilvörös-oldat</i>	sárga
		<i>R fenolvörös-oldat</i> (0,05 ml)	sárga vagy rózsaszínű
metilvörösre semleges	4,5–6,0	<i>R metilvörös-oldat</i>	narancsvörös
fenoltaleinre semleges	<8,0	<i>R fenoltalein-oldat</i> (0,05 ml)	színtelen; 0,05 ml 0,1 M lúg hozzáadása után rózsaszínű vagy piros
<b>savas</b>	<6	<i>R metilvörös-oldat</i>	narancsvörös vagy piros
		<i>R1 brómtimolkék-oldat</i>	sárga
gyengén savas	4,0–6,0	<i>R metilvörös-oldat</i>	narancsvörös
		<i>R brómkrezolöld-oldat</i>	zöld vagy kék
erősen savas	<4	<i>R kongóvörös-papír</i>	zöld vagy kék

### 2.2.5. Relatív sűrűség

Valamely anyag relatív sűrűsége ( $d_{t_2}^{t_1}$ ) a meghatározott térfogatú,  $t_1$  hőmérsékletű anyag és a vele azonos térfogatú,  $t_2$  hőmérsékletű víz tömegének hányadosa.

Ha nincs más előírás, a 20 °C-ra vonatkoztatott relatív sűrűséget ( $d_{20}^{20}$ ) használjuk. A  $d_4^{20}$  szimbólummal jelölt relatív sűrűség is használatos. Valamely anyag sűrűsége ( $\rho_{20}$ ) az anyag 20 °C-on mért tömegének és térfogatának hányadosa, amelyet kilogramm per köbméterben vagy gramm per köbcentiméterben fejezünk ki ( $1 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} = 10^{-3} \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ).

A fenti mennyiségek közötti számszerű összefüggések, amennyiben a sűrűséget gramm per köbcentiméterben fejezzük ki:

$$\begin{aligned} \rho_{20} &= 0,998203 d_{20}^{20} & \text{vagy} & & d_{20}^{20} &= 1,00180 \rho_{20} \\ \rho_{20} &= 0,999972 d_4^{20} & \text{vagy} & & d_4^{20} &= 1,00003 \rho_{20} \\ & & & & d_4^{20} &= 0,998230 d_{20}^{20} \end{aligned}$$

### 2.2.6. Törésmutató

Valamely közeg levegőre vonatkoztatott törésmutatója  $n_{\lambda}^t$  megegyezik a levegőből az adott közegbe behatoló fénysugár beesési szöge szinuszának és az adott közegben továbbhaladó, megtört fénysugár törési szöge szinuszának hányadosával.

Ha más előírás nincs, a törésmutatót  $20 \pm 0,5$  °C-on a nátriumszínkép D-vonalának hullámhosszán ( $\lambda = 589,3$  nm) mérjük; jelzése: ( $n_D^{20}$ ).

A refraktométerek általában a teljes visszaverődés határszögét mérik. A készülék legfontosabb része a vizsgálandó folyadékkal érintkező, ismert törésmutatójú prizma.

A fehér fényt alkalmazó refraktométereket kompenzáló prizmarendszerrel látják el. A műszernek legalább 3 tizedes pontosságú leolvasást kell biztosítania, és lehetővé kell tennie, hogy a mérést az előírt hőmérsékleten végezzük. A hőmérő  $0,5$  °C-os vagy annál kisebb osztású legyen.

### 2.2.7. Optikai forgatóképesség

Az optikai forgatóképesség a királis anyagoknak az a tulajdonsága, hogy a polarizált fény rezgési síkját elforgatják.

A jobbra forgató anyagok (azok az anyagok, amelyek a polarizált fény rezgési síkját az óramutató járásával megegyező irányban forgatják el) forgatóképességét pozitívnak, a balra forgató anyagokét negatívnak tekintjük és (+), illetve (–) jellel jelöljük.

A fajlagos optikai forgatóképesség ( $[\alpha]_{\lambda}^t$ ) az a radiánban (rad) kifejezett elforgatási szög, amelyet  $t$  hőmérsékleten,  $\lambda$  hullámhosszon mérünk, és a folyadék vagy az  $1 \text{ kg/m}^3$  koncentrációban optikailag aktív anyagot tartalmazó oldat  $1 \text{ m}$ -es rétegvastagságára vonatkoztatunk. Gyakorlati okokból a fajlagos optikai forgatóképességet ( $[\alpha]_{\lambda}^t$ ) általában milliradián négyzetméter per kilogrammban ( $\text{mrad} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ ) fejezzük ki.

A Gyógyszerkönyv a következő hagyományos definíciókat használja.

Homogén folyadékok *optikai forgatóképessége* a polarizációs sík fokokban ( $^{\circ}$ ) kifejezett elforgatási szöge ( $\alpha$ ) a nátrium-színkép D-vonalának hullámhosszán ( $\lambda = 589,3$  nm)  $1 \text{ dm}$  rétegvastagságban és  $20$  °C-on mérve. Oldatok vizsgálatakor az oldatkészítés módját az egyes cikkelyek írják elő.

Folyadékok *fajlagos optikai forgatóképessége* ( $[\alpha]_D^{20}$ ) a polarizációs sík fokokban ( $^{\circ}$ ) kifejezett elforgatási szöge ( $\alpha$ ), amelyet a nátrium-színkép D-vonalának hullámhosszán ( $\lambda = 589,3$  nm)  $20$  °C-on mérünk,  $1 \text{ dm}$  rétegvastagságra vonatkoztatunk, és a  $\text{g/cm}^3$ -ben kifejezett sűrűséggel osztunk.

Oldott anyagok *fajlagos optikai forgatóképessége* ( $[\alpha]_D^{20}$ ) a polarizációs sík fokokban ( $^{\circ}$ ) kifejezett elforgatási szöge ( $\alpha$ ), amelyet az anyag oldatában a nátrium-színkép D-vonalának hullámhosszán ( $\lambda = 589,3$  nm),  $20$  °C-on mérünk, és  $1 \text{ dm}$  rétegvastagságú,  $1 \text{ g/ml}$  töménységű oldatra számolunk. Oldott anyagok fajlagos optikai forgatóképességét mindig az oldószer és a koncentráció megjelölésével együtt kell megadni.

A Gyógyszerkönyvben használt hagyományos rendszerben a fajlagos optikai forgatóképesség értékét mértékegysége, a fok milliliter per deciméter gramm [ $^{\circ} \cdot \text{ml} \cdot \text{dm}^{-1} \cdot \text{g}^{-1}$ ] nélkül adjuk meg.

Az átszámítási faktor a Nemzetközi Mértékegységrendszerből (SI) a gyógyszerkönyvi rendszerre a következő:

$$[\alpha]_{\lambda}^t = [\alpha]_{\lambda}^t \cdot 0,1745$$

A cikkelyek egyes esetekben az elforgatás szögének mérését  $20$  °C-tól eltérő hőmérsékleten és más hullámhosszon is előírhatják.

A polariméter leolvasási pontossága  $0,01^{\circ}$  legyen. A műszer beosztását rendszerint hitelesített kvarclemezzel kalibrálják. A beosztás linearitása szacharózoldatokkal ellenőrizhető.

*Vizsgálat.* Beállítjuk a polariméter „nulla-pont”-ját és megmérjük a polarizált fény elforgatási szögét a nátrium-színkép D-vonalának hullámhosszán ( $\lambda = 589,3$  nm),  $20 \pm 0,5$  °C-on. A méréseket más hőmérsékleten is lehet végezni, de csak akkor, ha a hőmérsékleti korrekciót a cikkely feltünteti. A készülék „nulla-

pont'-jának beállításához zárt csövet használunk; folyadékoknál üres, szilárd anyagok esetében pedig az előírt oldószerrel megtöltött csövet alkalmazunk.

A fajlagos forgatóképességet az alábbiak szerint számoljuk ki:

Tiszta folyadékok esetében:

$$[\alpha]_{\text{D}}^{20} = \frac{\alpha}{l \cdot \rho_{20}}$$

Oldott anyagok esetében:

$$[\alpha]_{\text{D}}^{20} = \frac{1000 \cdot \alpha}{l \cdot c},$$

ahol

$c$  = az oldat koncentrációja g/l-ben.

Az oldatok g/l-ben kifejezett koncentrációját ( $c$ ), illetve %m/m-ban kifejezett koncentrációját ( $c'$ ) a következőképpen számolhatjuk ki:

$$c = \frac{1000 \cdot \alpha}{l \cdot [\alpha]_{\text{D}}^{20}} \qquad c' = \frac{100 \cdot \alpha}{l \cdot [\alpha]_{\text{D}}^{20} \cdot \rho_{20}}$$

ahol

$\alpha$  = a  $20 \pm 0,5$  °C-on mért elforgatási szög fokban kifejezve,

$l$  = a polarimétercső hossza deciméterben,

$\rho_{20}$  = a 20 °C-on mért sűrűség g/cm<sup>3</sup>-ben; a Gyógyszerkönyv a sűrűséget a relatív sűrűséggel (2.2.5) helyettesíti.

#### 2.2.14. Olvadáspont-meghatározás kapilláris módszerrel

A kapilláris módszerrel meghatározott olvadáspont az a hőmérséklet, amelyen a kapillárisban oszloppá tömörített anyag folyadékká alakul.

Ha az adott cikkely előírja, az anyag olvadásának egyéb jellemzőit – pl. a meniszkusz kialakulását, az olvadási tartományt – is ugyanezzel a készülékkel és módszerrel határozzuk meg.

*Készülék.* A készülék részei:

- alkalmas fűtőberendezéssel ellátott, megfelelő üvegedény a folyadékfürdő (pl. víz, folyékony paraffin, szilikonolaj) számára,
- a folyadékfürdő egyenletes hőmérsékletét biztosító alkalmas keverő,
- legalább 0,5 °C-os beosztású, merülési jellel ellátott és legfeljebb 100 °C méréstartományú, alkalmas hőmérő,
- alkáliszegény, kemény üvegből készült, 0,9–1,1 mm belső átmérőjű, 0,10–0,15 mm falvastagságú, egyik végükön leforrasztott kapillárisok.

*Vizsgálat.* A finoman elporított anyagot – ha más előírás nincs – vákuumban, vízmentes *R szilikagél* fölött, 24 órán át szárítjuk. A kapillárisba annyi anyagot juttatunk, hogy kb. 4–6 mm magas, tömör oszlopot képezzen. A folyadékfürdőt a várható olvadáspontonál kb. 10 °C-kal alacsonyabb hőmérsékletre melegítjük, majd a melegítést úgy szabályozzuk, hogy a hőmérséklet percenként kb. 1 °C-kal emelkedjék. A kapillárist a várható olvadáspontonál 5 °C-kal alacsonyabb hőmérsékleten behelyezzük a készülékbe, ügyelve arra, hogy a hőmérő a rajta lévő bemerülési jelig a folyadékba merüljön, a kapilláris leforrasztott vége pedig közel kerüljön a hőmérő higanytartályának közepéhez. Azt a hőmérsékletet olvassuk le, amelyenél az anyag utolsó szilárd részecskéje is folyadékká alakul.

*A készülék kalibrálása.* A készüléket az Egészségügyi Világszervezet olvadáspont-referenciaanyagai-val vagy más alkalmas anyagokkal kalibrálhatjuk.



### 2.2.32. Szárítási veszteség

Szárítási veszteségnek a tömegszázalékban (%*m/m*) kifejezett tömegvesztéséget nevezzük.

*Vizsgálat.* A vizsgálandó anyag előírt mennyiségét a vizsgálandó anyagra előírt körülmények között előzetesen kiszárított és lemért szárítóedénybe mérjük. Az anyagot az alábbi módszerek egyikével tömegállandóságig vagy az előírt ideig szárítjuk. Ahol a szárítási hőmérséklet konkrét értékkel és nem tartománnyal van feltüntetve, abban az esetben a szárítást az előírt hőmérsékleti érték  $\pm 2$  °C-on végezzük.

- „exsikkátorban”: a szárítást *R foszfor(V)-oxid* felett, légköri nyomáson és szobahőmérsékleten végezzük,
- „csökkentett nyomáson” („vákuumban”): a szárítást *R foszfor(V)-oxid* felett, 1,5–2,5 kPa nyomáson és szobahőmérsékleten végezzük,
- „csökkentett nyomáson, meghatározott hőmérsékleten” („vákuumban, meghatározott hőmérsékleten”): a szárítást *R foszfor(V)-oxid* felett, 1,5–2,5 kPa nyomáson és a cikkelyben előírt hőmérséklet-tartományban végezzük,
- „szárítószekrényben, meghatározott hőmérsékleten”: a szárítást a cikkelyben előírt hőmérséklet-tartományban, szárítószekrényben végezzük; a készülék kvalifikálását a minőségügyi rendszer eljárási dokumentumban rögzítettek alapján végezzük, például megfelelő minőségi bizonylattal rendelkező referenciaanyagot használva (pl. *CRS verifikálásra szánt amoxicillin-trihidrát* használható).
- „erősen csökkentett nyomáson” („nagy vákuumban”): a szárítást *R foszfor(V)-oxid* felett, 0,1 kPa-t nem meghaladó nyomáson, a cikkelyben előírt hőmérsékleten végezzük.

Amennyiben a szárítást más körülmények között kell végezni, a követendő eljárást a megfelelő cikkely részletesen előírja.

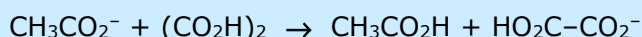
## 2.3. Azonossági vizsgálatok

### 2.3.1. Ionok és funkciós csoportok azonossági reakciói

#### Acetát

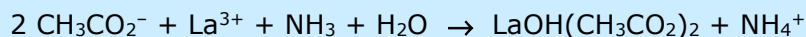
- A vizsgálandó anyagot azonos mennyiségű *R oxálsav*val melegítjük. Jellemző szagú, savas kémhatású (2.2.4) ecetsavgőzök keletkeznek.

Az oxálsav nem illékony, az ecetsavnál erősebb sav, ezért acetátokkal melegítve ecetsavat szabadít fel.



- Kb. 30 mg vizsgálandó anyag 3 ml *R vízzel* készült oldatát vagy az előírt oldat 3 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot rendre 0,25 ml *R lantán(III)-nitrát-oldattal*, 0,1 ml 0,05 M *jód-oldattal* és 0,05 ml *R2 hígított ammónia-oldattal* elegyítjük, majd óvatosan forrásig melegítjük. Néhány percen belül kék csapadék vagy sötétkék színeződés keletkezik.

Ammóniás közegben bázisos lantán(III)-acetát képződik.



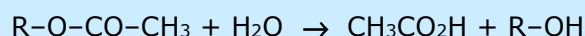
A bázisos lantán(III)-acetát jódmolekulákkal kék színű terméket képez. A jód a lantán(III)-acetát felületére adszorbeálódik, illetve – a jód-keményítő–komplex kialakulásához hasonlóan – zárványkomplex is képződhet. A reakció csak enyhén lúgos közegben (pH 9–11) megy végbe (pH <9 esetén nem alakul ki a bázisos lantán(III)-acetát; pH >11 esetén pedig a jód jodidra és hipojoditra, ill. jódtra diszproporcionálódik). A reakciót a lantán(III)-ionokkal csapadékot (pl. borát, foszfát, szulfát, fluorid) vagy komplexet (pl. citrát, tartarát) képző anionok, valamint a jódot redukáló anyagok (pl. szulfid, tioszulfát) zavarják.

### Acetilcsoport

A vizsgálandó anyag 15 mg-ját vagy előírt mennyiségét és *R tömény foszforsav* 0,15 ml-ét egy kb. 180 mm magas és 18 mm belső átmérőjű kémcsőbe mérjük. A kémcsövet olyan dugóval zárjuk be, amelynek furatába egy hűtként működő, kb. 100 mm magas és 10 mm belső átmérőjű, *R vizet* tartalmazó kis kémcsövet illesztünk. A kis kémcső aljára, kívülről egy csepp *R lantán(III)-nitrát-oldatot* juttatunk. A nehezen hidrolizálható anyagok vizsgálatának kivételével a készüléket 5 percen át vízfürdőn tartjuk, majd a kisebb kémcsövet kiemeljük. A cseppet porcelánlemezre helyezve összekeverjük 0,05 ml 0,01 M *jód-oldattal* és 0,05 ml *R2 hígított ammónia-oldatot* cseppentünk mellé. 1–2 perc elteltével a két csepp találkozásánál kék színeződés keletkezik, amely egyre erősödik, de csak rövid ideig marad meg.

A nehezen hidrolizálható anyagok vizsgálatokor a keveréket nyílt lángon lassan forrásig melegítjük, majd a vizsgálatot a fent leírtak szerint folytatjuk.

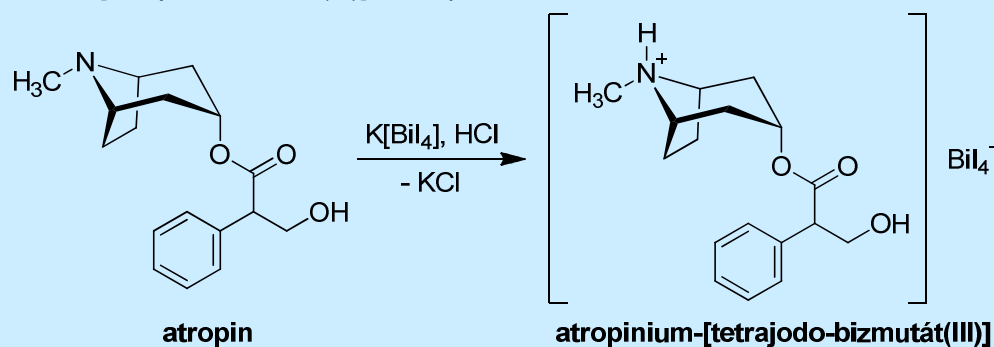
Az acetilcsoportot tartalmazó vizsgálandó anyag foszforsavas hidrolízise során ecetsav képződik, melyet az „Acetát” azonossági vizsgálat **b)** pontjában leírtak szerint, bázisos lantán(III)-acetát jódotszorpciós reakciójával mutatunk ki.



### Alkaloidok

A vizsgálandó anyag néhány mg-ját vagy előírt mennyiségét 5 ml *R vízben* oldjuk. Az oldatot *R hígított sósavval* megsavanyítjuk (2.2.4) és 1 ml *R kálium-[tetrajodo-bizmutát(III)]-oldattal* elegyítjük. Azonnal narancssárga vagy narancsvörös csapadék keletkezik.

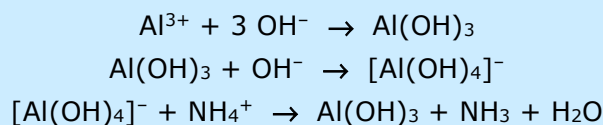
Az alkaloidok kálium-[tetrajodo-bizmutát(III)]-oldattal (**DRAGENDORFF-reagens**) vízben rosszul oldódó [tetrajodo-bizmutát(III)]-sót képeznek.



### Alumínium

Kb. 15 mg vizsgálandó anyag 2 ml *R vízzel* készült oldatát vagy az előírt oldat 2 ml-ét vizsgáljuk. Kb. 0,5 ml *R hígított sósav* és kb. 0,5 ml *R tioacetamid-reagens* hozzáadására csapadék nem keletkezik. Az oldathoz ezután *R hígított nátrium-hidroxid-oldatot* csepegtetünk. A kezdetben leváló fehér, kocsonyás csapadék a kémszer feleslegében feloldódik, de *R ammónium-klorid-oldat* hozzáadására ismét leválik.

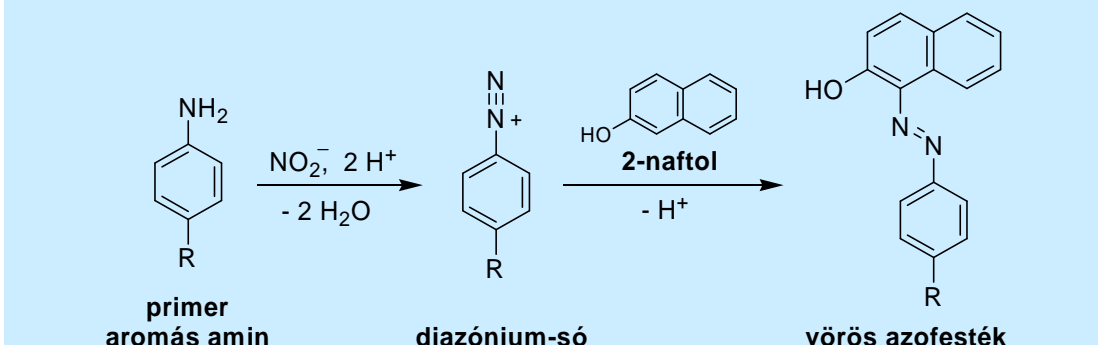
Az azonosítás első fele azoknak az ionoknak (pl.  $Hg^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Sn^{2+}$ ,  $Sb^{3+}$ ) a kizárására vonatkozik, melyek nátrium-hidroxiddal szintén csapadékot képeznek, de kloridjuk (pl.  $PbCl_2$ ), vagy – az enyhén savas közegben – szulfidjuk (pl.  $Bi_2S_3$ ,  $SnS$ ) csapadékként leválik. A kocsonyás alumínium-hidroxid csapadék lúgfeleslegben tetrahydroxo-komplex képződésével oldódik. A savas karakterű ammónium-klorid hozzáadására az oldat lúgossága csökken, ezért a csapadék újra leválik.



### Aromás primer aminok

Az előírt oldatot *R* hígított sósavval megsavanyítjuk és 0,2 ml *R* nátrium-nitrit-oldattal elegyítjük, majd 1–2 perc múlva 1 ml *R* 2-naftol-oldatot adunk hozzá. Az elegy intenzív narancssárgára vagy vörösre színeződik, miközben rendszerint azonos színű csapadék is leválik.

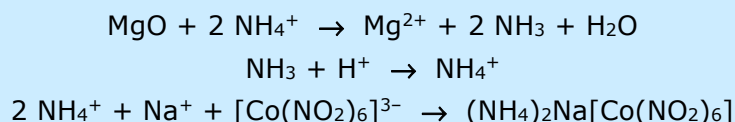
Savas közegben a nitrit a primer aromás aminocsoportot diazotálja. A képződő diazóniumvegyület 2-naftollal ( $\beta$ -naftollal) elektrofil szubsztitúciós reakcióban vörös azofestéket képez. A hidroxilcsoport irányító hatása miatt az azokapcsolás a naftol 1-helyzetű szénatomján történik.



### Ammóniumsók

Az előírt oldathoz 0,2 g *R* magnézium-oxidot adunk. A keveréken levegőt áramoltatunk át, amelyet azután 1 ml 0,1 M sósav-mérőoldat és 0,05 ml *R* metilvörös-oldat elegyébe, közvetlenül a folyadék felszíne alá vezetünk. Az indikátor színe sárgára változik. Az oldathoz ezután *R* nátrium-[hexanitrito-kobaltát(III)] frissen készített, 100 g/l töménységű oldatának 1 ml-ét elegyítjük. Sárga csapadék keletkezik.

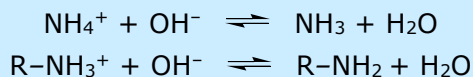
A magnézium-oxid hatására felszabaduló ammónia semlegesíti, majd átlúgosítja a sósav-oldatot, melyet az indikátor színváltozása jelez. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga). A sósavval képződő ammóniumionok nátrium-[hexanitrito-kobaltát(III)]-tal sárga diammonium-nátrium-[hexanitrito-kobaltát(III)] csapadékot adnak (a koncentrációviszonyoktól függően mono- és triammóniumsó is keletkezhet, melyek vízben szintén rosszul oldódnak).



### Ammóniumsók és illékony bázisok sói

Kb. 20 mg vizsgálandó anyag 2 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot 2 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattal elegyítjük. Az oldat melegítésekor képződő gőz szaga és lúgos kémhatása (2.2.4.) alapján azonosíthatjuk.

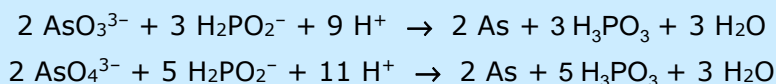
Az átlúgosítás során jellegzetes szagú, illékony bázisok (ammónia, ill. aminok) képződnek.



### Arzén

Az előírt oldat 5 ml-ét azonos térfogatú *R* hipofoszfít-reagenssel vízfürdőn melegítjük. Barna csapadék keletkezik.

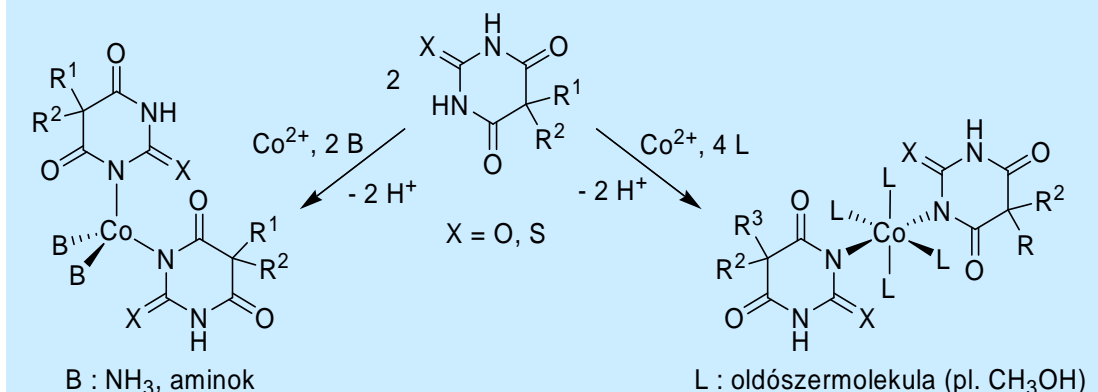
Az arzenit- és arzenátionokat a hipofoszfít elemi arzénre redukálja, mely az oldatból csapadékként leválik (THIELE-próba).



### Nitrogénen nem szubsztituált barbitursav-származékok

Kb. 5 mg vizsgálandó anyagot 3 ml *R metanol*-ban oldunk. Az oldathoz literenként 100 g *R kobalt(II)-nitrát*ot és 100 g *R kalcium-klorid*ot tartalmazó oldat 0,1 ml-ét, majd rázogatás közben *R hígított nátrium-hidroxid*-oldat 1 ml-ét elegyítjük. Ibolyáskék színeződés és ibolyáskék csapadék keletkezik.

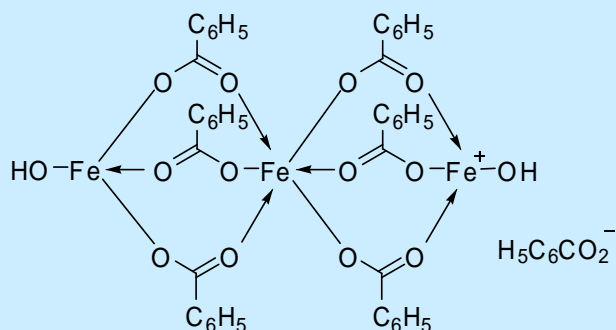
A barbitálok és tiobarbitálok metanolos oldatban kobalt(II)-ionokkal ibolyaszínű komplexet képeznek (**PARRI-ZWIKKER-reakció**). Nitrogéntartalmú bázisok jelenlétében tetraéderes, ezek hiányában, az oldószermolekulákkal oktaéderes komplex alakul ki. A reakció nem specifikus: hidantoinok, szulfonamidok, egyes piridin-, piperidin- és purinszármazékok is adják. (A nátrium-hidroxid a barbitált sóképzéssel deprotonálja, a kalcium-klorid pedig – a  $\text{Ca(OH)}_2$  esetleges leválásával – a lúgkoncentráció kontrollját biztosítja).



### Benzoátok

a) Az előírt oldat 1 ml-éhez 0,5 ml *R1 vas(III)-klorid*-oldatot elegyítünk. Sárgás-rózsaszínű csapadék keletkezik, amely *R éterben* oldódik.

Hárommagvú vas(III)-komplex ( $[\text{Fe}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2)_6(\text{OH})_2]^+ \text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2^-$ ) keletkezik.



[dihidroxo-hexabenzóáto-triferri(III)]-monobenzoát

b) A vizsgálandó – szükség esetén az előírt módon előkészített – anyag 0,2 g-ját kémcsőben 0,2–0,3 ml *R tömény kénsav*val megnedvesítjük. A kémcső alját enyhén melegítve, fehér szublimátum rakódik le a kémcső falán.

A kénsav a benzoátsókból benzoésavat szabadít fel, mely melegítés hatására szublimál.

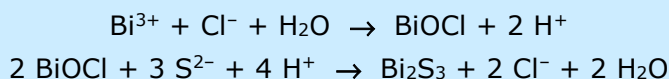
c) Kb. 0,5 g vizsgálandó anyag 10 ml *R vízzel* készült oldatát vagy az előírt oldat 10 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz 0,5 ml *R tömény sósav*at elegyítve csapadék válik le. A meleg *R vízből* átkristályosított és *vákuumban* szárított kristályok olvadáspontja (2.2.14): 120–124 °C.

Sósavas savanyításra az oldatból benzoésav válik ki.

**Bizmut**

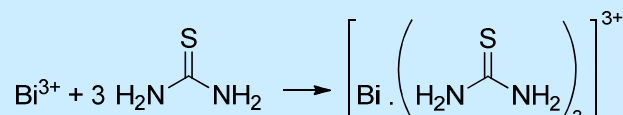
- a) Kb. 0,5 g vizsgálandó anyaghoz 10 ml *R hígított sósavat* adunk, vagy az előírt oldat 10 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot, ill. a keveréket 1 percen át forraljuk, majd lehűtjük, és szükség esetén megsűrjük. Az így kapott oldat 1 ml-éhez 20 ml *R vizet* elegyítünk. Fehér vagy enyhén sárgás csapadék keletkezik, amely 0,05–0,1 ml *R nátrium-szulfid*-oldat hozzáadására megbarnul.

A sósavas oldat vizes hígításakor bázisos bizmut-klorid csapadék keletkezik, mely szulfidionokkal barnásfekete bizmut(III)-szulfiddá alakul.



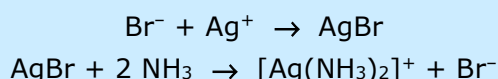
- b) Kb. 45 mg vizsgálandó anyaghoz 10 ml *R hígított salétromsavat* adunk vagy az előírt oldat 10 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot, ill. keveréket 1 percen át forraljuk, majd lehűtjük, és szükség esetén megsűrjük. Az így kapott oldat 5 ml-éhez *R tiokarbamid* 100 g/l töménységű oldatának 2 ml-ét elegyítjük. Narancssárga szín vagy narancsszínű csapadék keletkezik. Az oldat 30 percen belül nem színtelenedik el, ha *R nátrium-fluorid* 25 g/l töménységű oldatának 4 ml-ét elegyítjük hozzá.

A bizmut(III)-ionok tiokarbamiddal, salétromsavas közegben 1 : 3 összetételű, narancssárga komplexet képeznek. Az antimon(III)-ionok hasonló, halványsárga tiokarbamid-komplexet adnak, ez a komplex azonban nátrium-fluorid hozzáadására, ligandumcserével elbomlik.

**Bromidok**

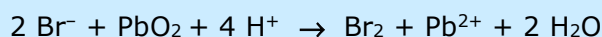
- a) Kb. 3 mg bromidionnak ( $\text{Br}^-$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 2 ml *R vízzel* készített oldatát vagy az előírt oldat 2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot *R hígított salétromsavval* megsavanyítjuk, 0,4 ml *R1 ezüst-nitrát-oldattal* összerázzuk, majd állni hagyjuk. Halványsárga, túrós csapadék válik le. Centrifugálást követően a csapadékot háromszor 1 ml *R vízzel* mossuk. Ezt a műveletet tompított fényben gyorsan végezzük, és a felülúszó folyadék zavarosságát figyelmen kívül hagyjuk. A 2 ml *R vízben* szuszpendált csapadék 1,5 ml *R ammónia-oldattal* elegyítve nehezen oldódik.

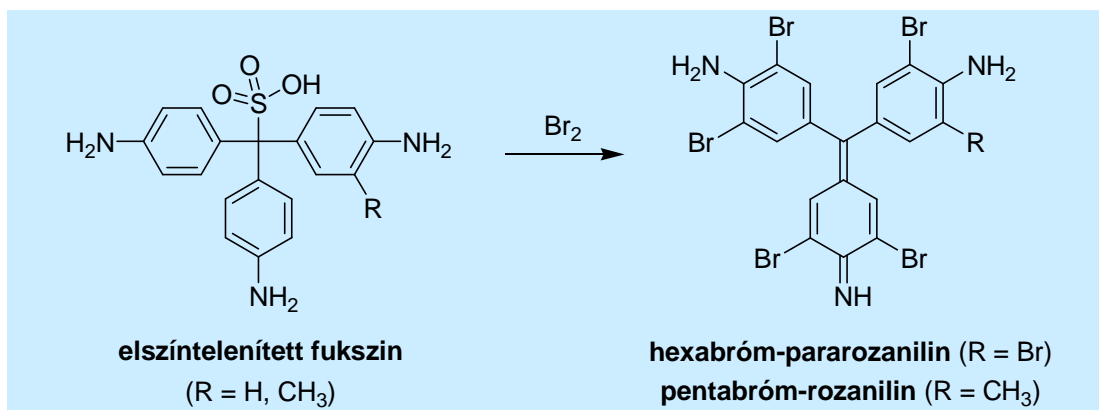
Sárgásfehér, fényérzékeny ezüst-bromid csapadék keletkezik, mely ammóniában diammin-komplex képződése közben oldódik. (Az ezüst-bromid ammóniában nehezebben oldódik, mint az ezüst-klorid).



- b) Kb. 5 mg bromidionnak ( $\text{Br}^-$ ) megfelelő vagy az előírt mennyiségű vizsgálandó anyagot kis kémcsőben 0,25 ml *R vízzel*, kb. 75 mg *R ólom(IV)-oxiddal* és 0,25 ml *R tömény ecetsavval* óvatosan összerázzuk. A kémcső felső részét belül szűrőpapírral szárazra töröljük. 5 percen át várakozunk. Megfelelő minőségű és méretű szűrőpapírcsík egyik végét egy csepp *R elszíntelenített fukszin-oldattal* megnedvesítjük, és a papír impregnált részét azonnal a kémcső légtérébe helyezzük. 10 másodpercen belül a szűrőpapírcsík végétől kiinduló, ibolya színeződés észlelhető. Ez a szín egyértelműen megkülönböztethető a fukszin piros színétől, mely az impregnált papírcsík felső kis részén szintén megjelenhet.

Az ólom(IV)-oxid savas oldatban a bromidot brómmá oxidálja. Brómgőzők hatására az elszíntelenített fukszin (**SCHIFF**-reagens) – mely a fukszin szulfitos redukciójának terméke – színes, kinoidális vegyületekké oxidálódik. A reakcióban kénessav-lehasadással, valamint az aminocsoportok melletti szénatomok elektrofil helyettesítésével ibolyaszínű, brómszubsztituált származékok (pentabrom-rozanilin, hexabrom-pararozanilin) keletkeznek.

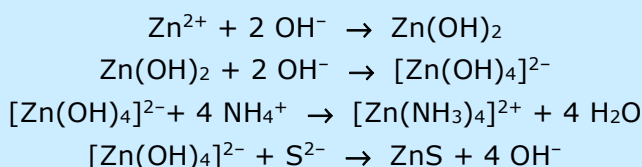




### Cink

0,1 g vizsgálandó anyag 5 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 5 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz 0,2 ml *R* *tömény nátrium-hidroxid-oldat*ot elegyítve, fehér csapadék keletkezik. További 2 ml *R* *tömény nátrium-hidroxid-oldat* hozzáadására a csapadék feloldódik. Az oldat 10 ml *R* *ammónium-klorid-oldattal* elegyítve tiszta marad, de 0,1 ml *R* *nátrium-szulfid-oldattól* fehér, pelyhes csapadék válik ki belőle.

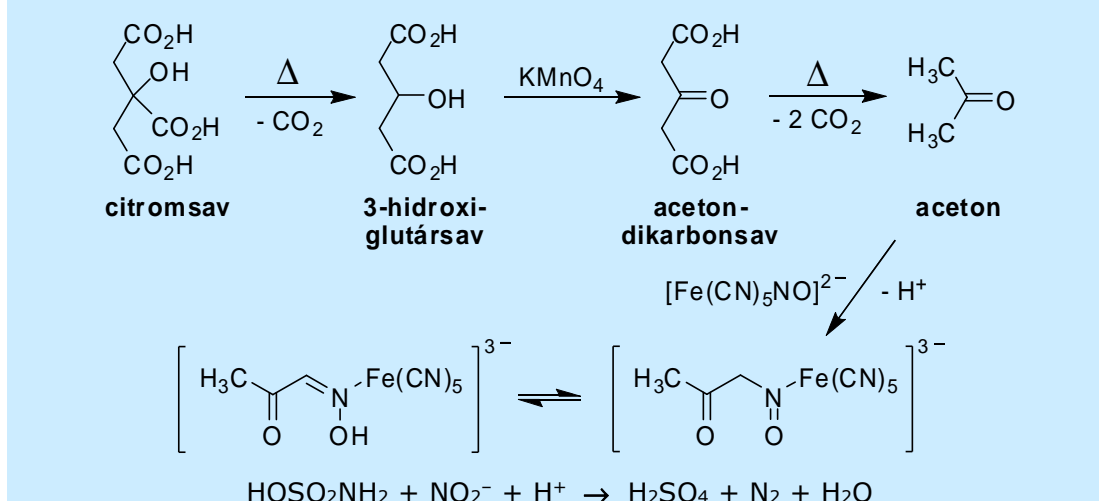
A cink-hidroxid csapadék lúgfeleslegben tetrahidroxo-komplex képződésével oldódik. Ammónium-klorid hozzáadására, ligandumcserével a szintén vízdékony tetraamminkomplex keletkezik; míg szulfidionokkal cink-szulfid csapadék válik ki.



### Citrátok

Kb. 50 mg citromsavnak megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 5 ml *R* vízzel készült oldatát vagy előírt oldat 5 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot 0,5 ml *R* *tömény kénsavval* és 1 ml *R* *kálium-permanganát-oldattal* elegyítjük, és a kálium-permanganát színének eltűnéséig melegítjük. Ezután *R* *nitroprusszid-nátrium R hígított kénsavval* készült, 100 g/l töménységű oldatának 0,5 ml-ét és *R* *szulfamid-sav* 4 g-ját adjuk hozzá. A keverékhez a szulfamid-sav oldódásáig *R* *tömény ammónia-oldat*ot csepegtetünk. Az oldat az *R* *tömény ammónia-oldat* feleslegétől ibolyaszínűre, majd ibolyáskékre színeződik.

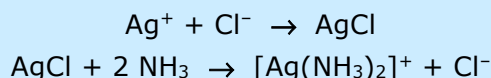
A citromsav permanganátos oxidációjával acetondikarbonsav keletkezik, amely melegítve acetonná dekarboxileződik. A lúgos közegben deprotonálódó aceton nitroprusszid-nátriummal ibolyaszínű komplexet képez (**LEGAL-reakció**). A szulfamid-sav az esetlegesen keletkező nitrozus gázok, vagy salétromossav megkötésére szolgál.



**Ezüst**

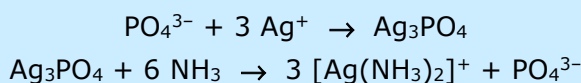
Kb. 10 mg vizsgálandó anyag 10 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 10 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz 0,3 ml *R1* sósavat elegyítve, fehér, túrós csapadék válik le, amely 3 ml *R1* hígított ammónia-oldat hozzáadására feloldódik.

A leváló ezüst-klorid csapadék ammóniában diamminkomplex képződése közben oldódik.

**Foszfátok (ortofoszfátok)**

- a) Az előírt oldat 5 ml-ét – ha szükséges, előzetesen semlegesítve – 5 ml *R1* ezüst-nitrát-oldattal elegyítjük. Sárga csapadék keletkezik, amelynek színe forraláskor nem változik. A csapadék *R* ammónia-oldat hozzáadására feloldódik.

A képződő ezüst-foszfát csapadék ammóniában diamminkomplex képződése közben oldódik.



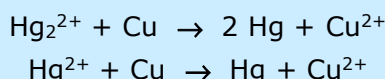
- b) Az előírt oldat 1 ml-ét 2 ml *R* molibdovanadát-reagenssel elegyítjük. Sárga színeződés észlelhető.

Az  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  (ammónium-molibdenát) és  $(\text{NH}_4)_3\text{VO}_4$  (ammónium-vanadát) tartalmú molibdovanadát-reagens foszfátionokkal vegyes heteropolisav aniont (divanadato-dekamolibdenato-foszfátot:  $[\text{PV}_2\text{Mo}_{10}\text{O}_{40}]^{5-}$ ) képez. A reakciót a hasonló módon reagáló arsenát és szilikátionok zavarják.

**Higany**

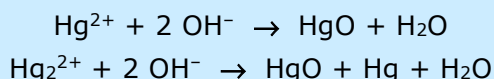
- a) A vizsgálandó anyag oldatának kb. 0,1 ml-ét jól megtisztított rézlemezre cseppentjük. Sötétszürke folt keletkezik, amely dörzsölésre kifényesedik. A megszáradt lemezt kémcsőben melegítve, a folt eltűnik.

A higany(I)- és higany(II)-ionokat a réz elemi higannyá redukálja, ami a rézlemezre kiválik (a rézzel amalgámot képez), miközben réz(II)-ionok jutnak az oldatba. A melegítés során a higany elpárolog. *A higanygőz toxikus hatása miatt a melegítést fülke alatt kell végezni!*



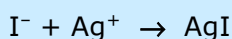
- b) Az előírt oldathoz annyi *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot elegyítünk, hogy kémhatása (2.2.4) erősen lúgos legyen. Gyorsan leülepedő, sárga csapadék keletkezik [higany(II)-sók].

A higany(II)-ionok oldatából nátrium hidroxiddal sárga higany(II)-oxid csapadék válik le. Higany(I)-ionok esetén a higany(II)-oxid mellett diszproporcionálódással fémhigany is keletkezik, ami feketére színezi a csapadékot.

**Jodid**

- a) Kb. 4 mg jodidionnak ( $\text{I}^-$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 2 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot *R* hígított salétromsavval megsavanyítjuk, 0,4 ml *R1* ezüst-nitrát-oldattal összerázzuk, majd állni hagyjuk. Halványsárga, túrós csapadék válik le. Centrifugálást követően a csapadékot háromszor 1 ml *R* vízzel mossuk. Ezt a műveletet tompított fényben gyorsan végezzük, és a felülúszó folyadék zavarosságát figyelmen kívül hagyjuk. A csapadékot 2 ml *R* vízben szuszpendáljuk, és 1,5 ml *R* ammónia-oldatot adunk hozzá. A csapadék nem oldódik.

A képződő sárga, fényérzékeny ezüst-jodid csapadék ammóniában nem oldódik.



- b) A milliliterenként kb. 5 mg jodidionnak ( $\text{I}^-$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyagot tartalmazó oldat 0,2 ml-ét vagy az előírt oldat 0,2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot 0,5 ml *R* hígított kénsavval, 0,1 ml *R* kálium-

dikromát-oldattal és 2 ml *R* vízzel elegyítjük, 2 ml *R* kloroformmal néhány másodpercig rázogatjuk, majd állni hagyjuk. A kloroformos réteg ibolyára vagy ibolyásvörösre színeződik.

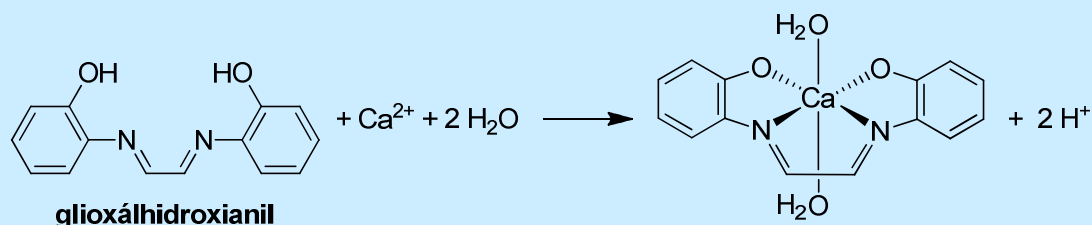
A dikromát savas oldatban a jodidot jóddá oxidálja, mely kloroformban ibolya színnel oldódik.



### Kalcium

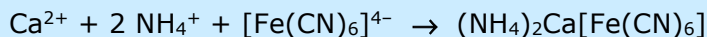
- a) A milliliterenként kb. 0,2 mg kalciumionnak ( $\text{Ca}^{2+}$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyagot tartalmazó oldat 0,2 ml-ét vagy az előírt oldat 0,2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz *R* glioxálhidroxianil *R* etanolos (96%), 2 g/l töménységű oldatából 0,5 ml-t, valamint 0,2 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot és 0,2 ml *R* nátrium-karbonát-oldatot elegyítünk. Összerázzuk 1–2 ml *R* kloroformmal, majd 1–2 ml *R* vizet adunk hozzá. A kloroformos réteg vörösre színeződik.

A glioxálhidroxianil [glioxál-bisz(2-hidroxianil)] kalciumionokkal kloroformban oldódó, vörös színű kelátkomplexet képez. A  $\text{Ba}^{2+}$  és  $\text{Sr}^{2+}$  glioxálhidroxianillal szintén színes komplexet adnak, de ezek a komplexek kloroformban nem oldódnak. A nátrium-karbonát növeli a reakció szelektivitását, mert a zavaró bárium- és stronciumionokkal karbonátcsapadékot képez.



- b) Kb. 20 mg vagy előírt mennyiségű vizsgálandó anyagot 5 ml *R* ecetsavban oldunk. Az oldat 0,5 ml *R* kálium-[hexaciano-ferrát(II)]-oldattal elegyítve tiszta marad, de kb. 50 mg *R* ammónium-klorid hozzáadásakor fehér, kristályos csapadék válik ki belőle.

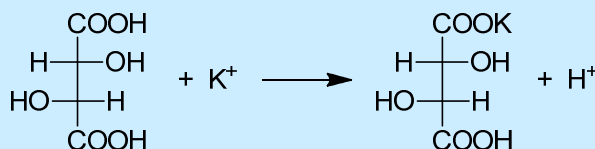
Ecetsavas oldatban, ammóniumionok jelenlétében diammonium-kalcium-[hexaciano-ferrát(II)] csapadék képződik. A  $\text{Ba}^{2+}$  és a  $\text{Mg}^{2+}$  hasonló csapadékot ad.



### Kálium

- a) 0,1 g vizsgálandó anyag 2 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot 1 ml *R* nátrium-karbonát-oldattal elegyítjük, majd melegítjük. Csapadék nem keletkezik. Akkor sem válik le csapadék, ha a még meleg oldathoz 0,05 ml *R* nátrium-szulfid-oldatot adunk. Az oldatot jeges vízben lehűtjük, és *R* borkősav 150 g/l töménységű oldatának 2 ml-ével elegyítjük. Lassanként fehér, kristályos csapadék válik le.

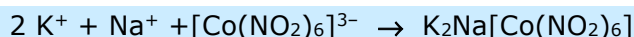
Az azonosítás első része kizárja a karbonát- vagy szulfidcsapadékot adó ionokat (pl. alkáliföldfém-, ill. nehézfém-ionok). A borkősav monokáliumsója csapadék, míg a dikáliumsó vízben jól oldódik. A reakcióhoz a gyógyszerkönyv L-borkősavat [(2*R*,3*R*)-2,3-dihidroxibutándisav] ír elő.



- b) Kb. 40 mg vizsgálandó anyag 1 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 1 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz 1 ml *R* hígított ecetsavat és *R* nátrium-[hexanitrito-kobaltát(III)] frissen készített, 100 g/l-es oldatából 1 ml-t elegyítünk. Azonnal sárga vagy narancssárga csapadék keletkezik.

Dikálium-nátrium-[hexanitrito-kobaltát(III)] csapadék képződik. Hasonló reakciót ad az ammóniumion is (a koncentrációviszonyoktól függően mono- és trikáliumsó is keletkezhethet, melyek vízben szintén rosszul oldódnak).

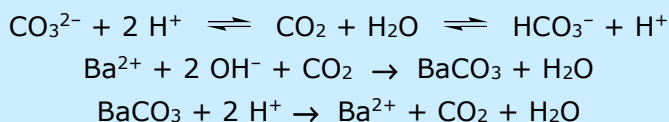




### Karbonátok és hidrogén-karbonátok

0,1 g vizsgálandó anyag 1 ml *R* vízzel készült szuszpenzióját vagy az előírt oldat 2 ml-ét kémcsőben 3 ml *R* hígított ecetsavval elegyítjük. A kémcsövet késedelem nélkül lezárjuk egy olyan dugóval, amelybe derékszögben kétszer meghajlított üvegcsövet illesztettünk. A reakcióelegyből pezsgés közben színtelen, szagtalan gáz fejlődik. A kémcső enyhe melegítése közben a képződő gázt 5 ml *R* bárium-hidroxid-oldatba vezetjük. Fehér csapadék keletkezik, amely *R1* sósav feleslegében feloldódik.

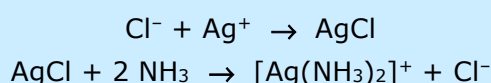
Az ecetsav hatására fejlődő szén-dioxidot bárium-hidroxid-oldatba vezetve bárium-karbonát csapadék képződik. A csapadék sósavban szén-dioxid fejlődés közben oldódik.



### Kloridok

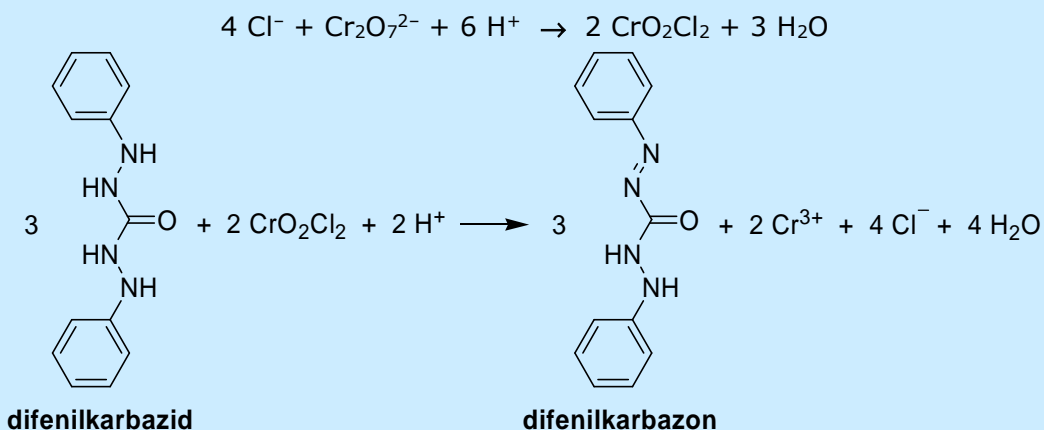
a) Kb. 2 mg kloridionnak ( $\text{Cl}^-$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 2 ml *R* vízzel készült oldatát, vagy az előírt oldat 2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot *R* hígított salétromsavval megsavanyítjuk, 0,4 ml *R1* ezüst-nitrát-oldattal összerázzuk, majd állni hagyjuk. Fehér, túros csapadék válik le. Centrifugálást követően a csapadékot háromszor 1 ml *R* vízzel mossuk. Ezt a műveletet tompított fényben gyorsan végezzük, és a felülúszó folyadék zavarosságát figyelmen kívül hagyjuk. A csapadékot 2 ml *R* vízben szuszpendáljuk. A csapadék – néhány nagyobb, lassan oldódó részecskétől eltekintve – 1,5 ml *R* ammónia-oldatban könnyen oldódik.

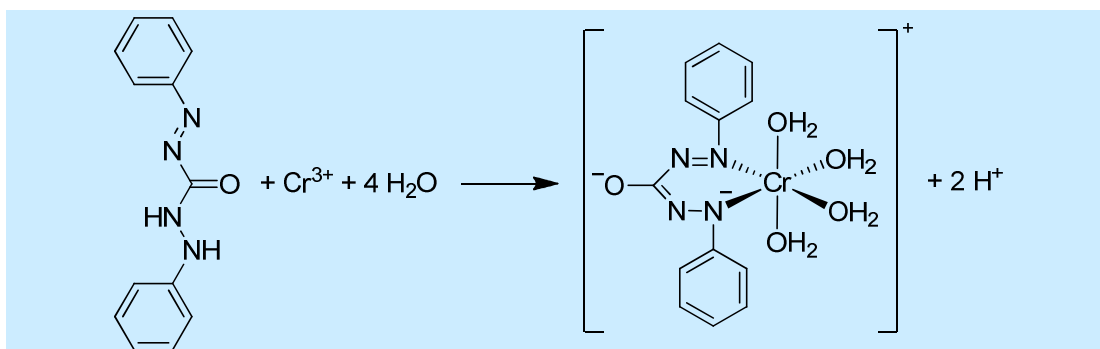
A képződő fehér, fényérzékeny ezüst-klorid csapadék ammóniában diammin-ezüst-komplex képződése közben oldódik.



b) Kb. 15 mg kloridionnak ( $\text{Cl}^-$ ) megfelelő vagy előírt mennyiségű vizsgálandó anyagot kémcsőben 0,2 g *R* kálium-dikromáttal és 1 ml *R* tömény kénsavval elegyítünk. A kémcső nyílása fölé egy 0,1 ml *R* difenilkarbazid-oldattal átitatott szűrőpapírcsíkot tartunk. Az átitatott szűrőpapír – amely nem érintkezhet a kálium-dikromáttal – ibolyásvörösre színeződik.

A kloridionokból savas közegben dikromáttal illékony kromil-klorid képződik, mely a difenilkarbazidot difenilkarbazonná oxidálja. A difenilkarbazon króm(III)-ionokkal színes komplexet képez.

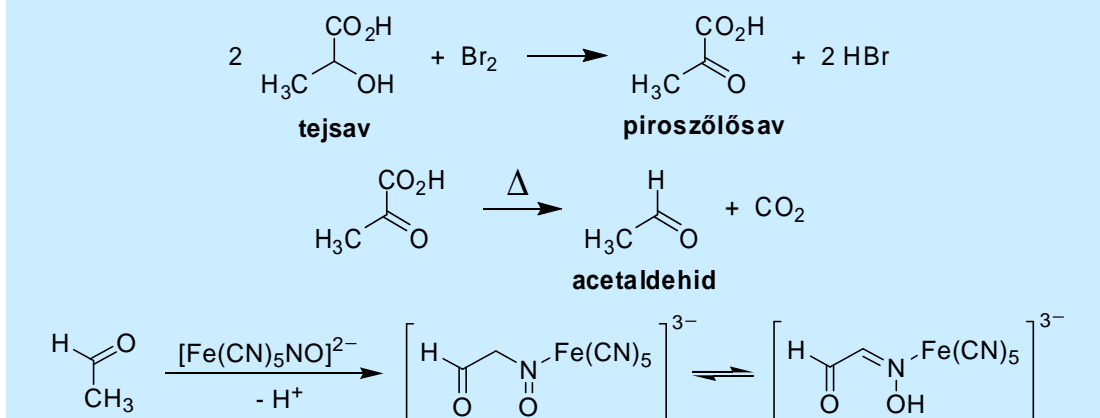




### Laktátok

Kb. 5 mg tejsavnak megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 5 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 5 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot 1 ml *R* brómos vízzel és 0,5 ml *R* hígított kénsavval elegyítjük, majd üvegbottal megkeverve, vízfürdőn elszíntelenedésig melegítjük. Az oldatot 4 g *R* ammónium-szulfáttal összekeverjük, majd keverés nélkül *R* nitroprusszid-nátrium *R* hígított kénsavas, 100 g/l töménységű oldatának 0,2 ml-ét csepegtetjük hozzá. A keverést továbbra is elkerülve, 1 ml *R* tömény ammónia-oldatot rétegzünk rá. 30 perc várakozás után a két folyadékréteg érintkezésénél sötétzöld gyűrű észlelhető.

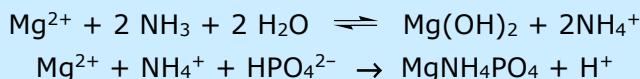
A laktátokból savas közegben felszabaduló tejsavat a brómos víz piroszőlőssavvá oxidálja, melyből decarboxileződéssel acetaldehid keletkezik. A lúgos közegben deprotonálódó acetaldehid nitroprusszid-nátriummal zöld színű komplexet képez (**LEGAL-reakció**).



### Magnézium

Kb. 15 mg vizsgálandó anyag 2 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz 1 ml *R*1 hígított ammónia-oldatot elegyítve fehér csapadék keletkezik, amely 1 ml *R* ammónium-klorid-oldat hozzáadására feloldódik. Az oldathoz 1 ml *R* dinátrium-hidrogén-foszfát-oldatot elegyítünk. Fehér, kristályos csapadék keletkezik.

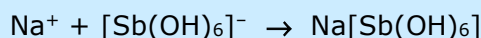
Ammóniaoldattal magnézium-hidroxid csapadék képződik, mely ammóniumionok hozzáadására – az egyensúlyi reakció balra tolódásával – feloldódik. Hidrogén-foszfát ionok hatására az oldatból magnézium-ammónium-foszfát csapadék válik le.



### Nátrium

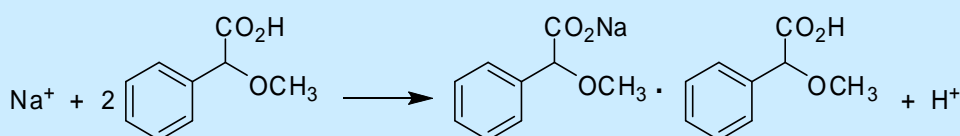
a) 0,1 g vizsgálandó anyag 2 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 2 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot *R* kálium-karbonát 150 g/l töménységű oldatának 2 ml-ével forrásig melegítjük. Csapadék nem keletkezik. Az oldathoz 4 ml *R* kálium-[hexahidroxo-antimonát(V)]-oldatot elegyítünk, és ismét forrásig melegítjük. Ezután jeges vízben hűtjük, és ha szükséges, a kémcső belső falát üvegbottal dörzsölgetjük. Fehér, sűrű csapadék keletkezik.

Az azonosítás első része kizárja a [hexahidroxo-antimonát(V)]-tal szintén reagáló, de karbonátsapadékot is adó ionokat (pl. alkáliföldfém-ionok). A nátrium-[hexahidroxo-antimonát(V)] túltelített oldat képzésére hajlamos, ezért kristálygóc-keltő üvegbotos dörzsöléssel elősegíthetjük a csapadék leválását.



- b) Kb. 2 mg nátriumionnak ( $\text{Na}^+$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 0,5 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 0,5 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz *R metoxifenilecetsav–reagens* 1,5 ml-ét elegyítjük, és 30 percen át jeges vízben hűtjük. Fehér, laza, kristályos csapadék keletkezik. A csapadékos folyadékot 20 °C-os vízfürdőbe helyezve, 5 percen át keverjük. A csapadék nem tűnik el, de 1 ml *R1 hígított ammónia–oldat* hozzáadásakor feloldódik, és 1 ml *R ammónium-karbonát–oldattól* sem válik le újból.

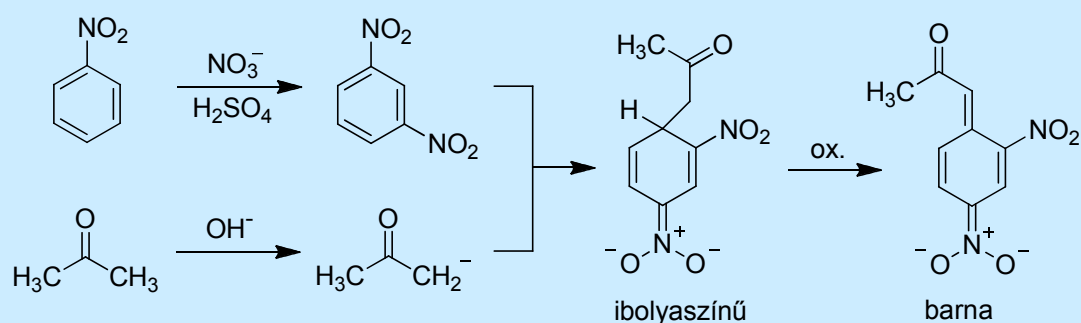
A nátriumionok racém  $\alpha$ -metoxifenilecetsavval 1 : 2 összetételű, hűtés közben lassan kristályosodó csapadékot adnak, mely ammóniában oldódik. A reakció specifikus, az V. kationosz-tály egyéb tagjai ( $\text{Li}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) nem zavarják.



### Nitrátok

Kb. 1 mg nitrátiónnak ( $\text{NO}_3^-$ ) megfelelő vagy előírt mennyiségű, elporított vizsgálandó anyagot 0,1 ml *R nitrobenzol* és 0,2 ml *R tömény kénsav* elegyéhez adunk. 5 perc várakozás után a keveréket jeges vízben lehűtjük. Kevergetés közben óvatosan 5 ml *R vizet*, majd 5 ml *R tömény nátrium-hidroxid–oldatot*, végül 5 ml *R acetont* elegyítünk hozzá. A keveréket összerázzuk és állni hagyjuk. A felső réteg sötétibolyára színeződik.

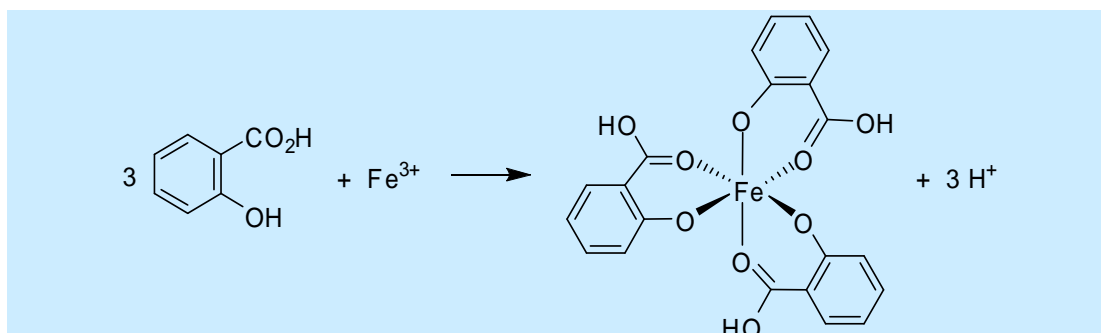
A nitrátió azonosítása (**PESEZ**-reakció) az aktív metilén-, ill. metilcsoportok kimutatására alkalmas **JANOVSKY-ZIMMERMANN**-reakción alapul. A nitrátiókból tömény kénsavban képződő salétromsav *meta*-helyzetben nitrálja a nitrobenzolt. A *m*-dinitrobenzol az erősen lúgos közegben deprotonálódó acetonnal ibolyaszínű, **MEISENHEIMER**-komplex-típusú vegyületet (**JANOVSKY**-termék) képez, mely a levegő oxigénjének hatására egy *para*-kinoidális szerkezetű, barna színű származékká (**ZIMMERMANN**-termék) oxidálódik. A reakció specifikus; nitrit-ionok nem adják.



### Szalicilátok

- a) Az előírt oldat 1 ml-éhez 0,5 ml *R1 vas(III)-klorid–oldatot* elegyítünk. Ibolya színeződés keletkezik, amely 0,1 ml *R ecetsav* hozzáadása után is megmarad.

Vas(III)-ionokkal háromligandumos kelátkomplex keletkezik, mely a karboxilcsoport részvétele miatt jóval stabilabb a vas(III)-ion fenolokkal képzett komplexeinél.



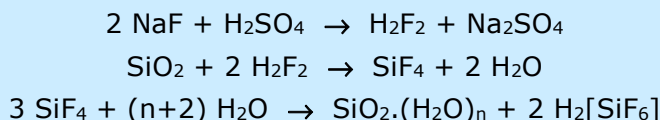
- b)** 0,5 g vizsgálandó anyag 10 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 10 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatból 0,5 ml *R tömény* sósav hozzáadására csapadék válik le. A forró *R* vízből átkristályosított és vákuumban szárított kristályok olvadáspontja (2.2.14): 156–161 °C.

Sósavas savanyításra az oldatból szalicilsav válik ki.

### Szilikátok

A vizsgálandó anyag előírt mennyiségéhez ólom- vagy platinatégelyben kb. 10 mg *R nátrium-fluoridot* és néhány csepp *R tömény kénsavat* adunk. Rézdrót segítségével híg péppé keverjük. A tégelyt lefedjük egy vékony, átlátszó műanyaglemezzel, melynek aljára egy csepp *R* vizet juttatunk. A tégelyt enyhén melegítjük. Rövid idő elteltével a vízcsepp körül fehér gyűrű keletkezik.

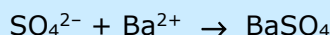
A fluoridsóból kénsavval felszabadított hidrogén-fluorid szilikácionokkal vagy szilícium-dioxid-dal illékony szilícium-tetrafluoridot képez, ami kovasav kiválása közben hidrolizál.



### Szulfátok

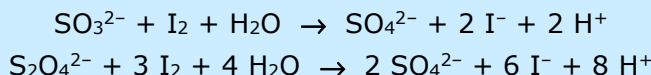
- a)** Kb. 45 mg vizsgálandó anyag 5 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 5 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz 1 ml *R hígított* sósavat és 1 ml *R1 bárium-klorid-oldat*ot elegyítünk. Fehér csapadék keletkezik.

Bárium-szulfát csapadék keletkezik. Savas közegben a  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$  és  $\text{PO}_4^{3-}$  nem adnak csapadékot báriumionokkal.

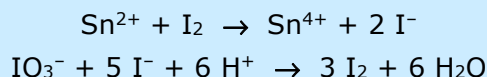


- b)** Az **a)** vizsgálatban nyert csapadékos folyadékhoz 0,1 ml 0,05 M *jód-mérőoldat*ot adva, a keverék sárga színe megmarad (különbség a szulfittól és a ditionittól), azonban elszíntelenedik, ha *R ón(II)-klorid-oldat*ot csepegtetünk hozzá (különbség a szelenáttól és a volframáttól).

A szulfát jóddal nem reagál; a szulfit és a ditionit azonban a jódot jodiddá redukálják.



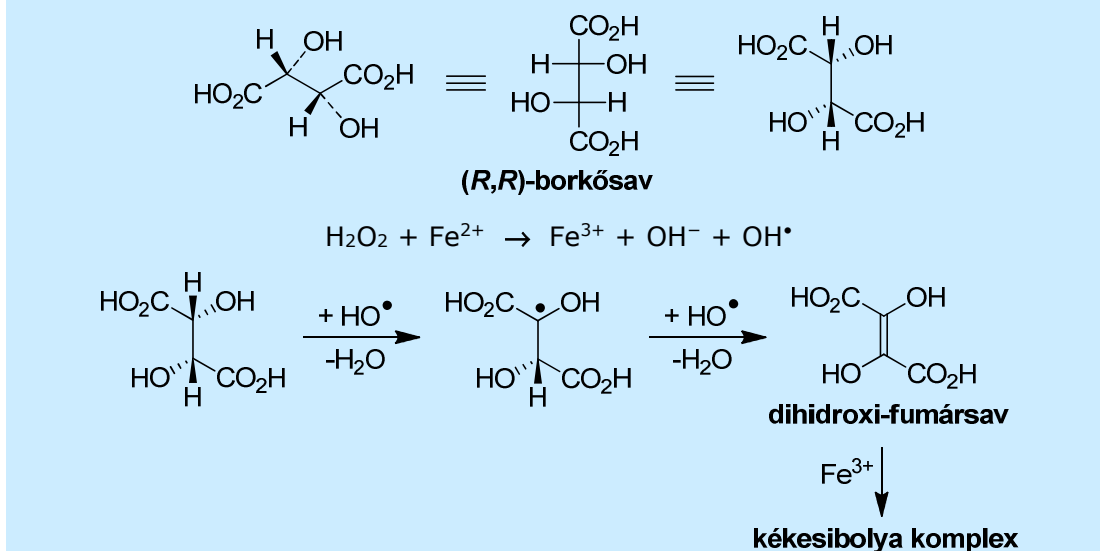
Az ón(II)-klorid ugyancsak jodiddá redukálja a jódot. Ez esetben az oldat elszíntelenedése a jódát jelenlétét is kizárja, mely jodiddal színproporcionálódással jodddá alakul. Szelenát vagy volframát jelenlétében színes redukciós termék: vörös szelén, ill. W(V)-tartalmú polianion (volfrámkék) képződik.



## Tartarátok

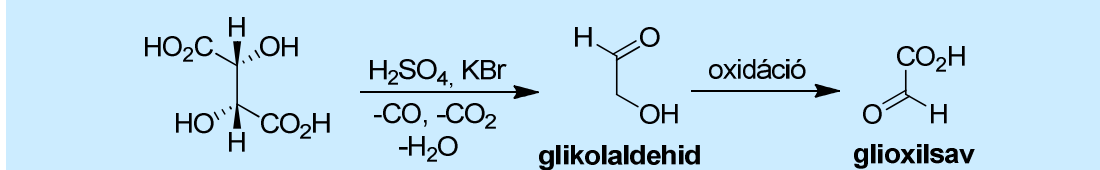
- a) Kb. 15 mg vizsgálandó anyag 5 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 5 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz *R* vas(II)-szulfát 10 g/l töménységű oldatának 0,05 ml-ét és *R* hígított hidrogén-peroxid-oldat 0,05 ml-ét elegyítjük. Múlékony, sárga színeződés észlelhető. Elszíntelenedés után az oldathoz *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot csepegtetünk. Ibolya, vagy bíbor szín keletkezik.

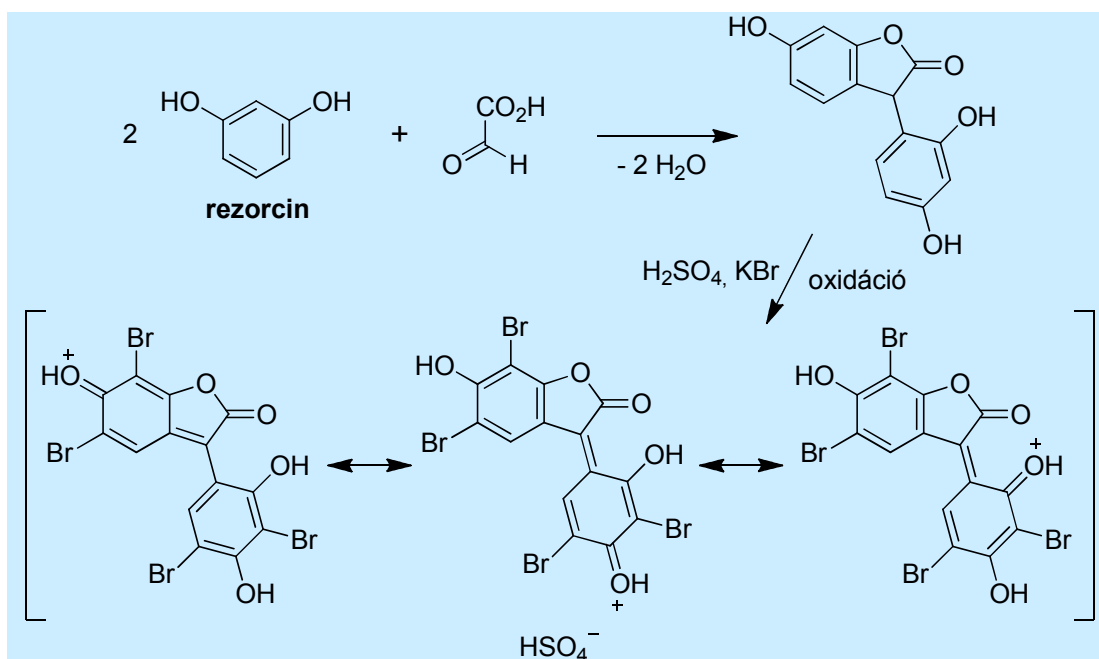
A tartarát vas(II)-ionok jelenlétében, hidrogén-peroxiddal dihidroxi-fumársavvá oxidálódik, mely lúgos közegben, vas(III)-ionokkal kékesibolya színű komplexet képez (**FENTON**-reakció).



- b) A milliliterenként kb. 15 mg borkósavnak megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyagot tartalmazó oldat vagy az előírt oldat 0,1 ml-ét vizsgáljuk. Az oldathoz *R* kálium-bromid oldatának (100 g/l) 0,1 ml-ét és *R* rezorcin oldatának (20 g/l) 0,1 ml-ét elegyítjük, majd 3 ml *R* tömény kénsavat is adunk hozzá. Az 5–10 percen át vízfürdőn melegített oldat sötétkékre színeződik. A lehűlt oldatot *R* vízbe öntve, a szín vörösre változik.

A borkósav dekarboxileződéssel, dekarbonileződéssel és vízvesztéssel glikolaldehiddé, majd ennek oxidációjával glioxilsavvá alakul. A glioxilsav két rezorcin molekulával difenilmetán-típusú laktonszarmazékká kondenzálódik. A laktón brómszubsztitúcióval képződő tetrabrómszarmazéka tömény kénsavban kinoidális szerkezetű, kék oxóniumsó formájában van jelen.

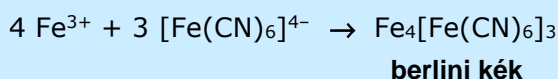
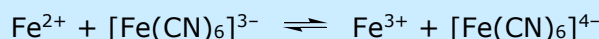
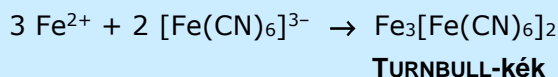




### Vas

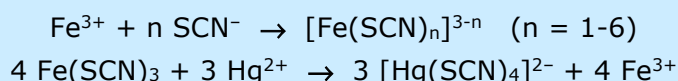
- a) Kb. 10 mg vasionnak ( $\text{Fe}^{2+}$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 1 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 1 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot 1 ml *R* kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-oldattal elegyítjük. Kék színű csapadék keletkezik, amely 5 ml *R* hígított sósav hozzáadására nem oldódik.

A vas(II)-ionok gyengén savas közegben, [hexaciano-ferrát(III)]-tal **TURNBULL-kék** csapadékat képeznek. A főreakció mellett azonban vas(III)- és [hexaciano-ferrát(II)]-ionokat eredményező redoxireakció is végbemegy, a keletkező ionok berlini kék csapadékként leválnak.



- b) Kb. 1 mg vasionnak ( $\text{Fe}^{3+}$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 30 ml *R* vízzel készült oldatát vizsgáljuk. Az oldat 3 ml-ét, illetve az előírt oldat 3 ml-ét 1 ml *R* hígított sósavval és 1 ml *R* kálium-tiocianát-oldattal elegyítjük. Az elegy vörösre színeződik. Az elegy 1 ml-éhez 5 ml *R* izopentil-alkoholt és 5 ml *R* étert adunk. Összerázzuk, és állni hagyjuk. A szerves réteg rózsaszínre színeződik. Az elegy másik 1 ml-éhez 2 ml *R* higany(II)-klorid-oldatot adunk. A vörös szín eltűnik.

A vas(III)- és rodanidionok koncentrációjától függően, változó összetételű, vörös vas(III)-rodanid komplex keletkezik. A töltés nélküli vas(III)-rodanid apoláros oldószerekben is jól oldódik. A vas(III)-komplex higany(II)-ionok hozzáadására a stabilabb, szintelen [tetratiocianátomerkurát(II)]-komplexszé alakul át (az egyenletben a töltés nélküli vas(III)-komplex szerepel).



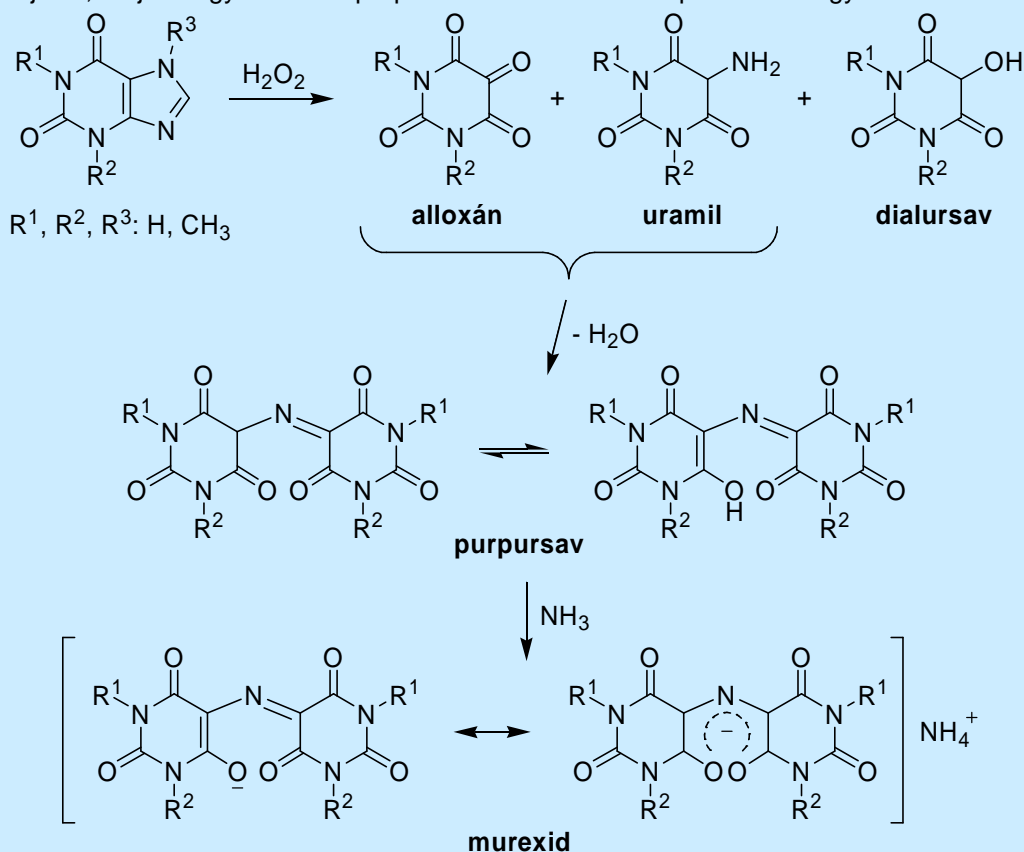
- c) Legalább 1 mg vasionnak ( $\text{Fe}^{3+}$ ) megfelelő mennyiségű vizsgálandó anyag 1 ml *R* vízzel készült oldatát vagy az előírt oldat 1 ml-ét vizsgáljuk. Az oldatot 1 ml *R* kálium-[hexaciano-ferrát(II)]-oldattal elegyítjük. Kék színű csapadék keletkezik, amely 5 ml *R* hígított sósav hozzáadására nem oldódik.

A vas(III)-ionok gyengén savas közegben, hexaciano-ferrát(II)-tal berlini kék csapadékat képeznek (lásd az a) pont magyarázata).

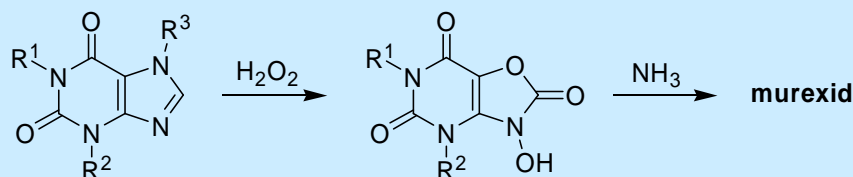
### Xantin-származékok

A vizsgálandó anyag néhány mg-jához vagy előírt mennyiségéhez 0,1 ml *R* *tömény hidrogén-peroxid-oldatot* és 0,3 ml *R* *hígított sósavat* adunk. A keveréket vízfürdőn szárazra párologtatjuk. A sárgásvörös maradék 0,1 ml *R2* *hígított ammónia-oldat* hozzáadására ibolyásvörös színűre változik.

A xantinszármazékok murexid képződésén alapuló csoportreakcióját korábban az oxidációs/hidrolitikus lebontással keletkező pirimidinszármazékok (alloxán, uramil, dialursav) kondenzációjával, majd az így kialakuló purpursav ammóniumsó-képzésével magyarázták.



Újabb vizsgálatok szerint a murexid kialakulása nem a fenti pirimidinszármazékokon keresztül, hanem a xantink hidrogén-peroxidos reakciójában szintén keletkező oxazolo[4,5-d]pirimidin-vázis oxidációs termékek ammóniás reakciójával történik.



Az 1,3-helyzetben különbözőképpen szubsztituált xantinszármazékokból a megfelelő *N*-szubsztituált murexidek keletkeznek, amelyek egyaránt bíborvörös színűek.

#### 2.3.4. Szag

0,5–2,0 g vizsgálandó anyagot 6–8 cm átmérőjű óraüvegen vékony rétegben szétterítünk. Az anyag szagát vagy szagtalanóságát 15 perc elteltével állapítjuk meg.

## 2.4. Határérték-vizsgálatok

### 2.4.1. Ammónium

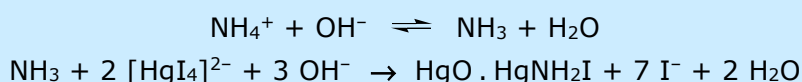
Ha nincs más előírás, az **A.** módszert alkalmazzuk.

#### A. módszer

Az előírt oldat megfelelő mennyiségét kémcsőbe mérjük, illetve a vizsgálandó anyag előírt mennyiségét kémcsőben 14 ml *R* vízben oldjuk. Az oldatot szükség esetén *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattal meglúgosítjuk, majd *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk. Az oldathoz 0,3 ml *R* lúgos kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldatot elegyítünk. Az összehasonlító oldatot 10 ml *R* ammónium-mértékoldat (1 ppm NH<sub>4</sub><sup>+</sup>), 5 ml *R* víz és 0,3 ml *R* lúgos kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldat elegyítésével készítjük. A kémcsöveket dugóval lezárjuk.

5 perc elteltével a vizsgálati oldatban észlelt sárga színeződés nem lehet erősebb, mint az ammónium-mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldatban.

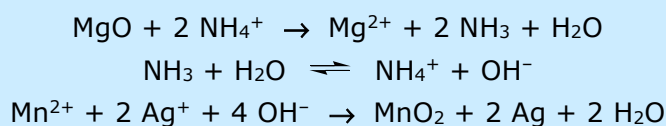
Az ammóniumsók ből lúgos oldatban felszabaduló ammónia lúgos kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldattal (**NESSLER**-reagens) barna bázisos higany-amidojodidot képez (a bázisos higany-amidojodid kis mennyisége sárga színeződésként észlelhető).



#### B. módszer

A finoman elporított vizsgálandó anyag előírt mennyiségét 25 ml-es, fedéllel ellátott edénykébe mérjük és 1 ml *R* vízben oldjuk, illetve szuszpendáljuk. 0,30 g *R* nehéz magnézium-oxidot adunk hozzá, majd miután egy 5x5 mm méretű, néhány csepp *R* vízzel megnedvesített *R* ezüst-mangán-papírdarabkát helyeztünk a polietilénfedél alá, az edénykét haladéktalanul lefedjük, és ezt követően óvatosan – a folyadék felfreccsenését elkerülve – megrázogatjuk, majd 30 percen át 40 °C-on állni hagyjuk. Az esetleg szürkére színeződött *R* ezüst-mangán-papírdarabka színeződése nem lehet erősebb, mint az egyidejűleg és azonos módon végzett összehasonlító vizsgálat során észlelt színeződés. Az összehasonlító vizsgálatot az előírt térfogatú *R* ammónium-mértékoldat (1 ppm NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) 1 ml *R* víz és 0,30 g *R* nehéz magnézium-oxid keverékével végezzük.

Ammóniumsók oldatából magnézium-oxid hatására ammónia szabadul fel, ami a megnedvesített ezüst-mangán-papírdarabkán (MnSO<sub>4</sub>-tal és AgNO<sub>3</sub>-tal átitatott szűrőpapír) pH-változást (lúgosodás) okoz. A pH-változás következtén a két reagens között oxidoredukció indul be, amely barna mangán(IV)-oxid (barnakő) és fekete fémezüst kiválását okozza.



### 2.4.2. Arzén

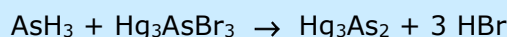
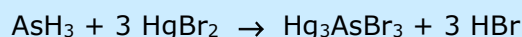
#### A. módszer

A vizsgálathoz 100 ml-es üveg dugós Erlenmeyer-lombikot használunk, amelynek csiszolatos dugóján egy kb. 200 mm hosszú és 5 mm belső átmérőjű üvegcső halad át (2.4.2.-1. ábra: méretek milliméterben). Az üvegcső alul egy 1,0 mm belső átmérőjű kapillárisban végződik, melynek nyílása felett 15 mm-rel egy 2–3 mm átmérőjű oldalnyílás található. Ennek az oldalnyílásnak legalább 3 mm-rel a dugó legalsó pontja alatt kell lennie. Az üvegcső felső pereme tökéletesen sík, lecsiszolt és a tengelyre merőleges. Erre illeszthető és – két spirálrugó segítségével – rögzíthető egy másik, azonos belső átmérőjű, 30 mm hosszú, hasonlóképpen lecsiszolt peremű cső. Az alsó csőbe *R* ólom(II)-acetátos vattából készített, 50–60 mg-os, laza pamatot vagy kisméretű vattacsomóra helyezett, 50–60 mg-os, összegöngyölt *R* ólom(II)-acetátos papírszeletet teszünk. A két cső csiszolt peremei közé egy, a nyílást teljesen elfedő 15 x 15 mm-es), *R* higany(II)-bromidos papírból készített korong- vagy négyzet alakú lapot helyezünk. A vizsgálandó anyag



előírt mennyiségét az Erlenmeyer lombikban 25 ml *R* vízben oldjuk, illetve ha oldatot vizsgálunk, annak térfogatát *R* vízzel 25 ml-re egészítjük ki. Az oldathoz 15 ml *R* tömény sósavat, 0,1 ml *R* ón(II)-klorid-oldatot és 5 ml *R* kálium-jodid-oldatot elegyítünk. 15 perc elteltével 5 g *R* aktivált cinket szórunk az oldatba. A készüléket késedelem nélkül összeszereljük és a lombikot vízfürdőbe állítjuk. A vízfürdő hőmérsékletét úgy szabályozzuk, hogy a gázfejlődés egyenletes legyen. Az összehasonlító vizsgálatot azonos módon, de *R* vízzel 25 ml-re hígított, 1 ml *R* arzén-mértékoldattal (1 ppm As<sup>3+</sup>) végezzük. A bekövetkező változásokat leghamarabb 2 óra elteltével hasonlíthatjuk össze. A vizsgálandó anyaghoz használt higany(II)-bromidos papír színeződése nem lehet erősebb, mint amelyet az összehasonlító vizsgálat során észlelünk.

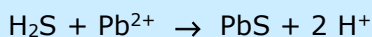
Savas közegben a cink az arzenit- és arzenátionokat arzénhidrogénné (arzin) redukálja. Az arzénhidrogén higany(II)-bromiddal előbb sárga higany(II)-arzenid-tribromidot, majd barna higany(II)-arzenidet képez.



A reakcióelegyhez adott jodid és ón(II)-klorid elősegítik az arzenátionok redukcióját.



A minta szulfidszennyezéséből savas közegben esetlegesen fejlődő kénhidrogént a készülék alsó üvegcsövébe helyezett ólom(II)-acetátos vatta fekete ólom(II)-szulfid csapadékként megköti.



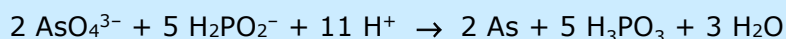
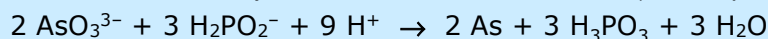
A kénhidrogén zavarná az arzénszennyezés kimutatását, mivel a higany(II)-bromidos korongon fekete higany(II)-szulfidot képezne.

## B. módszer

A vizsgálandó anyag előírt mennyiségét egy 4 ml *R* tömény sósavat és kb. 5 mg *R* kálium-jodidot tartalmazó kémcsőbe mérjük és az oldathoz 3 ml *R* hipofoszfít-reagenst elegyítünk. Az elegyet – időnként rázogatva – 15 percig vízfürdőn melegítjük.

Az összehasonlító oldatot azonos módon, de 0,5 ml *R* arzén-mértékoldatból (10 ppm As<sup>3+</sup>) kiindulva készítjük. A melegítést követően a vizsgálati oldatban észlelt színeződés nem lehet erősebb, mint az arzén-mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldatban.

A hipofoszfít elemi arzénné redukálja az arzenit- és arzenátionokat (THIELE-próba).

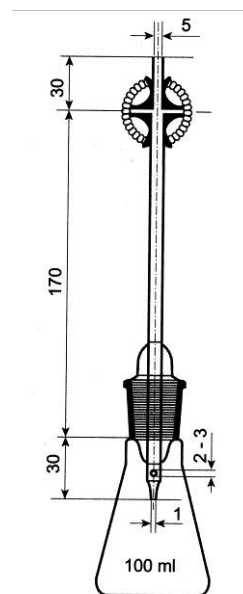


A reakcióelegyhez adott jodid az arzenátionokat arzenitté redukálja (lásd az A. módszer magyarázata).

### 2.4.3. Kalcium

A vizsgálathoz kizárólag *R* desztillált vízzel készült oldatok használhatók.

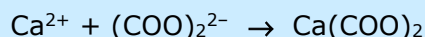
0,2 ml *R* alkoholos kalcium-mértékoldatot (100 ppm Ca<sup>2+</sup>) 1 ml *R* ammónium-oxalát-oldattal elegyítünk. 1 perc múlva hozzáöntjük az előírt oldatot, vagy 1 ml *R* hígított ecetsav és a vizsgálandó anyag előírt mennyiségét tartalmazó 15 ml oldat elegyét, és jól összerázzuk. Az összehasonlító oldatot azonos módon, de 10 ml *R* vizes kalcium-mértékoldattal (10 ppm Ca<sup>2+</sup>), 1 ml *R* hígított ecetsavval és 5 ml *R* desztillált



2.4.2.-1. ábra

vízzel készítjük. 15 perc elteltével a vizsgálati oldatban észlelt opaleszcencia nem lehet erősebb, mint a kalcium–mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldatban.

A  $\text{Ca}^{2+}$  oxaláttal fehér kalcium-oxalát csapadékot képez, mely esetsavban nem oldódik.



#### 2.4.4. Klorid

Az előírt oldat 15 ml-ét 1 ml *R hígított salétromsavval* elegyítjük, és ezt az elegyet egy mozdulattal egy 1 ml *R2 ezüst-nitrát-oldatot* tartalmazó kémcsőbe öntjük.

Az összehasonlító oldatot azonos módon, de 10 ml *R klorid-mértékoldat (5 ppm Cl<sup>-</sup>)* és 5 ml *R víz* elegyből kiindulva készítjük. Az oldatokat tartalmazó kémcsöveket fénytől védett helyre tesszük és 5 perc elteltével oldalnézetben, fekete háttér előtt hasonlítjuk össze. A vizsgálati oldatban észlelt opaleszcencia nem lehet erősebb, mint a klorid–mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldaté.

A vizsgálat ezüst-klorid csapadék képzésén alapul.

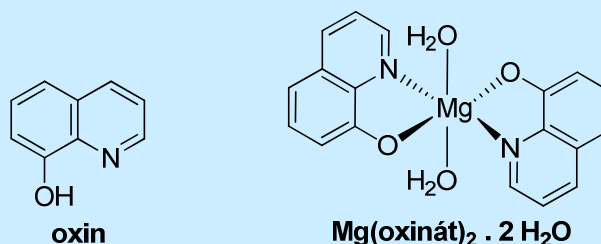
#### 2.4.6. Magnézium

Az előírt oldat 10 ml-éhez 0,1 g *R dinátrium-tetraborátot* szórunk. Az oldat pH-ját – szükség esetén – *R hígított sósav* vagy *R hígított nátrium-hidroxid-oldat* segítségével 8,8–9,2-re állítjuk be. Ezután *R hidroxikinolin* 1 g/l töménységű *R kloroformos* oldatának 5–5 ml-ével 1–1 percig rázogatójuk. Megvárjuk a fázisok elkülönülését, majd a szerves fázisokat elöntjük. A vizes fázishoz 0,4 ml *R butil-amint* és 0,1 ml *R trietanolamint* mérünk. Az oldat pH-ját – szükség esetén – 10,5–11,5-re állítjuk be, majd a kloroformos hidroxikinolin–oldat 4 ml-ével 1 percig rázogatójuk. Megvárjuk a fázisok elkülönülését. A vizsgálatához az alsó fázist használjuk.

Az összehasonlító oldatot azonos módon, de 1 ml *R magnézium-mértékoldat (10 ppm Mg<sup>2+</sup>)* és 9 ml *R víz* elegyével készítjük. A vizsgálati oldatban észlelt színeződés nem lehet erősebb, mint a magnézium–mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldatban.

A 8-hidroxikinolin (oxin) számos fémmel képez vízben rosszul oldódó komplexet, melyek a pH-tól függően apoláros oldószerekben (pl. kloroform) is oldódnak. A vizsgálat első részében (8,8–9,2 pH értéken)  $\text{Mg}(\text{oxinát})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  összetételű, kloroformban nem oldódó komplex képződik. Butil-amin hozzáadására valószínűleg  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{NH}_3^+ [\text{Mg}(\text{oxinát})_3]^-$  összetételű, halványsárga komplex keletkezik, mely 10,5–11,5 pH értéken kloroformba is átrázható.

Az oxinnal szintén komplexet adó egyéb ionok zavaró hatását a 8,8–9,2 pH értéken végzett kloroformos extrakcióval, valamint a trietanolammal történő vízdékony komplexképzéssel (maszkírozás) küszöböljük ki.



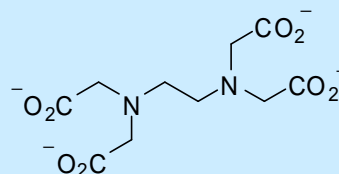
#### 2.4.7. Magnézium és egyéb alkáliföldfémek

200 ml *R vízben* 0,1 g *R hidroxilamin-hidrokloridot* oldunk, majd az oldathoz 10 ml *R ammónium-klorid-tompítóoldatot* (pH 10) és 1 ml 0,1 M *cink-szulfát-mérőoldatot* elegyítünk, végül kb. 15 mg *R eriokrómfekete-T-porhígítást* szórunk bele. A kb. 40 °C-ra melegített, ibolyaszínű oldatot 0,01 M *nátrium-edetát-mérőoldattal* kék színig titráljuk. A vizsgálandó anyag előírt mennyiségének 100 ml *R vízzel* készült oldatát – vagy az előírt oldatot – a megtitrált oldathoz elegyítjük. Amennyiben az oldat ibolyaszínűre változik, 0,01 M *nátrium-edetát-mérőoldattal* ismét kék színig titráljuk. A második titrálás során fogyott 0,01 M *nátrium-edetát-mérőoldat* térfogata nem haladhatja meg az előírt mennyiséget.

A magnézium- és egyéb alkáliföldfém ionok mennyiségét enyhén lúgos oldatban, komplexometriás titrálással határozzuk meg. A meghatározás során fémion-EDTA komplexek képződnek ( $M^{2+} = Zn^{2+}, Mg^{2+}, Ca^{2+}, \text{stb.}$ ).



$Y^{4-}$ :



### 2.4.8. Nehézfémek

A következőkben leírt módszerek *R tioacetamid reagens* használatát igénylik. Úgy is eljárhatunk, hogy *R1 nátrium-szulfid-oldatot* (0,1 ml) alkalmazunk. A cikkelyekben előírt vizsgálatok *R tioacetamid reagens* felhasználására vannak kifejlesztve, ezért, amennyiben ehelyett *R1 nátrium-szulfid-oldatot* használunk, az **A.** módszert ellenőrző oldat vizsgálatával is kiegészítjük. Az ellenőrző oldatot a vizsgálandó anyagnak a vizsgálathoz előírt mennyiségével készítjük, és ehhez az ólom-mértékoldat azon mennyiségét adjuk, amely az összehasonlító oldat készítéséhez van előírva. A vizsgálat csak abban az esetben értékelhető, ha az ellenőrző oldat színeződése legalább olyan erős, mint az összehasonlító oldaté.

#### A. módszer

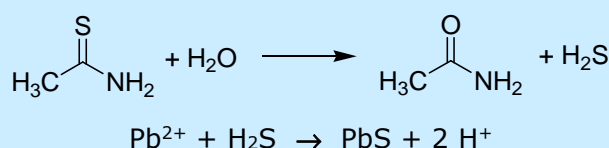
*Vizsgálati oldat.* A vizsgálandó anyag előírt vizes oldatának 12 ml-e.

*Összehasonlító oldat (standard).* Az előírástól függően *R ólom-mértékoldat* (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) vagy *R ólom-mértékoldat* (2 ppm  $Pb^{2+}$ ) 10 ml-ének és a vizsgálandó anyag előírás szerint készült vizes oldata 2 ml-ének elegye.

*Üres oldat.* 10 ml *R víz* és a vizsgálandó anyag előírás szerint készült vizes oldata 2 ml-ének elegye.

Mindegyik oldathoz 2 ml *R tompítóoldatot* (pH 3,5) elegyítünk, majd 1,2 ml *R tioacetamid reagenst* adunk hozzájuk. Az oldatokat késedelem nélkül elegyítsük. Az oldatokat 2 perc múlva vizsgáljuk. A vizsgálat csak abban az esetben értékelhető, ha az összehasonlító oldat – az üres oldathoz hasonlítva – gyenge barna színeződést mutat. A vizsgálandó anyag akkor felel meg a vizsgálat követelményének, ha a vizsgálati oldat barna színeződése nem erősebb az összehasonlító oldaténál.

A tioacetamid hidrolízisével kénhidrogén keletkezik, mely savas közegben nehézfém-ionokkal (pl.  $Pb^{2+}, Hg^{2+}, Ni^{2+}, Fe^{2+}, \text{stb.}$ ) fekete vagy barnásfekete színű szulfidcsapadékot képez. A nátrium-szulfiddal végzett, alternatív vizsgálat szintén szulfidcsapadék-képzésen alapul.

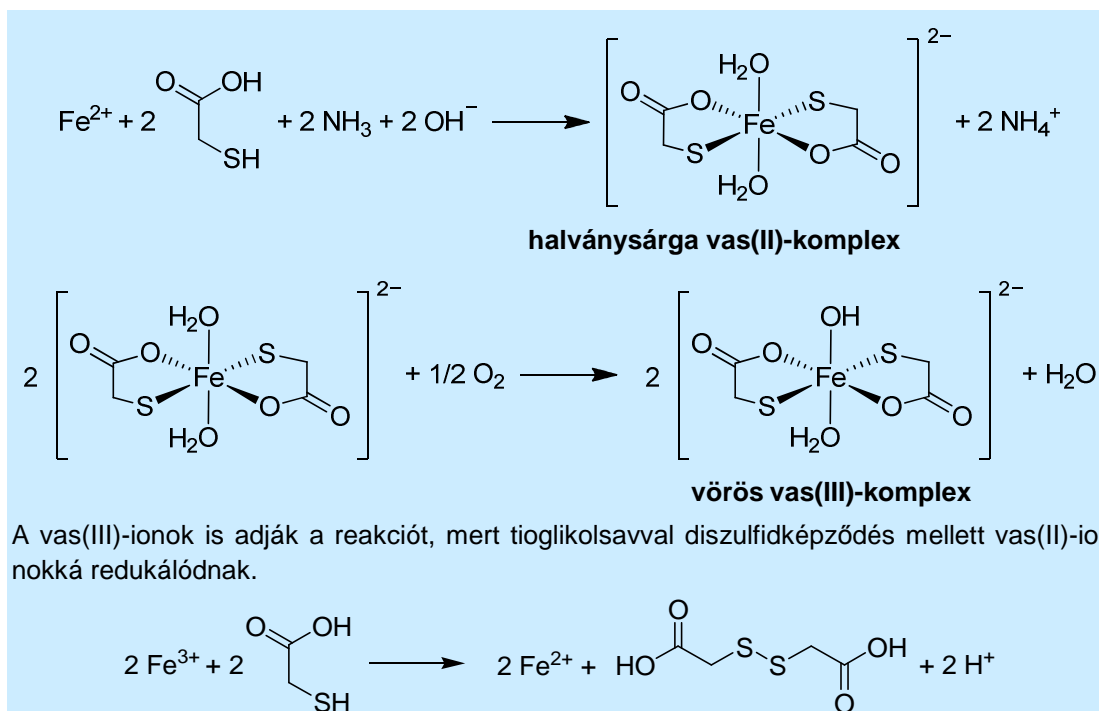


### 2.4.9. Vas

A vizsgálandó anyag előírt mennyiségét *R vízzel* vagy az előírt oldószerrel 10 ml-re oldjuk vagy az előírt oldat 10 ml-ét használjuk. *R citromsav* 200 g/l töménységű oldatának 2 ml-ét és *R tioglikolsav* 0,1 ml-ét elegyítjük hozzá. Az oldatot *R ammónia-oldattal* meglúgosítjuk és *R vízzel* 20 ml-re hígítjuk. Az összehasonlító oldatot azonos módon, de 10 ml *R vas-mértékoldattal* (1 ppm  $Fe^{2+}/Fe^{3+}$ ) készítjük.

5 perc elteltével a vizsgálati oldatban észlelt rózsaszínű színeződés nem lehet erősebb, mint a vas-mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldatban.

A tioglikolsav vas(II)-ionokkal színtelen-halványsárga vas(II)-tioglikolát-komplexet képez, melyből a levegő oxigénjének hatására vörös vas(III)-komplex képződik. A  $Co^{2+}$  hasonló reakciót ad. Citromsavval a vas- és más nehézfém-hidroxidok leválását akadályozzuk meg.



#### 2.4.11. Foszfát

100 ml vizsgálati oldathoz – melyet ha szükséges, az előírás szerint semlegesítettünk – 4 ml *R3 szulfomolibdenát–reagenst* adunk. Az oldatot összerázzuk, majd 0,1 ml *R1 ón(II)-klorid–oldattal* elegyítjük.

Az összehasonlító oldatot azonos módon, de 2 ml *R foszfát–mértékoldat* (5 ppm  $\text{PO}_4^{3-}$ ) és 98 ml *R víz* elegyből kiindulva készítjük. A színösszehasonlítást 10 perc elteltével, 20–20 ml oldattal végezzük. A vizsgálati oldatban észlelt színeződés nem lehet erősebb, mint a foszfát–mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldatban.

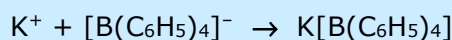
Szulfomolibdenát–reagenssel (kénsavas ammónium-molibdenát–oldat) a foszfátionok foszformolibdénsavat ( $\text{H}_3[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}]$ ) képeznek, melyet az ón(II)-klorid molibdénkékké redukál. A molibdénkék bonyolult szerkezetű, 154 molibdénatomot tartalmazó, gyűrűs zárványkomplex.

#### 2.4.12. Kálium

Az előírt oldat 10 ml-éhez *R nátrium-[tetrafenil-borát]* frissen készült, 10 g/l-es oldatának 2 ml-ét elegyítjük.

Az összehasonlító oldatot azonos módon, de 5 ml *R kálium–mértékoldat* (20 ppm  $\text{K}^+$ ) és 5 ml *R víz* elegyből kiindulva készítjük. 5 perc elteltével a vizsgálati oldatban észlelt opaleszcencia nem lehet erősebb, mint a kálium–mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldatban.

Káliumionok jelenlétében vízben rosszul oldódó kálium-[tetrafenil-borát] keletkezik.



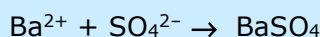
#### 2.4.13. Szulfát

A vizsgálathoz kizárólag *R desztillált vízzel* készült oldatok használhatók.

*R bárium-klorid* 250 g/l-es oldatának 3 ml-ét 4,5 ml *R1 szulfát–mértékoldathoz* (10 ppm  $\text{SO}_4^{2-}$ ) elegyítjük. Az oldatot összerázzuk, majd 1 perc várakozás után az előbbi szuszpenzió 2,5 ml-éhez 15 ml előírt oldatot és 0,5 ml *R ecetsavat* elegyítjük. Az összehasonlító oldatot azonos módon készítjük, azzal az eltéréssel, hogy az előírt oldat helyett 15 ml *R szulfát–mértékoldatot* (10 ppm  $\text{SO}_4^{2-}$ ) alkalmazunk.

5 perc elteltével a vizsgálati oldatban észlelt opaleszcencia nem lehet erősebb, mint a szulfát–mértékoldatot tartalmazó összehasonlító oldatban.

A vizsgálat a savakban gyakorlatilag oldhatatlan bárium-szulfát csapadék képzésén alapul.



## 2.5. Tartalmi meghatározások

### 2.5.11. Komplexometriás titrálások

#### Bizmut

Az előírt oldatot 500 ml-es Erlenmeyer-lombikban *R* vízzel 250 ml-re hígítjuk. Az így kapott oldathoz – ha más előírás nincs – rázogatás közben addig csepegtetünk *R tömény ammónia*-oldatot, míg az elegy meg nem zavarosodik. 0,5 ml *R tömény salétromsav* hozzáadása után az oldatot kb. 70 °C-on teljes feltisztulásig melegítjük. Indikátorként kb. 50 mg *R xilénolnarancs–porhígítást* alkalmazva, az oldatot 0,1 M nátrium-edetát–mérőoldattal addig titráljuk, míg színe rózsaszínes-ibolyából sárgára változik.

1 ml 0,1 M nátrium-edetát–mérőoldattal 20,90 mg Bi egyenértékű.

#### Cink

Az előírt oldatot 500 ml-es Erlenmeyer-lombikban *R* vízzel 200 ml-re hígítjuk. Az így kapott oldathoz kb. 50 mg *R xilénolnarancs–porhígítást* és annyi *R hexametiléntetramint* adunk, hogy színe ibolyás-rózsaszínű legyen. Az oldatba még további 2 g *R hexametiléntetramint* szórunk. Az ibolyás-rózsaszínű oldatot 0,1 M nátrium-edetát–mérőoldattal sárga színig titráljuk.

1 ml 0,1 M nátrium-edetát–mérőoldattal 6,54 mg Zn egyenértékű.

#### Kalcium

Az előírt oldatot 500 ml-es Erlenmeyer-lombikban *R* vízzel 300 ml-re hígítjuk. Az így kapott oldathoz 6,0 ml *R tömény nátrium-hidroxid*-oldatot és kb. 200 mg *R kalkonkarbonsav–porhígítást* adunk. Az oldatot 0,1 M nátrium-edetát–mérőoldattal addig titráljuk, amíg színe ibolyaszínről teljesen kékre változik.

1 ml 0,1 M nátrium-edetát–mérőoldattal 4,008 mg Ca egyenértékű.

#### Magnézium

Az előírt oldatot 500 ml-es Erlenmeyer-lombikban *R* vízzel 300 ml-re hígítjuk. Az így kapott oldathoz 10 ml *R ammónium-klorid–tompítóoldatot* (pH = 10) és kb. 50 mg *R eriokrómfekete-T–porhígítást* adunk. Az oldatot kb. 40 °C-ra melegítjük és ezen a hőmérsékleten tartva 0,1 M nátrium-edetát–mérőoldattal addig titráljuk, amíg színe ibolyaszínről teljesen kékre változik.

1 ml 0,1 M nátrium-edetát–mérőoldattal 2,431 mg Mg egyenértékű.

### 2.5.12. Víztartalom meghatározása félmikro módszerrel

A víz félmikro-meghatározása a víz, a kén-dioxid és a jód közötti kvantitatív reakción alapul, amely megfelelő vízmentes közegben, kellő tompító kapacitással rendelkező bázis jelenlétében megy végbe.

Víz meghatározás **KARL FISCHER** szerint – A kén-dioxid elemi jóddal történő reakciójához sztöchiometrikus mennyiségű vízre van szükség. A reakció lejátszódásának mértékét a meghatározandó mintában lévő víz mennyisége szabja meg. A vízmentes szerves oldószerrel (pl. metanol) készült titráló oldat bázishoz (pl. piridin) kötött kén-dioxidot és jódot tartalmaz.



## 2.9. Gyógyszertechnológiai vizsgálati módszerek

### 2.9.34. Porok tömörítetlen és tömörített sűrűsége

#### Tömörítetlen sűrűség

Tömörítetlen sűrűségnek nevezzük a tömörítetlen porminta tömegének és térfogatának hányadosát; a térfogathoz tartozónak tekintjük a részecskék közti üregeket is. Ezért a tömörítetlen porok sűrűsége nem csak az egyes porrészecskék sűrűségétől, hanem a részecskéknek a porágyon belüli, térbeli elrendeződésétől is függ. Mivel a méréseket mérőhengerrel végezzük, a tömörítetlen porok sűrűségét g/ml-ben fejezzük ki annak ellenére, hogy az SI egység a  $\text{kg/m}^3$  ( $1 \text{ g/ml} = 1000 \text{ kg/m}^3$ ). A  $\text{g/cm}^3$  egység is használható.

A tömörítetlen porok tulajdonságai függenek a minta készítésétől, kezelésétől és tárolásától. A por különböző betöltése a tömörítetlen sűrűség-értékek széles skáláját eredményezheti, és a porágy legkisebb megbolygatása megváltoztathatja a tömörítetlen sűrűséget. Ebből következik, hogy a tömörítetlen porok sűrűségét többnyire igen nehéz reprodukálható módon meghatározni, és a vizsgálati jegyzőkönyvben az eredmények mellett elengedhetetlen a meghatározás módjának feltüntetése is.

A porok tömörítetlen sűrűségének meghatározásához vagy ismert tömegű, s esetenként átszítált porminta térfogatát mérjük mérőhenger segítségével (1. módszer), vagy ismert térfogatú, voluméteren keresztül pohárba töltött (2. módszer), vagy mérőedénybe juttatott (3. módszer) por tömegét mérjük.

*Az 1. és a 3. módszert részesítjük előnyben.*

#### 1. módszer: Meghatározás mérőhengerrel

*Vizsgálat.* A vizsgálathoz szükséges mennyiségű port szükség esetén átszítáljuk egy legalább 1,0 mm-es fonálközű szitán, hogy a tárolás során esetleg csomóssá vált port fellazítsuk; ezt a műveletet kíméletesen kell végezni, nehogy megváltoztassuk az anyag tulajdonságait. A 0,1% pontossággal lemért, kb. 100 g ( $m$ ) vizsgálandó mintát kíméletesen, tömörítés nélkül egy 250 ml-es (legalább 2 ml-es beosztású), száraz mérőhengerbe töltjük. Ha szükséges, óvatosan – a tömörítést kerülve – lesimítjuk a por felszínét, és a mérőhenger beosztása által megengedett pontossággal, még tömörülés előtt leolvassuk a látszólagos térfogatot ( $V_0$ ). Az  $m/V_0$  képlet alkalmazásával g/ml-ben kiszámoljuk a tömörítetlen por sűrűségét. A tömörítetlen sűrűség meghatározásához általában ajánlatos párhuzamos méréseket végezni.

Ha a por sűrűsége túl kicsi vagy túl nagy, azaz a vizsgálandó minta tömörítetlen, látszólagos térfogata nagyobb, mint 250 ml vagy kisebb, mint 150 ml, akkor nem lehet 100 g pormintát használni. Ilyen esetben a vizsgálandó porból annyit mérünk be, hogy a kivett minta tömörítetlen, látszólagos térfogata 150 és 250 ml között legyen (azaz, a látszólagos térfogat a mérőhenger térfogatának legalább 60%-a legyen); az eredmények mellett a vizsgálati minta tömegét is fel kell tüntetni.

Az 50–100 ml látszólagos térfogatú minták vizsgálatához 1 ml pontossággal leolvasható, 100 ml-es mérőhengert használunk; az eredmények mellett a mérőhenger térfogatát is fel kell tüntetni.

## 4. REAGENSEK

### 4.1. Reagesek, mértékoldatok, tompítóoldatok

A Gyógyszerkönyvben az anyagok és oldatok neve elé írt  $R$  betűjelzés (a név és a betűjelzés egyaránt dőlt betűvel szedve) azt jelenti, hogy a szóban forgó anyag, illetve oldat az alábbi reagensjegyzékben megtalálható. A reagensekre előírt minőség nem felel meg feltétlenül a gyógyászati felhasználás minőségi követelményeinek.

Amennyiben egy anyag vagy oldat többféle minőségben, illetve koncentrációban is hivatalos a reagensjegyzékben (pl. ammónium-nitrát, hígított sósav), megkülönböztetésükre a gyógyszerkönyv  $R$ ,  $R1$ ,  $R2$ , stb. betűjelzést alkalmaz. A mérőoldatok készítéséhez és ellenőrzéséhez használt titeralapanyagok (pl. kálium-bromát, nátrium-klorid)  $RV$  jelölést kapnak.

A vizes kémszeroldatokat *R* vízzel kell készíteni. Ha a Gyógyszerkönyv egy reagensoldatot pl. „sósav (10 g/l HCl)” kifejezéssel jelöl, akkor azt a kémszerjegyzékben szereplő töményebb oldat *R* vízzel történő, megfelelő hígításával állítjuk elő. A bárium-, kalcium- és szulfát-mértékoldatot *R* desztillált vízzel készítjük. Amennyiben az oldószer neve nincs feltüntetve, az oldaton mindig vizes oldatot értünk.

A reagenseket és reagensoldatokat jól záró tartályokban tároljuk. Feliratuknak meg kell felelniük az idevonatkozó nemzeti jogszabályoknak és a nemzetközi megállapodásoknak.

## 4.2. Térfogatos meghatározások

### 4.2.2. Mérőoldatok

A mérőoldatokat a szokásos kémiai analitikai eljárások szabályai szerint készítjük. A mérőoldatok előállításához használt eszközök megfelelő pontosságát ellenőrizni kell.

A mérőoldatok koncentrációját molaritásban fejezzük ki. A molaritás az egy liter oldatban lévő oldott anyag móljainak a száma. Az  $x$  M töménységű oldat egy litere valamely anyag  $x$  mól mennyiségét tartalmazza.

A mérőoldatok töménysége az előírtól legfeljebb  $\pm 10\%$ -kal térhet el. A mérőoldatok molaritását kellő számú titrálással határozzuk meg. A meghatározás ismételhősége (relatív standard deviáció) nem haladhatja meg a  $0,2\%$ -ot.

A mérőoldatok faktorozását az alábbiakban leírtak szerint végezzük. Ha a mérőoldatot olyan meghatározáshoz alkalmazzuk, amelynek végpontját elektrokémiai eljárással (pl. amperometriásan vagy potenciometriásan) állapítjuk meg, akkor a mérőoldat faktorát is ugyanolyan eljárással kell meghatározni. Az oldószernek, illetve az oldószeranyag összetételének a faktor megállapításánál és a mérőoldat felhasználásakor azonosnak kell lennie.

Az alábbiakban leírtaknál hígabb mérőoldatokat úgy készítjük, hogy a megfelelő legkisebb töménységű, előírás szerint meghatározott faktorral rendelkező mérőoldatot *R* szén-dioxid-mentes vízzel hígítjuk. Az így kapott mérőoldat faktora megegyezik azzal a mérőoldatével, amelyből előállítottuk.

*Megjegyzés.* Ha a mérőoldatot nem térfogatos meghatározáshoz, csupán reagensként alkalmazzuk, a „mérőoldat” kifejezést elhagyjuk (pl.  $0,1$  M sósav) vagy helyette az „oldat” kifejezést használjuk (pl.  $0,1$  M nátrium-hidroxid-oldat).

#### 0,1 M ammónium-tiocianát-mérőoldat

7,612 g *R* ammónium-tiocianátot *R* vízzel 1000,0 ml-re oldunk.

*A mérőoldat faktorának meghatározása.* 20,0 ml  $0,1$  M ezüst-nitrát-mérőoldathoz 25 ml *R* vizet, 2 ml *R* hígított salétromsavat és 2 ml *R*2 ammónium-vas(III)-szulfát-oldatot elegyítünk. Az oldatot az ammónium-tiocianát-mérőoldattal vörössárga színig titráljuk.

#### 0,05 M jód-mérőoldat

12,7 g *R* jódot és 20 g *R* kálium-jodidot *R* vízzel 1000,0 ml-re oldunk.

*A mérőoldat faktorának meghatározása.* 20,0 ml jód-mérőoldathoz 1 ml *R* hígított ecetsavat és 30 ml *R* vizet elegyítünk. Az oldatot, indikátorként *R* keményítő-oldatot használva,  $0,1$  M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk.

*Eltartás:* fénytől védve.

#### 0,033 M kálium-bromát-mérőoldat

5,5670 g *RV* kálium-bromátot *R* vízzel 1000,0 ml-re oldunk.

#### 0,0167 M kálium-bromát-mérőoldat

0,033 M kálium-bromát-mérőoldatból hígítással készítjük.

#### 0,02 M kálium-permanganát-mérőoldat

3,2 g *R* kálium-permanganátot *R* vízzel 1000,0 ml-re oldunk. Az oldatot 1 órán át vízfürdőn melegítjük, majd lehűlés után zsugorított üvegszűrőn megszűrjük.

A mérőoldat faktorának meghatározása. 20,0 ml kálium-permanganát-mérőoldathoz 2 g *R* kálium-jodidot és 10 ml *R* hígított kénsavat adunk, majd indikátorként 1 ml *R* keményítő-oldatot használva, 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. Az indikátort a végpont előtt adjuk az oldathoz. A mérőoldat faktorát közvetlenül felhasználás előtt határozzuk meg.

Eltartás: fénytől védve.

#### 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldat

37,5 g *R* nátrium-edetátot 500 ml *R* vízben oldunk. Az oldatot 100 ml 1 M nátrium-hidroxid-oldattal elegyítjük, és *R* vízzel 1000,0 ml-re hígítjuk.

A mérőoldat faktorának meghatározása. 0,120 g *RV* cinket 4 ml *R1* sósavban oldunk, és az oldathoz 0,1 ml *R* brómos vizet elegyítünk. A bróm feleslegét forralással eltávolítjuk, majd az oldathoz annyi *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot adunk, hogy kémhatása gyengén savas vagy semleges legyen. Ezután a cink meghatározására leírtak szerint komplexometriás titrálást végzünk (2.5.11).

1 ml 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldattal 6,54 mg Zn egyenértékű.

Eltartás: polietilén tartályban.

#### 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldat

42 g *R* nátrium-hidroxidot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 1000,0 ml-re oldunk.

#### 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldat

100,0 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldatot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 1000,0 ml-re hígítunk.

A mérőoldat faktorának meghatározása. 20,0 ml nátrium-hidroxid-mérőoldatot 0,1 M sósav-mérőoldattal titrálunk. A végpontot, a 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldat felhasználásának megfelelően, az adott meghatározáshoz előírt módon állapítjuk meg.

#### 0,1 M perklórsav-mérőoldat

8,5 ml *R* perklórsavat kb. 900 ml *R* tömény ecetsavval tartalmazó mérőlombikba mérünk és elegyítünk. 30 ml *R* ecetsavanhidrid hozzáadása után az oldatot *R* tömény ecetsavval 1000,0 ml-re egészítjük ki és összekeverjük. 24 óra múlva az oldat víztartalmát – metanol hozzáadása nélkül – meghatározzuk (2.5.12), és szükség esetén *R* ecetsavanhidrid vagy *R* víz hozzáadásával 0,1–0,2% közötti értékre állítjuk be. A mérőoldatot 24 órán át állni hagyjuk.

A mérőoldat faktorának meghatározása. 0,350 g *RV* kálium-hidrogén-ftalátot 50 ml *R* vízmentes ecetsavban – szükség esetén enyhe melegítéssel – oldunk. A levegő kizárásával lehűlt oldatot, 0,05 ml *R* kristályibolya-oldatot alkalmazva indikátorként, a perklórsav-mérőoldattal titráljuk. Feljegyezzük a perklórsav-mérőoldatnak a faktor meghatározásakor mért hőmérsékletét. Ha egy tartalmi meghatározás során mért hőmérséklet eltér a faktor meghatározásakor mérttől, a fogyott 0,1 M perklórsav-mérőoldat térfogatát az alábbiak szerint korrigáljuk:

$$V_c = V \cdot [1 + (t_1 - t_2) \cdot 0,0011],$$

ahol

$t_1$  = a mérőoldat faktorának meghatározásakor mért hőmérséklet,

$t_2$  = a tartalmi meghatározásakor mért hőmérséklet,

$V_c$  = a mérőoldat korrigált térfogata,

$V$  = a mérőoldat leolvasott térfogata.

1 ml 0,1 M perklórsav-mérőoldattal 20,42 mg  $C_8H_5KO_4$  egyenértékű.

#### 1 M sósav-mérőoldat

103,0 g *R* tömény sósavat *R* vízzel 1000,0 ml-re hígítunk.

A mérőoldat faktorának meghatározása. 1,000 g *RV* nátrium-karbonátot 50 ml *R* vízben oldunk. 0,1 ml *R* metilnarancs-oldat hozzáadása után az oldatot a sósav-mérőoldattal kezdődő sárgásvörös színig titráljuk. Az oldatot 2 percen át forraljuk, eközben színe ismét sárgára változik. Lehűlés után a titrálást a sárgásvörös szín megjelenéséig folytatjuk.



1 ml 1 M sósav–mérőoldattal 53,00 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> egyenértékű.

#### 0,1 M sósav–mérőoldat

100,0 ml 1 M sósav–mérőoldatot R vízzel 1000,0 ml-re hígítunk.

A mérőoldat faktorának meghatározása. 0,100 g RV nátrium-karbonátot 20 ml R vízben oldunk. Az oldatot az 1 M sósav–mérőoldatnál leírtak szerint titráljuk.

1 ml 0,1 M sósav–mérőoldattal 5,30 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> egyenértékű.

## 5. ÁLTALÁNOS ELŐÍRÁSOK

### 5.9. Polimorfia

A polimorfia (vagy kristálypolimorfia) a szilárd halmazállapotra vonatkozó jelenség; szilárd halmazállapotú vegyületek azon képessége, hogy ugyanazon kémiai összetételben, de különböző kristályformában forduljanak elő. A nem kristályos szilárd vegyületeket amorfnak nevezzük.

Ha ez a jelenség kémiai elem (pl a kén) esetében fordul elő, úgy a polimorfia helyett allotrópiáról beszélünk.

Azokban az esetekben, amikor egy cikkely arra utal, hogy az anyag polimorfiára hajlamos, ez a megjelölés jelenthet valódi kristálypolimorfiát, szolvát jelenlétét, allotrópiát vagy amorf alakban való megjelenést.

### 5.12. Referenciastandardok

Ebben a fejezetben a „referenciastandard”-ot általános kifejezésként használjuk, mely a referenciaanyagokat, referencia készítményeket és referencia spektrumokat egyaránt magába foglalja.

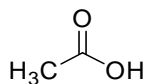
A gyógyszerek és alkotóik megfelelő minőségellenőrzéséhez gyakran szükséges referenciastandardok használata.

A referenciastandardokat megfelelő eljárásokkal hozzák létre és megfelelőségüket előzetesen meghatározott program szerint folyamatosan ellenőrzik. Ahol referenciastandardra van szükség, ott az a gyógyszerkönyvi cikkely, vagy a gyártó specifikációjának szerves része.

*Európai Gyógyszerkönyvi kémiai referenciaanyag (CRS).* Az Európai Gyógyszerkönyv egy cikkelyében vagy általános fejezetében leírtak szerinti alkalmazásra szánt anyag vagy anyagkeverék.

## ACIDUM ACETICUM GLACIALE

### Tömény ecetsav

 $M_r$  60,1

#### Definíció

A tömény ecetsav  $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ -tartalma 99,0–100,5 %*m/m*.

#### Sajátságok

*Küllem*: kristályos tömeg vagy tiszta, színtelen, illékony folyadék.

*Oldékonyság*: vízzel, etanollal (96%) és diklórmétánnal elegyedik.

A maró hatású tömény ecetsavat a gyógyszeranalitikában oldószerként, ill. reagensként használják. Híg oldata fertőtlenítő hatású.

#### Azonosítás

- A.** Az anyag 100 g/l töménységű oldata erősen savas kémhatású (2.2.4).
- B.** 0,03 ml anyaghoz 3 ml *R* vizet adunk, majd az oldatot *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattal semlegesítjük. A kapott oldattal az acetátion *b*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 20 ml anyagot *R* desztillált vízzel 100 ml-re hígítunk.

**Küllem.** Az anyag tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Redukáló anyagok.** A vizsgálathoz 2,0 ml anyagot 10,0 ml *R* vízzel elegyítünk. Az elegyhez 0,1 ml 0,02 M kálium-permanganát-oldatot adunk. Vízfürdőn 1 percig melegítjük, az oldat rózsaszínű marad

Redukáló anyagok a permanganátot savas közegben mangán(II)-ionokká alakítják és az oldat elszíntelenedik.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 25 mg/l. Az S-oldat 10 ml-ét *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk.

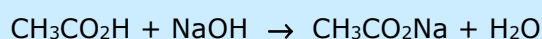
**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 50 mg/l. Az S oldatot vizsgáljuk.

#### Tartalmi meghatározás

Pontosan lemérjük egy 25 ml *R* vizet tartalmazó, csiszolatos üveg dugós Erlenmeyer-lombik tömegét, majd a vízhez 1,0 ml vizsgálandó anyagot adva, ismételten lemérjük a lombikot. Az oldathoz 0,5 ml *R* fenolftalein-oldatot elegyítünk, és 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 60,1 mg  $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$  egyenértékű.

Alkalimetriás meghatározást végzünk; a titrálás során az ecetsavból nátrium-acetát képződik. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).



$$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

## Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Acidum aceticum glaciale* cikkely „Küllem” pont.
2. Lásd *Acidum aceticum glaciale* cikkely **A.** azonosítás.
3. 2 csepp anyag, 1,0 ml *R víz*, 1,0 ml *R alkohol* és 1,0 ml *R tömény kénsav* elegye forrásig melegítve etil-acetát szagú.

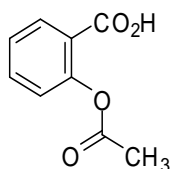
Az ecetsav savkatalizált észterezésével etil-acetát keletkezik.



4. Lásd *Acidum aceticum glaciale* cikkely „Tartalmi meghatározás”.

## ACIDUM ACETYLSALICYLICUM

## Acetilszalicilsav



$\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$

$M_r$  180,2

## Definíció

2-(Acetiloxi)benzoesav. *Tartalom*: 99.5–101,0% (száritott anyagra).

## Sajátságok

*Küllem*: fehér, vagy csaknem fehér kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság*: vízben kevésbé oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik.

*Op*: kb. 143 °C-on megolvad (gyors módszer).

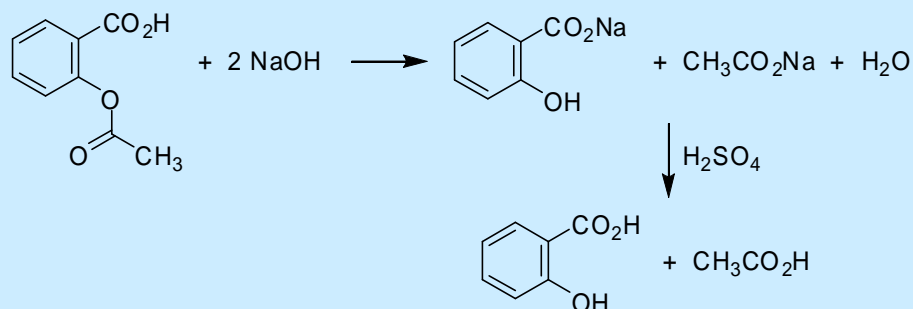
Nemszteroid gyulladáscsökkentő, gátolja a trombociták aggregációját.

## Azonosítás

**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

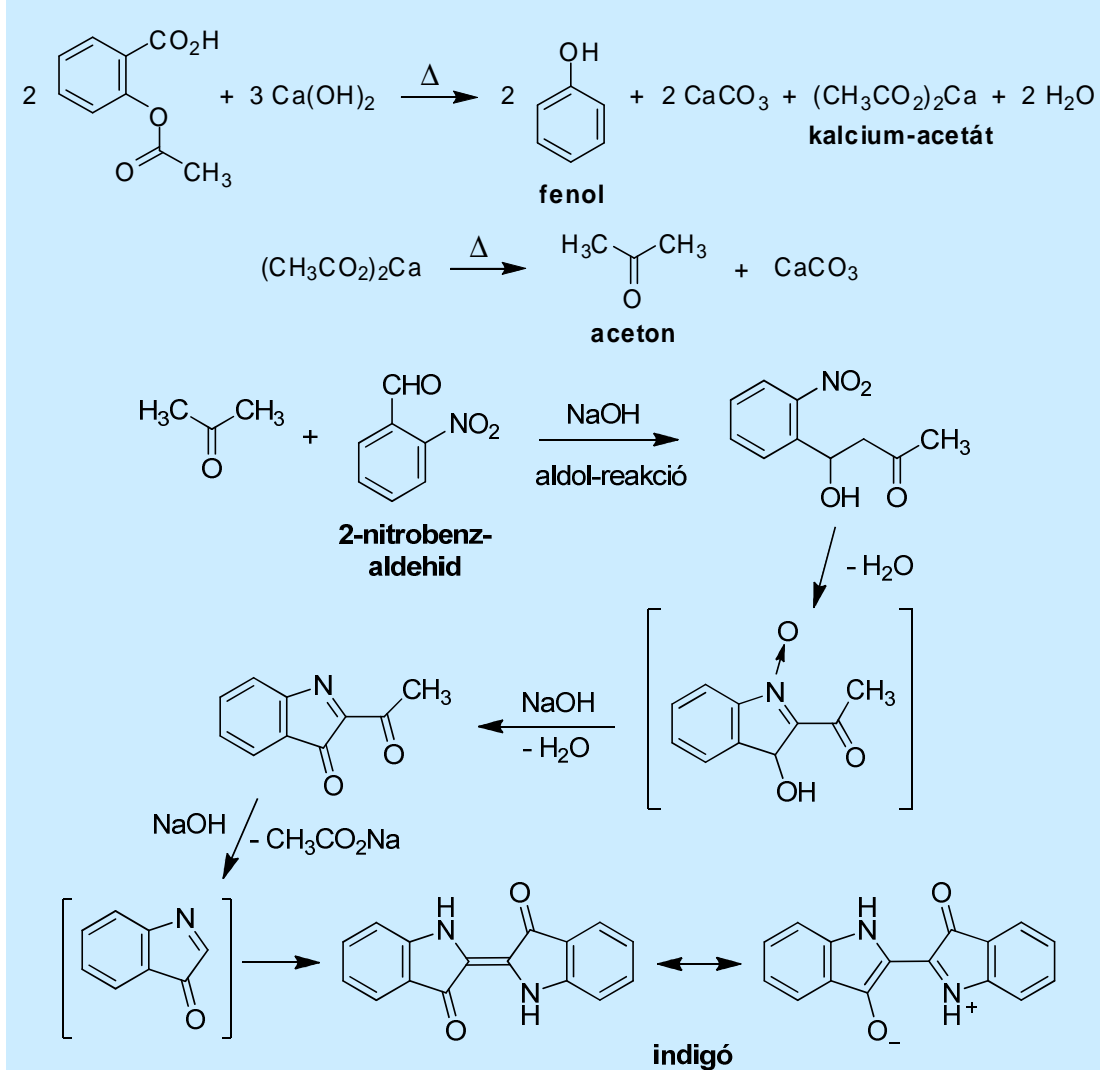
**B.** 0,2 g anyagot 4 ml *R hígított nátrium-hidroxid-aldattal* három percig forralunk. A lehűtött oldatból 5 ml *R hígított kénsav* hozzáadására kristályos csapadék válik le. A leszűrt, átmosott, majd 100–105 °C-on száritott kristályok olvadáspontja (2.2.14): 156–161 °C.

Az acetilszalicilsav nátrium-hidroxidos hidrolízise során nátrium-szalicilát és nátrium-acetát keletkezik. Átsavanyításkor a vízben rosszul oldódó szalicilsav kiválik az oldatból.



- C. 0,1 g anyag és 0,5 g *R* kalcium-hidroxid keverékét kémcsőben hevítjük. Füst képződik, amely a fölé tartott, 0,05 ml *R* nitrobenzaldehyd-oldattal átitatott szűrőpapírszeletet zöldeskékre vagy zöldessárgára színezi. A papírt *R* hígított sósavval megnedvesítve, ez a szín kékre változik.

Az acetilszalicilsav kalcium-hidroxiddal hevítve észter-hidrolízissel és dekarboxileződéssel fenollá és kalcium-acetáttá bomlik. A kalcium-acetát további hevítésével acetonek keletkezik, mely a kémcső fölé tartott szűrőpapírban levő 2-nitrobenzaldehyddel több reakciólépésben (aldol-reakció, intramolekuláris oxidoredukció, indolgyűrű-kialakulás, dezacetilezés, dimerizáció) kék színű indigót képez. Az átalakulásokhoz szükséges lúgos közeg az *R* nitrobenzaldehyd-oldat nátrium-hidroxid-tartalma biztosítja.



- D. A szalicilátion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz a B. pont szerinti azonossági vizsgálat során nyert csapadékból kb. 20 mg-ot 10 ml *R* vízben melegítéssel oldunk; az oldatot lehűtjük.

### Tartalmi meghatározás

1,000 g anyagot csiszolatos lombikban 10 ml *R* alkoholban oldunk. Az oldathoz 50,0 ml 0,5 M nátrium-hidroxid-mérőoldatot mérünk. A lombikot lezárjuk és az oldatot egy óra eltelté után, 0,2 ml *R* fenolftalein-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,5 M sósav-mérőoldattal titráljuk. Üres kísérletet is végzünk.

1 ml 0,5 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 45,04 mg  $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_4$  egyenértékű.

Az acetilszalicilsav nátrium-hidroxid-oldattal nátrium-szalicilátra és nátrium-acetátra hidrolizál (lásd *Acidum acetylsalicylicum* cikkely **B.** azonosítás magyarázata). A nátrium-hidroxid feleslegét acidimetriás titrálással határozzuk meg.

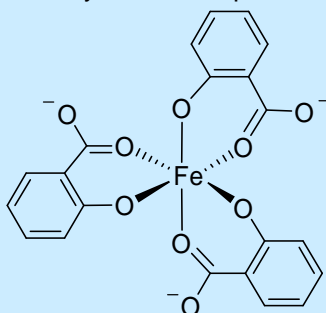
1 ml 0,5 M sósav–mérőoldattal ugyancsak 45,04 mg  $C_9H_8O_4$  egyenértékű.

$$C_9H_8O_4\text{-tartalom (\%)} = \frac{[V_{\text{HCl}}^{\text{üres}}(\text{ml}) - V_{\text{HCl}}(\text{ml})] \cdot f_{\text{HCl}} \cdot E(\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

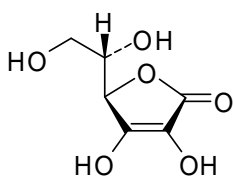
- Kb. 20 mg anyagot porcelán lemezen 2 csepp *R etanolos (10 %V/V) 0,5 M kálium-hidroxid-oldattal*, majd 1 perc múlva 2 csepp *R2 vas(III)-klorid-oldattal* cseppentünk le. Az anyag ibolyaszínűre változik.

A kálium-hidroxidos hidrolízis során kálium-szalicilát (és kálium-acetát) keletkezik. A szalicilát vas(III)-ionokkal háromligandumos, ibolyaszínű komplexet képez:

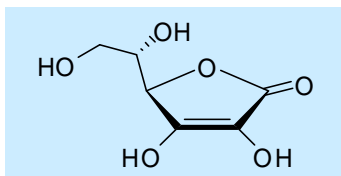


## ACIDUM ASCORBICUM

### Aszorbinsav



$C_6H_8O_6$



$M_r$  176,1

### Definíció

(5*R*)-5-[(1*S*)-1,2-dihydroxietyl]-3,4-dihydroxifurán-2(5*H*)-on

Tartalom: 99,0–100,5%.

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, vagy szintelen kristályok. Levegő és nedvesség hatására elszíneződik.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

op: kb. 190 °C (bomlás közben).

Antioxidáns hatású anyag, esszenciális vitamin (C-vitamin).

### Azonosítás

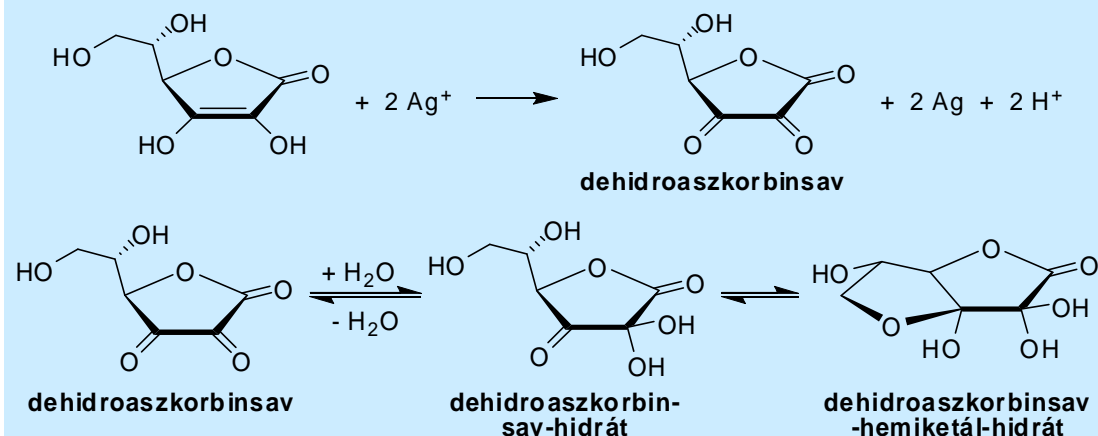
- Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

C. pH (2.2.3): 2,1–2,6. Az S oldatot vizsgáljuk (lásd Vizsgálatok).

D. Az S oldat 1 ml-éhez 0,2 ml *R* hígított salétromsavat és 0,2 ml *R2* ezüst-nitrát-oldatot elegyítünk. Szürke csapadék keletkezik.

Az éndiol-szerkezetű aszkorbinsav erős redukálószer, az ezüstionokat melegítés nélkül fém-ezüstté redukálja, miközben dehidroaszkorbinsav keletkezik. A dehidroaszkorbinsav vizes oldatban hidráttá, majd gyűrűs hemiketál-hidráttá alakul.



### Vizsgálatok

**S oldat.** 1,0 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 20 ml-re oldunk.

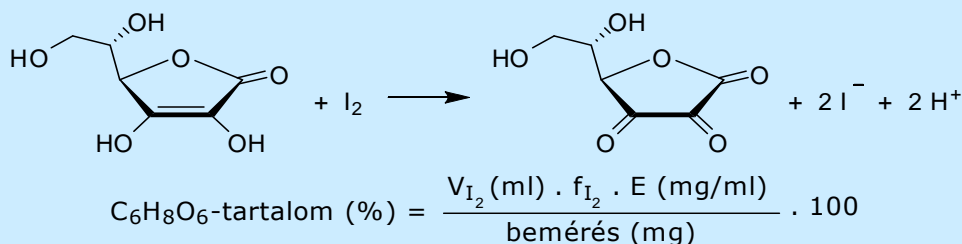
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>7</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

### Tartalmi meghatározás

0,150 g anyagot 10 ml *R* hígított kénsav és 80 ml *R* szén-dioxid-mentes víz elegyében oldunk. Az oldatot, 1 ml *R* keményítő-oldat hozzáadása után, 0,05 M jód-mérőoldattal maradandó ibolyáskék színig titráljuk.

1 ml 0,05 M jód-mérőoldattal 8,81 mg  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$  egyenértékű.

Az aszkorbinsavat a jód dehidroaszkorbinsavvá oxidálja. A végpontot a jód-keményítő-komplex kék színének megjelenése jelzi.

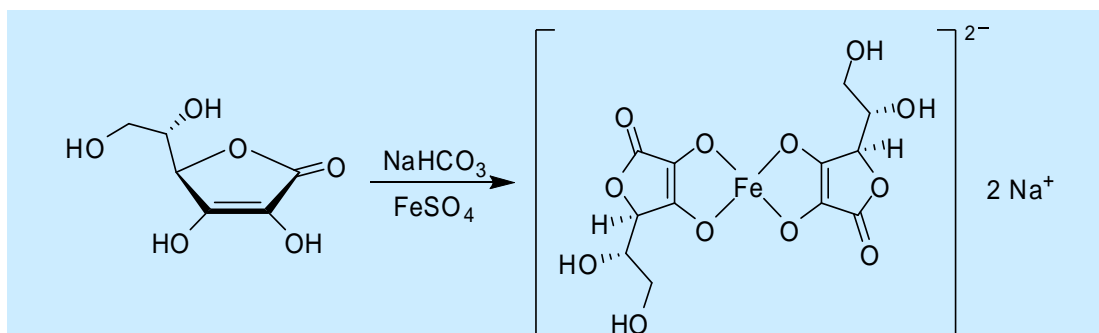


### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Acidum ascorbicum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

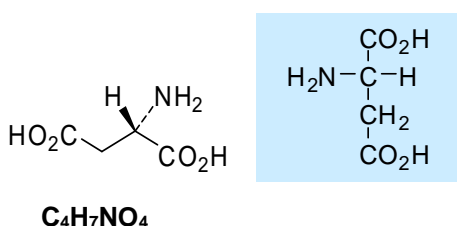
2. Az S oldat 1,0 ml-es részletéhez 1,0 ml *R* vizet elegyítünk, 0,10 g *R* nátrium-hidrogén-karbonátot és kb. 20 mg *R* vas(II)-szulfátot oldunk benne. Az oldat ibolyaszínű lesz. E szín *R* hígított sósav hozzáadására eltűnik.

Ibolyaszínű vas(II)-aszkorbinsav-enolát komplex képződik, mely sav hatására elbomlik, és az oldat elszíntelenedik.



## ACIDUM ASPARTICUM

### Aszparaginsav



#### Definíció

Az aszparaginsav szárított anyagra vonatkoztatott (2S)-2-aminobutándisav-tartalma 98,5–101,5%.

#### Sajátságok

Fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok. Vízen kevésbé oldódik; alkoholban gyakorlatilag nem oldódik. Híg ásványi savak és híg alkálilúgok oldják.

Fehérjeépítő aminosav, táplálékkiegészítők komponense.

#### Azonosítás

- A. Az anyag feleljen meg a „Fajlagos optikai forgatóképesség” vizsgálatban (lásd Vizsgálatok) előírt követelménynek.
- B. 1 g anyag 10 ml *R* vízzel készített szuszpenziója erősen savas kémhatású (2.2.4).
- C. Infravörös abszorpciós spektrometriás vizsgálat.
- D. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

#### Vizsgálatok

**Az oldat külleme.** 0,5 g anyagot 1 M sóssal 10 ml-re oldunk. Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Fajlagos optikai forgatóképesség.** (2.2.7): +24,0 és +26,0 között. A vizsgálathoz az anyag 2,000 g-ját *R1* sóssal 25,0 ml-re oldjuk és az eredményt a szárított anyagra vonatkoztatjuk.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. 0,25 g anyagot 3 ml *R* hígított salétromsavban oldunk; az oldatot *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk; a vizsgálathoz ezt az oldatot használjuk, de az 1 ml *R* hígított salétromsav helyett 1 ml *R* vizet adunk hozzá.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 300 ppm. A vizsgálathoz 0,5 g anyagot 4 ml *R* tömény sóssal oldunk; az oldatot *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítjuk. Az értékelést 30 perc elteltével végezzük.

**Ammónium** (2.4.1/B): legfeljebb 200 ppm. Az összehasonlító oldatot 0,1 ml *R ammónium–mértékoldattal* (100 ppm  $\text{NH}_4^+$ ) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,100 g-ját – szükség esetén enyhe melegítéssel – 50 ml *R szén-dioxid-mentes vízben* oldjuk. Az oldatot lehűtjük, 0,1 ml *R1 brómtimolkék–oldatot* adunk hozzá és 0,1 M nátrium-hidroxid–mérőoldattal addig titráljuk, míg az oldat színe sárgáról kékre nem változik.

1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid–mérőoldattal 13,31 mg  $\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$  egyenértékű.

Az aszparaginsavat egybázisú savként, alkalimetriásan határozzuk meg. A brómtimolkék indikátor átcsapási tartománya pH 6,0 (sárga) – 7,6 (kék).

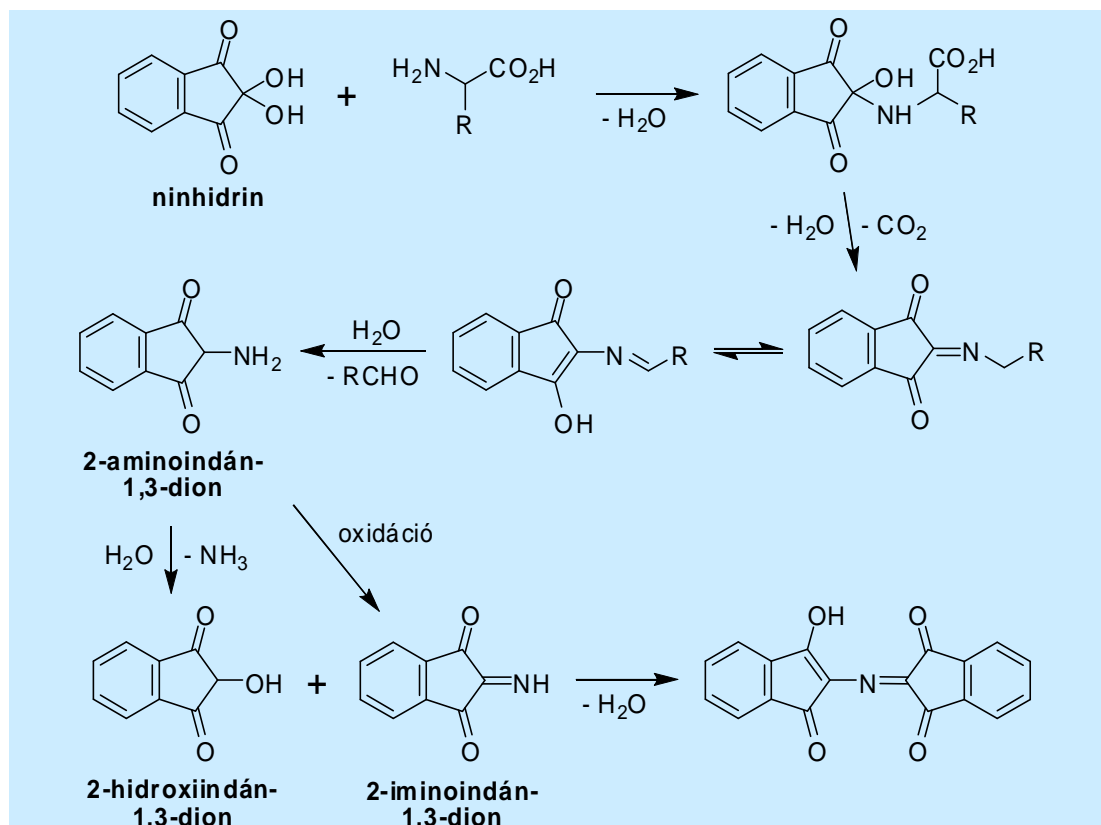
$$\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Acidum asparticum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Kb. 20 mg anyagot 2,0 ml *R vízben* oldunk. Az oldat néhány csepp *R1 ninhidrin–oldattal* melegítve ibolyáskékre színeződik.

A ninhidrin – az indán-1,2,3-trion stabil hidrátja: 2,2-dihidroxiindán-1,3-dion –  $\alpha$ -aminosavakkal ibolyaszínű azometin-származékot képez. A reakció első lépésben egy félaminál keletkezik, mely szén-dioxid- és vízvesztéssel **SCHIFF**-bázis-típusú vegyületté, majd ennek hidrolízisével 2-aminoindán-1,3-dionná alakul. A 2-aminoindán-1,3-dion erős redukálószer, mely a ninhidrint 2-iminoindán-1,3-dion keletkezése közben 2-hidroxiindán-1,3-dionná redukálja. A 2-aminoindán-1,3-dion hidrolízise szintén 2-hidroxiindán-1,3-dionhoz vezet. Az aminosav jelenlétét mutató, színes azometin-származék a 2-iminoindán-1,3-dion és a 2-hidroxiindán-1,3-dion kondenzációs reakciójában képződik. A ninhidrines színreakció primer, vagy szekunder aminocsoportot tartalmazó vegyületek, ill. az ammónia kimutatására alkalmas, de tercier aminok esetén nem keletkezik színes termék.

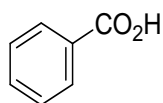




3. Kb. 20 mg anyagot 2,0 ml *R* vízben oldunk. Az oldathoz 2,5 ml *R* tozilklóramid-nátrium-oldatot és 1,0 ml *R* nátrium-karbonát-oldatot elegyítünk. Másik kémcsőben 1,0 ml *R* nátrium-nitrit 10 g/l-es oldatának 1,0 ml-éhez *R*1 szulfanilsav-oldatot elegyítünk. Az elegyet összerázzuk, és 5 perc várakozás után az anyag oldatához öntjük. Összerázás és 10–15 perc várakozás után az oldat narancssárgára színeződik.

## ACIDUM BENZOICUM

### Benzoesav



$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$

$M_r$  122,1

#### Definíció

Benzoesav. *Tartalom*: 99,0–100,5%.

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér kristályos por, vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság*: vízben kevésbé oldódik; forrásban lévő vízben oldódik; etanolban (96%) és zsíros olajokban bőségesen oldódik.

Baktérium- és gombaellenes hatású fertőtlenítőszer és tartósítószer.

#### Azonosítás

A. Olvadáspont (2.2.14): 121–124 °C.

B. A benzoáion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** Az anyag 5,0 g-ját *R etanol*al (96%) 100 ml-re oldjuk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Oxidálható anyagok.** 0,2 g anyagot 10 ml forrásban lévő *R víz*ben oldunk. Az oldatot rázogatas közben lehűtjük, és a csapadékos oldatot megsűrjük. A szüredékhez 1 ml *R hígított kénsavat* és 0,2 ml 0,02 M kálium-permanganát-oldatot elegyítünk. Az oldat 5 perc elteltével is rózsaszínű legyen.

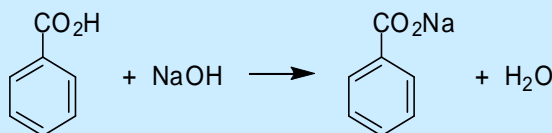
Az oxidálható szennyeződések savas közegben mangán(II)-ionokká redukálják a permanganátot és az oldat elszíntelenedik.

### Tartalmi meghatározás

0,200 g anyagot 20 ml *R etanol*ban (96%) oldunk. Az oldatot, 0,1 ml *R fenolvörös-oldat*ot alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal addig titráljuk, míg az indikátor színe sárgáról ibolyás-vörösre nem változik.

1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 12,21 mg  $C_7H_6O_2$  egyenértékű.

Az alkalimetriás titrálás során a benzoésavból nátrium-benzoát keletkezik. A fenolvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 6,8 (sárga) – 8,4 (vörösesibolya).



$$C_7H_6O_2\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. 0,50 g anyag 25,0 ml *R víz*ben melegítéssel színtelenül oldódik. Az oldatot rázogatas közben lehűtjük, majd megsűrjük. 5,0 ml szüredék 1 csepp *R metilvörös-oldat*tól pirosra színeződik.

A benzoésav vizes oldata savas kémhatású, melyet a metilvörös indikátor piros színe jelez. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

2. A szüredék másik 5,0 ml-éhez 8–10 csepp *R2 vas(III)-klorid-oldat*ot adva halvány, hússzínű csapadék keletkezik, amely pár csepp *R hígított sósav*ban oldódik.

Vízben rosszul oldódó, dihidroxo-hexabenzooáto-triferri(III)-monobenzooát komplex keletkezik (lásd benzoátok általános azonossági vizsgálata). Sav hatására a komplex elbomlik.

## ACIDUM BORICUM

### Bórsav



$M_r$  61,8

### Definíció

Tartalom: 99,0–100,5%.

### Sajátságok

**Küllem:** fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, vagy színtelen, fénylő, síkos tapintású kristálylemezek vagy fehér vagy csaknem fehér kristályok.

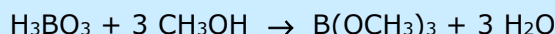
**Oldékonyság:** vízben és etanolban (96%) oldódik; forrásban lévő vízben és 85%-os glicerinben bőségesen oldódik.

Gyenge bakteriosztatikus és fungisztatikus hatású vegyület.

### Azonosítás

**A.** 0,1 g anyagot 5 ml *R metanolban* enyhe melegítéssel oldunk. 0,1 ml *R tömény kénsav* hozzáadása után az oldatot meggyújtjuk; a láng széle zöld színű.

Illékony (fp: 68,5 °C) bórsav-trimetilészter képződik, mely a láng szegélyét zöldre színezi.



**B.** Az S oldat (lásd Vizsgálatok) savas kémhatású (2.2.4).

### Vizsgálatok

**S oldat.** Az anyag 3,3 g-ját 80 ml forrásban lévő *R desztillált vízben* oldjuk. Az oldatot lehűtjük, majd *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re hígítjuk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 3,8-4,8. Az S oldatot vizsgáljuk.

**Szerves anyagok.** Az anyag, miközben fokozatosan enyhe vörösizzásig hevítjük, nem sötétedhet meg.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 450 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

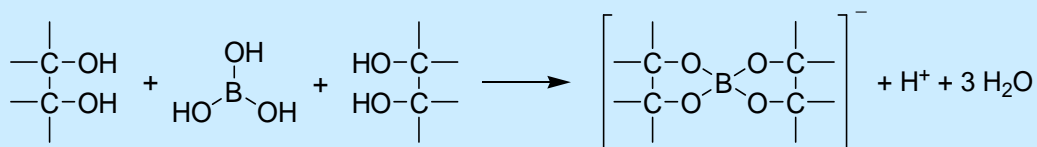
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 15 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot 2,5 ml *R ólom-mértékoldat* (2 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) és 7,5 ml *R víz* elegyével készítjük.

### Tartalmi meghatározás

1,000 g anyagot melegítés közben oldunk 15 g *R mannit* 100 ml *R vízzel* készült oldatában. Az így nyert oldatot, 0,5 ml *R fenolftalein-oldatot* alkalmazva indikátorként, 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal rózsaszínig titráljuk.

1 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 61,8 mg  $\text{H}_3\text{BO}_3$  egyenértékű.

A bórsav túl gyenge sav ahhoz, hogy alkalimetriásan közvetlenül titrálható legyen. Polialkoholokkal (pl. mannit, invertcukor) azonban ecetsav erősségű, egybázisú savat képez, amely fenolftalein indikátor jelenlétében nátrium-hidroxiddal titrálható. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).



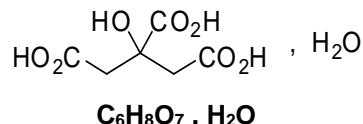
$$\text{H}_3\text{BO}_3\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Acidum boricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Acidum boricum* cikkely **A.** azonosítás.
3. Lásd *Acidum boricum* cikkely **B.** azonosítás.

## ACIDUM CITRICUM MONOHYDRICUM

### Citromsav-monohidrát



$M_r$  210,1

#### Definíció

2-Hidroxipropán-1,2,3-trikarbonsav. *Tartalom:* 99,5–100,5%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér, vagy csaknem fehér kristályos por, vagy színtelen kristályok ill. szemcsék; elmállásra hajlamos.

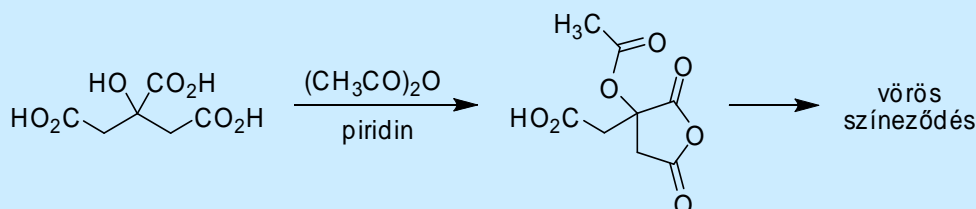
*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik.

Sóival együtt a vizelet pH-jának beállítására, ezáltal urát vesekövek oldására alkalmazzák. Ízjavító és savanyító gyógyszer technológiai segédanyag, pezsgőtabletták, granulátumok szétesését elősegítő komponense.

#### Azonosítás

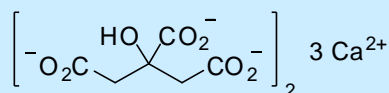
- A. Az anyag 1 g-ját 10 ml *R* vízben oldjuk. Az oldat erősen savas kémhatású (2.2.4).
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. 1 ml *R* ecetsavanhidrid és 3 ml *R* piridin elegyében kb. 5 mg anyagot oldunk. Vörös színeződés észlelhető.

A reakció első lépésében *O*-acetilcitromsav- $\gamma$ -anhidrid keletkezik, mely piridinben nem tisztázott szerkezetű, színes vegyületté alakul.



- D. Az anyag 0,5 g-ját 5 ml *R* vízben oldjuk. Az oldatot 1 M nátrium-hidroxid-oldattal (kb. 7 ml) semlegesítjük, majd 10 ml *R* kalcium-klorid-oldattal elegyítjük, és forrásig melegítjük. Fehér csapadék képződik.

A semlegesített oldatból forralás hatására tercier kalcium-citrát csapadék keletkezik (a kalcium-citrát forró vízben rosszabbul oldódik, mint hidegen). Borkősav esetén a kalcium-tartarát csapadék forralás nélkül is leválik.



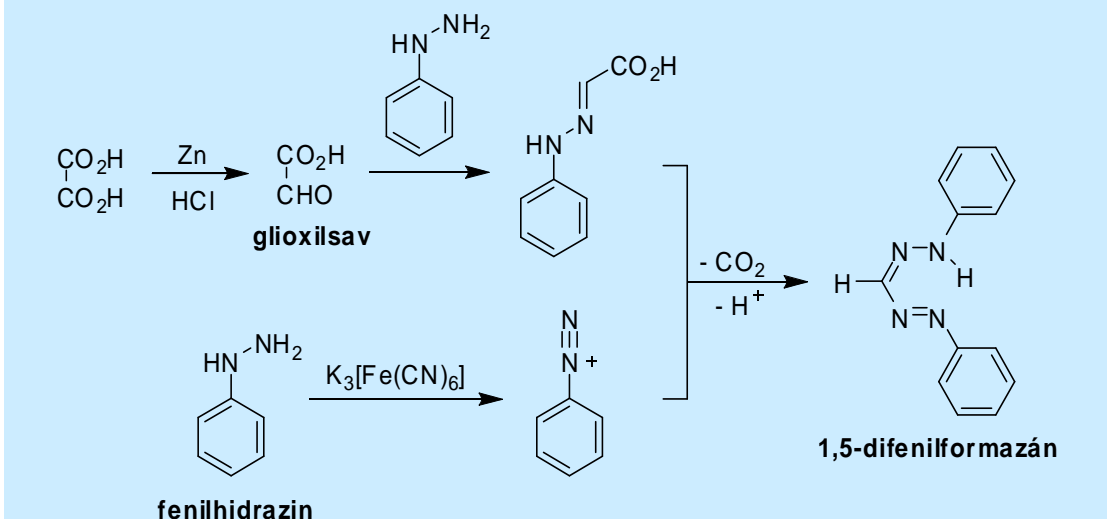
- E. Víztartalom (lásd Vizsgálatok).

#### Vizsgálatok

**Az oldat külleme.** Az anyag 2,0 g-ját *R* vízzel 10 ml-re oldjuk. Az oldat tiszta legyen (2.2.1) és színtelen vagy színe nem lehet erősebb, mint az  $S_7$ , a  $BS_7$  vagy a  $ZS_7$  szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Oxálsav:** legfeljebb 360 ppm, vízmentes oxálsavban kifejezve. 0,80 g anyagot 4 ml *R* vízben oldunk, majd az oldathoz 3 ml *R* tömény sósavat és 1 g szemcsés *R* cinket adunk, és az elegyet 1 percig forraljuk. Két perces állás után a felülúszó folyadékot *R* fenilhidrazin-hidroklorid 10 g/l töménységű oldatának 0,25 ml-ét tartalmazó kémcsőbe töltjük, majd forrásig melegítjük és gyorsan lehűtjük. Az oldatot mérőhengerbe öntjük, és vele egyenlő térfogatú *R* tömény sósavat és *R* kálium-[hexaciano-ferrát(III)] 50 g/l töménységű oldatának 0,25 ml-ét hozzáadva, összerázzuk. 30 perc elteltével az oldat nem színeződhet erősebben rózsaszínűre, mint az egyidejűleg és azonos módon készített összehasonlító oldat. Az összehasonlító oldat készítéséhez a vizsgálandó anyag oldata helyett *R* oxálsav 0,1 g/l töménységű oldatának 4 ml-ét használjuk.

Az oxálsav-szennyezést a cink és sósav reakciójában fejlődő naszcens hidrogén glioxilsavvá (és glikolsavvá) redukálja. A glioxilsav fenilhidrazinnal képződő hidrazonszármazéka a fenilhidrazin kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-os oxidációjával keletkező fenildiazónium sóval széndioxid fejlődés közben vörös színű 1,5-difenilformazáná alakul.



**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 150 ppm. A vizsgálatához az anyag 2,0 g-ját *R* desztillált vízzel 30 ml-re oldjuk.

**Nehézfémetek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az anyag 5,0 g-ját részletekben adagolt *R* hígított nátrium-hidroxid-oldat 39 ml-ében oldjuk, majd az oldatot *R* desztillált vízzel 50 ml-re hígítjuk. Az oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

**Víztartalom** (2.5.12): 7,5–9,0%. 0,500 g anyagot félmikro-módszerrel vizsgálunk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyagot 0,550 g-ját 50 ml *R* vízben oldjuk. Az oldatot, 0,5 ml *R* fenolftalein-oldatot alkalmazva indikátorként, 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 64,03 mg  $C_6H_8O_7$  egyenértékű.

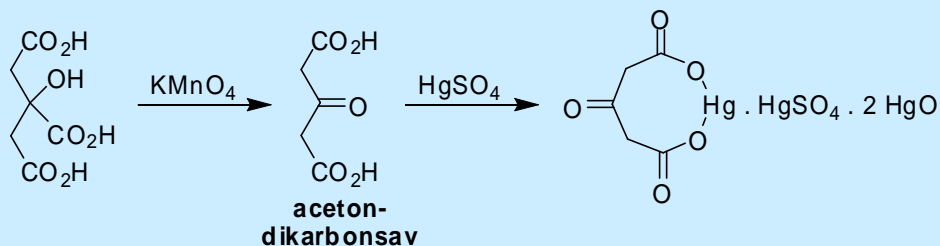
A citromsavat háromértékű savként, alkalimetriásan határozzuk meg. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

$$C_6H_8O_7\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{NaOH} \text{ (ml)} \cdot f_{NaOH} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

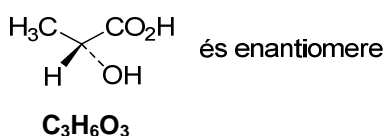
1. Lásd *Acidum citricum monohydricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Acidum citricum monohydricum* cikkely **A.** azonosítás.
3. Az **A.** azonosítás során készített oldat 0,5 ml-ét *R* vízzel 5,0 ml-re egészítjük ki, és 2,0 ml *R* higany(II)-szulfát-oldattal elegyítve felforraljuk. A forró folyadékba 3 csepp 0,02 M kálium-permanganát-oldatot csepegtetve elszíntelenedés közben dús fehér, kristályos csapadék keletkezik.

A permanganát a citromsavat aceton-dikarbonsavvá oxidálja (lásd citrátok általános azonosítási vizsgálata), mely higany(II)-szulfáttal (**DENIGÉS-reagens**) vízben rosszul oldódó, bázisos sötét képez.



## ACIDUM LACTICUM

### Tejsav



$M_r$  90,1

### Definíció

Keverék, melynek összetevői: 2-hidroxipropánsav, ennek kondenzációs termékei, pl. laktoil-tejsav és politejsavak, valamint víz. A tejsav és a politejsavak közti egyensúly a koncentráció és a hőmérséklet függvénye. A tejsav rendszerint racemát ((*RS*)-tejsav).

Tartalom: 88,0–92,0 %m/m  $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$ .

### Sajátságok

**Küllem:** színtelen vagy kissé sárgás színű, szirupszerű folyadék.

**Oldékonyság:** vízzel és etanollal (96%) elegyedik.

Hígított oldatát fertőtlenítőszerként használják.

### Azonosítás

- Az anyag 1 g-ját 10 ml *R* vízben oldjuk. Az oldat erősen savas kémhatású (2.2.4).
- Relatív sűrűség (2.2.5): 1,20–1,21.
- A laktátion azonosságát elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** Az anyag 5,0 g-ját 42 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldatban oldjuk, majd az oldatot *R* desztillált vízzel 50 ml-re hígítjuk.

**Küllem.** A vizsgálandó anyag színe nem lehet erősebb, mint az  $\text{S}_6$  szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Cukrok és egyéb redukáló anyagok.** Az S oldat 1 ml-éhez 1 ml 1 M sósavat elegyítünk. Az oldatot forrásig melegítjük, lehűlés után 1,5 ml 1 M nátrium-hidroxid-oldatot és 2 ml *R* réz(II)-tartarát-oldatot adunk hozzá, majd ismét forrásig melegítjük. Eközben sem vörös, sem zöldes színű csapadék nem válhat le.

A vizsgálat, mely a szirupokkal való összetévesztés kizárására is szolgál, a redukáló cukrok **FEHLING**-reakcióval történő kimutatásán alapul. A réz(II)-ionok redukációjával téglavörös réz(I)-oxid keletkezik. A sósavas forralás során az oligo- vagy poliszacharidok redukáló monoszacharidokká hidrolizálnak. A mintában előforduló mézga (viszkózus poliszacharid) réz(II)-sókkal zöld színeződést ad.



**Citromsav, oxálsav és foszforsavak.** Az S oldat 5 ml-ét *R1 hígított ammónia-oldattal* gyengén meglúgosítjuk (2.2.4), majd 1 ml *R kalcium-klorid-oldat* hozzáadása után 5 percig vízfürdőn melegítjük. Az oldat sem melegítés előtt, sem melegítés után nem lehet erősebben opálos, mint az az elegy, amelyet 1 ml *R vízből* és 5 ml S oldatból készítettünk.

Szennyezett minta esetén kalcium-oxalát, -citrát, illetve -foszfát csapadék keletkezik. A vizsgálat a foszforsavval való összetévesztés kizárására is szolgál.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálatához az S oldat 7,5 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

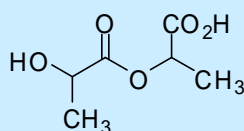
**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálatához az S oldat 5 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

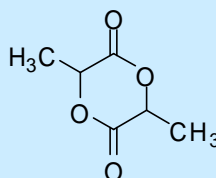
### Tartalmi meghatározás

Az anyag 1,000 g-ját üvegdugós lombikba mérjük, 10 ml *R vizet* és 20,0 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldatot adunk hozzá, majd lezárjuk a lombikot. 30 perc várakozás után az oldatot, 0,5 ml *R fenolftalein-oldat* alkalmazva indikátorként, 1 M sósav-mérőoldattal az oldat rózsaszínének eltűnéséig titráljuk. 1 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 90,1 mg C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub> egyenértékű.

A hidroxisavak funkciós csoportjainak észterképzési reakciói miatt a készítmény szabad tejsav mellett mindig tartalmaz több-kevesebb észterszármazékot (O-laktoil-tejsav és további tejsav-oligomerek, ill. dilaktid) is.

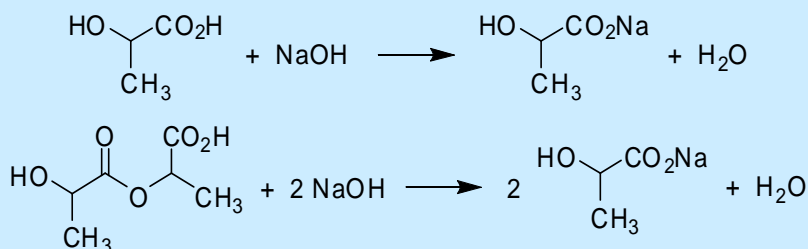


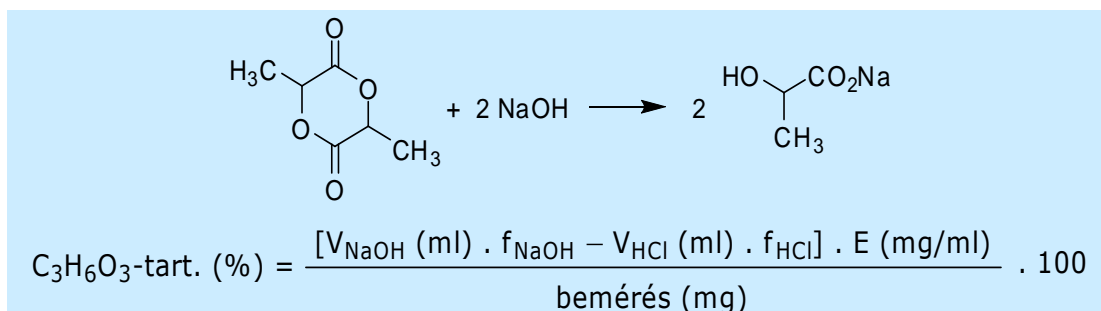
O-laktoil-tejsav



dilaktid

A mintához adott nátrium-hidroxid felesleggel a szabad, valamint a lúgos közegben meginduló észterhidolízissel kialakuló karboxilcsoportok nátriumsót képeznek (a 30 perces szobahőmérsékleten történő állással csak részleges észterhidolízis érhető el). A lúgfelesleget acidimetriásan mérjük vissza. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

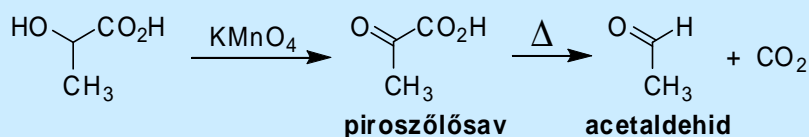




### Tájékoztató vizsgálat

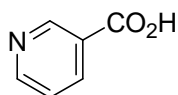
1. Lásd *Acidum lacticum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Acidum lacticum* cikkely **A.** azonosítás.
3. 5,0 ml *R kálium-permanganát-oldat* és 5 csepp anyag elegyét forrásig melegítjük. A folyadék elszíntelenedik, és acetaldehid-szagú lesz.

A tejsav permanganátos oxidációjával piroszőlősav keletkezik, mely hevítve, decarboxileződéssel acetaldehiddé alakul.



## ACIDUM NICOTINICUM

### Nikotinsav



$\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$

123,1

### Definíció

A nikotinsav szárított anyagra vonatkoztatott piridin-3-karbonsav-tartalma 99,5–100,5%.

### Sajátságok

Fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, forrásban levő vízben és forrásban levő alkoholban oldódik; vízben mérsékelten oldódik. Híg alkálilúgok és alkáli-karbonátok híg oldatai oldják.

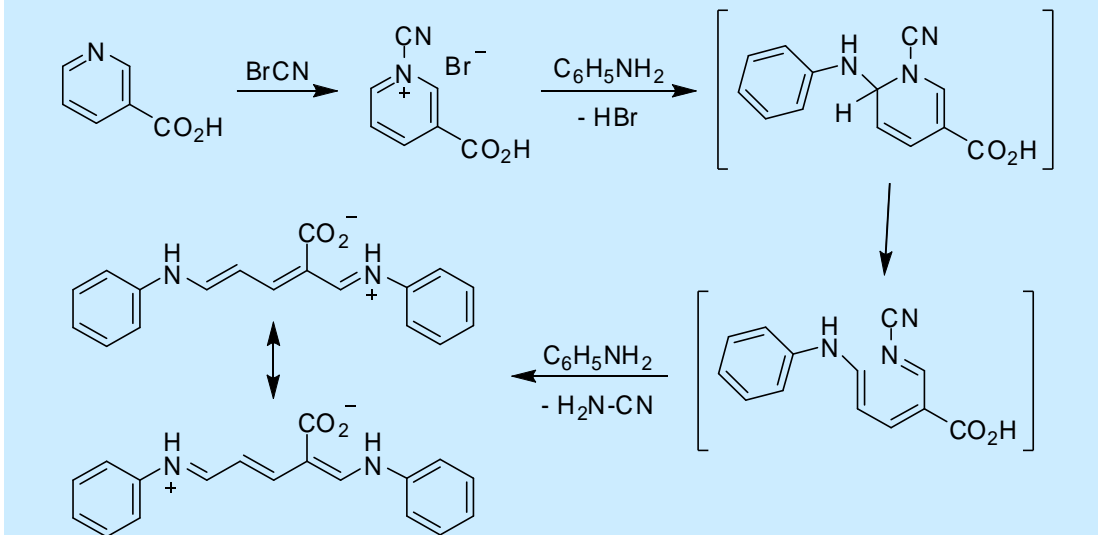
Antihiperlipidémiás (vérlipid-szint csökkentő), értágító, valamint B<sub>3</sub>-vitamin-hatású vegyület.

### Azonosítás

- A. Olvadáspont (2.2.14): 234–240 °C.
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. Kb. 10 mg anyagot 10 ml *R vízben* oldunk. Az oldat 2 ml-ét *R bróm-cianid-oldat* 2 ml-ével és *R anilin* oldatának (25 g/l) 3 ml-ével elegyítjük. Az elegyet összerázzuk. Sárga színeződés keletkezik.



A reakció első lépésében bróm-ciánnal egy kvaterner piridinium só (1-ciano-3-karboxipiridinium-bromid) keletkezik, majd anilinnel a 2-helyzetű, elektronhiányos szénatomon egy fenil-amino-addukt alakul ki. A piridingyűrű felnyílásával és a cianimin csoport anilines transzim-nálódásával egy rezonancia-stabilizált, sárga polimetin-vegyület keletkezik. A módszer 2-helyzetben szubsztituátlan piridinszármazékok azonosítására alkalmas (**KÖNIG**-reakció).

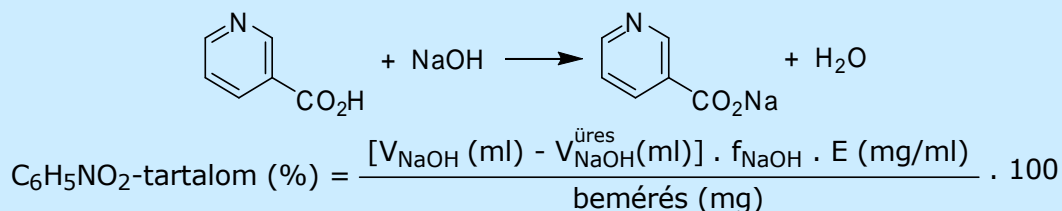


### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,250 g-ját 50 ml *R* vízben oldjuk. Az oldatot, 0,25 ml *R* fenolftalein-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal rózsaszínig titráljuk. Üres kísérletet is végzünk.

1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 12,31 mg  $C_6H_5NO_2$  egyenértékű.

A nikotinsavat alkalimetriás módszerrel, egyértékű savként titráljuk. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).



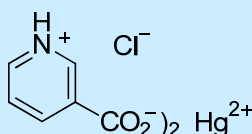
### Tájékoztató vizsgálat

- 0,10 g anyagot 10,0 ml *R* szén-dioxid-mentes vízben oldunk. Az oldatba mártott *R* kék lakmuspapír megpirosodik.

A nikotinsav vizes oldata savas kémhatású, melyet a kék lakmuspapír színváltozása jelez. A lakmus színváltozásának pH-tartománya: 5 (vörös) – 8 (kék).

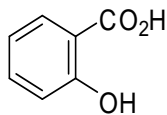
- Az oldat 5,0 ml-es részletét 2,5 ml *R* higany(II)-klorid-oldattal elegyítjük. Lassanként fehér csapadék válik le.

A nikotinsav vízben rosszul oldódó higany(II)-sója keletkezik.



## ACIDUM SALICYLICUM

### Szalicilsav



$C_7H_6O_3$

$M_r$  138,1

#### Definíció

2-Hidroxibenzolkarbonsav. *Tartalom:* 99,0–100,5% (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, fehér vagy színtelen, tű alakú kristályok.

*Oldékonyság:* vízben kevésbé oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik; diklórmetánban mérsékelten oldódik.

Keratolitikus és gombaellenes hatású bőrgyógyászati készítményekben használják.

#### Azonosítás

**A.** Olvadáspont (2.2.14): 158–161 °C.

**B.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**C.** Az oldat 1 ml-ével a szalicilátion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz kb. 30 mg anyagot 5 ml 0,05 M nátrium-hidroxid-oldatban oldunk, az oldatot szükség esetén semlegesítjük, majd R vízzel 20 ml-re hígítjuk.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot 50 ml forrásban levő R desztillált vízben oldunk. A lehűtött oldatot megsűrjük.

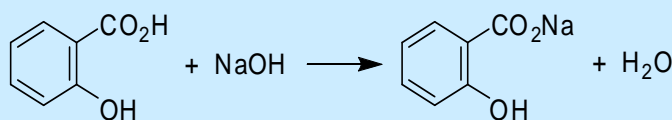
**Az oldat külleme.** 1 g anyagot 10 ml R etanolban (96%) oldunk. Az oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

#### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,120 g-ját 30 ml R etanolban (96%) oldjuk, majd 20 ml R vizet adunk hozzá. Az így nyert oldatot, 0,1 ml R fenolvörös-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 13,81 mg  $C_7H_6O_3$  egyenértékű.

Fenolvörös indikátor mellett a szalicilsavat egyértékű savként, alkalimetriásan határozzuk meg. A fenolvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 6,8 (sárga) – 8,4 (vörösibolya).



$$C_7H_6O_3\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{NaOH} \text{ (ml)} \cdot f_{NaOH} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

#### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Acidum salicylicum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

2. Kb. 10 mg anyagot 5,0 ml *R* vízben enyhe melegítéssel oldunk. Az oldatba mártott *R* kék lakmuszpapír rózsaszínű lesz.

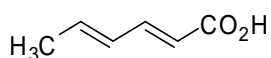
A szalicilsav vizes oldata savas kémhatású. A lakmusz színváltozásának pH-tartománya: 5 (vörös) – 8 (kék).

3. A lehűtött oldat *R2 vas(III)-klorid*–oldat néhány cseppjétől sötét ibolyaszínű lesz.

Vas(III)-ionokkal háromligandumos kelátkomplex keletkezik (lásd szalicilát általános azonosítási vizsgálata).

## ACIDUM SORBICUM

### Szorbinsav



*M*, 112,1

#### Definíció

(2*E*,4*E*)-Hexa-2,4-diénsav. *Tartalom*: 99,0–101,0% (vízmentes anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság*: Vízben kevésbé oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik.

Mikrobiológiai tartósítószer, főleg gombaellenes hatású.

#### Azonosítás

**A.** Olvadáspont (2.2.14): 132-136 °C.

**B.** Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**C.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**D.** Kb. 0,2 g anyagot 2 ml *R etanolban* (96%) oldunk. Az oldathoz 0,2 ml *R brómos vizet* adunk. Elegyítéskor a brómos víz színe eltűnik.

A reakció során a szorbinsav olefinkötéseire bróm addíciónálódik.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 1,25 g anyagot *R etanollal* (96%) 25 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

#### Tájékoztató vizsgálat

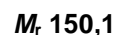
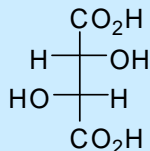
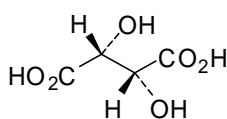
1. Lásd *Acidum sorbicum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

2. Az anyag telített *R vizes* oldata savas kémhatású.

3. Lásd *Acidum sorbicum* cikkely **D.** azonosítás.

## ACIDUM TARTARICUM

### Borkősav



#### Definíció

(2*R*,3*R*)-2,3-Dihydroxybutándisav. *Tartalom*: 99,5–101,0% (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság*: vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik.

Antioxidáns vegyület, pezsgőtabletták, granulátumok szétesését elősegítő adalékanyagként használják. Gyógyszeranalitikai reagens.

#### Azonosítás

- A. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) erősen savas kémhatású (2.2.4).
- B. A tartarátion azonosságai reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot *R* desztillált vízzel 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az S<sub>6</sub> szín–mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Fajlagos optikai forgatóképesség** (2.2.7): +12,0 és +12,8 között (szárított anyagra). A vizsgálathoz 5,00 g anyagot *R* vízzel 25,0 ml-re oldunk.

#### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,650 g-ját 25 ml *R* vízben oldjuk. Az oldatot, 0,5 ml *R* fenolftalein–oldatot alkalmazva indikátorként, 1 M nátrium-hidroxid–mérőoldattal rózsaszínig titráljuk.

1 ml 1 M nátrium-hidroxid–mérőoldattal 75,05 mg C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub> egyenértékű.

A borkősavat kétértékű savként, alkalimetriás módszerrel határozzuk meg. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

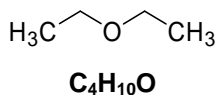
$$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

#### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Acidum tartaricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Acidum tartaricum* cikkely A. azonosítás.
3. Lásd *Acidum tartaricum* cikkely B. azonosítás.

## AETHER

### Éter



**M<sub>r</sub> 74,1**

#### Definíció

Az éter dietil-éter, amely megfelelő koncentrációban alkalmas, nem illékony antioxidánst is tartalmazhat.

#### Sajátságok

Tiszta, színtelen, illékony, nagyon gyúlékony folyadék. Vízen oldódik; alkohollal, diklórmetánnal és zsíros olajokkal elegyedik.

Inhalációs narkotikum. Gyógyászati alkalmazása gyúlékonysága és mellékhatásai miatt napjainkra visszaszorult. A gyógyszeranalitikában oldószerként használják.

#### Vizsgálatok

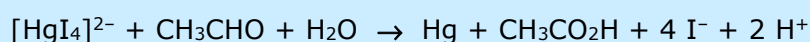
**Savasság.** 20 ml *R alkohol* és 0,25 ml *R1 brómtimolkék-oldat* elegyéhez cseppenként annyi 0,02 M nátrium-hidroxid-mérőoldatot adunk, hogy a keletkező kék szín 30 másodpercig megmaradjon. Ezután az oldatot összerázzuk a vizsgálandó anyag 25 ml-ével. Az így nyert elegyhez annyi 0,02 M nátrium-hidroxid-mérőoldatot csepegtetünk, hogy az ismét megjelenő kék szín 30 másodpercig megmaradjon. A 0,02 M nátrium-hidroxid-mérőoldatból legfeljebb 0,4 ml fogyhat.

A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Az enyhén lúgos oldatot a vizsgálandó éterrel összerázzva, a pH-érték nem csökkenhet jelentősen.

**Idegen szagú anyagok.** 80 mm átmérőjű, kör alakú szűrőpapírt 5 ml vizsgálandó anyaggal átnedvesítünk, majd hagyjuk az anyagot elpárologni. Közvetlenül az elpárolgás után idegen szag ne legyen érezhető.

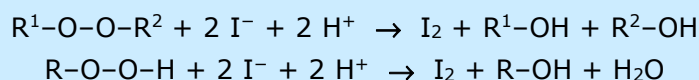
**Aldehidek.** 10,0 ml anyagot üveg dugós mérőhengerben 1 ml *R lúgos kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldattal* 10 másodpercig rázogatójuk. A keveréket fénytől védett helyre tesszük. 5 perc elteltével az alsó fázis sárgán vagy vörösesbarnán opalizálhat, de szürke vagy fekete opaleszcencia nem mutatkozhat.

Az éter oxidációja során képződő acetaldehid (lásd „Peroxidok” vizsgálat magyarázata) a higany(II)-komplexből fém higanyt választ le.



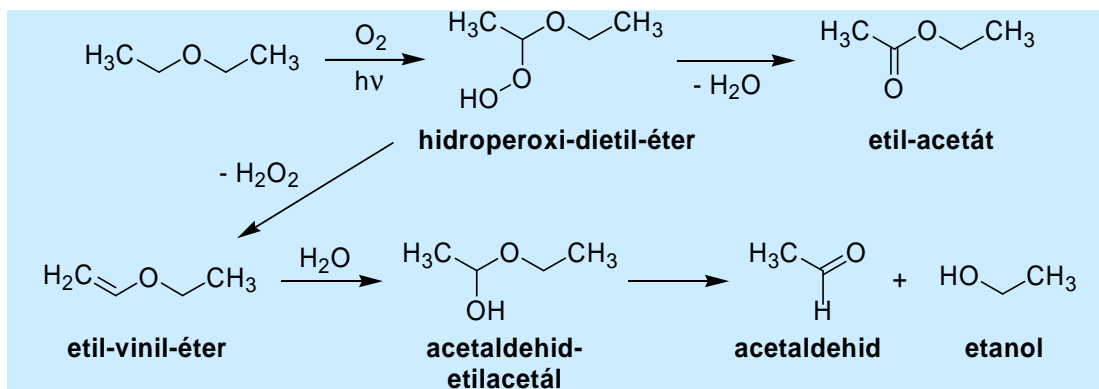
**Peroxidok.** Egy kb. 15 mm átmérőjű, 12 ml-es, üveg dugós mérőhengerbe 8 ml *R kálium-jodid-keményítő-oldatot* mérünk, majd a mérőhengert teljesen megtöltjük a vizsgálandó anyaggal. Erőteljes összerázás után a keveréket fénytől védett helyre tesszük. 5 percen belül a keverék nem színeződhet.

A peroxidszennyezés a jodidot jóddá oxidálja, mely keményítővel kék színű komplexet képez.



Az étert desztillálni csak akkor szabad, ha megfelel e vizsgálat követelményeinek!

A levegő oxidáló hatására robbanékony éter-peroxidok képződhetnek. A folyamatot napfény, vasnyomok, valamint szerves szennyezőanyagok gyorsítják.

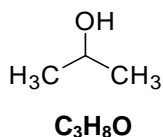


### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Aether* cikkely „Idegen szagú anyagok” pont.

## ALCOHOL ISOPROPYLICUS

### Izopropil-alkohol



*M<sub>r</sub>* 60,1

#### Definíció

Propán-2-ol.

#### Sajátságok

*Küllem:* tiszta, színtelen folyadék.

*Oldékonyság:* vízzel és alkohollal elegyedik.

Az etanolhoz hasonló fertőtlenítőszer. Egyes kozmetikumokban oldószerként is használják.

#### Azonosítás

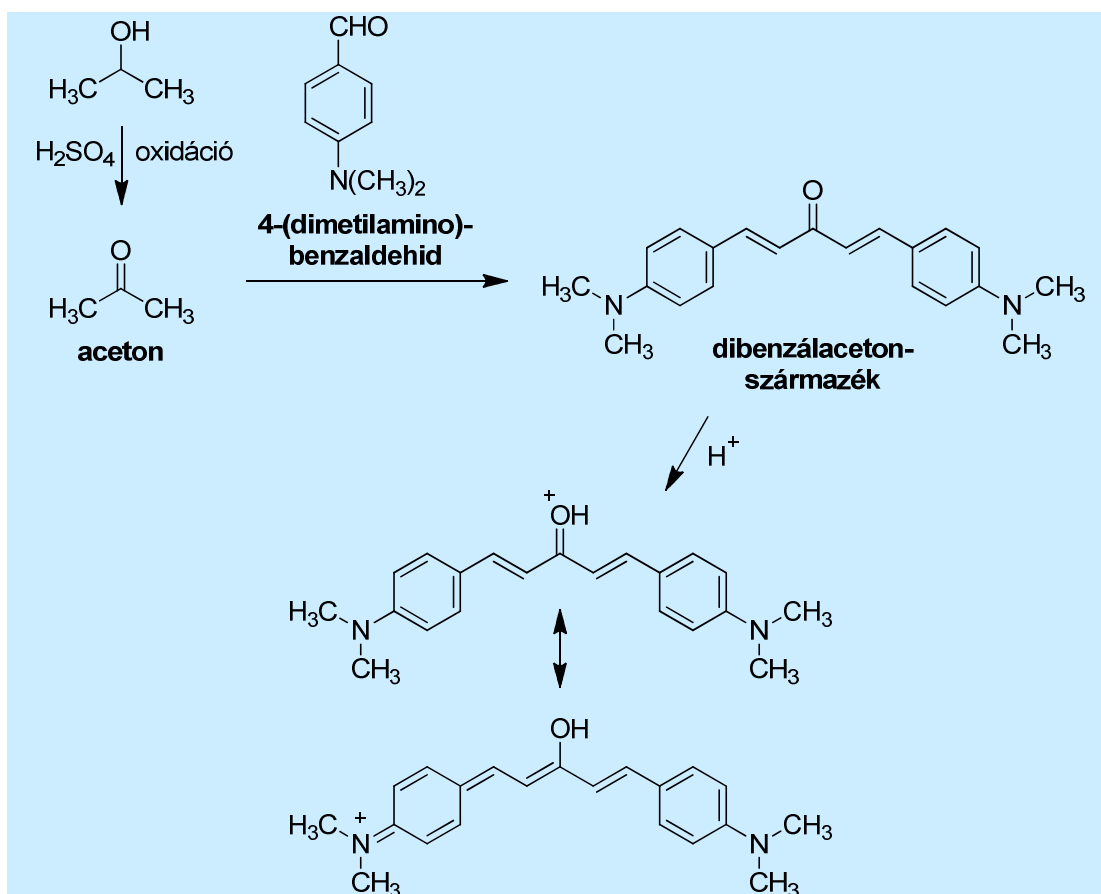
**A.** Relatív sűrűség (2.2.5): 0,785–0,789.

**B.** Törésmutató (2.2.6): 1,376–1,379.

**C.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**D.** 1 ml anyagot 4 ml *R* vízzel elegyítünk majd óvatosan *R* dimetilamino-benzaldehid *R* tömény kénsavval készített, 10 g/l töménységű oldatának 2 ml-ét adjuk hozzá úgy, hogy a két réteg ne keveredjen össze. A két folyadék határfelületén azonnal vörös-lila színeződés mutatkozik. A teljes kénsavas fázis színe 2-5 perc elmúltával fokozatosan lilává válik.

Az izopropil-alkohol a kénsavas oldatban acetonná oxidálódik. Az aceton 4-(dimetilamino)-benzaldehiddel vörös színű dibenzalacetonszármazékot képez, mely savas közegben egy mezoméria-stabilizált kationná protonálódik.



### Vizsgálatok

**Küllem.** A vizsgálandó anyag tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer). 1 ml anyagot *R* vízzel 20 ml-re hígítunk. Az oldat 5 perc elteltével tiszta legyen (2.2.1).

**Peroxidok.** Egy kb. 15 mm átmérőjű, 12 ml-es, üveg dugós kémcsőbe 8 ml *R* kálium-jodid–keményítő–oldatot mérünk, majd a kémcsövet a vizsgálandó anyaggal teljesen megtöltjük. Az erőteljes összerázás után a fénytől védett helyre tett oldat 30 percen belül nem színeződhet el.

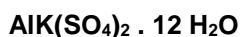
A peroxidszennyezés a jodidot jóddá oxidálja, mely keményítővel kék színű komplexet képez (reakcióegyenletek: lásd *Aether* cikkely „Peroxidok” vizsgálat magyarázata).

### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Alcohol isopropylicus* cikkely „Küllem” pont.
2. Lásd *Alcohol isopropylicus* cikkely „Oldékonyság” pont.

## ALUMEN

### Alumínium-kálium-szulfát



*M*<sub>r</sub> 474,4

#### Definíció

Az alumínium-kálium-szulfát  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ -tartalma 99,0–100,5%.

#### Sajátságok

*Küllem:* szemcsés por vagy színtelen, átlátszó, kristályos tömeg.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; forrásban levő vízben nagyon bőségesen oldódik; glicerinen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Összehúzó (adsztringens) tulajdonsága miatt bőrgyógyászati készítményekben és szájvizekben alkalmazzák. Vérzéscsillapításra is használják (timsó).

### Azonosítás

- A.** A szulfátion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.
- B.** Az alumíniumion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.
- C.** A káliumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét 0,5 g *R nátrium-hidrogén-karbonáttal* összerázzuk, majd megsűrjűnk, és a szüredéket vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot *R vízzel* 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 3,0–3,5. A vizsgálathoz 1,0 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 10 ml-re oldunk.

**Ammónium** (2.4.1): legfeljebb 0,2%. Az S oldat 1 ml-éhez 4 ml *R vizet* adunk. A vizsgálathoz az így nyert oldat 0,5 ml-ét *R vízzel* 14 ml-re hígítjuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 2 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk. A vizsgálat során 0,3 ml *R tioglikolsavat* használunk.

**Nehézfémetek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag enyhén hevítve megolvad, felpuffad. A kristályvíz pezsgés közben forr el belőle, és a szilárd maradék fehér.
2. Lásd *Alumen* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Lásd *Alumen* cikkely **A.** azonosítás.
4. Lásd *Alumen* cikkely **B.** azonosítás.
5. Lásd *Alumen* cikkely **C.** azonosítás.

## ALUMINII SULFAS

### Alumínium-szulfát

#### Definíció

Az alumínium-szulfát  $Al_2(SO_4)_3$ -tartalma ( $M_r$  342,1) 51,0–59,0%. Az anyag változó mennyiségű kristályvizet tartalmaz.

#### Sajátságok

*Küllem:* színtelen, fénylő kristályok vagy kristályos tömeg.

*Oldékonyság:* hideg vízben oldódik; forró vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.



Adsztringens (összehúzó) hatású vegyület. Izzadásgátló készítményekben, külsőleg használják.

### Azonosítás

- A.** A szulfátion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.
- B.** Az alumíniumion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot *R* vízzel 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat opálösszege nem lehet erősebb, mint a III. számú összehasonlító szuszpenzióé (2.2.1). Az S oldat színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3) 2,5–4,0. A vizsgálathoz 0,5 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 25 ml-re oldunk.

**Ammónium** (2.4.1): legfeljebb 500 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 0,4 ml-ét *R* vízzel 14 ml-re hígítjuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 100 ppm. Az S oldat 2 ml-ét *R* vízzel 10 ml-re hígítjuk. A vizsgálat során 0,3 ml *R* tioglikolsavat használunk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 50 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 8 ml-ét *R* vízzel 20 ml-re hígítjuk, s az így kapott oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag hevítve megolvad, a kristályvíz pezsgés közben forr el belőle, miközben az anyag beszárad. Maradék huzamosabb hevítésre is fehér marad.
2. Lásd *Aluminii sulfas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Lásd *Aluminii sulfas* cikkely **A.** azonosítás.
4. Lásd *Aluminii sulfas* cikkely **B.** azonosítás.

## AMMONII BROMIDUM

### Ammónium-bromid

$NH_4Br$

$M_r$  97,9

### Definíció

*Tartalom:* 98,5–100,5% (száritott anyagra).

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, vagy színtelen kristályok; nedvszívó.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) mérsékelten oldódik.

Levegő vagy fény hatására megsárgul.

Szedatív (nyugtató) hatású vegyület.

### Azonosítás

- A.** A bromidion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**B.** Az ammóniumsók azonosságát elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. 10 ml S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgálunk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

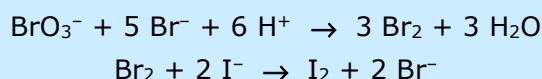
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,05 ml *R metilvörös-oldatot* adunk. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 M sósav-mérőoldat vagy 0,5 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldat hozzáadására az indikátor színének meg kell változnia.

Az ammónium-bromid vizes oldata gyengén savas kémhatású. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor sósav-mérőoldatot, ha vöröset, akkor pedig nátrium-hidroxid-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Narancssárga szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Bromát.** Az S oldat 10 ml-ét 1 ml *R keményítő-oldattal*, *R kálium-jodid* 100 g/l töménységű oldatának 0,1 ml-ével és 0,25 ml 0,5 M kénsavval elegyítjük, majd az oldatot fénytől védett helyen 5 percig állni hagyjuk. Nem keletkezhet kék vagy ibolyaszínű színeződés.

Bromátszennyezés esetén bróm képződik, ami a jodidot jóddá oxidálja. A jód keményítővel kék színű komplexet képez.



**Jodid.** Az S oldat 5 ml-ét 0,15 ml *R1 vas(III)-klorid-oldattal* és 2 ml *R diklórmétánnal* osszerázzuk, majd a rétegeket hagyjuk szétválni. Az alsó réteg színtelen legyen (2.2.1, I. módszer).

A vas(III)-ionok a jodidot jóddá oxidálják, amely diklórmétánban lila színnel oldódik.



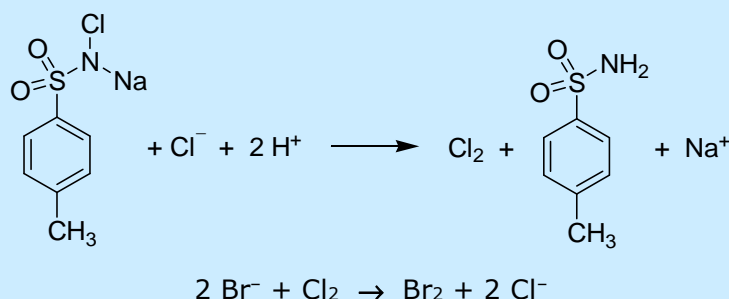
**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

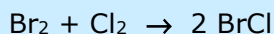
### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Az S oldat mintegy 5 ml-ét *R hígított sósavval* megsavanyítjuk, majd 2,0 ml *R kloroformot* öntünk hozzá. Ezután néhány csepp *R klóramin-oldatot* cseppentve hozzá, osszerázzuk. A különváló kloroformos réteg sárga színű lesz. További *R klóramin-oldatot* hozzáadva, osszerázás után az elkülönülő kloroformos réteg narancsvörös színű.

A klóraminból [melynek egyéb elnevezései: nátrium-(*N*-klór-4-metilbenzolszulfonimidát), klóramin-T, tozilklóramid-nátrium] savas közegben, kloridionokkal klór képződik, amely a bromidot brómmá oxidálja. A bróm kloroformban narancsvörös-barna színnel oldódik (kis mennyiségű bróm a kloroformos réteget sárgára színezi).

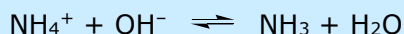


Ha a klóramint feleslegben alkalmazzuk, a bróm tovább oxidálódik és a kloroformos réteg narancsvörös–barna színe bróm-klorid képződése miatt sárgára változik.



3. Az S oldat újabb 5 ml-ét 2,0 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldattal* elegyítve enyhén melegítjük. Ammóniaszag érezhető.

Ammóniumsókból lúg hatására ammóniagáz fejlődik.



## AMMONII CHLORIDUM

### Ammónium-klorid

$\text{NH}_4\text{Cl}$

*M*: 53,49

#### Definíció

*Tartalom*: 99,0–100,5% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság*: vízben bőségesen oldódik.

Expektoráns (köptető) és diuretikus (vizelethajtó) hatású, a vizeletet savassá (pH ~5) teszi.

#### Azonosítás

- A.** A kloridion azonosítási reakcióit elvégezve (2.3.1), az előírt változások észlelhetők.
- B.** Az ammóniumsók azonosságai reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 10 ml-ét vizsgáljuk.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

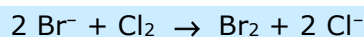
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,05 ml *R metilvörös-oldatot* adunk. Az indikátor színének megváltozásához legfeljebb 0,5 ml 0,01 M sósav–mérőoldat vagy 0,5 ml 0,01 M nátrium-hidroxid–mérőoldat fogyhat.

Az ammónium-klorid vizes oldata enyhén savas kémhatású. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor sósav–mérőoldatot, ha vöröset, akkor pedig nátrium-hidroxid–mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Narancssárga szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Bromid és jodid.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,1 ml *R hígított sósavat* és 0,05 ml *R klóramin-oldatot* mérünk. 1 perc elteltével 2 ml *R kloroformot* adunk az elegyhez. Erőteljes összerázás után a kloroformos fázis színtelen maradjon (2.2.2, I. módszer).

A klóraminból savas közegben, kloridionokkal klór képződik (lásd *Ammonii bromidum* cikkely, „Tájékoztató vizsgálat” 2. pont), amely a bromidot brómmá, a jodidot pedig jóddá oxidálja. Kloroformban a bróm narancsvörös–barna, a jód pedig ibolyaszínnel oldódik.



**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 150 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

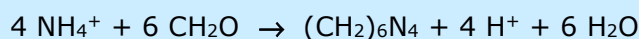
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 1,000 g-ját 20 ml *R vízben* oldjuk. Az oldathoz olyan elegyet adunk, amelyet 5 ml, *R fenolftalein-oldatra* semlegesített *R formaldehid-oldatból* és 20 ml *R vízből* készítettünk. Egy-két perc elteltével az oldatot, további 0,2 ml *R fenolftalein-oldatot* alkalmazva indikátorként, 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal lassan titráljuk.

1 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 53,49 mg  $\text{NH}_4\text{Cl}$  egyenértékű.

Formaldehiddel az ammóniumionok meténamint (hexametiléntetramint) képeznek, a felszabaduló savat alkalimetriásan titráljuk. A gyenge bázis meténamin ( $\text{pK}_s = 4,6$ ) a meghatározást nem zavarja. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).



$$\text{NH}_4\text{Cl-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Ammonii chloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Az S oldat 1,0 ml-ét 5 ml *R vízzel* hígítjuk, és 1,0 ml *R hígított salétromsavval* megsavanyítjuk. Az elegyben 1,0 ml *R1 ezüst-nitrát-oldat* fehér, túros csapadékot okoz, amely *R2 hígított ammónia-oldat* feleslegében színtelenül oldódik.

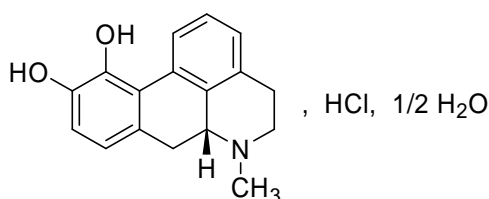
Az ezüst-klorid csapadék ammónia-oldatban diammin-ezüst-komplex képződésével oldódik.

3. Az S oldat 5,0 ml-ét 2,0 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldattal* elegyítve enyhén melegítjük. Ammóniaszag érezhető.

Ammóniumsókból lúg hatására ammóniagáz fejlődik (lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 3. pont).

## APOMORPHINI HYDROCHLORIDUM HEMIHYDRICUM

### Apomorfin-hidroklorid-hemihidrát



*M*, 312,8

### Definíció

(6a*R*)-6-Metil-5,6,6a,7-tetrahidro-4*H*-dibenzo[*de,g*]kinolin-10,11-diol-hidroklorid-hemihidrát.

*Tartalom:* 98,5-101,0% (száritott anyagra).

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy enyhén sárgásbarna vagy zöldes árnyalatú szürkés színű, kristályos por, illetve kristályok; fény és levegő hatására a zöldes árnyalat kifejezettebbé válik.

*Oldékonyság:* vízben és etanolban (96%) mérsékelten oldódik; toluolban gyakorlatilag nem oldódik.

Hánytató hatású gyűjlet. Parkinson-kór kezelésére használják.

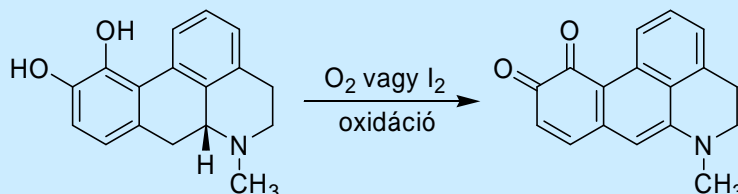
### Azonosítás

**A.** Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**C.** 5 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) addig adagolunk néhány ml *R* nátrium-hidrogén-karbonát-oldatot, amíg maradandó fehér csapadék nem képződik. A csapadék lassan zöldes színűvé válik. 0,25 ml 0,05 M jóddal összerázva a csapadék szürkészöld színű lesz. Az elkülönített csapadék *R* diklór-metánban ibolyáskék színnel, *R* etanolban (96%) pedig kék színnel oldódik.

A nátrium-hidrogén-karbonáttal felszabadított apomorfin bázis pirokatechin vázeleme lúgos közegben zöld színű *orto*-kinonná oxidálódik. Az oxidáció könnyen, már a levegő oxigénjének hatására megindul, majd a jóddal hozzáadására teljesen végbemegy (**PELLAGRI**-reakció). A képződő *orto*-kinon-származék színe az oldószermolekulákkal kialakuló kölcsönhatásoktól függően változik (szolvatokróm effektus).



**D.** 2 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 0,1 ml *R* tömény salétromsavat adunk. Az elegyet összerázzuk és megsűrjük. A szüredékkel elvégezve a kloridion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 0,25 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel, melegítés nélkül, 25 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>5</sub>, vagy a ZS<sub>5</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

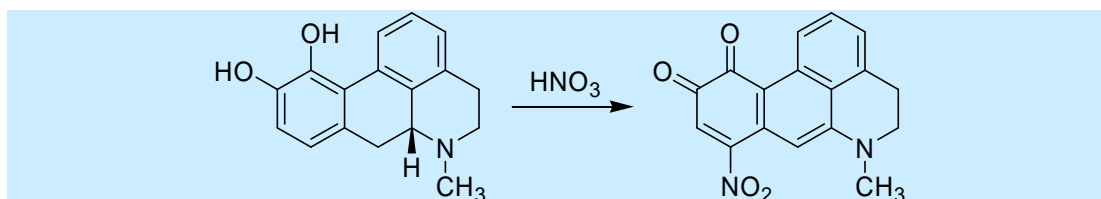
### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Apomorphini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

2. Lásd *Apomorphini hydrochloridum* cikkely **C.** azonosítás. (A csapadék oldódását elegendő *R* etanolban (96%) vizsgálni.)

3. Kb. 10 mg anyag 1 csepp *R* tömény salétromsavtól pirosra színeződik.

A salétromsav az apomorfint oxidálja és nitrálja: a 8-nitroapomorphin *orto*-kinonszármazéka keletkezik (**HUSEMANN**-reakció).



4. Kb. 10 mg anyagot 5,0 ml, pár csepp *R* hígított salétromsavval megsavanyított *R* vízben oldunk. Néhány csepp *R1* ezüst-nitrát-oldattól fehér csapadék válik le.

Ezüst-klorid csapadék képződik.

## AQUA PURIFICATA

### Víz, tisztított

H<sub>2</sub>O

*M<sub>r</sub>* 18,02

#### Definíció

A tisztított víz – indokolt és engedélyezett esetek kivételével – azon gyógyszerek előállítására szánt víz, amelyekkel szemben nem követeljük meg, hogy sterilek és pirogénmentesek legyenek.

#### Letöltetlen, tisztított víz

#### Előállítás

A letöltetlen, tisztított víz desztillálással, ioncserélő eljárással, fordított ozmózissal vagy egyéb alkalmas módszerrel, az illetékes hatóság által meghatározott előírásoknak megfelelő, emberi fogyasztásra szánt vízből állítható elő.

A tisztított víz tárolási és szétöltési körülményeit úgy kell kialakítani, hogy a mikroorganizmusok szaporodása és az anyag egyéb szennyeződése kizárt legyen.

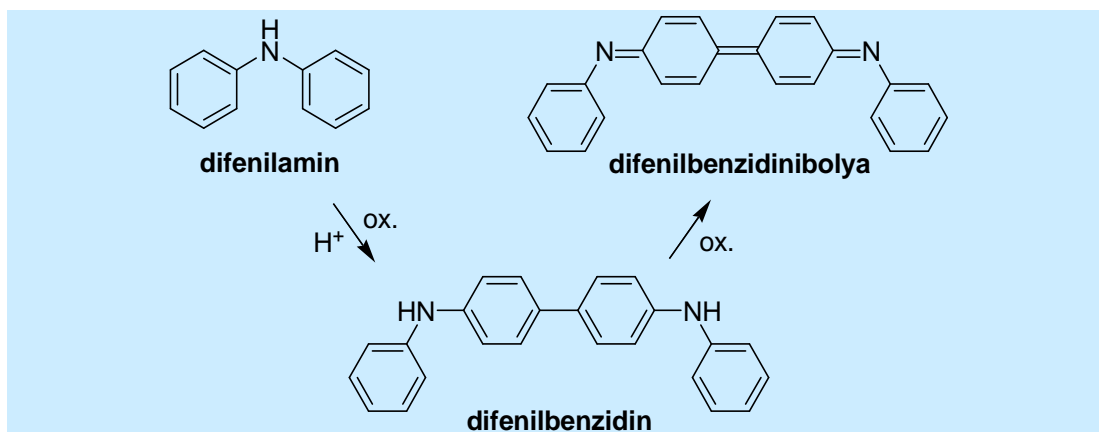
#### Sajátságok

*Küllem:* tiszta és színtelen folyadék.

#### Vizsgálatok

**Nitrát:** legfeljebb 0,2 ppm. Egy 5 ml anyagot tartalmazó, jeges vízbe merített kémcsőbe *R* kálium-klorid oldatából (100 g/l) 0,4 ml-t, *R* difenilamin-oldatból 0,1 ml-t, továbbá *R* nitrogénmentes tömény kénsavból pedig cseppenként és rázogatózás közben 5 ml-t mérünk. Ezután a kémcsövet 50 °C-os vízfürdőbe helyezük. 15 perc elteltével az oldat kék színe nem lehet erősebb, mint az egyidejűleg és azonos módon készített összehasonlító oldaté. Az összehasonlító oldat készítéséhez 4,5 ml *R* nitrátmentes víz és 0,5 ml *R* nitrát-mértékoldat (2 ppm NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) elegyét használjuk.

A difenilamint a nitrát tömény kénsavas közegben difenilbenzidinné, majd mélykék színű, kinoidális szerkezetű difenilbenzidinibolyává (difenilaminkék) oxidálja. A reakció igen érzékeny, de – mivel más oxidálószer is ezt a terméket adják – nem specifikus. A reakció érzékenységét a kloridionok növelik.



## Letöltött, tisztított víz

A letöltött, tisztított víz letöltetlen, tisztított vízből készül, olyan körülmények között, amelyek a letöltés és a tárolás során biztosítják az előírt mikrobiológiai minőséget. A letöltött, tisztított víz adalékanyagokat nem tartalmazhat.

### Sajátságok

*Küllem:* tiszta és színtelen folyadék.

### Vizsgálatok

Az anyag feleljen meg a „Letöltetlen, tisztított víz”-re előírt követelményeknek, az alábbi kiegészítésekkel:

**Savasság, lúgosság.** A boroszilikát-üveglombikban frissen kiforralt, majd lehűtött anyag 10 ml-e 0,05 ml *R metilvörös-oldattal* elegyítve, nem színeződhet vörösre. Az anyag 10 ml-e 0,1 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* elegyítve, nem színeződhet kékre.

A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga). A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék).

**Oxidálható anyagok.** 100 ml anyaghoz 10 ml *R hígított kénsavat* és 0,1 ml 0,02 M kálium-permanganát-mérőoldatot elegyítünk. Az oldatnak 5 percig tartó forralás után is halvány rózsaszínűnek kell maradnia.

Oxidálható szennyezések (pl. szerves vegyületek) a kálium-permanganát-oldatot elszíntelenítik.

**Klorid.** 10 ml anyaghoz 1 ml *R hígított salétromsavat* és 0,2 ml *R2 ezüst-nitrát-oldatot* elegyítünk. Az oldat külleme legalább 15 percig nem változhat.

Kloridszennyezés esetén ezüst-klorid csapadék képződik.

**Szulfát.** 10 ml anyaghoz 0,1 ml *R hígított sósavat* és 0,1 ml *R1 bárium-klorid-oldatot* elegyítünk. Az oldat külleme legalább 1 órán át nem változhat.

A szulfátszennyezést bárium-szulfát csapadékként mutatjuk ki.

**Ammónium:** legfeljebb 0,2 ppm. 20 ml anyaghoz 1 ml *R lúgos kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldatot* elegyítünk. 5 perc elteltével az oldatot felülnézetben, a kémcső függőleges tengelyének irányában vizsgáljuk. Az oldat színe nem lehet erősebb, mint a következő összehasonlító oldaté, amelyet egyidejűleg készítünk: 4 ml *R ammónium-mértékoldat* (1 ppm  $NH_4^+$ ) és 16 ml *R ammóniamentes víz* elegyéhez 1 ml *R lúgos kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldatot* elegyítünk.

Az ammóniumszennyezésből bázisos higany-amidojodid képződik (lásd Ammónium határértékvizsgálat 2.4.1/A).

**Kalcium és magnézium.** 100 ml anyaghoz 2 ml *R ammónium-klorid-tompítóoldatot (pH 10,0)*, 50 mg *R eriokrómfekete-T-porhígítást* és 0,5 ml 0,01 M nátrium-edetát-mérőoldatot elegyítünk. Az oldat tiszta kékre színeződjék.

Az eriokrómfekete-T indikátor oldata 8–12 pH-tartományban kék, azonban kalcium- vagy magnéziumionok jelenlétében – komplexképzés következtén – borvörösre színeződik.

### Tájékoztató vizsgálatok

1. 200 ml-es színtelen főzőpohárba 200 ml anyagot öntünk. Az anyag fehér, majd fekete alapra helyezve és felülről nézve színtelen és tiszta legyen..
2. Lásd *Aqua purificata* cikkely „Savasság, lúgosság” pont.
3. Lásd *Aqua purificata* cikkely „Oxidálható anyagok” pont.

## ARGENTI NITRAS

### Ezüst nitrát



$M_r$  169,9

#### Definíció

Az ezüst-nitrát  $\text{AgNO}_3$ -tartalma 99,0–100,5%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér kristályos por vagy átlátszó, színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

Antiszeptikus hatású vegyület. Sebgyógyulást (hámosodást) elősegítő kenőcsök komponense. Szilárd formában („lápisz rudacsák”) szemölcsök, bőrkinövéseltávolítására is használják.

#### Azonosítás

- A. A nitrácion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. 10 mg anyagot vizsgálunk.
- B. Az ezüstion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. 10 mg anyagot vizsgálunk.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,0 g anyagot *R vízzel* 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 2 ml-e 0,1 ml *R brómkrezolzöld-oldattal* elegyítve kék színű legyen. Az S oldat 2 ml-e 0,1 ml *R fenolvörös-oldattal* elegyítve sárga színű legyen.

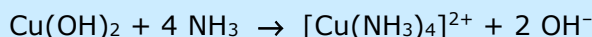
Az előírt indikátorszínek alapján az S-oldat pH tartománya: 5,2–6,8. A brómkrezolzöld indikátor színváltozásának pH-tartománya: 3,6 (sárga) – 5,2 (kék). A fenolvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 6,8 (sárga) – 8,4 (vörösesibolya).

**Alumínium, ólom, réz és bizmut.** 1,0 g anyagot 4 ml *R tömény ammónia-oldat* és 6 ml *R víz* elegyében oldunk. Az így nyert oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

Az alumínium(III)-, ólom(II)- és bizmut(III)-ionok ammónium-hidroxiddal fehér  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Pb}(\text{OH})_2$ , ill.  $\text{Bi}(\text{OH})_3$  csapadékot adnak, melyek a reagens feleslegében nem oldódnak.



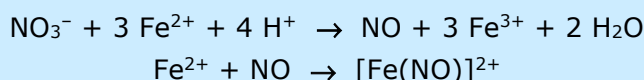
A réz(II)-ionokkal képződő világoskék  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  csapadék a reagens feleslegében intenzív kék színű tetraammin-réz(II)-komplekként oldódik.



### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Argentii nitras* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Argentii nitras* cikkely **B.** azonosítás.
3. Kb. 50 mg anyagot 2 csepp *R* vízben oldunk, s az oldathoz 3,0 ml *R tömény kénsavat* elegyítünk. A lehűtött oldatra *R2 vas(II)-szulfát-oldatot* rétegezve a folyadékok érintkezési felületén barnásfekete gyűrű keletkezik.

Tömény kénsavas közegben a vas(II)-ionok a nitrátot redukálják, majd a keletkező nitrogén-monoxid vas(II)-ionokkal barna nitrozo-vas(II)-kompleket képez.



## ARSENII TRIOXIDUM AD PRAEPARATIONES HOMOEOPATHICAS

### Arzén(III)-oxid, homeopátiás gyógyszerkészítmények előállítására

$\text{As}_2\text{O}_3$

*M*, 197,8

#### Definíció

*Tartalom*: 99,5–100,5%  $\text{As}_2\text{O}_3$ .

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér por.

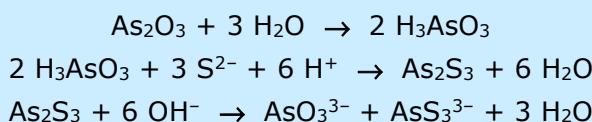
*Oldékonyság*: vízben gyakorlatilag nem oldódik vagy mérsékelten oldódik. Alkáli-hidroxidok és karbonátok oldatai oldják.

Az arzén(III)-oxid roboráló és vörösvérsejt-képződést elősegítő (hematopoetikus) hatású.

#### Azonosítás

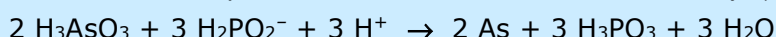
- A.** 20 mg anyagot 1 ml *R hígított sósavban* oldunk. Az oldathoz 4 ml *R vizet* és 0,1 ml *R nátrium-szulfid-oldatot* elegyítünk. Sárga csapadék képződik, amely *R1 hígított ammónia-oldatban* oldódik.

Az arzén(III)-oxid híg sósavban arzénessavként oldódik. A savas oldatból nátrium-szulfid hatására leváló sárga arzén(III)-szulfid csapadék ammónium-hidroxid-oldatban színtelen arzenit és tioarzenit képződése közben oldódik.



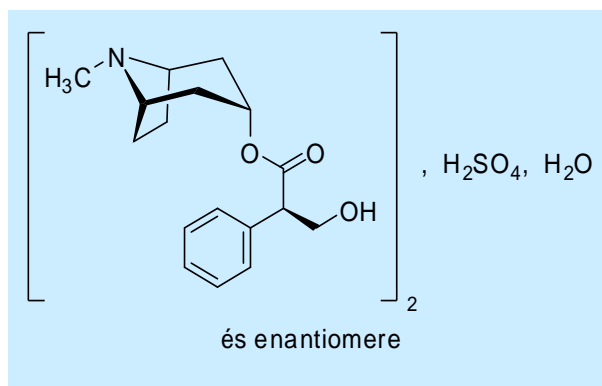
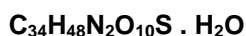
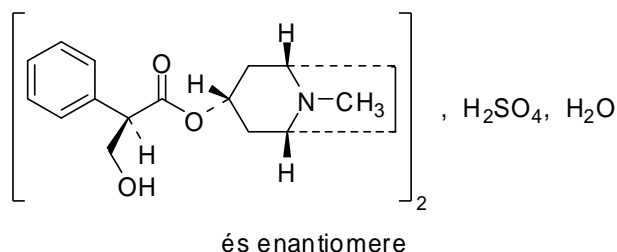
- B.** 20 mg anyagot 1 ml *R1 sósavban* oldunk. 5 ml *R hipofoszfít-reagens* hozzáadása után az oldatot 15 percig vízfürdőn melegítjük. Fekete csapadék keletkezik.

A hipofoszfít a savas oldáskor képződő arzénessavat elemi arzénre redukálja (**THIELE**-próba).



## ATROPINI SULFAS

### Atropin-szulfát



#### Definíció

Bisz[[[(1*R*,3*r*,5*S*)-8-Metil-8-azóniabiciklo[3.2.1]oktán-3-il]-[(2*RS*)-3-hidroxi-2-fenilpropanoát]]-szulfát-monohidrát.

*Tartalom:* 99,0–101,0% (vízmentes anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik.

A *Solanaceae* családba tartozó növényekben előforduló, paraszimpatolitikus hatású alkaloid.  
A racém tropasav tropinésztere.

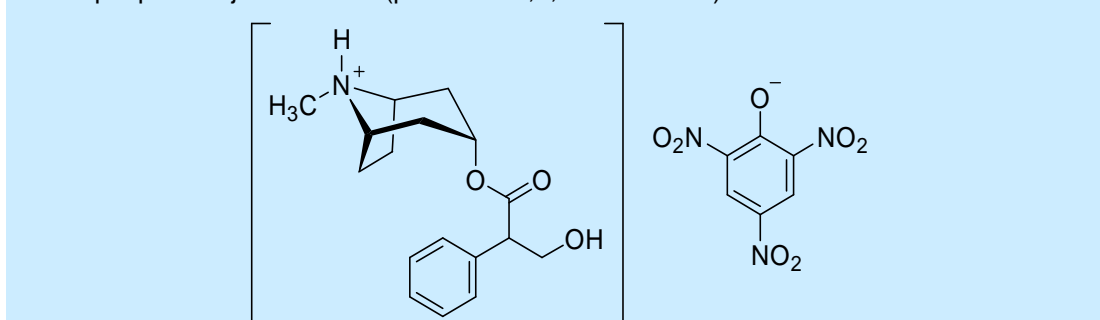
#### Azonosítás

**A.** Optikai forgatóképesség (lásd Vizsgálatok).

**B.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**C.** Kb. 50 mg anyagot 5 ml *R* vízben oldunk. Az oldathoz 5 ml *R* pikrinsav-oldatot elegyítünk. A keletkező csapadékot *R* vízzel mossuk, majd két órán át 100–105 °C-on szárítjuk. A csapadék 174–179 °C-on olvad (2.2.14).

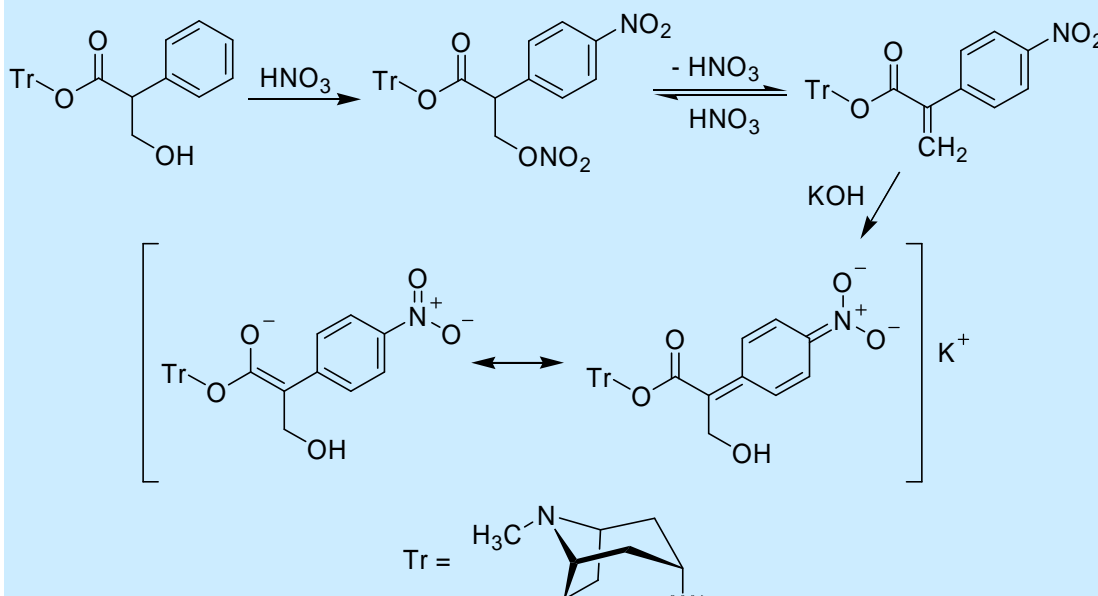
Az atropin pikrátója keletkezik (pikrinsav: 2,4,6-trinitrofenol).



**D.** Kb. 1 mg anyagot 0,2 ml *R* füstölgő salétromsavval vízfürdön szárazra párologtatunk. A maradékot 2 ml *R* acetonban oldjuk. Az oldathoz *R* kálium-hidroxid *R* metanolal készült, 30 g/l töménységű oldatának 0,1 ml-ét adva, ibolya színeződés keletkezik.

Tömény salétromsav hatására a tropasav fenilcsoportja *para* helyzetben nitrálódik, egyidejűleg a hidroxilcsoport is észtereződik. A savas közegben instabil nitrátészter salétromsav-kiszedéssel *p*-nitroapopropinná alakul, melyből lúgos közegben mezóméria-stabilizált, ibolyaszínű anion keletkezik (**VITALI**-reakció).

A **Vitali**-reakció a tropasavészterek csoportreakciója. Bár más szerkezetű vegyületek (pl. sztrichnin, apomorfin) is adnak salétromsavval, majd kálium-hidroxiddal hasonló, élénkörös színreakciót, csak a tropasavészterek esetén válik a metanolos kálium-hidroxiddal megcseppentett elegy tartósan ibolyaszínűvé.



**E.** A szulfátion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1), az előírt változások észlelhetők.

**F.** Az alkaloidok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**Optikai forgatóképesség** (2.2.7):  $-0,50^\circ$  és  $+0,05^\circ$  között (2 dm-es cellában mérve). 2,5 g anyagot *R* vízzel 25,0 ml-re oldunk.

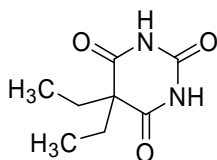
### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Atropini sulfas* cikkely **D.** azonosítás.
2. Lásd *Atropini sulfas* cikkely **E.** azonosítás.
3. Kb. 50 mg anyagot 1,0 ml *R* vízben oldunk és 1–2 csepp *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot adunk hozzá, fehér zavarosodás keletkezik (különbség a szkopolamintól).

Lúg hatására atropin bázis szabadul fel, mely vízben rosszul oldódik.

## BARBITALUM

### Barbitál

 $M_r$  184,2

#### Definíció

A barbital szárított anyagra vonatkoztatott 5,5-dietilpirimidin-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trion-tartalma 99,0–101,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben kevésbé oldódik; forrásban lévő vízben, alkoholban és éterben oldódik. Alkáli-hidroxidokkal, alkáli-karbonátokkal és ammóniával vízben oldódó vegyületeket képez.

Szedatohipnotikus hatású vegyület.

#### Azonosítás

- Meghatározzuk a vizsgálandó anyag olvadáspontját (2.2.14). A vizsgálandó anyagból és *CRS barbital*ból 1:1 arányú keveréket készítünk és e keverék olvadáspontját is meghatározzuk. A két olvadáspont között (értékük kb. 190 °C) legfeljebb 2 °C eltérés lehet.
- Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.
- A nitrogéneken nem szubsztituált barbitursav-származékok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

#### Vizsgálatok

**Az oldat külleme.** 1,0 g anyagot 4 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldat* és 6 ml *R víz* elegyében oldunk. Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a  $S_6$  szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Savasság.** 1,0 g anyagot 50 ml *R vízzel* két percig forralunk. Lehűlés után a csapadékos oldatot megsűrjük. A szüredék 10 ml-e 0,15 ml *R metilvörös-oldattal* elegyítve narancssárga színű legyen, de legfeljebb 0,1 ml 0,1 M *nátrium-hidroxid-mérőoldattól* tisztán sárgára színeződjék.

A barbital vizes oldata gyengén savas kémhatású. A metilvörös indikátor átcsapási tartománya pH 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

#### Tájékoztató vizsgálatok

- Lásd *Barbitalum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
- Lásd *Barbitalum* cikkely „Savasság” pont.
- Lásd *Barbitalum* cikkely **D.** azonosítás.
- „Az oldat külleme” pontban készített oldat 2,0 ml-es részletéhez 3,0 ml *R vizet* és kiválás esetén 8–10 csepp *R hígított nátrium-hidroxid-oldatot* elegyítünk. *R citromsav-monohidrát* 100g/l-es oldatának 1,0 ml-étől legfeljebb állás közben keletkezik fehér zavarosodás (megkülönböztetés a fenobarbitáltól).

A citromsavval átsavanyított oldatból a vízben rosszabbul oldódó fenobarbitál kiválik, míg a jobban oldódó barbital oldatban marad.

## BARII SULFAS

### Bárium-szulfát

 $M_r$  233,4

#### Sajátságok

*Küllem:* szemcsés részecskéktől mentes, fehér vagy csaknem fehér, finom por.

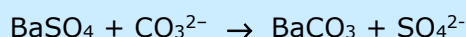
*Oldékonyság:* vízben és szerves oldószerekben gyakorlatilag nem oldódik. Savakban és alkálilúgokban alig oldódik.

Röntgen-kontrasztanyagként használatos.

#### Azonosítás

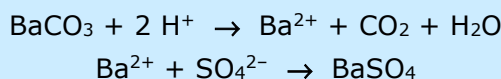
**A.** A szulfátion azonosságai reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. A vizsgálathoz 0,2 g anyagot *R nátrium-karbonát* oldatának (500 g/l) 5 ml-ével 5 percig forralunk. A csapadékos folyadékot 10 ml *R vízzel* hígítjuk, majd megsűrjük. A szüredék egy részletét *R hígított sósavval* megsavanyítjuk, és az így kapott oldatot vizsgáljuk.

Nátrium-karbonáttal történő nedves feltárással az anyag (részben) bárium-karbonáttá alakul, amelyet (a változatlan bárium-szulfáttal együtt) kiszűrünk. A szulfát oldatba kerül.



**B.** Az előző vizsgálatban szűrőre gyűjtött csapadékokat háromszor egymás után, kis mennyiségű *R vízzel* mossuk; ezután 5 ml *R hígított sósavat* öntünk rá. A lecsepegő szüredékhez 0,3 ml *R hígított kénsavat* adunk. Fehér csapadék képződik, amely *R hígított nátrium-hidroxid-oldatban* nem oldódik.

A bárium-karbonát savas oldása során képződő báriumionok kénsavval bárium-szulfát csapadékot adnak.



#### Vizsgálatok

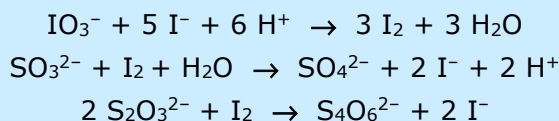
**S oldat.** 20,0 g anyagot 40 ml *R desztillált víz* és 60 ml *R hígított ecetsav* elegyével 5 percig forralunk. A csapadékos folyadékot megsűrjük és a lehűlt szüredéket *R desztillált vízzel* 100 ml-re hígítjuk.

**Savasság, lúgosság.** 5,0 g anyagot 20 ml *R szén-dioxid-mentes vízben vízfürdőn* 5 percig melegítünk. A csapadékos folyadékot megsűrjük. A szüredék 10 ml-éhez 0,05 ml *R1 brómtimolkék-oldatot* adunk. Az indikátor színének megváltozásához legfeljebb 0,5 ml *0,01 M sósav-mérőoldat*, ill. *0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldat* fogyhat.

A bárium-szulfát vizes rázadéka semleges kémhatású. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Oxidálható kénvegyületek.** 1,0 g anyagot 5 ml *R vízzel* 30 másodpercig rázogatóunk, majd a csapadékos folyadékot megsűrjük. A szüredékhez 0,1 ml *R keményítő-oldatot* adunk, majd 0,1 g *R kálium-jodidot* oldunk fel benne. Az oldatot ezután *R kálium-jodát* frissen készített, 3,6 mg/l töménységű oldatának 1,0 ml-ével és 1 ml *1 M sósavval* elegyítjük, majd alaposan összerázzuk. Az így nyert oldat erősebben színeződik, mint az egyidejűleg és azonos módon, de kálium-jodát nélkül készített összehasonlító oldat.

A jodát és a jodid savas közegben jódot képez, ami a keményítővel kék színű komplexet ad. Ha oxidálható kénvegyületek (pl. szulfít, tioszulfát) vannak jelen, ezek a jódot jodiddá redukálják és a színes jód-keményítő-komplex képződése elmarad.



**Oldható báriumsók:** legfeljebb 10 ppm. *R* bárium-nitrát-oldat (0,2 mg/l) 2,5 ml-éhez 30 ml *R* etanol (96%) és 70 ml *R* víz elegyét adjuk, majd a kapott oldathoz 10 ml *R* hígított kénsavat adunk és az elegyet összerázzuk. Öt perc elteltével az oldat 1 ml-éhez 10 ml *S* oldatot adunk. Az összehasonlító oldatot azonos módon készítjük, de az *S* oldat helyett 10 ml *R* bárium-mértékoldatot (2 ppm  $\text{Ba}^{2+}$ ) használunk. Tíz perc elteltével a vizsgálati oldat opálösszege nem lehet erősebb, mint az összehasonlító oldaté.

A vizsgálat bárium-szulfát csapadék képződésén alapul.

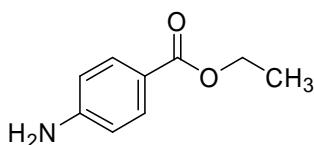
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. A vizsgálatához az *S* oldat 10 ml-ét *R* vízzel 20 ml-re hígítjuk, és az így kapott oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Barii sulfas* cikkely **A**. azonosítás.
2. Lásd *Barii sulfas* cikkely **B**. azonosítás.

## BENZOCAINUM

### Benzokain



$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$

*M*: 165,2

### Definíció

4-Amino-benzoésav-etilészter. *Tartalom*: 99,0–101,0% (száritott anyagra).

### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság*: vízben alig oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik. Polimorfiaira hajlamos (5.9).

Helyi érzéstelenítő, nyálkahártyák érzéstelenítésére (pl. torokfájás esetén) használják.

### Azonosítás

Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

### Tájékoztató vizsgálat

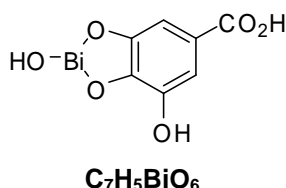
1. 1,0 g anyagot *R* etanollal (96%) 20 ml-re oldunk. Az oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).
2. Az aromás primer aminok azonosítási reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálatához kb. 50 mg anyagot *R* etanollal (96%) 100 ml-re oldunk. Az oldat 2 ml-ét vizsgáljuk.

3. Kb. 50 mg anyagot 1–2 csepp *R* hígított sósavval megnedvesítve 5,0 ml *R* vízben oldunk. Az oldat 1–2 csepp *R* kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldattól nem változik (különbség a prokaintól, tetrakaintól és a kokaintól).

Kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldattal (**MAYER**-reagens) a bázikus tercier nitrogént tartalmazó vegyületek (pl. prokain, tetrakain) híg savakban nem oldódó csapadékot adnak. A benzoinban nincs tercier nitrogén, ezért nem történik csapadékleválás.

## BISMUTHI SUBGALLAS

### Bázisos bizmut-gallát



$M_r$  394,1

#### Definíció

Bizmut és galluszsav komplexe. *Tartalom*: 48,0–51,0% Bi ( $A_r$  209,0) (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: sárga por.

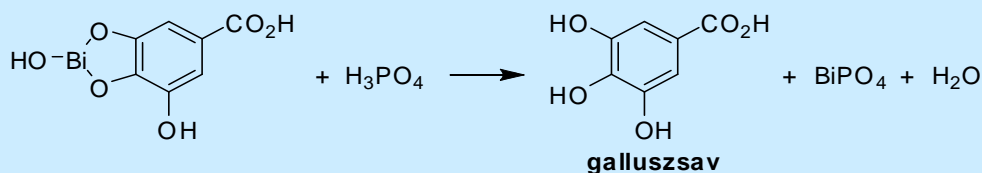
*Oldékonyság*: vízben és alkoholban gyakorlatilag nem oldódik. Ásványi savakban bomlás közben, alkálilúgokban vörösesbarna szín képződése közben oldódik.

Adsztringens hatású vegyület, gyomor- és bélrendszeri panaszok (pl. diszpepszia, hasmenés) kezelésére használják. Antiszeptikus, sebszáritó, hámosodást elősegítő tulajdonsága miatt külsőleg, bőrgyógyászati készítményekben (hintőporok) is alkalmazzák.

#### Azonosítás

- A.** 0,1 g anyag 5 ml *R* vízzel és 0,1 ml *R* tömény foszforsavval készült keverékét forrásig melegítjük és 2 percig forrásban tartjuk. Lehűlés és szűrés után a szüredékhez 1,5 ml *R*1 vas(III)-klorid-oldatot adva feketéskék szín keletkezik.

A foszforsavas forralással rosszul oldódó bizmut-foszfát ( $BiPO_4$ ) és galluszsav keletkezik. A galluszsav Fe(III)-ionokkal feketéskék színű komplexet képez.



- B.** A bizmut *b*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

#### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Bismuthi subgallas* cikkely **A.** azonosítás.
2. Lásd *Bismuthi subgallas* cikkely **B.** azonosítás.

## BISMUTHI SUBNITRAS PONDEROSUS

### Nehéz bázisos bizmut-nitrát

4 [BiNO<sub>3</sub>(OH)<sub>2</sub>], BiO(OH)

*M<sub>r</sub>* 1462

#### Definíció

*Tartalom:* 71,0–74,0% Bi (*A<sub>r</sub>* 209,0) (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér por.

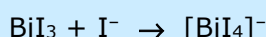
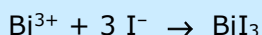
*Oldékonyság:* vízben és etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik. Ásványi savakban bomlás közben oldódik.

Adsztringens hatású vegyület, gyomor- és bélrendszeri panaszok (pl. diszpepszia, hasmenés) kezelésére használják. Kenőcsökben szárító hatású.

#### Azonosítás

**A.** 1 ml S1 oldatot (lásd Vizsgálatok) *R vízzel* 5 ml-re hígítunk és az oldathoz 0,3 ml *R kálium-jodid-oldatot* adunk. Fekete csapadék válik le, amely további 2 ml *R kálium-jodid-oldat* hozzáadására narancsszínű oldat keletkezése közben oldódik.

Fekete bizmut-jodid csapadék válik le, mely a reagens feleslegében narancsszínű tetrajodobizmutát(III)–komplex képződésével oldódik.



**B.** A bizmut *b)* pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**C.** A nitrát azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**D.** Az S2 oldat (lásd Vizsgálatok) pH-ja (2.2.3) legfeljebb 2,0 lehet.

#### Vizsgálatok

**S1 oldat.** 5,0 g anyagot 10 ml *R vízzel* enyhe melegítés közben rázogatónk, majd a szuszpenziót 20 ml *R tömény salétromsavval* oldódásig melegítjük. Az oldatot lehűtés után *R vízzel* 100 ml-re hígítjuk.

**Savasság.** 1,0 g anyagot 15 ml *R vízzel* néhányszor összerázunk. A szuszpenziót 5 perc állás után szűrjük. A szüredék 10 ml-éhez 0,5 ml *R1 fenolftalein-oldatot* adunk. Legfeljebb 0,5 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az oldat rózsaszínűre változzék.

A bázisos bizmut-nitrát vizes rázadéka a só hidrolízise következtében enyhén savas kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz 5,0 ml S1 oldat és 3 ml *R tömény salétromsav* elegyét *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

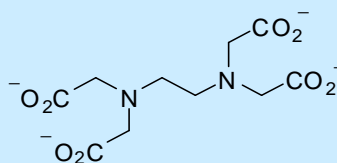
#### Tartalmi meghatározás

0,250 g anyagot 2 térfogatrész *R perklórsav* és 5 térfogatrész *R víz* elegyének 10 ml-ében melegítéssel oldunk. A forró oldathoz 200 ml *R vizet* és 50 mg *R xilenolnarancs-porhígítást* adunk. Az oldatot 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldattal sárga színig titráljuk.

1 ml 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldattal 20,90 mg Bi egyenértékű.

A bázisos bizmut-nitrát savas oldásakor képződő bizmut(III)-ionokat komplexometriásan titráljuk.





$$\text{Bi-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{EDTA}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{EDTA}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Bismuthi subnitras ponderosus* cikkely **B.** azonosítás.
2. Kb. 50 mg anyagot 5 csepp *R* hígított kénsavban oldunk, majd az oldatot 1,0 ml *R* tömény kénsavval elegyítjük. Az oldatra kihűlés után *R2* vas(II)-szulfát-oldatot rétegezzük. A két folyadék érintkezési felületén sötétbarna gyűrű keletkezik.

A nitrát redukciójával keletkező nitrogén-monoxid vas(II)-ionokkal barna nitrozo-vas(II)-komplexet képez (lásd *Argenti nitras* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” **3.** pont).

## BISMUTHI SUBSALICYLAS

### Bázisos bizmut-szalicilát



*M*, 362,1

#### Definíció

Bizmut és szalicilsav komplexe. *Tartalom*: 56,0–59,4% Bi (*A*<sub>r</sub> 209,0) (szárított anyagra vonatkoztatva).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér por.

*Oldékonyság*: vízben és alkoholban gyakorlatilag nem oldódik. Ásványi savak bomlás közben oldják.

Adsztringens hatású vegyület, gyomor- és bélrendszeri panaszok (pl. diszpepszia, hasmenés) kezelésére használják.

#### Azonosítás

- A.** 0,5 g anyaghoz 10 ml *R1* sósavat adunk. A keveréket forrásban levő vízfürdőben 5 percig melegítjük, majd lehűtjük és szűrjük. A szüredéket megtartjuk a **B.** azonossági vizsgálatához. A maradékot *R* hígított sósavval, majd *R* vízzel mossuk, ezt követően 0,5–1 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatban oldjuk. Az oldathoz 15 ml *R* vizet elegyítünk és *R* hígított sósavval semlegesítjük. A semlegesített oldattal elvégezve a szalicilátion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- B.** Az **A.** azonossági vizsgálatnál kapott szüredékkel elvégezve a bizmut *b*) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

#### Vizsgálatok

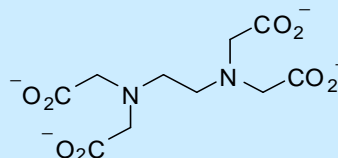
**Klorid** (2.2.4): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálatához 0,250 g anyagot 2 ml *R* tömény salétromsav, 5 ml *R* víz és 8 ml *R* metanol elegyében oldunk.

### Tartalmi meghatározás

0,300 g anyagot 2 térfogatrész *R* perklórsav és 5 térfogatrész *R* víz elegyének 10 ml-ében melegítéssel oldunk. A forró oldathoz 200 ml *R* vizet elegyítünk. 50 mg *R* xilenolnarancs-porhígítás hozzáadása után az oldatot 0,1 M nátrium edetát-mérőoldattal sárga színig titráljuk.

1 ml 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldattal 20,90 mg Bi egyenértékű.

A bázisos bizmut-szalicilát perklórsavas forralásakor kioldódó bizmut(III)-ionokat komplexometriásan határozzuk meg.



$$\text{Bi-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{EDTA}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{EDTA}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálatok

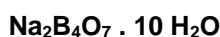
1. 0,10 g anyagot 2,0 ml *R2* vas(III)-klorid-oldattal és 4,0 ml *R* vízzel rázogatunk. A folyadék sötét ibolyaszínű lesz.

A szalicilsav vas(III)-ionokkal háromligandumos, ibolyaszínű komplexet képez (lásd „Szalicilát” általános azonossági vizsgálat).

2. Lásd *Bismuthi subsalicylas* cikkely **B.** azonosítás.

## BORAX

### Nátrium-tetraborát



$M_r$  381,4

#### Definíció

Dinátrium-tetraborát-dekahidrát. *Tartalom:* 99,0–103,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy szintelen kristályok, illetőleg kristályos tömeg; elmálásra hajlamos.

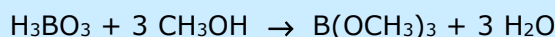
*Oldékonyság:* vízben oldódik; forrásban levő vízben nagyon bőségesen oldódik; glicerinben bőségesen oldódik.

Bakteriosztatikus és fungisztatikus hatása miatt külsőleg alkalmazzák. Csecsemők szájpenészének (soor) ecsetelésére is használják.

#### Azonosítás

**A.** 1 ml *S* oldathoz (lásd Vizsgálatok) 0,1 ml *R* tömény kénsavat és 5 ml *R* metanolt adunk, és az elegyet meggyújtjuk. A láng zöld szegéllyel ég.

Illékony (fp: 68,5 °C) bórsav-trimetilészter képződik, mely a láng szegélyét zöldre színezi.



- B.** 5 ml S oldathoz 0,1 ml *R fenolftalein-oldatot* elegyítve az oldat vörösre színeződik, de 5 ml *R glicerin* (85%-os) hozzáadására a szín eltűnik.

Az alkáli-borátok oldata lúgos kémhatású. A bórx hidrolízise során képződő bórsavból polialkoholok (pl. glicerin, mannit, invertcukor) hozzáadására (reakcióegyenlet: lásd *Borax* cikkely „Tartalmi meghatározás” magyarázata) közép-erős, egybázisú sav keletkezik, amit a fenolftalein indikátor színváltozása jelez. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

- C.** A nátriumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 4,0 g anyagot *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 9,0–9,6. Az S oldatot vizsgáljuk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 50 ppm. Az S oldatot vizsgáljuk. E vizsgálatban 1,0 ml *R ecetsavat* használunk. Az összehasonlító oldatot 3 ml *R szulfát-mértékoldat* (10 ppm  $\text{SO}_4^{2-}$ ) és 12 ml *R desztillált víz* elegyével készítjük.

**Ammónium** (2.4.1): legfeljebb 10 ppm. A vizsgálathoz 6 ml S oldatot *R vízzel* 14 ml-re hígítunk. Az összehasonlító oldatot 2,5 ml *R ammónium-mértékoldat* (1 ppm  $\text{NH}_4^+$ ) és 7,5 ml *R víz* elegyével készítjük.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 5 ppm. 5 ml S oldatot vizsgálunk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 100 ppm. 15 ml S oldatot vizsgálunk. Az összehasonlító oldatot 6 ml *R kalcium-mértékoldat* (10 ppm  $\text{Ca}^{2+}$ ) és 9 ml *R desztillált víz* elegyével készítjük.

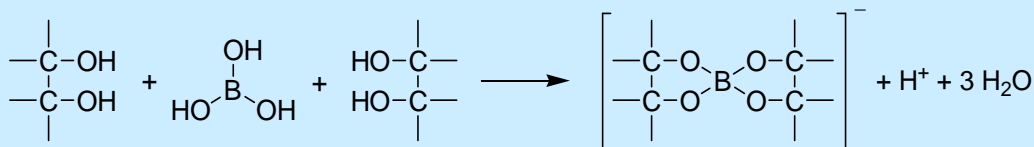
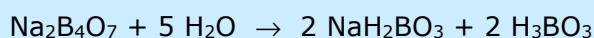
**Nehézfémetek** (2.4.8/A): legfeljebb 25 ppm. 12 ml S oldatot vizsgálunk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

20 g *R mannitot*, szükség esetén melegítéssel, 100 ml *R vízben* oldunk. A lehűtött oldatot 0,5 ml *R fenolftalein-oldattal* elegyítjük és 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal semlegesítjük (az indikátor rózsaszínének megjelenéséig). Az így kapott oldatban melegítés közben oldjuk a vizsgálandó anyag 3,00 g-ját. A lehűtött oldatot a rózsaszín színeződés visszatéréséig 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 0,1907 g  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  egyenértékű.

A bórx hidrolízisével keletkező bórsav polialkoholokkal (pl. mannit) közepes erősségű, egybázisú savat képez, amely fenolftalein indikátor jelenlétében nátrium-hidroxiddal titrálható.



$$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag hevítve felpuffad, lyukacsos tömeggé alakul és a lángot élénksárgára festi. Erősebb izzításkor megolvad, kihűlve a lemezt üvegszerűen vonja be.
2. Lásd *Borax* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Lásd *Borax* cikkely **A.** azonosítás.

## CALCII CARBONAS

### Kalcium-karbonát

CaCO<sub>3</sub>

*M<sub>r</sub>* 100,1

#### Definíció

*Tartalom:* 98,5–100,5% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér por.

*Oldékonyság:* vízben gyakorlatilag nem oldódik.

Savmegkötő (antacid) szer, kalciumpótlásra is használják.

#### Azonosítás

- A. A karbonátion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- B. A kalciumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 0,2 ml-ét vizsgáljuk.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot 80 ml *R hígított ecetsavban* oldunk. A pezsgés megszűnte után az oldatot 2 percig forraljuk; lehűlés után *R hígított ecetsavval* 100 ml-re hígítjuk és –szükség esetén – zsugorított üvegszűrőt (2.1.2) alkalmazva, megsűrjük.

A savas oldás során a karbonátból szén-dioxid képződik. Az S oldat: ecetsavas kalcium-acetát-oldat.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 330 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 3 ml-ét *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 0,25%. A vizsgálathoz az S oldat 1,2 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 4 ppm. Az S oldat 5 ml-ét vizsgáljuk.

**Bárium:** Az S oldat 10 ml-éhez 10 ml *R kalcium-szulfát-oldatot* elegyítünk. Legalább 15 perces várakozás után az oldat nem lehet erősebben opálos, mint 10 ml S oldat és 10 ml *R desztillált víz* elegye.

A báriumszennyezést bárium-szulfát csapadékként mutatjuk ki.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 200 ppm. 50 mg anyagot 5 ml *R hígított sósavban* oldunk; a vizsgálathoz az oldatot *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

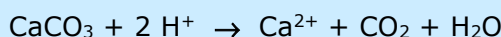
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

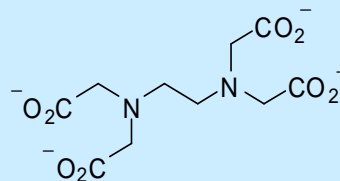
#### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,150 g-ját 3 ml *R hígított sósav* és 20 ml *R víz* elegyében oldjuk. Az oldatot két percig forraljuk, majd lehűlés után *R vízzel* 50 ml-re hígítjuk. Az így nyert oldatban a kalciumot komplexometriásan titráljuk (2.5.11).

1 ml 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldattal 10,01 mg CaCO<sub>3</sub> egyenértékű.

A sósavas forralás során a kalcium-karbonát szén-dioxid fejlődése közben oldódik. A kalciumionok komplexometriásan titrálása során Ca<sup>2+</sup>–EDTA komplex képződik.



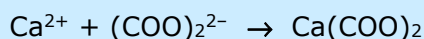


$$\text{CaCO}_3\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{EDTA}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{EDTA}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag kis próbája 1 csepp *R hígított sósav*val való lecseppentés után lángba tartva a lángot téglavörösre festi.
2. Kb. 50 mg anyagot 1 ml *R hígított ecetsav*ban oldunk. Az enyhe pezsgés közben feltisztuló oldathoz 1,0 ml *R vizet* és néhány csepp *R ammónium-oxalát-oldatot* elegyítünk. Fehér, kristályos csapadék keletkezik.

A kalciumionok oxaláttal fehér kalcium-oxalát csapadékot képeznek, mely ecetsavban nem oldódik.

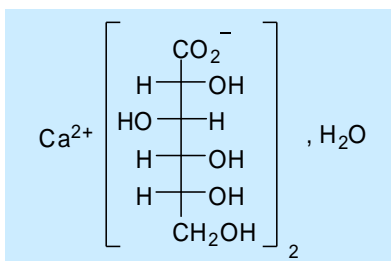
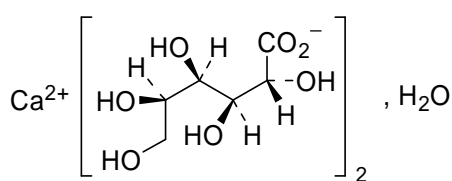


3. 1,00 g anyagot 12,0 ml *R hígított sósav*ban oldunk. Oldódás közben színtelen gáz képződik.

A sósavas oldás során szén-dioxid képződik.

## CALCII GLUCONAS

### Kalcium-glükonát



### Definíció

Kalcium-bisz[(2*R*,3*S*,4*R*,5*R*)-2,3,4,5,6-pentahidroxihexanoát]–monohidrát. Kalcium-di(D-glükonát)–monohidrát.

*Tartalom:* 98,5–102,0%  $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{CaO}_{14} \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér kristályos vagy szemcsés por.

*Oldékonyság:* vízben mérsékelten oldódik; forrásban lévő vízben bőségesen oldódik.

Kalciumterápiára használt anyag. Előnye, hogy a kalciumot nemtoxikus anionhoz kötve, íztelen só formájában tartalmazza. A vegyület rossz vízoldékonysága elhúzódó kalciumleadást biztosít.

### Azonosítás

- A. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.  
 B. Az S oldattal (lásd „Vizsgálatok”) a kalciumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

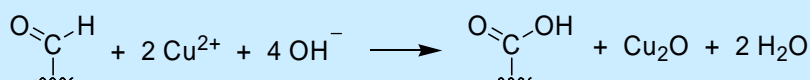
### Vizsgálatok

**S oldat.** 1,0 g anyagot 60 °C-os R vízben oldunk, majd az oldatot R vízzel 50 ml-re hígítjuk.

**Az oldat külleme.** 60 °C-on az S oldat színe nem lehet erősebb, mint az S<sub>6</sub>, szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer). Lehűtés után az oldat opálösszeesése nem lehet erősebb, mint a II. számú összehasonlító szuszpenzióé (2.2.1).

**Szacharóz és redukáló cukrok.** 0,5 g anyagot 2 ml R1 sósav és 10 ml R víz elegyében oldunk. Az oldatot 5 percig forraljuk, majd lehűlés után 10 ml R nátrium-karbonát-oldatot adunk hozzá és állni hagyjuk; ezután R vízzel 25 ml-re hígítjuk és megsűrjük. A szüredék 5 ml-éhez 2 ml R réz(II)-tartarát-oldatot elegyítünk és az így nyert oldatot 1 percig forraljuk, majd 2 percig állni hagyjuk. Az oldatból nem válhat le vörös színű csapadék.

A vizsgálat a redukáló cukrok **FEHLING**-reakcióval történő kimutatásán alapul. A réz(II)-ionok redukációjával téglavörös réz(I)-oxid keletkezik. A sósavas forralás során a szacharóz redukáló tulajdonságú glükózzá és fruktózzá hidrolizál (lásd *Saccharum* cikkely **C.** azonosítás).



**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálatához az S oldat 12,5 ml-ét R vízzel 15 ml-re hígítjuk.

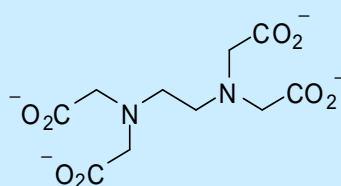
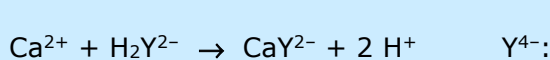
**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 100 ppm. Az anyag 10,0 g-ját 10 ml R ecetsav és 90 ml R desztillált víz elegyében melegítéssel oldjuk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,8000 g-ját 20 ml forró R vízben oldjuk. A lehűlt oldatot R vízzel 300 ml-re hígítjuk. A kalciumot komplexometriásan titráljuk (2.5.11).

1 ml 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldattal 44,84 mg C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>CaO<sub>14</sub>·H<sub>2</sub>O egyenértékű.

A minta kalciumtartalmát komplexometriásan határozzuk meg.



$$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{CaO}_{14}\cdot\text{H}_2\text{O}\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{EDTA}} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{EDTA}} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

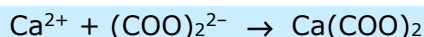
### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag óvatosan hevítve elszenesedés közben égetett cukorra emlékeztető szagot áraszt. R hígított sósavval lecseppentve és izzítva a lángot téglavörösre festi.

A Ca<sup>2+</sup> a nemvilágító lángot téglavörösre színezi.

2. 1,00 g anyagot 20,0 ml forró R vízben oldunk. Az oldat 1,0 ml-es részletéhez 5,0 ml R vizet adunk, néhány csepp R hígított ecetsavval megsavanyítjuk, és 1,0 ml R ammónium-oxalát-oldattal elegyítjük. Fehér, kristályos csapadék keletkezik.

Kalcium-oxalát csapadék válik le.

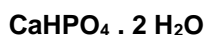


3. Az oldat másik 1,0 ml-es részlete 3,0 ml R vízzel és 1 csepp R2 vas(III)-klorid-oldattal elegyítve citromsárgára színeződik.

Citromsárga színű vegyület (feltehetően komplex) képződik.

## CALCII HYDROGENOPHOSPHAS DIHYDRICUS

### Kalcium-hidrogén-foszfát-dihidrát



$M_r$  172,1

#### Definíció

Tartalom: 98,0–105,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság:* hideg vízben és etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik. Híg sósav és híg salétromsav oldja.

Kalciumpótlásra használják.

#### Azonosítás

- A. 0,1 g anyagot 10 ml R hígított sósavban melegítés közben oldunk. Az oldatot 2,5 ml R1 hígított ammónia-oldattal összerázzuk, majd R ammónium-oxalát 35 g/l töménységű oldatának 5 ml-ével elegyítjük. Fehér csapadék keletkezik.

Kalcium-oxalát csapadék keletkezik.

- B. 0,1 g anyagot 5 ml R hígított salétromsavban oldunk. Az oldatot 2 ml R ammónium-molibdenát-oldattal elegyítjük, majd 2 percig 70 °C-on melegítjük. Sárga csapadék keletkezik.

A reakcióban dodekamolibdendáto-foszfát heteropolianion keletkezik, melynek ammónium-sója (ammónium-dodekamolibdenáto-foszfát:  $(\text{NH}_4)_3[\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}]$ ) sárga csapadékként leválik.

- C. Az anyag feleljen meg a tartalomra előírt határértékeknek.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot 20 ml R hígított sósavban oldunk. Az oldatot szükség esetén megsűrjük, majd csapadék keletkezéséig R1 hígított ammónia-oldatot adagolunk hozzá. Ezután a csapadék feloldásához éppen elegendő R hígított sósavval elegyítjük, végül R desztillált vízzel 50 ml-re hígítjuk.

A kalcium-hidrogén-foszfát sósavban oldódik, azonban az oldat savasságát ammónia-oldat hozzáadásával csökkentve, újra leválik. Az ismételt savanyítással elérhető, hogy az S oldat savassága éppen akkora legyen, mint amennyi az anyag oldódásához minimálisan szükséges.

**Karbonát.** 0,5 g anyagot 5 ml R szén-dioxid-mentes vízzel összerázzunk. 1 ml R tömény sósav hozzáadása nem okozhat pezsgést.

Karbonátokból sósav hatására szén-dioxid képződik.

**Klorid (2.4.4):** legfeljebb 0,25%.

*Vizsgálati oldat.* 0,20 g anyagot 20 ml R víz és 13 ml R hígított salétromsav elegyében oldunk, szükség esetén melegítjük. Az oldatot R vízzel 100 ml-re hígítjuk, és szükség esetén megsűrjük. Az így készített oldat 50 ml-ét vizsgáljuk.

**Összehasonlító oldat.** 0,70 ml 0,01 M sósav–mérőoldat és 6 ml R hígított salétromsav elegyét R vízzel 50 ml-re hígítjuk.

A vizsgálati oldathoz és az összehasonlító oldathoz 1–1 ml R2 ezüst-nitrát-oldatot elegyítünk, és az oldatokat fénytől védett helyen tartjuk. 5 perc elteltével a vizsgálati oldat opálösszeesése nem lehet erősebb, mint az összehasonlító oldaté.

**Szulfát (2.4.13):** legfeljebb 0,5%.

**Vizsgálati oldat.** 0,5 g anyagot 5 ml R víz és 5 ml R hígított sósav elegyében oldunk. Az oldatot R vízzel 100 ml-re hígítjuk, és szükség esetén megsűrjük. Az így készített oldat 20 ml-ét 1 ml R hígított sósavval elegyítjük, majd R vízzel 50 ml-re hígítjuk.

**Összehasonlító oldat.** 1,0 ml 0,005 M kénsav–mérőoldat és 1 ml R hígított sósav elegyét R vízzel 50 ml-re hígítjuk. Az oldatot szükség esetén megsűrjük.

A vizsgálati oldathoz és az összehasonlító oldathoz R bárium-klorid 120 g/l töménységű oldatának 2–2 ml-ét elegyítjük. 10 perc elteltével a vizsgálati oldat opálösszeesése nem lehet erősebb, mint az összehasonlító oldaté.

**Arzén (2.4.2/A):** legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 2 ml-ét vizsgáljuk.

**Bárium.** 0,5 g anyag és 10 ml R víz keverékét forrásig melegítjük, majd keverés közben 1 ml R tömény sósavat csepegtetünk hozzá. A lehűlt oldatot szükség esetén megsűrjük, R kálium-szulfát 10 g/l töménységű oldatának 2 ml-ével elegyítjük, majd 10 percig várakozunk. Az oldat nem zavarosodhat meg.

A báriumszennyezést bárium-szulfát csapadékként mutatjuk ki.

**Vas (2.4.9):** legfeljebb 400 ppm. Az S oldat 0,5 ml-ét R vízzel 10 ml-re hígítjuk.

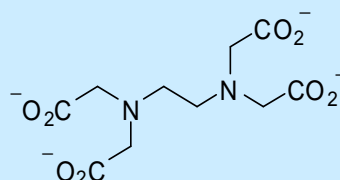
**Nehézfémek (2.4.8/A):** legfeljebb 40 ppm. Az S oldat 10 ml-ét R vízzel 20 ml-re hígítjuk. A hígított oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot R ólom–mértékoldattal (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,4 g-ját 12 ml R hígított sósavban oldjuk, szükség esetén vízfürdőben melegítjük. Az oldatot R vízzel 200 ml-re hígítjuk. Az így készített oldat 20,0 ml-éhez 25,0 ml 0,02 M nátrium-edetát–mérőoldatot, 50 ml R vizet, 5 ml R ammónium-klorid–tompítóoldatot (pH 10,7) és kb. 25 mg R eriokrómfekete-T–pohígítást adunk. A nátrium-edetát feleslegét 0,02 M cink-szulfát–mérőoldattal titráljuk. Üres titrást is végzünk.

1 ml 0,02 M nátrium-edetát–mérőoldattal 3,44 mg CaHPO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O egyenértékű.

A kalcium-hidrogén-foszfát kalciumtartalmának komplexometriás meghatározása visszamérési eljárással történik, ugyanis a kalciumionok közvetlen komplexometriás titrálásához optimális pH tartományban (10–12) a kalcium-hidrogén-foszfát csapadékként leválna. Emiatt a savas oldást követően feleslegben adjuk az EDTA-t az oldathoz, majd a lúgos pH beállítás után az EDTA-felesleget ZnSO<sub>4</sub>–mérőoldattal titráljuk. A meghatározás során Ca<sup>2+</sup>–EDTA, ill. Zn<sup>2+</sup>–EDTA komplexek képződnek (M<sup>2+</sup> = Ca<sup>2+</sup> vagy Zn<sup>2+</sup>).



$$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O-tart. (\%)} = \frac{[V_{\text{ZnSO}_4}^{\text{üres}}(\text{ml}) - V_{\text{ZnSO}_4}(\text{ml})] \cdot f_{\text{ZnSO}_4} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

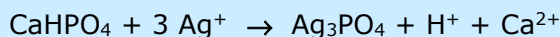
1. Az anyag hevítve nem változik, R hígított sósavval lecseppentve a lángot enyhén téglavörösre festi.



A  $\text{Ca}^{2+}$  a nemvilágító lángot téglavörösre színezi.

2. Lásd *Calcii hydrogenophosphas dihydricus* cikkely **B.** azonosítás.
3. 0,20 g anyag 10 ml *R1 ezüst-nitrát-oldattal* rázogatva megsárgul. A csapadékos folyadék tisztája 5 csepp *R metilvörös-oldattól* vörösre színeződik.

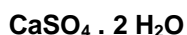
Ezüst-nitráttal sárga ezüst-foszfát csapadék képződik. A felszabaduló proton az oldat savasságát növeli. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).



4. Lásd *Calcii hydrogenophosphas dihydricus* cikkely „Karbonát” vizsgálat.

## CALCII SULFAS DIHYDRICUS

### Kalcium-szulfát-dihidrát



*M*<sub>r</sub> 172,2

#### Definíció

*Tartalom:* 98,0–102,0%  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér, vagy csaknem fehér, finom por.

*Oldékonyság:* vízben alig oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

A kalcium-szulfát-dihidrát (gipsz) hevítésével nyert, kalcium-szulfát-hemihidrátot (égetett gipsz) törött csontok rögzítő kötéséhez használják.

#### Azonosítás

- A. Izzítási veszteség (lásd Vizsgálatok).
- B. Az S oldattal (lásd Vizsgálatok) a szulfácion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- C. Az S oldattal a kalciumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 1,0 g anyagot *R tömény sósav* 10 % V/V-os oldatának 50 ml-ében 50 °C-on 5 percig tartó melegítéssel oldunk. Az oldatot hagyjuk lehűlni.

**Savasság, lúgosság.** 1,5 g anyagot 15 ml *R szén-dioxid-mentes vízzel* 5 percen át rázogatunk. A szuszpenziót 5 percig állni hagyjuk, majd megsűrjük. A szüredék 10 ml-e 0,1 ml *R fenolftalein-oldattal* és 0,25 ml 0,01 M *nátrium-hidroxid-mérőoldattal* elegyítve piros színű legyen, de 0,30 ml 0,01 M *sósav-mérőoldattól* szintelenre változzék. Az így nyert oldat 0,2 ml *R metilvörös-oldat* hozzáadására vöröses narancssárga színű legyen.

A kalcium-szulfát vizes rázadéka közel semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (szintelen) – 10,0 (piros), a metilvöröse pedig 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 300 ppm. 0,5 g anyagot 15 ml *R vízzel* 5 percen keresztül rázogatunk. A szuszpenziót 15 percig állni hagyjuk, majd megsűrjük. A szüredék 5 ml-ét *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 5 ml-ét vizsgáljuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 100 ppm. 0,25 g anyag 5 ml *R tömény sósav* és 20 ml *R víz* keverékét forrásig melegítjük, majd lehűtjük, végül megsűrjük.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. 2,5 g anyag 2 ml *R tömény sósav* és 15 ml *R víz* keverékét forrásig melegítjük, majd lehűtjük, és 0,5 ml *R fenolftalein-oldatot* adunk hozzá. A folyadékot óvatosan annyi *R tömény ammónia-oldattal* elegyítjük, hogy rózsaszínűre változzék. Ezután 0,5 ml *R tömény ecetsavval* elegyítjük, *R vízzel* 25 ml-re hígítjuk, majd megsűrjük. A szüredék 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (2 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

**Izzítási veszteség:** 18,0–22,0%. Az anyag 1,000 g-ját 800 °C-on tömegállandóságig izzítjuk.

## CARBO ACTIVATUS

### Aktivált szén

#### Definíció

Az aktivált szenet növényi anyagokból, nagy adszorpciós képességű anyag előállítására alkalmas elszennesítési eljárással állítják elő.

#### Sajátságok

*Küllem:* fekete, durva szemcséktől mentes, könnyű por.

*Oldékonyság:* a szokásos oldószerekben gyakorlatilag nem oldódik.

Mérgezésekben a méreganyagok, gyomor- és bélfertőzések esetén a kórokozó baktériumok adszorbeálására használják.

#### Azonosítás

**A.** Vörösszágig hevítve, az anyag lassan, láng nélkül ég el.

**B.** Az anyag feleljen meg az „Adszorbeálóképesség” pontban (lásd Vizsgálatok) előírt követelménynek.

#### Vizsgálatok

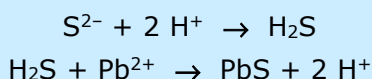
**Savasság, lúgosság.** 2,0 g anyagot 40 ml *R vízzel* 5 percig forralunk. A folyadékot lehűtjük, *R szén-dioxid-mentes vízzel* eredeti tömegére kiegészítjük, majd megsűrjük. A szüredék első 20 ml-ét elöntjük. A szüredék 10 ml-e 0,25 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* és 0,25 ml *0,02 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal* elegyítve kék színű legyen, de legfeljebb 0,75 ml *0,02 M sósav-mérőoldattól* színe sárgára változzék.

Az aktivált szén vizes rázadéka közel semleges kémhatású, ezért a rázadék kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék).

**Lúgban oldódó színes anyagok.** 0,25 g anyagot 10 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldattal* 1 percig forralunk. A folyadékot lehűtjük, megsűrjük és a szüredéket *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk. Az így nyert oldat színe nem lehet erősebb, mint a ZS<sub>4</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, 11. módszer).

**Szulfid.** 1,0 g anyagot Erlenmeyer-lombikban 5 ml *R1 sósavval* és 20 ml *R vízzel* forrásig melegítünk. A felszabaduló gőzök az *R ólom(II)-acetátos papírt* nem színezhetik barnára.

A sósavas forralás során felszabaduló kénhidrogén ólom(II)-ionokkal fekete ólom(II)-szulfiddá alakul (kis mennyiségű PbS barna színeződést okoz).



**Adszorbeálóképesség:** legalább 40 g fenazon/100 g anyag.

0,300 g anyagot 100 ml-es csiszolatos üveg dugós Erlenmeyer-lombikban 0,5 g *R* fenazon 50 ml *R* vízzel frissen készített oldatának 25,0 ml-ével 15 percig erőteljesen rázzunk. A folyadékot megszűrjük, és a szüredék első 5 ml-ét elöntjük. A szüredék 10,0 ml-éhez 1,0 g *R* kálium-bromidot és 20 ml *R* hígított sósavat adunk. Az így nyert oldatot, 0,1 ml *R* metilvörös-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,0167 M kálium-bromát-mérőoldattal addig titráljuk, míg az indikátor vörös színe el nem tűnik. A titrálást lassan (15 másodpercenként 1 csepp) fejezzük be. 10,0 ml fenazon-oldattal üres kísérletet is végzünk.

A 100 g aktivált szénen adszorbeálódott fenazon mennyiségét az alábbi összefüggéssel számítjuk ki:

$$\frac{2,353 \cdot (a-b)}{m}$$

ahol

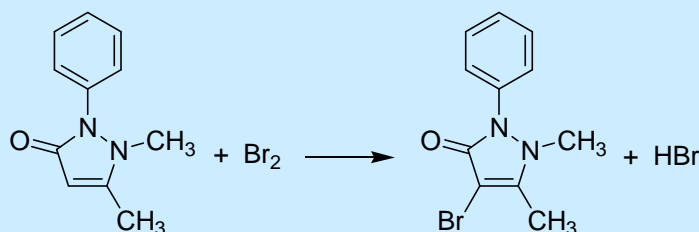
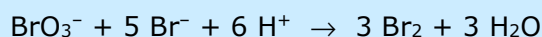
$a$  = az üres kísérlet során fogyott 0,0167 M kálium-bromát-mérőoldat millilitereinek száma,

$b$  = a vizsgálat során fogyott 0,0167 M kálium-bromát-mérőoldat millilitereinek a száma,

$m$  = a vizsgálandó anyag tömege, grammban.

Az eredményt a szárított anyagra vonatkoztatjuk.

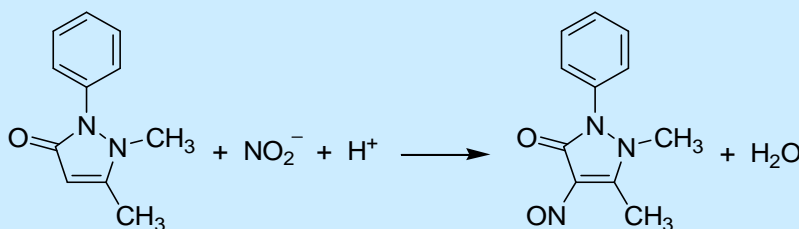
A nem adszorbeálódott fenazon (2-fenil-1,5-dimetil-1,2-dihidro-3*H*-pirazol-3-on) mennyiségét bromatometriásan mérjük, melynek során elektrofil szubsztitúcióval 4-brómfenazon képződik (a fenazon 4-helyzetű szénatomjának oxidációs száma ezáltal -1-ről +1-re változik). A titrálás végpontjában a mérőoldat a metilvörös indikátort is oxidálja, ezért az előírtnál több indikátor használata a mérőoldat-fogyást növelve hibát okozhat.



### Tájékoztató vizsgálat

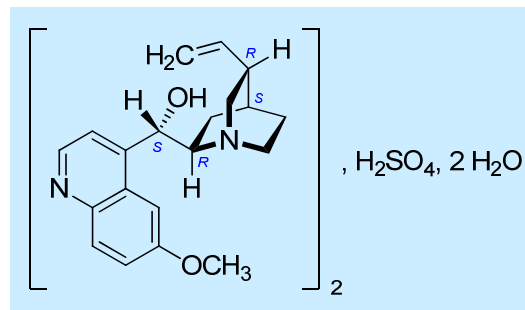
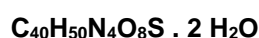
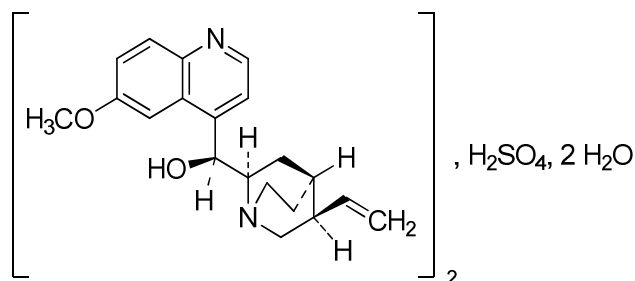
1. Lásd *Carbo activatus* cikkely **A.** azonosítás.
2. 0,10 g anyagot kémcsőben *R* fenazon 1 g/100 ml töménységű oldatának 10,0 ml-ével 3 percig rázzunk, majd 5 cm átmérőjű, *R* vízzel előzetesen megnedvesített papírszűrőn szűrjük. A szüredéket tiszta kémcsőben 0,10 g anyaggal ismét 3 percig rázzuk, és a keveréket *R* vízzel átnedvesített papírszűrőn megint megszűrjük. Ezt a műveletet 0,10 g anyaggal harmadszor is megismételjük. Az utolsó szüredék 1–2 csepp *R* hígított kénsavval megsavanyítva, majd *R* nátrium-nitrit 10 g/l-es oldatának 2 cseppjével összerázva nem zöldülhet meg.

A három összerázást követően a fenazon teljes mennyiségének meg kell kötődnie az aktivált szénen. Az oldatban maradó fenazon savas közegben, nitritionokkal zöld 4-nitrozofenazont képez.



## CHINIDINI SULFAS

### Kinidin-szulfát



#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–101,0% alkaloid-monoszulfát, bisz(*S*)-(2*R*,4*S*,5*R*)-5-etenil-1-azabicyclo[2.2.2]oktán-2-il-(6-metoxikinolin-4-il)metanol-kénsav-sóban kifejezve (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve selyemfényű, színtelen tűkristályok.

*Oldékonyság:* vízben kevésbé oldódik; forrásban lévő vízben és etanolban (96%) oldódik; acetonban gyakorlatilag nem oldódik.

Antiaritmiás és maláriaellenes hatású vegyület.

#### Azonosítás

**A.** Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

**B.** Kb. 5 mg anyag 5 ml *R* vízzel készült oldata 0,2 ml *R* brómos víz és 1 ml *R2* hígított ammónia-oldat hozzáadására zöld színű lesz.

A smaragdzöld színreakció (thalleiochin-reakció) magyarázatát lásd: *Chinini sulfas* cikkely, **B.** azonosítás.

**C.** 0,1 g anyagot 3 ml *R* hígított kénsavban oldunk. Az oldatot *R* vízzel 100 ml-re hígítjuk. A hígított oldat 366 nm-es ultraibolya fényben intenzív kék színnel fluoreszkál. A fluoreszcencia 1 ml *R* tömény sósav hozzáadására csaknem teljesen megszűnik.

A fluoreszcencia a 6-metoxisubsztituenszt tartalmazó kínaalkaloidok híg, oxigéntartalmú savakkal (pl. kénsav, ecetsav) készült oldataiban alakul ki. Halogenidionok a fluoreszcenciát kioltják.

**D.** Kb. 50 mg anyagot 5 ml forró *R* vízben oldunk. Az oldatot lehűtjük, 1 ml *R1* ezüst-nitrát-oldatot adunk hozzá, majd üvegbottal megkeverjük. Néhány perc elteltével fehér csapadék képződik, mely *R* hígított salétromsav hozzáadására feloldódik.

A kinidin-szulfát ezüst-nitráttal vízben rosszul oldódó, 1 : 1 arányú addíciós vegyületet képez. A reakció a kinidin-szulfát és a kinin-szulfát megkülönböztetésre alkalmas (a kinin-szulfát oldatához adott ezüst-nitrát legfeljebb enyhe zavarosodást okoz).

**E.** A szulfátion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**F.** Az anyag feleljen meg a „pH” vizsgálatban előírt követelménynek (lásd Vizsgálatok).

### Vizsgálatok

**pH** (2.2.3): 6,0–6,8. A vizsgálathoz 0,10 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 10 ml-re oldunk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,200 g-ját 20 ml *R* ecetsavanhidridben oldjuk. Az oldatot, 0,15 ml *R* naftolbenzein-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 M perklórsav–mérőoldattal titráljuk.

1 ml 0,1 M perklórsav–mérőoldattal 24,90 mg  $C_{40}H_{50}N_4O_8S$  egyenértékű.

A nemvízes közegben végzett acidimetriás meghatározás során a kinidin-szulfát három ekvivalens perklórsavval reagál: a kevésbé bázisos kinolin-nitrogének protonálódása mellett a szulfát hidrogén-szulfáttá alakul.

$$C_{40}H_{50}N_4O_8S\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{HClO_4}(\text{ml}) \cdot f_{HClO_4} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. 0,10 g anyagot 10,0 ml meleg *R* vízben oldva, az oldat gyengén kékes színben fluoreszkál, ami kis részletének *R* hígított kénsavval való elegyítése után szembetűnőbb.

Lásd: *Chinidini sulfas* cikkely, **C.** azonosításhoz fűzött megjegyzés.

2. Lásd *Chinidini sulfas* cikkely **B.** azonosítás.

3. Az 1. pontban készített oldat 1,0 ml-es részlete, néhány csepp *R* hígított sósavval savanyítva és 1,0 ml *R1* bárium-klorid-oldattal elegyítve, fehér csapadékot ad.

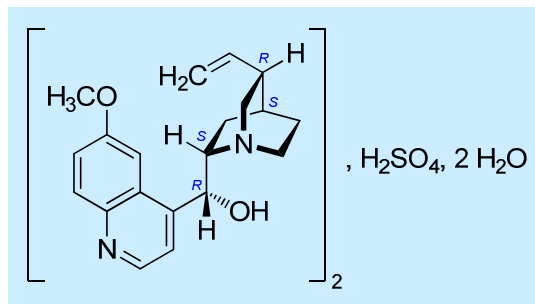
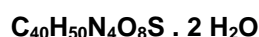
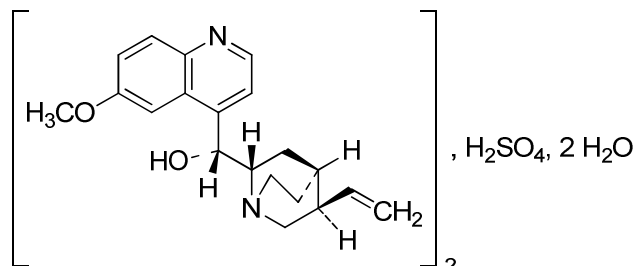
Bárium-szulfát csapadék keletkezik.

4. Az oldat megmaradt részletét két kémcsőbe osztjuk el. Az egyik kémcsőben 0,10 g *R* kálium-jodidot oldva, fehér kristályos csapadék válik ki, a másik kémcsőben 0,50 g *R* kálium-nátrium-tartarátot oldva, nem történik változás.

A reakció a kinidin-szulfát és a kinin-szulfát megkülönböztetésére alkalmas. A kinidin-szulfát oldatából kálium-jodiddal fehér kinidin-hidrojodid csapadék válik le, míg kálium-nátrium-tartarát hozzáadására nem képződik csapadék (a kinin-szulfát kálium-nátrium-tartaráttal ad csapadékot, kálium-jodiddal nem).

## CHININI SULFAS

### Kinin-szulfát



#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–101,0% alkaloid-monoszulfát, bisz(*R*){(2*S*,4*S*,5*R*)-5-etenil-1-azabicyclo[2.2.2]oktán-2-il}-(6-metoxikinolin-4-il)metanol]-kénsav-sóban kifejezve (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve finom, szintelen túkristályok.

*Oldékonyság:* vízben kevésbé oldódik; forrásban lévő vízben és etanolban (96%) mérsékelten oldódik.

Maláriaellenes hatású vegyület.

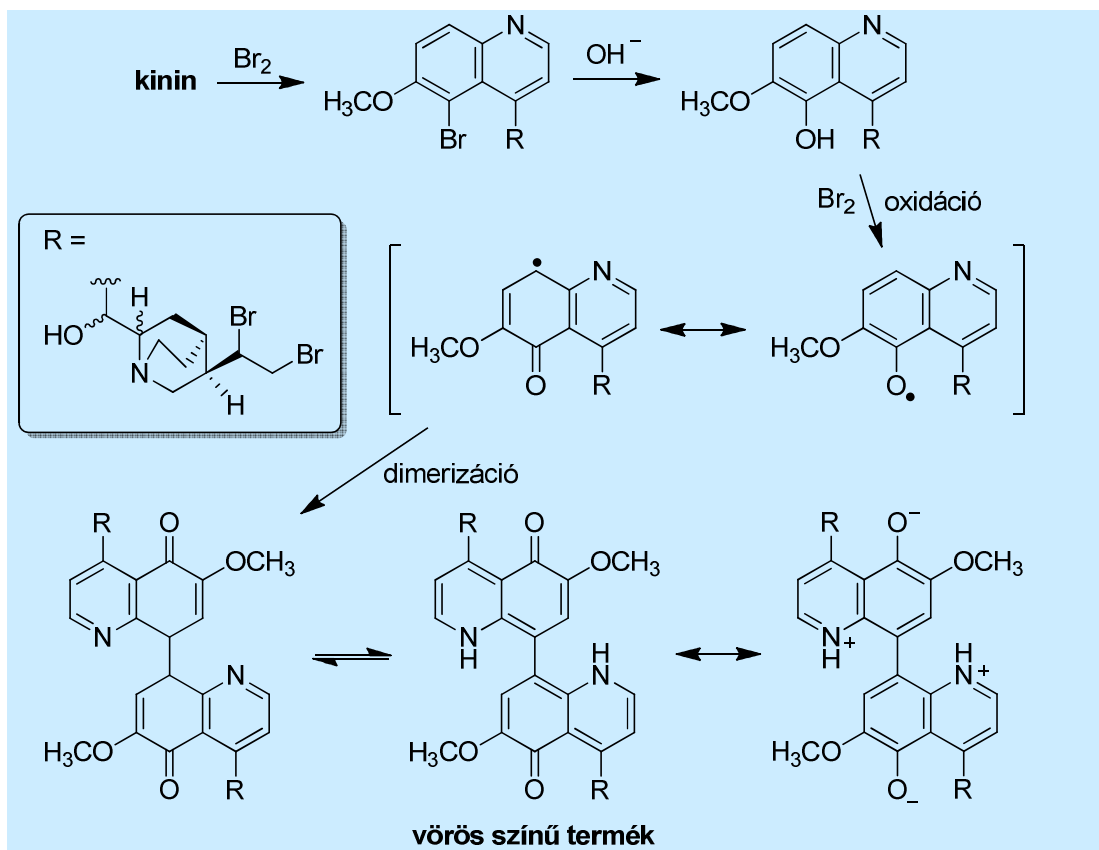
#### Azonosítás

**A.** Vékonyréteg-kromatográfias vizsgálat.

**B.** Kb. 5 mg anyag 5 ml *R* vízzel készült oldata 0,2 ml *R* brómos víz és 1 ml *R2* hígított ammónia-oldat hozzáadására zöld színű lesz.

A brómos víz és hígított ammónia-oldat hatására lejátszódó színreakció során több színes termék képződik. Brómos vízzel a vinilcsoport bromaddíciója mellett a kinolin 5-helyzetben bromozódik majd bróm → hidroxil cserével egy 5-hidroxiszármazék keletkezik, majd a fenolos hidroxilcsoport brómos oxidációjával képződő gyök egy vörös színű biszkinolin-származékká dimerizálódik. A reakcióelegyben egy kék színű, nagy móltömegű, stabilis gyök is kimutatható, de ennek pontos szerkezetét még nem tisztázták.

A smaragdzöld színreakció [thalleiochin-reakció, „*thallein*” (görög) = megzöldül] a 6-helyzetben oxigéntartalmú funkciós csoportot tartalmazó kinolinszármazékokra, így a kininre és a kinidinre jellemző.



**C.** 0,1 g anyagot 3 ml *R* hígított kénsavban oldunk. Az oldatot *R* vízzel 100 ml-re hígítjuk. A hígított oldat 366 nm-es ultraibolya fényben intenzív kék színnel fluoreszkál. A fluoreszcencia 1 ml *R* tömény sósav hozzáadására csaknem teljesen megszűnik.

Lásd: *Chinidini sulfas* cikkely, **C.** azonosításhoz fűzött megjegyzés.

**D.** A szulfátion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz kb. 45 mg anyagot 5 ml *R* hígított sósavban oldunk.

**E.** Az anyag feleljen meg a „pH” vizsgálatban előírt követelménynek (lásd Vizsgálatok).

### Vizsgálatok

**pH** (2.2.3): 5,7–6,6. Az anyag *R* vízzel készített, 10 g/l töménységű szuszpenzióját vizsgáljuk.

### Tájékoztató vizsgálat

**1.** 0,10 g anyagot 80 ml *R* szén-dioxid-mentes vízben oldva, az oldat gyenge kékes színben fluoreszkál, ami kis részletének *R* hígított kénsavval való elegyítése után szembetűnőbb.

Lásd: *Chinidini sulfas* cikkely, **C.** azonosításhoz fűzött megjegyzés.

**2.** Lásd *Chinini sulfas* cikkely **B.** azonosítás.

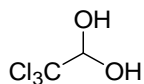
**3.** Az **1.** pontban készített oldat 4,0 ml-es részletében 0,5 g *R* kálium-nátrium-tartarátot oldva, fehér csapadék válik le.

**4.** További 4,0 ml-es oldatrészben 0,1 g *R* kálium-jodidot oldva, nem történik változás.

A **3.** és **4.** reakciók a kinin-szulfát és a kinidin-szulfát megkülönböztetésére alkalmasak. A kinin-szulfát oldatából kálium-nátrium-tartarát hozzáadására fehér kinin-hidrogén-tartarát csapadék válik le, míg kálium-jodiddal nem képződik csapadék (a kinidin-szulfát kálium-jodiddal ad csapadékot, kálium-nátrium-tartaráttal nem).

## CHLORALI HYDRAS

### Klorál-hidrát



*Mr* 165,4

#### Definíció

2,2,2-Triklóretán-1,1-diol. *Tartalom:* 98,5–101,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* színtelen, átlátszó kristályok.

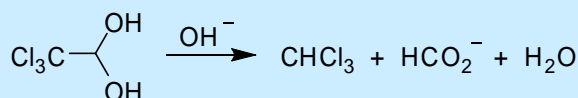
*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik.

Szedatohipnotikus hatású vegyület.

#### Azonosítás

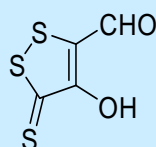
**A.** Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 10 ml-éhez 2 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot adva, az elegy megzavarosodik, és melegítésre kloroformszagot áraszt.

A klorál-hidrát lúgos oldatban kloroformmá és formiáttá hidrolizál.



**B.** Az S oldat 1 ml-éhez 2 ml *R* nátrium-szulfid-oldatot adva, az oldat sárga színű lesz, majd gyorsan vörösesbarnára változik. Kis idő múlva vörös csapadék keletkezhet.

A reakció során valószínűleg egy 1,2-ditiolvázis aldehid keletkezik.



#### Vizsgálatok

**S oldat.** 3,0 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 30 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

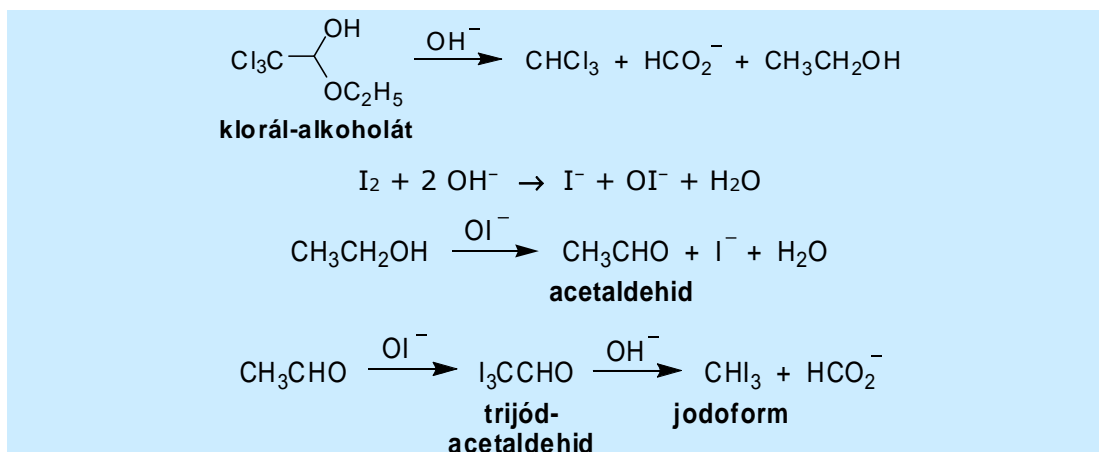
**pH** (2.2.3): 3,5–5,5. Az S oldatot vizsgáljuk.

**Klorál-alkoholát.** 1,0 g anyagot 10 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattal melegítünk, majd a felülúszó oldatot megszűrjük és annyi, cseppenként adagolt 0,05 M jód-oldattal elegyítjük, hogy az oldat sárga színű legyen. Az oldatban 1 órás állás után sem lehet csapadék.

A klorál-alkoholát (a klorál etanollal képzett félacetálja) lúgos hidrolízise során keletkező etanolt jodoform-reakcióval mutatjuk ki. Az etanol jódos oxidációjával és jódszubsztitúciójával trijódacetaldehid keletkezik, ami lúgos közegben formiátra és a jellemző szagú, sárga színű, kristályos jodoformra (trijódmétán) hidrolizál.

A jodoform-reakció olyan vegyületek (pl.  $\text{CH}_3\text{COR}$ ,  $\text{CH}_3\text{CHROH}$ ) kimutatására alkalmas, amelyek karbonil, vagy jóddal karbonillá oxidálható egyéb funkciós csoport melletti metil-szubsztituenst tartalmaznak.





**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét R vízzel 15 ml-re hígítjuk.

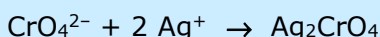
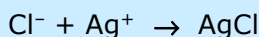
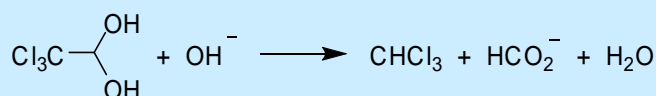
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét R vízzel 20 ml-re hígítjuk. Az összehasonlító oldatot R ólom-mértékoldattal (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 4,000 g-ját 10 ml R vízben oldjuk. Az oldatot 40,0 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal elegyítjük, pontosan 2 percig állni hagyjuk, majd 0,1 ml R fenolftalein-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,5 M kénsav-mérőoldattal titráljuk. A semlegesített oldatot, 0,2 ml R kálium-kromát-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 M ezüst-nitrát-mérőoldattal titráljuk. Az 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldat-fogyást úgy számoljuk ki, hogy a titrálás elején hozzáadott 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldat térfogatából kivonjuk az első titrálás során fogyott 0,5 M kénsav-mérőoldat térfogatát és a második titrálásban fogyott 0,1 M ezüst-nitrát-mérőoldat térfogatának kéttizenötöd-részét.

1 ml 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 0,1654 g C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>Cl<sub>3</sub>O<sub>2</sub> egyenértékű.

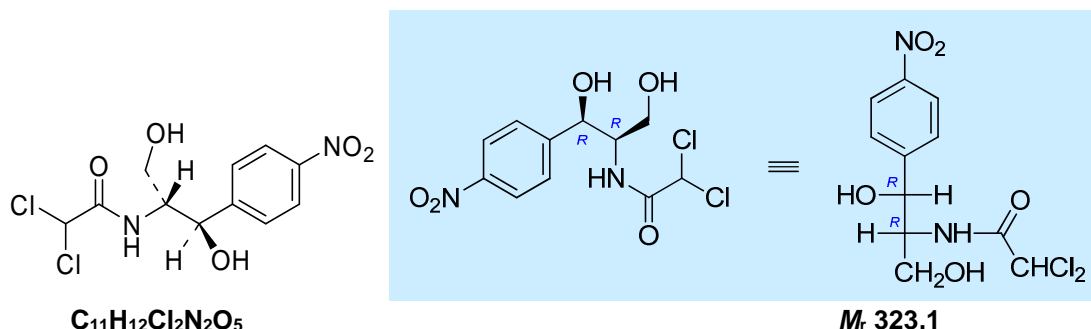
Lúgos közegben a klorál-hidrát kvantitatív módon kloroformmá és formiáttá hidrolizál. Hogy elkerüljük a kloroform lúgos közegben meginduló további hidrolízisének előrehaladását, a lúgfelesleget 2 perc várakozás visszatitráljuk. A kloroform hidrolízisével képződött formiát okozta hiba korrekciójára MOHR-szerinti argentometriás módszerrel (a végpontot a vörösbarna ezüst-kromát csapadék megjelenése jelzi) meghatározzuk a semlegesített oldat klorid-tartalmát és a klorál-hidrát-tartalom kiszámításában az ezüst-nitrát-mérőoldat fogyást (mely a kloroform hidrolíziséből származó klorid és formiát mennyiségével arányos) is figyelembe vesszük.



$$\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}_3\text{O}_2 (\%) = \frac{(V_{\text{NaOH}} \cdot f_{\text{NaOH}} - V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot f_{\text{H}_2\text{SO}_4} - 2/15 \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot f_{\text{AgNO}_3}) \cdot E}{\text{bemérés}} \cdot 100$$

## CHLORAMPHENICOLUM

### Klóramfenikol



#### Definíció

A klóramfenikol 2,2-diklór-*N*-(1*R*,2*R*)-2-hidroxi-1-[(hidroximetil)-2-(4-nitrofenil)-etil]acetamid, melyet megfelelő táptalajon a *Streptomyces venezuelae* bizonyos törzsei termelnek. A klóramfenikolt azonban általában szintézis útján állítják elő. Az anyag szárított anyagra vonatkoztatott  $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ -tartalma 98,0–102,0%.

#### Sajátságok

**Küllem:** fehér, szürkésfehér vagy sárgásfehér, finom kristályos por vagy apró kristályok, tűkristályok, illetve hosszúkás lemezek.

**Oldékonyság:** vízben kevésbé oldódik; alkoholban és propilénlikolban bőségesen oldódik.

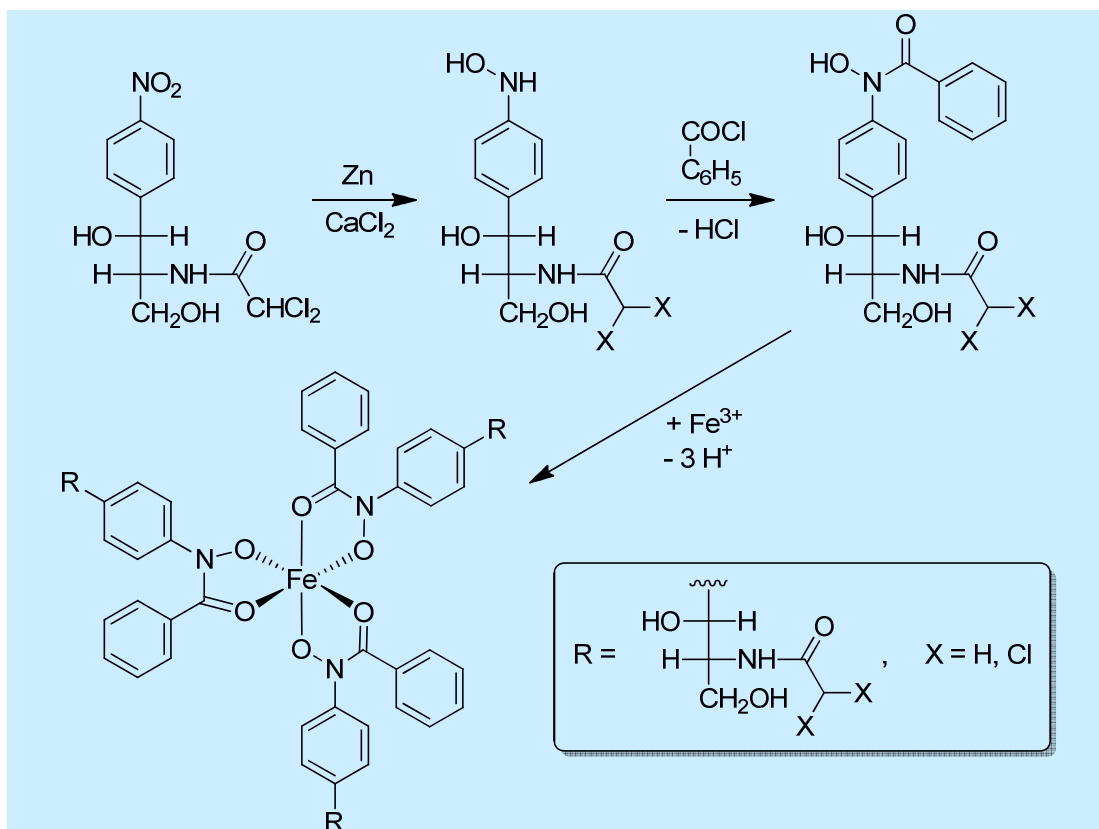
Etanolos oldata jobbra, etil-acetátos oldata balra forgató.

Széles spektrumú antibiotikum.

#### Azonosítás

- A. Olvadáspont (2.2.14): 149–153 °C.
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.
- D. Kb. 10 mg anyagot 1 ml *R* alkoholban (50 %V/V-os) oldunk. Az oldathoz *R* kalcium-klorid oldatából (10 g/l) 3 ml-t és 50 mg *R* cinkport adunk. A keveréket 10 percig vízfürdőn melegítjük, majd a még forró oldatot megsűrjük. A lehűlt oldatot 0,1 ml *R* benzoil-kloriddal elegyítjük, majd 1 percig rázogatójuk. Ezután 0,5 ml *R*1 vas(III)-klorid-oldatot adunk hozzá. Az elegyet 2 ml *R* kloroformmal összerázzuk. A vizes fázis színe világos ibolyásvörösből bíborvörös színbe hajló lesz.

Semleges közegben, cinkporral a nitrocsoport hidroxil-aminná redukálódik (a reakció során részleges redukív dehalogénezéssel a kovalensen kötött klór egy része kloriddá alakul). A hidroxil-amin *N*-benzoilezésével keletkező *N*-arilhidroxámsav vas(III)-ionokkal ibolyaszínű komplexet képez.



E. 50 mg anyag és 0,5 g *R* vízmentes nátrium-karbonát keverékét porcelántégelyben 10 percig nyílt lángon hevítjük. A lehült maradékot 5 ml *R* hígított salétromsavban felvesszük és megsűrjük. A szüredék 1 ml-éhez 1 ml *R* vizet adunk. Az így nyert oldattal elvégezve a kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

Az klóramfenikol nátrium-karbonát jelenlétében végzett izzítása során a kovalensen kötött klórszubsztituensek kloriddá alakulnak.

### Vizsgálatok

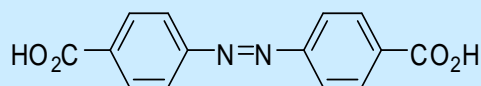
**Savasság, lúgosság.** 0,1 g anyagot 20 ml *R* szén-dioxid-mentes vízzel összerázunk. A csapadékos folyadékhoz 0,1 ml *R*1 brómtimolkék-oldatot adunk. Az indikátor színe legfeljebb 0,1 ml 0,02 M sósav-mérőoldattól vagy 0,02 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól változzék meg.

A klóramfenikol vizes rázadéka semleges kémhatású. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

### Tájékoztató vizsgálat

1. 0,10 g anyagot 5,0 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattal melegítve sárga színű oldat keletkezik. Forraláskor az oldat színe narancsvörösre változik.

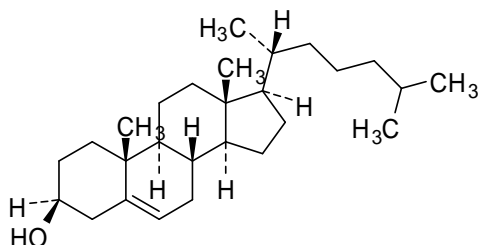
A klóramfenikol lúgos melegítése során színes azobenzol-származékok (pl. azofenol, azobenzaldehid, azobenzoesav) keletkeznek.



4,4'-azobenzoesav

## CHOLESTEROLUM

### Koleszterin



$C_{27}H_{46}O$

386,7

#### Definíció

Koleszt-5-én-3 $\beta$ -ol.

*Tartalom:* - koleszterin: legalább 95,0% (szárított anyagra).

- összes szterin: 97,0–103,0% (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság:* vízben gyakorlatilag nem oldódik; acetonban és etanolban (96%) mérsékelten oldódik. Fényre érzékeny.

A kenőcsök vízfelvételét javító gyógyszer technológiai segédanyag.

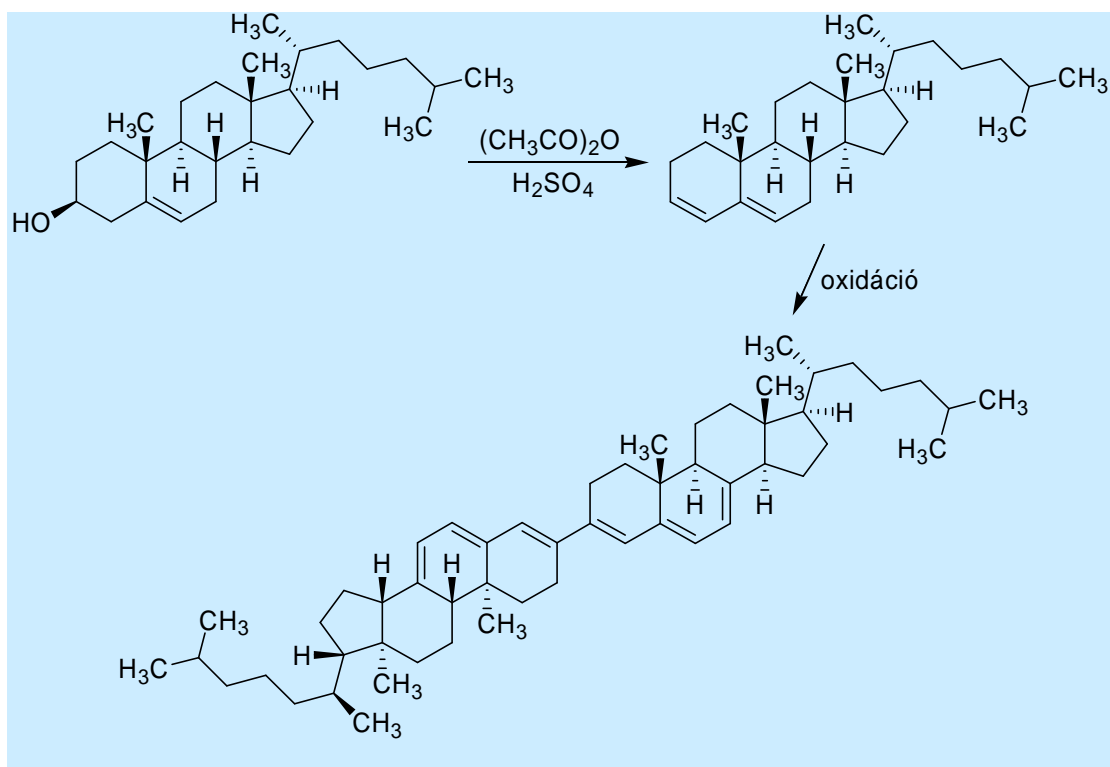
#### Azonosítás

**A.** Olvadáspont (2.2.14): 147–150 °C.

**B.** Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

**C.** Kb. 5 mg anyagot 2 ml *R* diklórometánban oldunk. Az oldathoz 1 ml *R* ecetsavanhidridet és 0,01 ml *R* tömény kénsavat elegyítünk és összerázzuk. Az oldat rózsaszínűre, majd gyorsan vörösre, azután kékre, végül smaragdzöldre színeződik.

A koleszterin ecetsavanhidriddel O-acetileződik, majd ecetsav kihaladásával koleszta-3,5-dién képződik, melynek további oxidációjával színes dimer koleszta-3,5,7-trién-származék keletkezik (LIEBERMANN-BURCHARD-reakció).



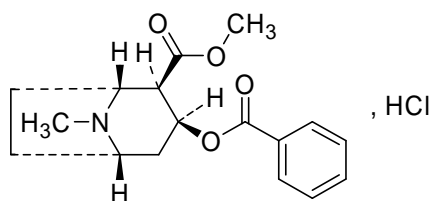
### Tájékoztató vizsgálat

1. Kb. 10 mg anyagot 1,0 ml *R* kloroformban oldunk, majd az oldatot 1,0 ml *R* tömény kénsavval elegyítjük és rázogatjuk. Az elkülönülő kloroform vérpiros színű, a kénsav pedig barnás-zöldes színben fluoreszkál.

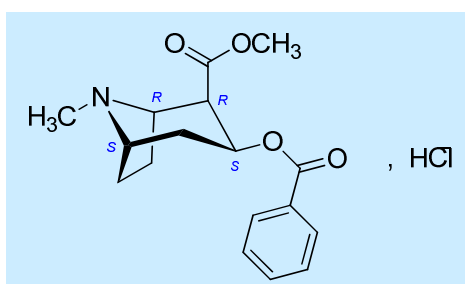
A koleszterin dehidratációjával színesen fluoreszkáló olefin származékok keletkeznek.

## COCAINI HYDROCHLORIDUM

### Kokain-hidroklorid



$C_{17}H_{22}ClNO_4$



$M_r$  339,8

### Definíció

Metil-[(1*R*,2*R*,3*S*,5*S*)-3-(benzoiloxi)-8-metil-8-azabicyclo[3.2.1]oktán-2-karboxilát]-hidroklorid.

*Tartalom:* 98,5–101,0% (száritott anyagra).

### Sajátságok

*Küllem:* fehér, vagy csaknem fehér, kristályos por vagy szintelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban bőségesen oldódik; diklórmetánban kevésbé oldódik.

Op.: kb. 197 °C, bomlás közben.

A gyógyászatban helyi érzéstelenítőként használják. Kábítószer (pszichostimuláns).

### Azonosítás

- A. Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. 0,1 g anyagot 5 ml *R* vízben oldunk. Az oldathoz 1 ml *R2* hígított ammónia-oldatot adva fehér csapadék képződik. A kristályosodás megindítására üvegbottal dörzsölgetjük a kémcső falát. Az *R* vízzel mosott és vákuumban megszárított kristályok olvadáspontja (2.2.14): 96–99 °C.

Lúgosítás hatására kristályos kokain bázis válik le.

- D. A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- E. Az alkaloidok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 0,5 g anyagot *R* vízzel 25 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

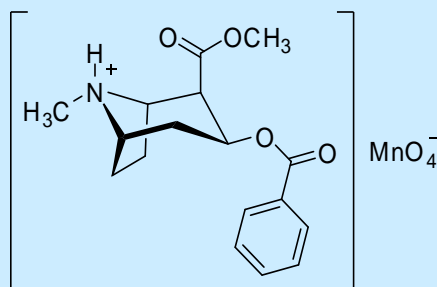
### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Cocaini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Cocaini hydrochloridum* cikkely E. azonosítás.
3. Kb. 20 mg anyagot 5,0 ml *R* vízben oldunk. Az oldat 2,0 ml-es részletéből 2 csepp *R* hígított salétrom-savval megsavanyítva, néhány csepp *R1* ezüst-nitrát-oldattól fehér csapadék keletkezik.

Ezüst-klorid csapadék képződik.

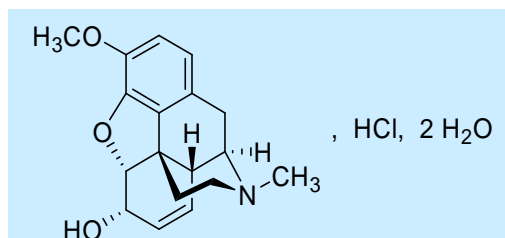
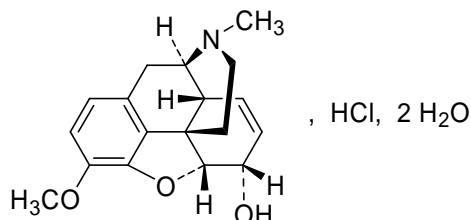
4. Kb. 10 mg anyagot 2 csepp *R* vízben oldunk. Az oldathoz *R* kálium-permanganát 5 g/l-es oldatának 1,0 ml-ét adjuk. Ibolyaszínű lemezes, kristályos csapadék válik ki (különbség a prokaintól).

Ibolyaszínű kokain-permanganát válik le.



## CODEINI HYDROCHLORIDUM DIHYDRICUM

### Kodein-hidroklorid-dihidrát



#### Definíció

(4,5 $\alpha$ -Epoxi-3-metoxi-17-metil-7,8-didehidromorfinán-6 $\alpha$ -ol)-hidroklorid-dihidrát

*Tartalom:* 99,0–101,0% (vízmentes anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy apró, színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben oldódik; etanolban (96%) kevésbé oldódik, ciklohexánban gyakorlatilag nem oldódik.

Köhögés- és fájdalomcsillapító hatású vegyület.

#### Azonosítás

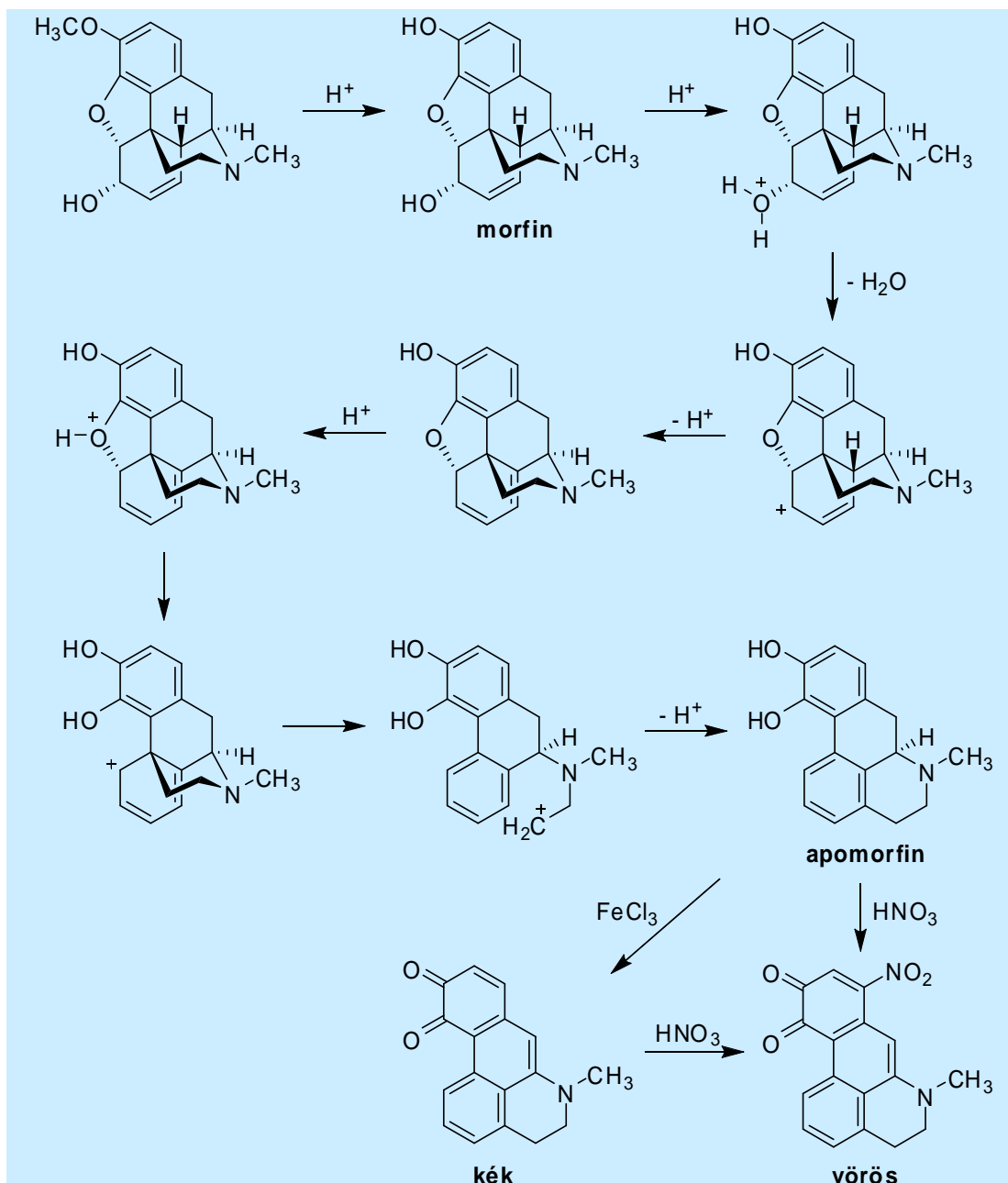
**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 5 ml-éhez 1 ml-t elegyítünk *R tömény nátrium-hidroxid-oldat* és *R víz* azonos térfogatarányú elegyéből; a kristályok leválását, szükség esetén, a kémcső falának üvegbottal történő dörzsölésével és jeges vizes hűtéssel segítjük elő. A vízzel mosott, 100–105 °C-on szárított kristályok olvadáspontja (2.2.15): 155–159 °C.

Lúgosítás hatására kristályos kodein bázis válik le.

**C.** Kb. 10 mg anyagot 1 ml *R tömény kénsavval* és 0,05 ml *R2 vas(III)-klorid-oldattal* vízfürdőn melegítünk. Az oldat kék színű lesz; 0,05 ml *R tömény salétromsavtól* e szín vörösre változik.

Savas fenoléter-hasítással a kodeinből morfin keletkezik, amely átrendeződéssel apomorfinná alakul. Vas(III)-ionok az apomorfinat kék színű *orto*-kinon-származékká oxidálják, salétromsav hatására pedig az *orto*-kinon vörös nitroszármazéka keletkezik (**CALMBERG-HUSEMANN**-reakció).



D. A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

E. Az alkaloidok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,00 g anyagot *R* desztillált vízből készített *R* szén-dioxid-mentes vízzel 50,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az S<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Codeini hydrochloridum dihydricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Codeini hydrochloridum dihydricum* cikkely **C.** azonosítás.
3. Az S oldat 1,0 ml-es részletéhez néhány csepp *R* hígított salétromsavat és néhány csepp *R1* ezüst-nitrát-oldatot adva fehér csapadék válik ki.



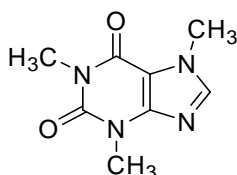
Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

4. Az S oldat másik, 5,0 ml-es részlete 5 csepp *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattól erős rázogatas közben sem zavarosodik meg (különbség az etil-morfintól).

A kodein bázis vízben jobban oldódik, mint az etilmorfin bázis, ezért az előírt körülmények között nem válik ki a vizes oldatból.

## COFFEINUM

### Koffein



$C_8H_{10}N_4O_2$

$M_r$  194,2

### Definíció

1,3,7-Trimetil-3,7-dihidro-1*H*-purin-2,6-dion. *Tartalom*: 98,5–101,5% (száritott anyagra).

### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve fehér vagy csaknem fehér, selyemfényű kristályok.

*Oldékonyság*: vízben mérsékelten oldódik; forrásban lévő vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) kevésbé oldódik. Alkáli-benzoátok és alkáli-szalicilátok tömény oldatai oldják.

Szublimálásra hajlamos.

Pszichostimuláns és enyhe diuretikus hatású alkaloid.

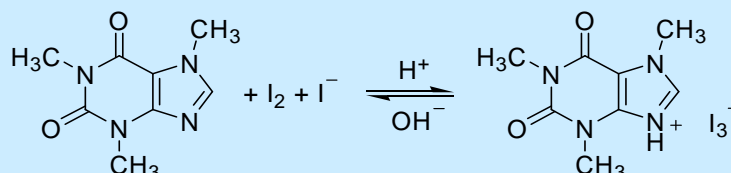
### Azonosítás

A. Olvadáspont (2.2.14): 234–239 °C.

B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

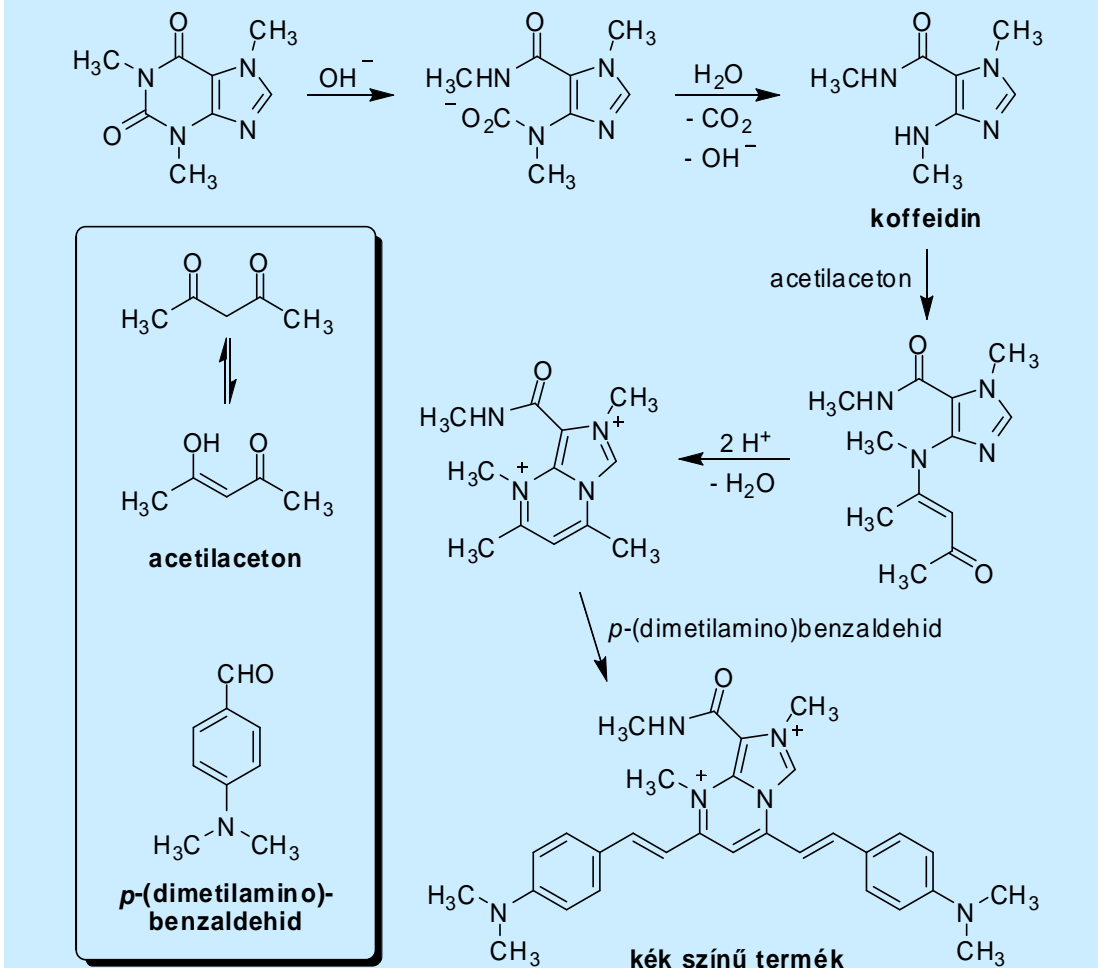
C. Az anyag telített oldatának 2 ml-e 0,05 ml *R* kálium-jodid-jód-oldattal elegyítve tiszta marad. Az oldatból 0,1 ml *R* hígított sósav hozzáadására barna csapadék válik le, amely feloldódik, ha az oldatot *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattal semlegesítjük.

A savas közegben protonálódó koffein trijodid ionokkal barna csapadékot képez. Lúg hozzáadására a koffein deprotonálódik és a csapadék feloldódik. A reakciót más purinalkaloidok is adják.



D. Kb. 10 mg anyagot üveg dugós kémcsőben, 0,5 ml *R* acetilaceton és 5 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldat elegyének 0,25 ml-ében oldunk. Az oldatot 7 percig 80 °C-os vízfürdőben melegítjük. A lehűtött oldatot 0,5 ml *R2* dimetilaminobenzaldehid-oldattal elegyítjük és ismét 7 percig 80 °C-os vízfürdőben melegítjük. A lehűtött oldat, 10 ml *R* vízzel hígítva, élénk kék színű lesz.

Lúgos oldatban a koffein pirimidinyűrűjének hidrolitikus felnyílásával koffeidin képződik. A koffeidin acetilacetonnal énaminszármazékot képez, mely savas közegben (az R2 dimetilaminobenzaldehyd-oldat erősen savas kémhatású) egy imidazo[1,5-a]pirimidinium sóvá alakul. Az imidazo[1,5-a]pirimidinium só két *p*-(dimetilamino)benzaldehyd molekulával kék színű kondenzációs terméket képez.



E. Száritási veszteség (lásd Vizsgálatok).

F. A xantin-származékok azonosságát elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 0,5 g anyagot *R* desztillált vízből készített *R* szén-dioxid-mentes víz 50 ml-ében melegítéssel oldunk, majd a lehűtött oldat térfogatát ugyanezzel az oldószerrel 50 ml-re kiegészítjük.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,05 ml *R1* brómtimolkék-oldatot adva, az oldat zöld vagy sárga színű legyen, de legfeljebb 0,2 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól kékre színeződjék.

A koffein vizes oldata közel semleges kémhatású. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék).

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 500 ppm. Az S oldat 15 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot 7,5 ml *R* szulfát-mértékoldat (10 ppm  $\text{SO}_4^{2-}$ ) és 7,5 ml *R* desztillált víz elegyével készítjük.

**Száritási veszteség** (2.2.32): legfeljebb 0,5%. Az anyag 1,000 g-ját szárítószekrényben 1 órán át 105 °C-on szárítjuk.

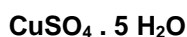
### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Coffeinum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Coffeinum* cikkely **F.** azonosítás.
3. 5,0 ml *R* vizet 0,05 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-oldattal és 2 csepp *R fenoltalein*-oldattal elegyítünk. A piros színű oldathoz 0,1 g anyagot adunk. Az oldat forralás után is piros színű marad.

A xantinszármazékok eltérő sáverősségén és vízdékonyságán alapuló egyszerű reakció (**WINKLER**-próba) a koffein, a teobromin és a teofillin megkülönböztetésére alkalmas. A gyengén savas karakterű teobromin és teofillin nátrium-hidroxiddal sötét képeznek (a teobromin vízben csak melegítésre oldódódik), ezáltal az oldat lúgossága csökken és a fenoltalein piros színe eltűnik, míg a bázisos karakterű koffein esetén az oldat lúgos kémhatása, azaz a fenoltalein piros színe megmarad.

## CUPRI SULFAS PENTAHYDRICUS

### Réz(II)-szulfát-pentahidrát

 $M_r$  249,7

#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–101,0%

#### Sajátságok

*Küllem:* kék színű, kristályos por vagy áttetsző, kék kristályok.

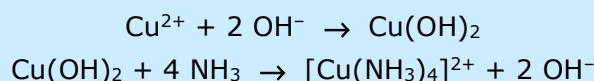
*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; metanolban oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Hánytató (emetikus) hatású vegyület. A réz(II)-ionok gombaellenes hatása miatt növényvédő szerekben is alkalmazzák.

#### Azonosítás

- A.** Az *S* oldat (lásd Vizsgálatok) 1 ml-éhez néhány csepp *R2 hígított ammónia*-oldatot adva kék csapadék válik le, amely további *R2 hígított ammónia*-oldat hozzáadására sötétkék színnel oldódik.

Ammónia-oldattal először világoskék réz(II)-hidroxid csapadék válik le, mely a kémszer feleslegében intenzív kék (lazúrkék) színű tetraammin-réz(II)-komplekként oldódik.



- B.** Az anyag megfelel a „Szárítási veszteség” vizsgálat (lásd Vizsgálatok) követelményének.
- C.** A szulfácion *a)* pont szerinti azonosítási reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz az *S* oldat 1 ml-ét *R* vízzel 5 ml-re hígítjuk.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5 g anyagot *R* vízzel 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az *S* oldat tiszta legyen (2.2.1).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz az *S* oldat 10 ml-ét *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk.

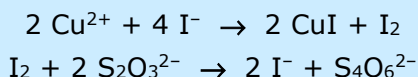
**Szárítási veszteség** (2.2.32): 35,0–36,5%. 0,500 g anyagot szárítószekrényben 250±10 °C-on szárítunk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,200 g-ját 50 ml *R* vízben oldjuk. Az oldathoz 2 ml *R* tömény kénsavat és 3 g *R* kálium-jodidot adunk. A kivált jódot 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. A titrálás végpontjának elérése előtt 1 ml *R* keményítő-oldatot adunk az oldathoz.

1 ml 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal 24,97 mg CuSO<sub>4</sub>·5 H<sub>2</sub>O egyenértékű.

A réz(II)-ionok a jodidot réz(I)-jodid képződése közben jóddá oxidálják, melyet tioszulfáttal mérünk. A vízben rosszul oldódó jód-keményítő-komplex jódtartalma csak lassan reagál tioszulfáttal, emiatt a keményítő indikátort csak a végpont közelében (amikor az alacsony jód-koncentráció miatt az oldat eredetileg sötétbarna színe már halványsárgára változott) célszerű az oldathoz adni.



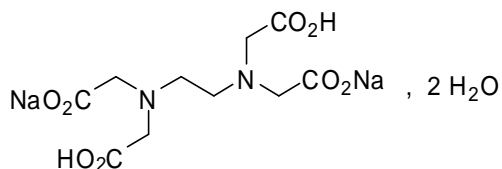
$$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} (\text{ml}) \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Cupri sulfas pentahydricus* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Cupri sulfas pentahydricus* cikkely **A.** azonosítás.
3. Lásd *Cupri sulfas pentahydricus* cikkely **C.** azonosítás.

## DINATRII EDETAS

### Dinátrium-edetát



*M*<sub>r</sub> 372,2

### Definíció

Dinátrium-dihidrogén-[(etiléndinitrilo)tetraacetát]-dihidrát.

*Tartalom*: 98,5–101,0%.

### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság*: vízben oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

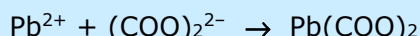
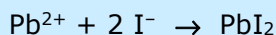
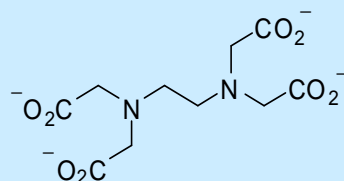
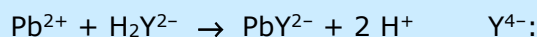
Kalciumkomplexét nehézfém-mérgezés antidótumaként alkalmazzák.

### Azonosítás

- A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- B.** Az anyag 2 g-ját 25 ml *R* vízben oldjuk, az oldatot 6 ml *R* ólom(II)-nitrát-oldattal összerázzuk és 3 ml *R* kálium-jodid-oldatot adunk hozzá. Nem képződhet sárga csapadék. Az elegyet, *R* piros lakmuszpapírt

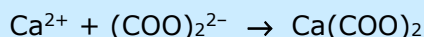
használva indikátorként, *R2 hígított ammónia-oidattal* meglúgosítjuk. Ezután 3 ml *R ammónium-oxalát-oidatot* elegyítünk hozzá. Nem képződhet csapadék.

A dinátrium-edetát ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ ) ólom(II)-ionokkal stabilis komplexet képez, amelyből jodid, vagy oxalát hozzáadására sem képződik sárga ólom(II)-jodid, ill. ólom(II)-oxalát csapadék.



- C.** Az anyag 0,5 g-ját 10 ml *R vízben* oldjuk, majd az oldathoz 0,5 ml *R kalcium-klorid-oidatot* elegyítünk. Az elegyet, *R piros lakmuszpapírt* használva indikátorként, *R2 hígított ammónia-oidattal* meglúgosítjuk. Ezután 3 ml *R ammónium-oxalát-oidatot* elegyítünk hozzá. Nem képződhet csapadék.

A **B.** azonossági reakcióhoz hasonlóan, a stabilis kalciumkomplex képződése miatt a fehér kalcium-oxalát csapadék leválása elmarad.



- D.** Az anyaggal a nátriumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 4,0–5,5. Az S oldatot vizsgáljuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 80 ppm. Az S oldat 2,5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk. Mind a vizsgálandó, mind az összehasonlító oldathoz 0,25 g *R kalcium-kloridot* adunk az *R tioglikolsav* hozzáadása előtt.

### Tartalmi meghatározás

0,300 g anyagot *R vízzel* 300 ml-re oldunk. 2 g *R meténamint* és 2 ml *R hígított sósavat* adunk hozzá. Az elegyet, kb. 50 mg *R xilenolnarancs-porhígítást* alkalmazva indikátorként, *0,1 M ólom(II)-nitrát-mérőoldattal* titráljuk.

1 ml *0,1 M ólom(II)-nitrát-mérőoldattal* 37,22 mg  $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  egyenértékű.

A titrálás során az EDTA ólom(II)-komplexe képződik. A komplexképzés során felszabaduló protonokat a meténamin megköti.

$$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O-tart. (\%)} = \frac{V_{\text{Pb}(\text{NO}_3)_2} (\text{ml}) \cdot f_{\text{Pb}(\text{NO}_3)_2} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

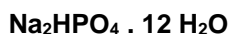
### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Dinatrii edetas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Dinatrii edetas* cikkely **C.** azonosítás.
3. Az anyag porrá dörzsölt és megnedvesített kis próbáját kizsított platina dróton, nem világító lángba tartva elhamvasztjuk. A maradék a lángot tartósan élénksárgára festi.

Az izsítási maradék lángfestése a nátriumionra jellemző.

## DINATRII PHOSPHAS DODECAHYDRICUS

### Dinátrium-hidrogén-foszfát-dodekahidrát

*M*, 358,1

Tartalom: 98,0–102,5% (vízmentes anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: színtelen, áttetsző, erősen málló kristályok.

*Oldékonyság*: vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Enyhe ozmotikus hashajtó, növeli a harántcsikolt izmok tónusát (tonizáns). Pufferoldatok komponenseként is használják.

#### Azonosítás

- A. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) enyhén lúgos (2.2.4).
- B. Az anyag feleljen meg a víztartalomra vonatkozó követelményeknek (lásd Vizsgálatok).
- C. A foszfátion *b*) pont szerinti azonossági reakcióját az S oldattal elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- D. A nátriumion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját az S oldattal elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot *R desztillált vízzel* 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Redukáló anyagok.** Az S oldat 5 ml-éhez 5 ml *R hígított kénsavat* és 0,25 ml 0,02 M kálium-permanganát-mérőoldatot elegyítünk. Az oldat halványpiros színe 5 perces, vízfürdőn történő melegítés után sem tűnjön el.

Redukáló szennyezések savas közegben  $\text{Mn}^{2+}$ -ionokká redukálják a permanganátot és az oldat elszíntelenedik.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. Az S oldat 2,5 ml-éhez 10 ml *R hígított salétromsavat* elegyítünk és a vizsgálathoz az így nyert oldatot *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 500 ppm. Az S oldat 3 ml-éhez 2 ml *R hígított sósavat* elegyítünk és a vizsgálathoz az így nyert oldatot *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 2 ppm. Az S oldat 5 ml-ét vizsgáljuk.

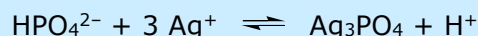
**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

#### Tájékoztató vizsgálat

1. Hevítve kristályvizében megolvad, majd felpuffad, miközben a víz pezsgés közben távozik. A beszáradt maradék tartós, erős izzításra megolvad, és a lángot élénksárgára festi.
2. Lásd *Dinatrii phosphas dodecahydricus* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Az S oldat 1,0 ml-es részletét *R vízzel* 2,0 ml-re hígítjuk. A hígított oldathoz 5 csepp *R metilvörös-oldatot* adva, az oldat sárgára színeződik. Az oldatot 5,0 ml *R1 ezüst-nitrát-oldattal* összerázva, élénksárga színű csapadék keletkezik, a folyadék tisztája pedig piros színű lesz. A csapadék *R hígított salétromsav* feleslegében könnyen feloldódik.

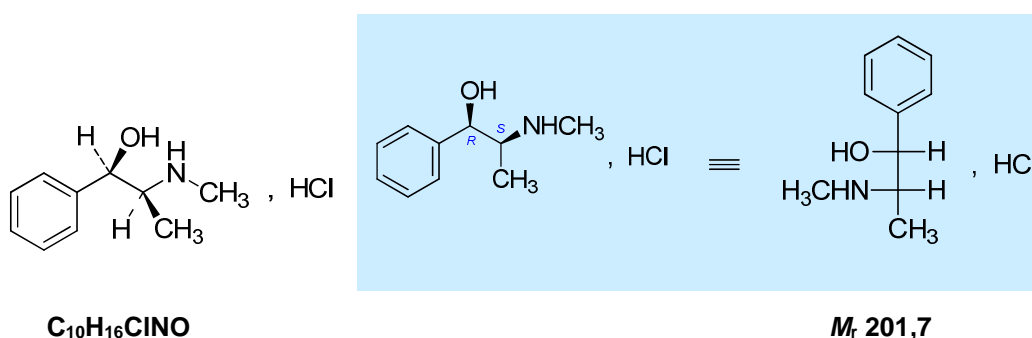
Ezüst-nitráttal sárga ezüst-foszfát csapadék képződik. A dinátrium-hidrogén-foszfát vizes oldata enyhén lúgos kémhatású (a metilvörös sárga), az ezüst-foszfát leválasztása után azonban a felszabaduló proton miatt a folyadék tisztája savas kémhatású lesz (a metilvörös piros színű). A reakció primer és szekunder foszfátok megkülönböztetésére alkalmas (lásd *Natrii dihydrogenophosphas* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 3. pont).



Híg salétomsav hozzáadására a fenti egyensúlyi reakció a csapadék oldódásának irányába tolódik el.

## EPHEDRINI HYDROCHLORIDUM

### Efedrin-hidroklorid



#### Definíció

[(1*R*,2*S*)-2-(Metilamino)-1-fenilpropán-1-ol]-hidroklorid.

Tartalom: 99,0–101,0% (száritott anyagra vonatkoztatva).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

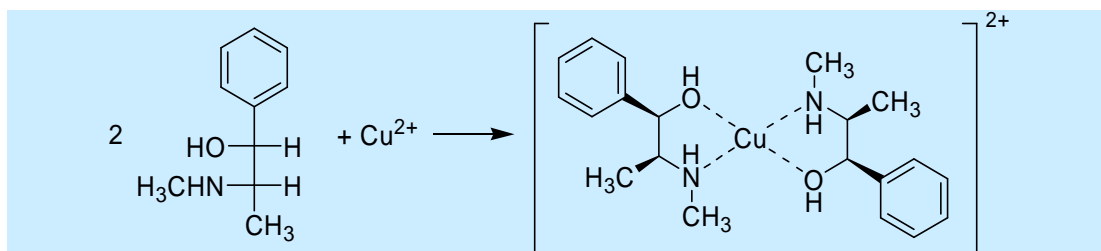
*Op.:* kb. 219 °C.

Szimpatomimetikus és pszichostimuláns hatású vegyület, melyet hörgőtágítóként asztma, vérnyomásemelőként pedig hipotónia esetén alkalmaznak. Az orr-nyálkahártya duzzanatát csökkentő (nazális dekongesztáns) tulajdonsága miatt náthás tünetek enyhítésére, orrcseppekben és orrspray-kben is használják.

#### Azonosítás

- A. Fajlagos optikai forgatóképesség (lásd Vizsgálatok).
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.
- D. Az *S* oldat (lásd Vizsgálatok) 0,1 ml-e 1 ml *R* vízzel, 0,2 ml *R* réz(II)-szulfát-oldattal és 1 ml *R* tömény nátrium-hidroxid-oldattal elegyítve ibolyaszínű lesz. Az oldatot 2 ml *R* diklórmétánnal összerázzuk. Az alsó (szerves) fázis sötétszürke, a felső (vizes) fázis kék színű lesz.

Szerves oldószerekben (pl. diklórmétán, éter, butanol) oldódó réz(II)-kelátkomplex képződik (CHEN-KAO-reakció).



E. A kloridion a) pont szerinti azonossági vizsgálatát elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálatához az S oldat (lásd Vizsgálatok) 5 ml-ét 5 ml *R* vízzel hígítjuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,00 g anyagot *R* desztillált vízzel 50,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Fajlagos optikai forgatóképesség** (2.2.7):  $-33,5$  és  $-35,5$  között (szárított anyagra). A vizsgálatához az S oldat 12,5 ml-ét *R* vízzel 25,0 ml-re hígítjuk.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Ephedrini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Ephedrini hydrochloridum* cikkely **D.** azonosítás.
3. Az S oldat 1,0 ml-éhez *R* hígított salétromsavat és 1 ml *R1* ezüst-nitrát-oldatot elegyítünk. Fehér csapadék válik ki, mely *R2* hígított ammónia-oldat feleslegében oldódik.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik, mely ammónia-oldatban diammin-ezüst-komplex képződésével oldódik.

## ETHANOLUM (96 PER CENTUM)

### 96 %-os Etanol

#### Definíció

*Tartalom:*

- etanol ( $C_2H_6O$ ;  $M_r$  46,07): 95,1–96,9 % *V/V* (92,6–95,2 % *m/m*), 20 °C-on, az alkoholometriás táblázat (5.5) felhasználásával a relatív sűrűségből számítva,
- víz.

#### Sajátságok

*Küllem:* színtelen, tiszta, illékony, gyúlékony, nedvszívó folyadék.

*Oldékonyság:* vízzel és diklórmetánnal elegyedik.

Nem kormozó, kékes lánggal elég.

Fp.: kb. 78 °C.

Az etanolt a gyógyászatban fertőtlenítőszerként (70 %-os vizes oldat), valamint metanol és etilén-glikol-mérgezések antidótumaként használják. A gyógyszerkészítés során és a gyógyszeranalitikában oldószerként, ill. reagensként alkalmazzák.

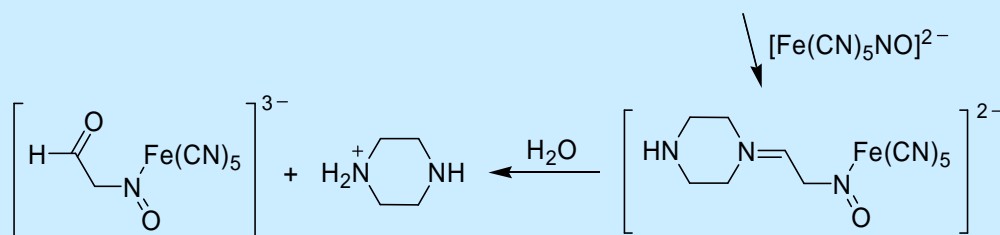
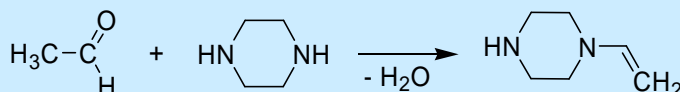
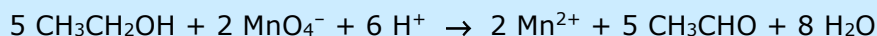
#### Azonosítás

- A. Az anyag feleljen meg a „Relatív sűrűség” pontban (lásd Vizsgálatok) előírt követelménynek.
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.



- C. 0,1 ml anyagot kémcsőben, *R* kálium-permanganát 10 g/l töménységű oldatának 1 ml-ével és *R* hígított kénsav 0,2 ml-ével elegyítünk. A kémcsövet késedelem nélkül lefedjük egy – 0,1 g *R* nitroprusszid-nátrium 0,5 g *R* piperazin-hidrát 5 ml *R* vízzel frissen készített oldatával átnedvesített – szűrőpapírdarabkával. Néhány perc elteltével a papíron intenzív kék színű folt jelenik meg, amely 10–15 perc múlva elhalványodik.

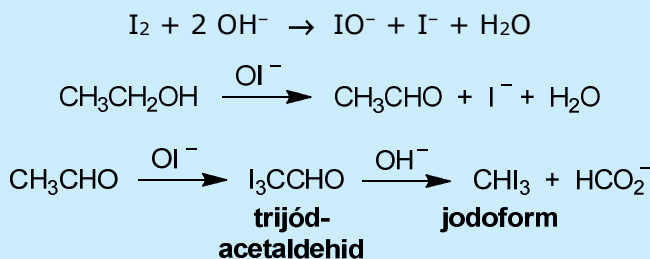
Az etanol permanganátos oxidációja során illékony acetaldehid keletkezik, ami a szűrőpapíron levő piperazinnal *N*-vinilpiperazinná alakul. Ez utóbbi vegyület nitroprusszid-nátriummal bomlékony, kék színű komplexet (**LEGAL-komplex**) képez.



kék színű komplex

- D. 0,5 ml anyaghoz 5 ml *R* vizet, 2 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot, majd – lassú ütemben – 2 ml 0,05 M jód-oldatot elegyítünk. 30 percen belül sárga csapadék keletkezik.

Lúgos közegben a jód diszproporcionálódik. A képződő hipojodit az etanolt acetaldehiddé oxidálja, majd jódszubsztitúcióval trijódacetaldehid keletkezik, ami lúgos közegben formiátra és a jellemző szagú, sárga színű, kristályos jodoformra (trijódmetán) hidrolizál.



### Vizsgálatok

**Küllem.** Az anyag, *R* vízzel összehasonlítva, tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer). Az anyag 1,0 ml-ét *R* vízzel 20 ml-re hígítjuk. A hígított oldat 5 perc múlva is tiszta legyen (2.2.1). Összehasonlító folyadékként *R* vizet használunk.

**Savasság, lúgosság.** 20 ml anyag, 20 ml *R* szén-dioxid-mentes víz és 0,1 ml *R* fenolftalein-oldat elegye színtelen legyen, de az elegy 1,0 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldat hozzáadására változzék rózsaszínűvé (30 ppm, ecetsavban kifejezve).

Az etanol vizes oldata semleges kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

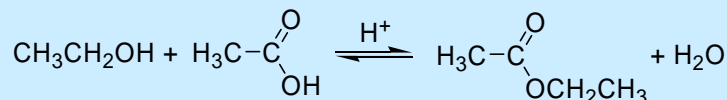
**Relatív sűrűség** (2.2.5): 0,805–0,812.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Ethanolum* (96 per centum) cikkely „Küllem” pont.

2. 5 csepp anyag, 5 csepp *R* hígított ecetsav, 1,0 ml *R* víz és 1 ml *R* tömény kénsav elegyét felforraljuk. Etil-acetát szag érezhető.

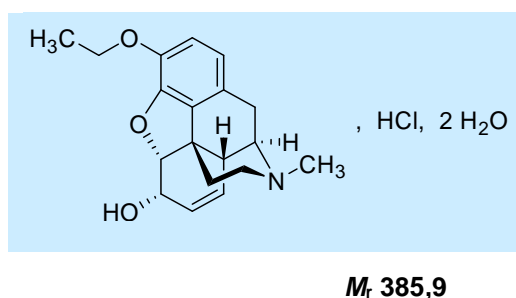
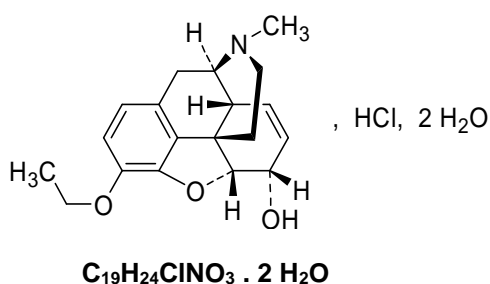
Az etanol ecetsavas észterezésével etil-acetát keletkezik.



3. Az anyag sűrűségét meghatározzuk (2.2.5), és az etanoltartalmat a táblázatból keressük ki (Ph. Hg. VIII. I. kötet, 595-610. oldal).

## ETHYLMORPHINI HYDROCHLORIDUM

### Etilmorfin-hidroklorid



#### Definíció

[3-Etoxi-17-metil-7,8-didehidro-4,5 $\alpha$ -epoximorfinán-6 $\alpha$ -ol]-hidroklorid-dihidrát.

*Tartalom:* 99,0–101,0% (vízmentes anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság:* vízben és alkoholban oldódik; ciklohexánban nem oldódik.

Köhögés- és fájdalomcsillapító hatású vegyület.

#### Azonosítás

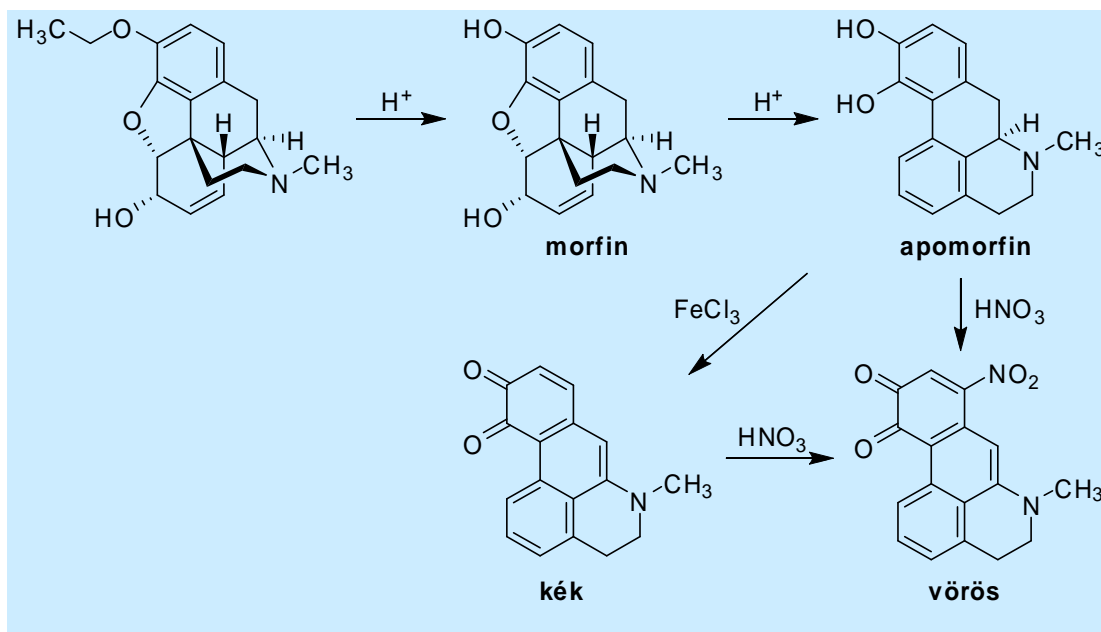
**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** Kémcsőbe mért 0,5 g anyagot 6 ml *R* vízben oldunk. Az oldatból 15 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-oldat hozzáadására fehér csapadék válik le, amelynek kristályosodását az edény falát üveggömbtel dörzsölgetve segítjük elő. Az összegyűjtött csapadékot mossuk, majd 20 ml, 80 °C-ra melegített *R* vízben oldjuk. Az oldatot megsűrjük és a szüredéket jeges vízben lehűtjük. A levált kristályokat 12 órán át vákuumban szárítjuk. A szárított kristályok olvadáspontja (2.2.14): 85–89 °C.

Lúgosítás hatására kristályos etilmorfin bázis válik le.

**C.** Kb. 10 mg anyagot 1 ml *R* tömény kénsav és 0,05 ml *R2* vas(III)-klorid-oldat hozzáadása után vízfürdőn melegítünk. Az oldat kék színű lesz; 0,05 ml *R* tömény salétromsav hozzáadására ez a szín vörösre változik.

Savas fenoléter-hasítással az etilmorfinból morfin keletkezik, amely a savas közegben apomorfinná alakul. Vas(III)-ionok az apomorfint kék színű orto-kinon-származékká oxidálják, salétromsav hatására pedig az orto-kinon vörös nitroszármazéka keletkezik (**CALMBERG-HUSEMANN**-reakció). A morfin-apomorfin átrendeződés részleteit lásd: *Codeini hydrochloridum dihydricum* cikkely **C.** azonosítás magyarázata.



D. A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 0,500 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 25,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Ethylmorphini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Ethylmorphini hydrochloridum* cikkely C. azonosítás.
3. Az S oldat 1,0 ml-es részletéhez néhány csepp *R* hígított salétromsavat és néhány csepp *R1* ezüst-nitrát-oldatot adva, fehér csapadék válik ki.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

4. Az S oldat másik 5,0 ml-es részletéből 5 csepp *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattól erős rázogatóskor lassan kristályos csapadék válik ki (különbség a kodeintől).

Az etilmorfin bázis vízben kevésbé oldódik, mint a kodein bázis, ezért az előírt körülmények között kiválik a vizes oldatból (a kodein bázis hasonló körülmények között oldatban marad).

## FERRI CHLORIDUM HEXAHYDRICUM

### Vas(III)-klorid-hexahidrát

$FeCl_3 \cdot 6 H_2O$

*M*: 270,3

### Definíció

A vas(III)-klorid-hexahidrát  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ -tartalma 98,0–102,0%.

### Sajátságok

Küllem: narancssárga vagy barnássárga, erősen nedvszívó kristályok vagy kristályos tömeg.

Oldékonyság: vízben és etanolban (96%) nagyon bőségesen oldódik; glicerinben bőségesen oldódik.

Adsztringens (összehúzó) hatású vegyület. Analitikai reagensként is használatos.

### Azonosítás

- A.** A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.  
**B.** A vas c) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot R *desztillált vízzel* 100 ml-re oldunk.

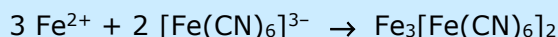
**Szabad klór.** 5 ml S oldatot melegítünk. A gőztérbe tartott R *jodidos keményítő-papír* nem kékülhet meg.

Az anyag szabad klór szennyezése a jodidot jóddá oxidálja, ami keményítővel kék komplexet képez.



**Vas(II)-ionok:** legfeljebb 50 ppm  $\text{Fe}^{2+}$ . 10 ml S oldathoz 1 ml R vizet, 0,05 ml R *kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-oldatot*, majd 4 ml R *tömény foszforsavat* elegyítünk. 10 perc elteltével az oldat kék színe nem lehet erősebb, mint az egyidejűleg és azonos módon készült, 10 ml R vizet és R *vas(II)-szulfát* frissen készített, 0,250 g/l-es oldatának 1 ml-ét tartalmazó összehasonlító oldat színe.

Vas(II)-szennyezés esetén vas(II)-[hexacianoferrát(III)] (TURNBULL-kék) csapadék válik le. A vas(III)-ionokat foszforsavval színtelen komplexként kötjük meg, ami a vizsgálat érzékenységet növeli (a TURNBULL-kék csapadék savakban nem oldódik).

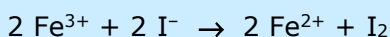


### Tartalmi meghatározás

Csiszolt üveg dugós Erlenmeyer-lombikban 0,200 g anyagot 20 ml R vízben oldunk. Az oldathoz 10 ml R *hígított sósavat* és 2 g R *kálium-jodidot* adunk. A lombikot lezárva 1 órán át fénytől védett helyen állni hagyjuk, majd a kivált jodot 0,1 M *nátrium-tioszulfát-mérőoldattal* titráljuk; a titrálás vége felé 5 ml R *keményítő-oldatot* elegyítünk az oldathoz.

1 ml 0,1 M *nátrium-tioszulfát-mérőoldattal* 27,03 mg  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  egyenértékű.

A vas(III)-ionok a jodidot jóddá oxidálják, melyet tioszulfáttal mérünk.



$$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} (\text{ml}) \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Kb. 50 mg anyagot 5,0 ml R vízben oldunk, és az oldatot 1,0 ml R *hígított salétromsavval* megsavanyítva 2,0 ml R1 *ezüst-nitrát-oldattal* rázzuk össze. Túrós, fehér csapadék keletkezik.

Ezüst-klorid csapadék válik le.

2. Lásd *Ferri chloridum hexahydricum* cikkely B. azonosítás.

## FERROSI SULFAS HEPTAHYDRICUS

### Vas(II)-szulfát-heptahidrát

$\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$

*M*<sub>r</sub> 278,0

#### Definíció

Tartalom: 98,0–105,0 %

#### Sajátságok

*Küllem:* világoszöld, kristályos por vagy kékeszöld kristályok. Levegőn elmállik.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; forrásban lévő vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban gyakorlatilag nem oldódik.

A vas(II)-szulfát nedves levegőn oxidálódik miközben megbarnul.

Vashiányos anémia kezelésére alkalmazzák, a hemoglobin képződéséhez szükséges.

#### Azonosítás

- A.** A szulfátion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.
- B.** A vas(II)-ion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- C.** Az anyag feleljen meg a tartalomra előírt követelményeknek.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 4,0 g anyagot *R ólom-mentes salétromsav*val 100,0 ml-re **oldunk**.

**pH** (2.2.3): 3,0–4,0. A vizsgálathoz 1,0 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 20 ml-re oldunk.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. Az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk, a hígított oldathoz 5 ml *R hígított salétromsavat* elegyítünk és az így nyert oldatot vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot 8 ml *R klorid-mértékoldat* (5 ppm Cl<sup>-</sup>), 5 ml *R hígított salétromsav* és 2 ml *R víz* elegyével készítjük. A vizsgálathoz 0,15 ml *R2 ezüst-nitrát-oldatot* használunk.

#### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Ferrosi sulfas heptahydricus* cikkely **A.** azonosítás.
2. Lásd *Ferrosi sulfas heptahydricus* cikkely **B.** azonosítás.

## FERRUM AD PRAEPARATIONES HOMOEOPATHICAS

### Vas, homeopátiás készítményekhez

Fe

*A*<sub>r</sub> 55,85

#### Definíció

Redukcióval vagy szublimációval előállított, finom, feketésszürke színű por.

*Tartalom:* 97,5–101,0%.

#### Sajátságok

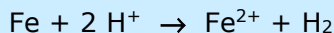
*Küllem:* feketésszürke, fémes fénytől mentes, finom por.

*Oldékonyság:* vízben és alkoholban gyakorlatilag nem oldódik; híg ásványi savak melegítés közben oldják.

### Azonosítás

**A.** A vas(II)-ion *a)* pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz 50 mg anyagot 2 ml *R hígított kénsavban* oldunk és az oldatot *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

A vas savakban hidrogénfejlődés közben oldódik.



### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot 40 ml *R vízzel* 1 percig forralunk. A keveréket megsűrjük és a szüredéket *R vízzel* 50,0 ml-re hígítjuk.

**Lúgosság.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,1 ml *R1 brómtimolkék-oldatot* elegyítünk. Legfeljebb 0,1 ml *0,01 M sósav-mérőoldat* hozzáadására az indikátor színének sárgára kell változnia.

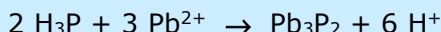
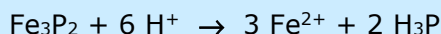
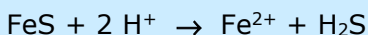
A vas vizes rázadéka közel semleges kémhatású, kevés sav hozzáadására savasra változik.

A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 50 ppm. Az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 15 ml-re hígítva vizsgáljuk.

**Szulfid és foszfid.** 100 ml-es Erlenmeyer-lombikba mért 1,0 g anyagot 10 ml *R hígított sósavval* óvatosan összekeverünk. A lombik nyílása fölé tartott, *R vízzel* megnedvesített *R ólom(II)-acetátos papír* a keletkező gőzöktől, 30 másodpercen belül, legfeljebb világosbarnára színeződhet.

Szulfid- és foszfidszennyezés esetén savas közegben kénhidrogén, ill. foszforhidrogén (foszfin) képződik, mely ólom(II)-ionokkal fekete ólom-szulfidot, ill. ólom-foszfidot képez.



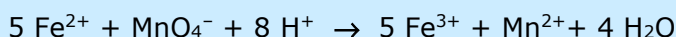
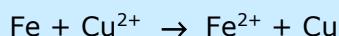
**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 5 ppm. A vizsgálathoz 0,2 g anyagot 25 ml *R hígított sósavval* teljes oldódásig forralunk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,100 g-ját 100 ml-es, üveg dugós Erlenmeyer-lombikban 1,25 g *R réz(II)-szulfát* 20 ml *R vízzel* készült, forró oldatában, 10 perces kevertetéssel oldjuk. Az oldatot gyorsan megsűrjük, a szűrőt átmoszuk és a szüredéket a mosófolyadékkal egyesítjük. Az oldatot *R hígított kénsavval* megsavanyítjuk, majd *0,02 M kálium-permanganát-mérőoldattal* rózsaszínig titráljuk.

1 ml *0,02 M kálium-permanganát-mérőoldattal* 5,585 mg Fe egyenértékű.

A réz és a vas standardpotenciáljának megfelelően, réz(II)-ionok oldatában a vas rézkiválás közben oldódik. Állás közben a vas(II)-ionokat a levegő oxigénje is oxidálja, ezért a mintaelő-készítés során fontos az előírt oldási időtartam, ill. a gyors szűrés betartása. Az oldást követően a vas(II)-ionokat permanganometriás titrálással határozzuk meg. A titrálás végpontját a feleslegbe kerülő mérőoldat színe jelzi.



$$\text{Fe-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{KMnO}_4} (\text{ml}) \cdot f_{\text{KMnO}_4} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

## FORMALDEHYDI SOLUTIO (35 PER CENTUM)

### 35%-os formaldehid-óldat

#### Definíció

*Tartalom:* 34,5–38,0 %m/m formaldehid (CH<sub>2</sub>O; *M<sub>r</sub>* 30,03); az oldat stabilizátorként metanolt is tartalmaz.

#### Sajátságok

*Küllem:* tiszta, színtelen folyadék.

*Oldékonyság:* vízzel és etanollal (96%) elegyedik.

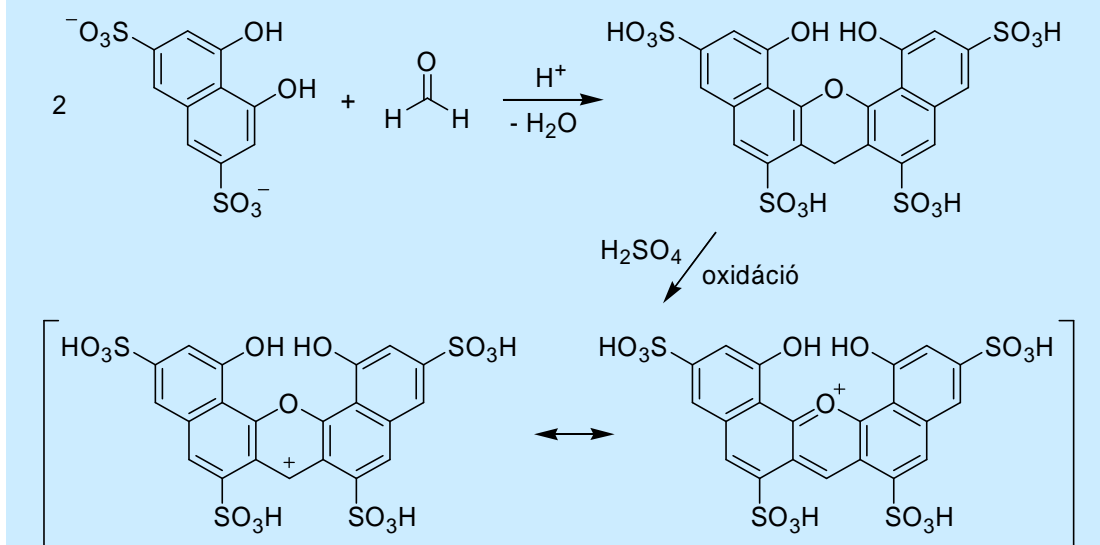
Tárolás folyamán megzavarosodhat.

Fertőtlenítőszer.

#### Azonosítás

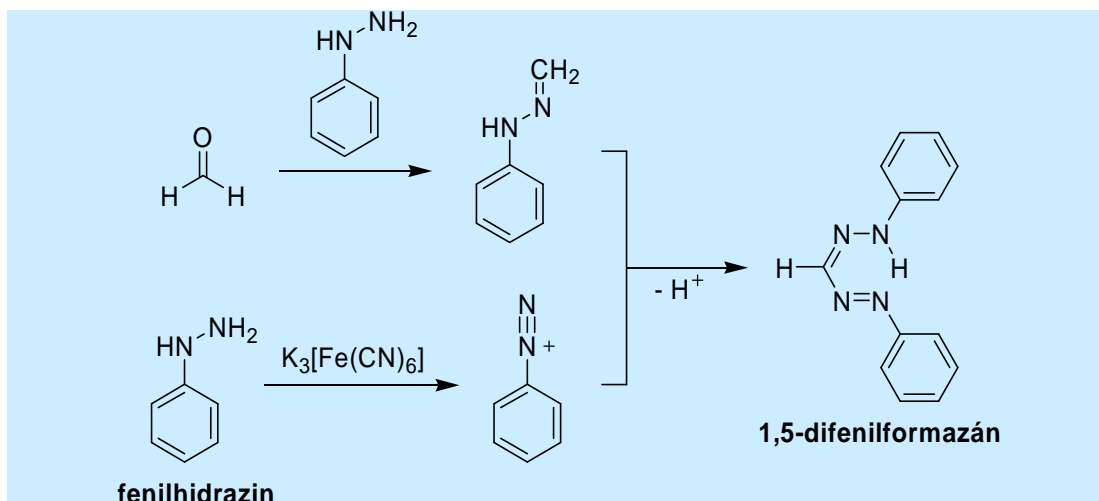
A. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 1 ml-ét *R* vízzel 10 ml-re hígítjuk. A hígított oldat 0,05 ml-éhez *R* kromotropsav dinátriumsó oldatából (15 g/l) 1 ml-t, 2 ml *R* vizet és 8 ml *R* tömény kénsavat elegyítünk. Az oldat 5 percen belül ibolyáskékre vagy ibolyásvörösre színeződik.

A formaldehidből kromotrópsavval ibolyaszínű dibenzoxantén-származék keletkezik, melyet a kénsav színes, mezoméria-stabilizált dibenzoxanténium kationná oxidál.



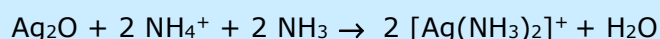
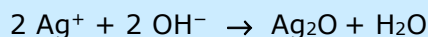
B. Az S oldat 0,1 ml-éhez 10 ml *R* vizet, majd *R* fenilhidrazin-hidroklorid frissen készített oldatából (10 g/l) 2 ml-t, 1 ml *R* kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-oldatot és 5 ml *R* tömény sósavat elegyítünk. Az oldat intenzív vörös színű lesz.

A formaldehidből fenilhidrazinnal képződő hidrazon a fenilhidrazin kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-os oxidációjával keletkező fenildiazónium sóval vörös színű 1,5-difenilformazáná alakul.



C. Az oldat 0,5 ml-éhez kémcsőben 2 ml *R* vizet és 2 ml *R2* ezüst-nitrát-oldatot elegyítünk. Az oldatot *R2* hígított ammónia-oldattal kissé meglúgosítjuk és vízfürdőn melegítjük. Szürke csapadék vagy ezüsttükör képződik.

A képződő diammin-ezüst-komplexből a formaldehid fémezüstöt redukál.



D. Az oldat feleljen meg a tartalomra előírt határértékeknek.

### Vizsgálatok

**S oldat.** A szükség esetén megsűrűt oldat 10 ml-ét *R* szén-dioxid-mentes vízzel 50 ml-re hígítjuk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság.** Az S oldat 10 ml-éhez 1 ml *R* fenolftalein-oldatot elegyítünk. Legfeljebb 0,4 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az indikátor vörösre színeződjék.

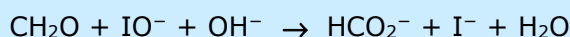
A 35%-os formaldehid-oldat semleges vagy gyengén savanyú kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

### Tartalmi meghatározás

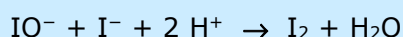
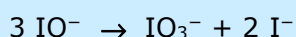
A vizsgálandó oldat 1,000 g-ját 100 ml-es mérőlombikba mérjük, amely 2,5 ml *R* víz és 1 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldat elegyét tartalmazza. Alapos összerázás után a lombikot *R* vízzel jelig töltjük. Az oldat 10,0 ml-éhez 30,0 ml 0,05 M jód-mérőoldatot, majd 10 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot elegyítünk. 15 perc elteltével az elegyhez 25 ml *R* hígított kénsavat és 2 ml *R* keményítő-oldatot adunk, majd a jódfelesleget 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 0,05 M jód-mérőoldattal 1,501 mg CH<sub>2</sub>O egyenértékű.

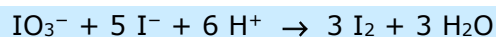
A ROMIJN-féle jodometriás tartalmi meghatározása során a lúgos közegben keletkező hipojodit a formaldehidet formiáttá oxidálja.



A reakcióelegy átsavanyításakor a feleslegben lévő hipojoditból, valamint a hipojoditból állás közben keletkező jodáttól jód képződik, melyet tioszulfáttal mérünk.







$$\text{CH}_2\text{O-tart. (\%)} = \frac{[V_{\text{I}_2} (\text{ml}) \cdot f_{\text{I}_2} - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} (\text{ml}) \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}] \cdot E (\text{mg/ml}) \cdot V_{\text{T}}}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_{\text{P}}} \cdot 100$$

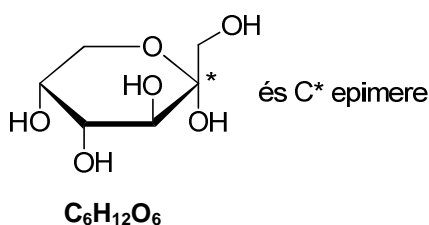
ahol  $V_{\text{T}}$  a törzsoldat,  $V_{\text{P}}$  pedig a kipipettázott alikvot térfogata (ml).

### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Formaldehidi solutio (35 per centum)* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Formaldehidi solutio (35 per centum)* cikkely **C.** azonosítás.

## FRUCTOSUM

### Fruktóz



$M_r$  180,2

### Definíció

(–)-D-Arabino-hex-2-ulopiranoz.

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por. Nagyon édes ízű.

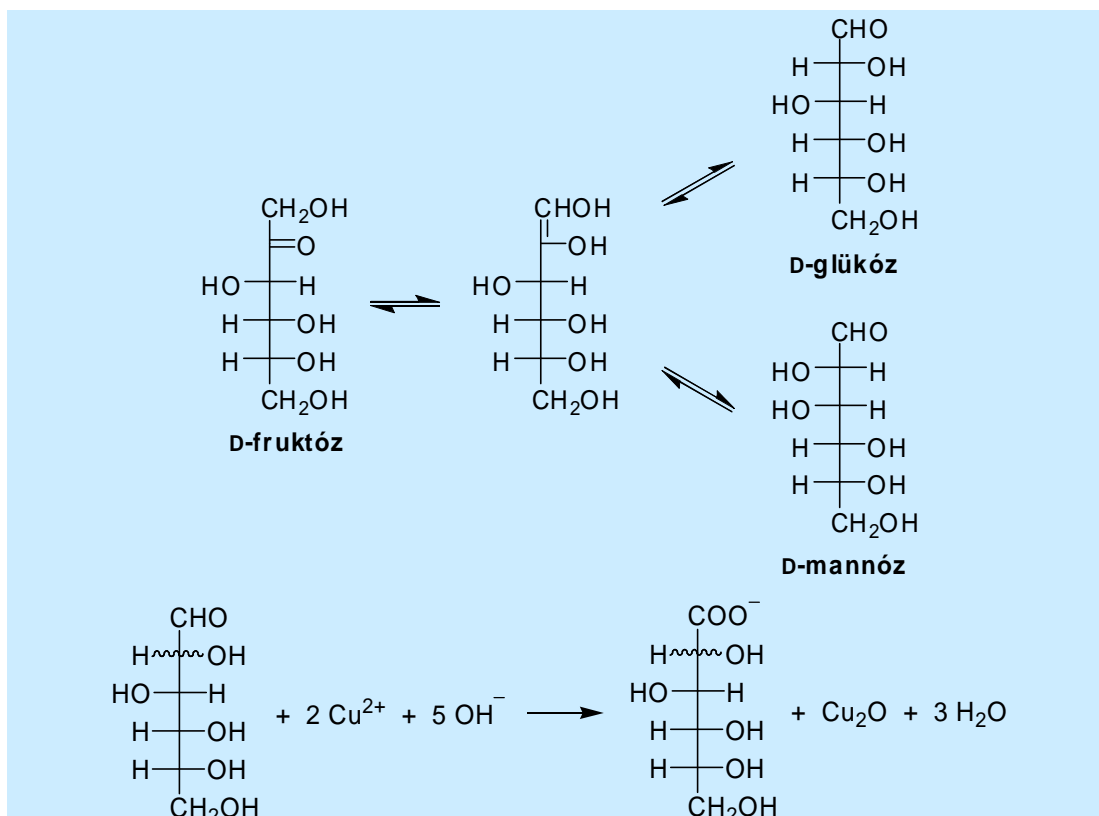
*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

A legédesebb cukor. Diabetikus élelmiszerek édesítőszereként alkalmazzák.

### Azonosítás

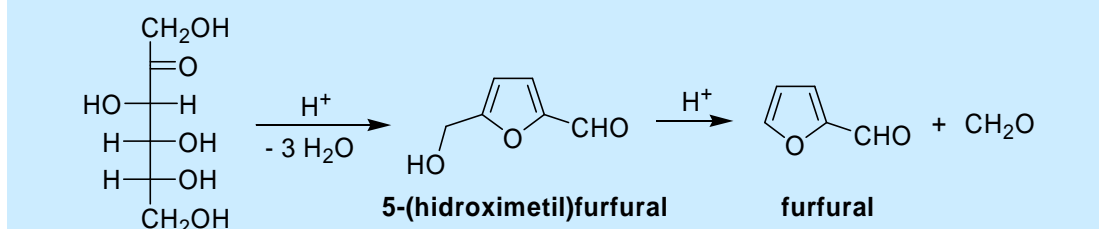
- A. Vékonyréteg-kromatográfiai vizsgálat.
- B. 0,1 g anyag 10 ml *R* vízzel készült oldatához 3 ml *R* réz(II)-tartarát-oldatot elegyítünk. Az oldatból melegítés hatására vörös csapadék válik le.

A lúgos réz(II)-tartarát-oldatból (**FEHLING**-oldat) a fruktóz redoxireakcióval téglavörös réz(I)-oxid csapadékot választ le (**FEHLING**-reakció). A D-fruktóz keto-enol tautomériával D-glukózzá és D-mannózzá alakul, melyek a reakció során a megfelelő aldonsavakká alakulnak.



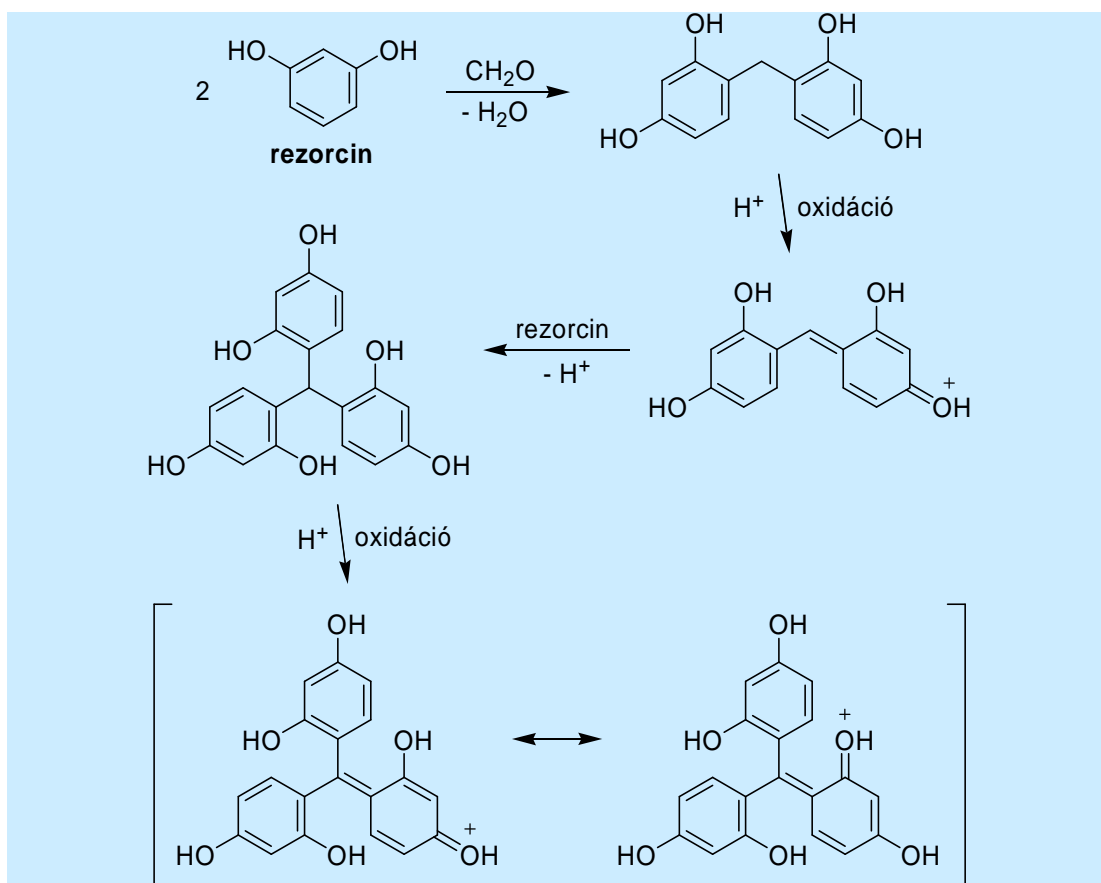
- C. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 1 ml-ét 9 ml *R* vízzel hígítjuk. A hígított oldat 1 ml-éhez 5 ml *R* tömény sósavat elegyítünk. A 70 °C-ra melegített elegy barnára színeződik.

A hexózok savakkal melegítve, vízvesztéssel 5-(hidroximetil)furfurallá, majd furfurallá és formaldehiddé bomlanak. A ketózok (pl. fruktóz) bomlása gyorsabb, mint az aldózoké (pl. glukóz). A barna színt az 5-(hidroximetil)furfural és a furfural oxidációs termékei okozzák.



- D. 5 g anyagot *R* vízzel 10 ml-re oldunk. Az oldat 0,5 ml-ét 0,2 g *R* rezorcinnal és 9 ml *R* hígított sósavval 2 percig vízfürdőn melegítjük. Az elegy vörösre színeződik.

A fruktóz savas bomlása során keletkező formaldehid rezorcinnal vörös, triarilmetán-típusú színezéket képez (**SZELIVANOV**-reakció). Mivel a ketózok bomlása gyorsabb, mint az aldózoké, a reakció a fruktóz és a hasonlóan, de lassabban reagáló glukóz megkülönböztetésére is alkalmas (a szacharóz is hasonló, gyors színreakciót ad).



### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R* desztillált vízzel 100 ml-re oldunk.

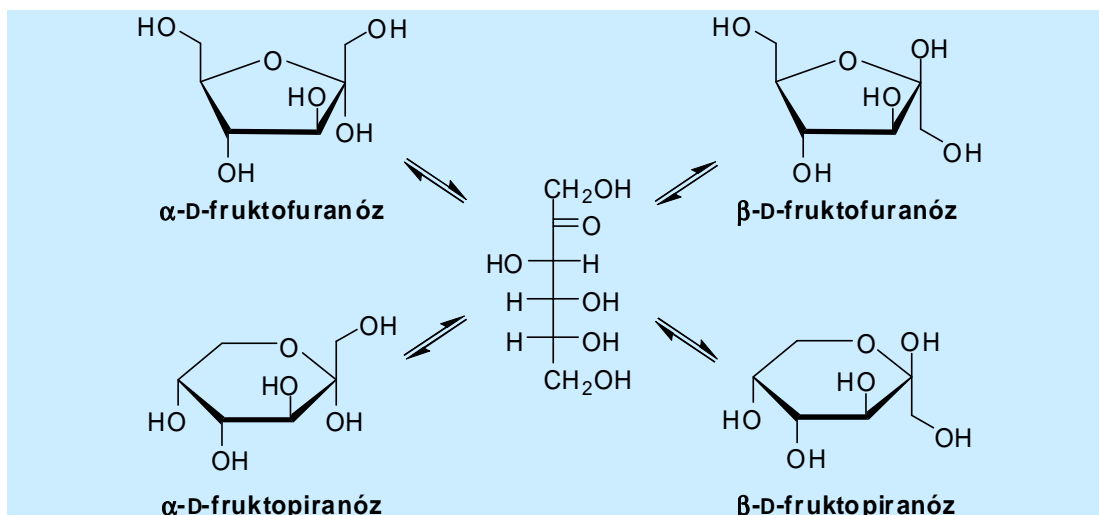
**Az oldat külleme.** 5,0 g anyagot *R* vízzel 10 ml-re oldunk. Az oldat tiszta legyen (2.2.1). 10 ml *R* víz hozzáadása után az oldat színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** 6,0 g anyagot 25 ml *R* szén-dioxid-mentes vízben oldunk. A 0,3 ml *R* fenolftalein-oldattal elegyített oldat színtelen legyen, de legfeljebb 0,15 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól rózsaszínűre változzék.

A fruktóz vizes oldata semleges kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

**Fajlagos optikai forgatóképesség** (2.2.7):  $-91,0$  és  $-93,5$  között. A vizsgálathoz 10,0 g anyagot 80 ml *R* vízben oldunk és az oldathoz 0,2 ml *R*1 hígított ammónia-oldatot elegyítünk; 30 perces várakozás után az oldat térfogatát *R* vízzel 100,0 ml-re kiegészítjük. Az eredményt a vízmentes anyagra vonatkoztatjuk.

A fruktóz gyűrű-lánc tautomeriája miatt vizes oldatának fajlagos optikai forgatóképessége az oldást követően egy állandó érték (kb.  $-92$ ) eléréséig folyamatosan változik (**mutarotáció**, lásd *Glucosum anhydricum* cikkely „Fajlagos optikai forgatóképesség” vizsgálat magyarázata). A fruktóz vizes oldatában  $31\text{ }^\circ\text{C}$ -on 6,5%  $\alpha$ -D-fruktofuranóz, 25,2%  $\beta$ -D-fruktofuranóz, 2,6%  $\alpha$ -D-fruktopiranóz és 64,8%  $\beta$ -D-fruktopiranóz mellett 0,8% nyitott hidroxiketon forma található.



**Idegen cukrok.** 5,0 g anyagot *R* vízzel 10 ml-re oldunk. Az oldat 1 ml-e 9 ml *R* etanolal (90%) hígítva nem lehet erősebben opálos, mint a hígítatlan oldat 1 ml-e 9 ml *R* vízzel hígítva.

A 90%-os alkoholban nem oldódó cukrok (pl. laktóz, szacharóz) az oldat zavarosodását okozzák.

**Bárium.** Az S oldat 10 ml-éhez 1 ml *R* hígított kénsavat elegyítünk. Az oldat sem közvetlenül az elegyítés után, sem 1 órával később, nem lehet erősebben opálos, mint 1 ml *R* desztillált víz és 10 ml S oldat elegye.

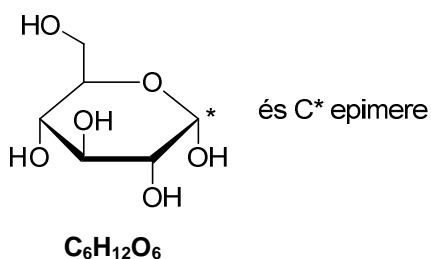
A vizsgálat bárium-szulfát csapadék képződésén alapul.

#### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Fructosum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Fructosum* cikkely **B.** azonosítás.
3. Lásd *Fructosum* cikkely **D.** azonosítás.

## GLUCOSUM ANHYDRICUM

### Vízmentes glükóz



#### Definíció

(+)-D-Glükopiranóz.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por. Édes ízű.

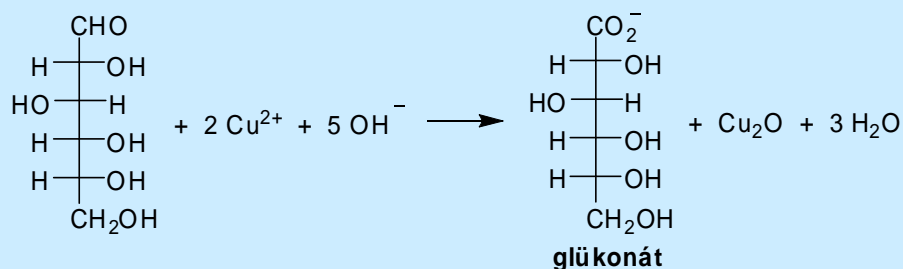
*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) mérsékelten oldódik.

Tápláló infúziók és oldatok komponense, hipoglikémia kezelésére is használják.

## Azonosítás

- A. Fajlagos optikai forgatóképesség (lásd Vizsgálatok).  
 B. Vékonyréteg-kromatográfias vizsgálat.  
 C. 0,1 g anyag 10 ml *R* vízzel készült oldatához 3 ml *R* réz(II)-tartarát-oldatot elegyítünk. Az oldatból melegítés hatására vörös csapadék válik le.

Réz(II)-szulfát-oldat és nátrium-hidroxidos kálium-nátrium-tartarát-oldat összeöntésével frissen készített réz(II)-tartarát-oldatból (**FEHLING**-oldat) a glükóz redoxireakcióval téglavörös réz(I)-oxid csapadékot választ le. A reakció a szabad ciklofélcetálos hidroxilcsoportot tartalmazó, ún. redukáló cukrok azonosítására alkalmas (**FEHLING**-reakció).



## Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R* desztillált vízzel 100 ml-re oldunk.

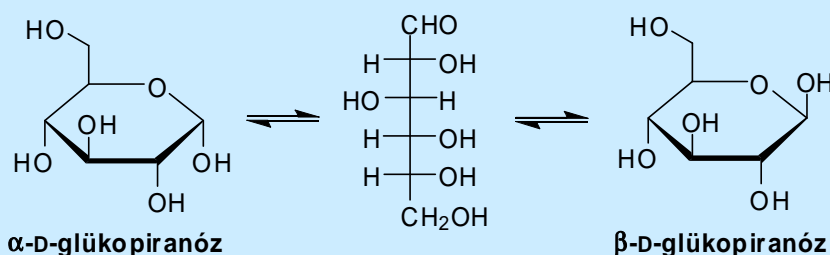
**Az oldat külleme.** A vizsgálathoz 10,0 g anyagot 15 ml *R* vízben oldunk. Az oldat tiszta (2.2.1) legyen. Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>7</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** 6,0 g anyagot 25 ml *R* szén-dioxid-mentes vízben oldunk. A 0,3 ml *R* fenolftalein-oldattal elegyített oldat színtelen legyen, de legfeljebb 0,15 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól változzon rózsaszínűvé.

A glükóz vizes oldata semleges kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

**Fajlagos optikai forgatóképesség** (2.2.7): +52,5 és +53,3 között (vízmentes anyagra). A vizsgálathoz 10,0 g anyagot 80 ml *R* vízben oldunk és az oldathoz 0,2 ml *R*1 hígított ammónia-oldatot elegyítünk; 30 perces várakozás után az oldat térfogatát *R* vízzel 100,0 ml-re kiegészítjük.

A glükóz vizes oldatának fajlagos optikai forgatóképessége az oldást követően egy állandó érték (kb. +53) eléréséig folyamatosan változik (**mutarotáció**). A jelenség a glükóz gyűrű-lánc tautomériájával értelmezhető. A kristályos glükóz a kristályosítás körülményeitől függően α-D-glükopiranoz vagy β-D-glükopiranoz szerkezetű, ám vizes oldatban az epimer, α és β gyűrűs formák a nyitott, hidroxialdehid formán keresztül egymásba alakulnak. A tautomer formák egyensúlyi aránya adott hőmérsékleten és oldószerben állandó (vízben, 20 °C-on kb. 64% β-D-glükopiranoz és kb. 36% α-D-glükopiranoz mellett elhanyagolhatóan kis mennyiségű nyitott forma található). Mivel az epimer gyűrűs formák fajlagos optikai forgatóképessége eltérő (α-D-glükopiranoz:  $[\alpha]_D^{20}$ : kb. +19; β-D-glükopiranoz:  $[\alpha]_D^{20}$ : kb. +112), az oldat optikai aktivitása az egyensúly beálltáig folyamatosan változik. A tautomer egyensúly beállása a gyűrűnyílást-gyűrűzárást katalizáló savak vagy bázisok (pl. ammónia) hozzáadásával gyorsítható.



**Idegen cukrok, oldódó keményítő, dextrinek.** 1,0 g anyagot 30 ml *R etanolban* (90 %V/V) forralás közben oldunk. A lehűlés hatására az oldat külleme nem változhat.

A 90%-os alkoholban nem oldódó szennyezések (pl. laktóz, szacharóz, vízdékony keményítő, dextrin) az oldatot zavarossá teszik.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 125 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 4 ml-ét *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 7,5 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 1 ppm. Az anyag 1,0 g-ját vizsgáljuk.

**Bárium.** Az S oldat 10 ml-éhez 1 ml *R hígított kénsavat* elegyítünk. Az oldat sem közvetlenül az elegyítés után, sem 1 órával később, nem lehet erősebben opálos, mint 1 ml *R desztillált víz* és 10 ml S oldat elegye.

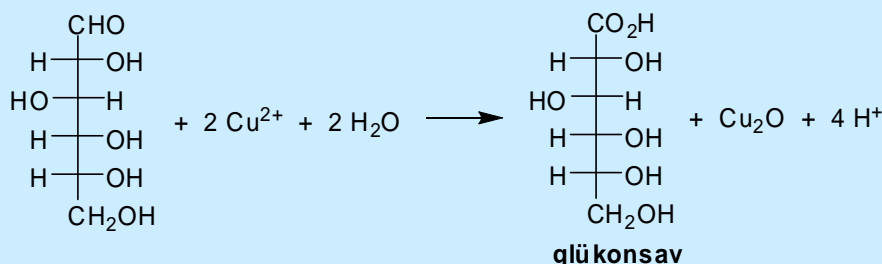
A vizsgálat bárium-szulfát csapadék képződésén alapul.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Glucosum anhydricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Az S oldat 1 cseppjét *R réz(II)-acetát* 50 g/l-es oldatának 1,0 ml-ével (készítése: mérőlombikban 5,0 g *R réz(II)-acetáthoz* 5,0 ml *R hígított ecetsavat* öntünk, és a térfogatot *R vízzel* 100,0 ml-re kiegészítjük) elegyítve óvatosan melegítjük. Finom eloszlású vörös csapadék keletkezik.

A glükóz nemcsak a lúgos réz(II)-tartarátot (**FEHLING**-reakció), hanem az ecetsavas réz(II)-acetátot is képes téglavörös réz(I)-oxidá redukálni (**BARFOED**-reakció). A reakciót a fruktóz is adja, míg a laktóz esetén legfeljebb csak zöld színeződés jelentkezik.



## GLYCEROLUM (85 PER CENTUM)

### 85 %-os Glicerín

#### Definíció

Propán-1,2,3-triol vizes oldata.

*Tartalom:* 83,5–88,5 %m/m propán-1,2,3-triol (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>; M<sub>r</sub> 92,1).

#### Sajátságok

*Küllem:* színtelen, vagy csaknem színtelen, tiszta, igen nedvszívó, szirupszerű, zsíros tapintású folyadék.

*Oldékonyság:* vízzel és alkohollal elegyedik; acetonban kevésbé oldódik; zsíros olajokban és illóolajokban gyakorlatilag nem oldódik.

A szem-belnyomás és a koponyaűri nyomás csökkentésére alkalmazott ozmotikus dehidratálószer. Végbélkúpban használva hashajtó hatású. Hidratáló kenőcsök komponense. Gyógy-szertekológiai segédanyagként többféle céllal is alkalmazzák (oldószer, vivőanyag, édesítőszer, tartósítószer).

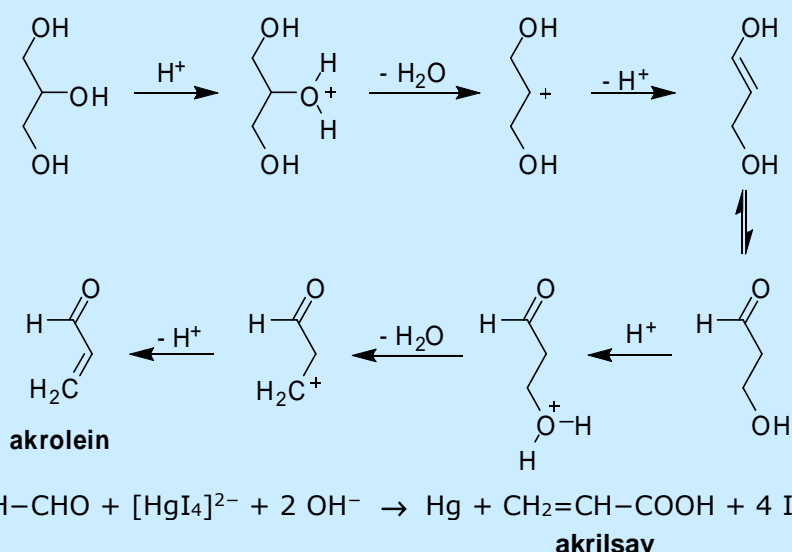
## Azonosítás

- A.** Törésmutató meghatározása.
- B.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C.** 1 ml anyagot 0,5 ml *R tömény salétromsavval* elegyítünk. Az elegy felszínére 0,5 ml *R kálium-dikromát-oldatot* rétegzünk. A fázisok érintkezési felületén kék színű gyűrű keletkezik; a kék szín 10 percen belül nem terjed át az alsó fázisra.

A primer és szekunder alkoholok savas közegben, dikromáttal a megfelelő oxovegyületekké oxidálódnak, miközben zöldeskék színű króm(III)-ionok keletkeznek.

- D.** 1 ml anyagot bepárlócsészében 2 g *R kálium-hidrogén-szulfáttal* melegítünk. A keletkező gőz (akrolein) az *R lúgos kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldattal* impregnált szűrőpapírt feketére színezi.

Kálium-hidrogén-szulfáttal melegítve a glicerinnél illékony, szúrós szagú akrolein (akrilaldehid; 2-propenal) keletkezik, mely a kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-ot (**NESSLER**-reagens) fém higany képződése közben redukálja.



## Vizsgálatok

**S oldat.** 117,6 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 200,0 ml-re hígítunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Az S oldat 10 ml-ét *R vízzel* 25 ml-re hígítjuk. A hígított oldat színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 50 ml-e 0,5 ml *R fenolftalein-oldattal* elegyítve színtelen legyen, de legfeljebb 0,2 ml 0,1 M *nátrium-hidroxid-mérőoldattól* váljék rózsaszínűvé.

A glicerinnel vizet oldata semleges kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

**Cukrok.** Az S oldat 10 ml-éhez 1 ml *R hígított kénsavat* elegyítünk. Az oldatot 5 percig vízfürdőn melegítjük, majd 3 ml karbonátmentes *R hígított nátrium-hidroxid-oldatot* adunk hozzá. Az elegy 1 ml frissen készített *R réz(II)-szulfát-oldat* hozzáadására tiszta és kék színű legyen; az oldat további 5 perces, vízfürdőn történő melegítés után is kék maradjon és csapadék ne képződjék.

A vizsgálat, mely a szirupokkal való összetévesztés kizárására is szolgál, a redukáló cukrok **FEHLING**-reakcióval történő kimutatásán alapul. A réz(II)-ionok redukációjával téglavörös réz(I)-oxid keletkezik. A sósavas forralás során az oligo- vagy poliszacharidok redukáló monoszacharidokká hidrolizálnak.



**Klorid** (2.4.4) legfeljebb 10 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 1 ml-ét R vízzel 15 ml-re hígítjuk. Az összehasonlító oldat készítéséhez 1 ml R klorid-mértékoldatot (5ppm Cl<sup>-</sup>) R vízzel 15 ml-re hígítunk.

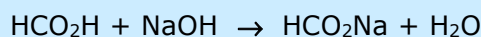
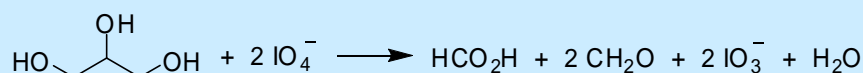
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 5 ppm. Az S oldat 8 ml-ét R vízzel 20 ml-re hígítjuk; a hígított oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot R ólom-mértékoldattal (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

0,075 g anyagot 45 ml R vízzel alaposan elegyítünk, majd az elegyhez 1 térfogatrész 0,1 M kénsav-mérőoldat és 20 térfogatrész 0,1 M nátrium-perjodát-mérőoldat elegyének 25,0 ml-ét elegyítjük. Az oldatot 15 percre fénytől védett helyre tesszük, majd R etilén-glikol 500 g/l töménységű oldatának 5,0 ml-ét mérjük hozzá és ismét fénytől védett helyre tesszük. 20 perc elteltével az oldatot, 0,5 ml R fenolftalein-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk. Üres kísérletet is végzünk.

1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 9,21 mg C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> egyenértékű.

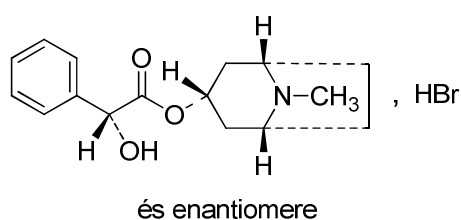
A glicerint a nátrium-perjodát 2 mól formaldehiddé és 1 mól hangyasavvá oxidálja. A perjodát felesleget etilén-glikollal elbontjuk (az etilén-glikolt a nátrium-perjodát formaldehiddé oxidálja), majd a képződött hangyasavat alkalimetriásan meghatározzuk. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).



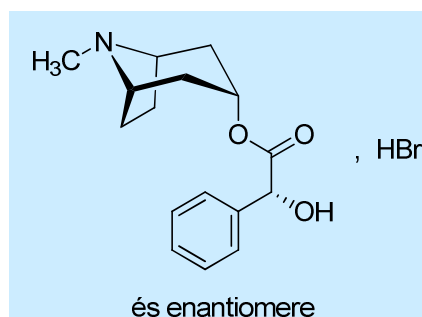
$$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3\text{-tartalom (\%)} = \frac{[\text{V}_{\text{NaOH}} (\text{ml}) - \text{V}_{\text{NaOH}}^{\text{üres}} (\text{ml})] \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

## HOMATROPINI HYDROBROMIDUM

### Homatropin-hidrobromid



**C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>BrNO<sub>3</sub>**



**M, 356,3**

### Definíció

[(1*R*,3*r*,5*S*)-8-Metil-8-azabicyclo[3.2.1]okt-3-il]-[(2*RS*)-2-hidroxi-2-fenilacetát]-hidrobromid.

Tartalom: 99,0–101,0% (száritott anyagra).

### Sajátságok

Küllem: fehér, vagy csaknem fehér kristályos por vagy színtelen kristályok.



*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; alkoholban mérsékelten oldódik.

*Op.:* kb. 215 °C (bomlás közben).

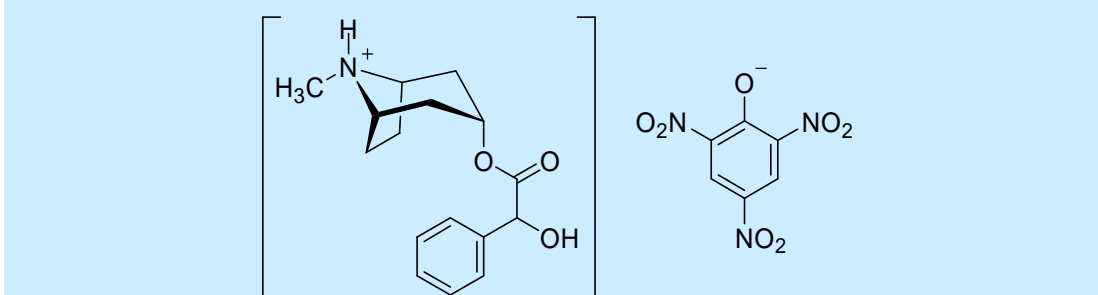
Paraszimpatolitikus hatású vegyület, melyet pupillatágítóként, ill. emésztőrendszeri görcsök oldására alkalmaznak. A racém mandulasav tropinésztere.

### Azonosítás

**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** 50 mg anyagot 1 ml *R* vízben oldunk. Az oldatot 2 ml *R* hígított ecetsavval elegyítjük, majd felmelegítjük és 4 ml *R* pikrinsav-oldatot adunk hozzá. Ezután, időnként rázogatva, hagyjuk lehűlni. A kivált kristályokat összegyűjtjük, 2 x 3 ml jeges *R* vízzel mossuk. A 100–105 °C-on szárított kristályok olvadáspontja (2.2.14): 182–186 °C.

Az oldatból a homatropin pikrinsav-sója (pikrátja) válik ki (pikrinsav: 2,4,6-trinitrofenol).



**C.** A bromidion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 1,25 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 25 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Homatropini hydrobromidum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

## HYDRARGYRI DICHLORIDUM

### Higany(II)-klorid

$\text{HgCl}_2$

*M*, 271,5

### Definíció

*Tartalom:* 99,5–100,5% (szárított anyagra).

### Sajátságok

*Küllem:* fehér, vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve színtelen vagy fehér vagy csaknem fehér kristályok, illetve nehéz kristályos darabok.

*Oldékonyság:* vízben és glicerinben oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik.

Baktericid hatású, erősen toxikus vegyület.

### Azonosítás

**A.** A kloridion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

B. A higany azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 1,0 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 20 ml-re oldunk.

## HYDROGENII PEROXIDUM 3 PER CENTUM

### 3 %-os hidrogén-peroxid-oldat

#### Definíció

*Tartalom:* 2,5-3,5 %m/m H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (*M<sub>r</sub>* 34,01). A 3%-os hidrogén-peroxid-oldat 1 térfogatrésze kb. 10 térfogatrész oxigénnek felel meg. Megfelelő stabilizátort is tartalmazhat.

#### Sajátságok

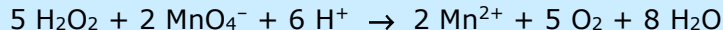
*Küllem:* színtelen, tiszta folyadék.

Sebek fertőtlenítésére használják.

#### Azonosítás

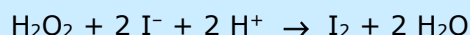
A. 2 ml oldathoz 0,2 ml *R* hígított kénsavat adunk. 0,2 ml 0,02 M kálium-permanganát-mérőoldat hozzáadása után 2 percen belül elszíntelenedik vagy halvány rózsaszínű lesz.

A permanganát oxidálja a peroxidot, miközben az oldat elszíntelenedik és oxigén fejlődik.



B. 1 ml oldathoz 0,1 ml *R* hígított sósavat és 0,1 ml *R* kálium-jodid-oldatot elegyítünk. Barna szín jelenik meg. Fekete részecskék képződhetnek.

A hidrogén-peroxid a jodidot jóddá oxidálja.



C. Az anyag feleljen meg a H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-tartalomra előírt követelménynek.

#### Vizsgálatok

**Savasság.** 10 ml oldathoz 20 ml *R* vizet és 0,25 ml *R* metilvörös-oldatot elegyítünk. Legalább 0,05 ml, de legfeljebb 1,0 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az indikátor színének meg kell változnia.

A hidrogén-peroxid-oldat gyengén savas kémhatású. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

#### Tartalmi meghatározás

Az oldat 10,0 g-ját *R* vízzel 100,0 ml-re hígítjuk. Az oldat 10,0 ml-ét 20 ml *R* hígított kénsav hozzáadása után 0,02 M kálium-permanganát-mérőoldattal rózsaszínig titráljuk.

1 ml 0,02 M kálium-permanganát-mérőoldattal 1,701 mg H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> vagy 0,56 ml oxigén egyenértékű.

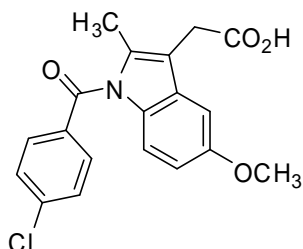
A permanganometriás meghatározás (egyenlet: lásd A. azonosítás magyarázata) végpontját a feleslegbe kerülő mérőoldat színe jelzi.

$$\text{H}_2\text{O}_2\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{KMnO}_4} (\text{ml}) \cdot f_{\text{KMnO}_4} \cdot E (\text{mg/ml}) \cdot V_{\text{T}}}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_{\text{P}}} \cdot 100$$

ahol  $V_{\text{T}}$  a törzsoldat,  $V_{\text{P}}$  pedig a kipipettázott alikvot térfogata (ml).

## INDOMETACINUM

### Indometacin

 $C_{19}H_{26}ClNO_4$  $M_r$  357,8

#### Definíció

[1-(4-klórbenzoi)-5-metoxi-2-metilindol-3-il]ecetsav. *Tartalom:* 98,5–100,5% (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* Fehér vagy sárga, kristályos por.

*Oldékonyság:* vízben gyakorlatilag nem oldódik; etanolban (96%) mérsékelten oldódik.

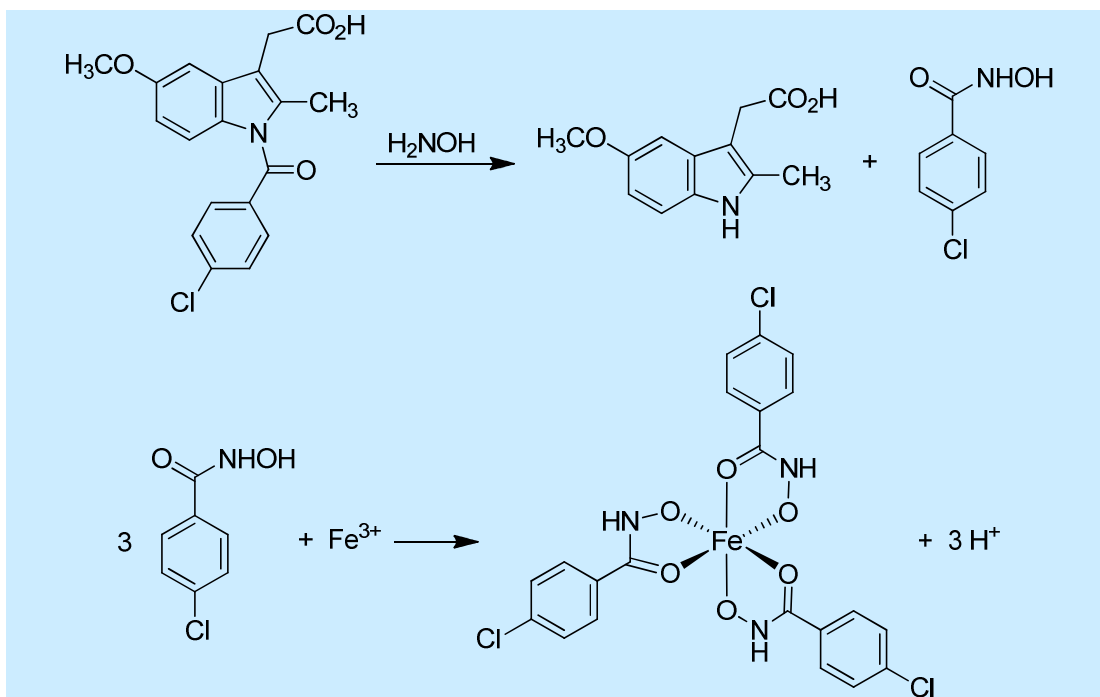
Polimorfiaira hajlamos (5.9).

Nemszteroid gyulladásgátló.

#### Azonosítás

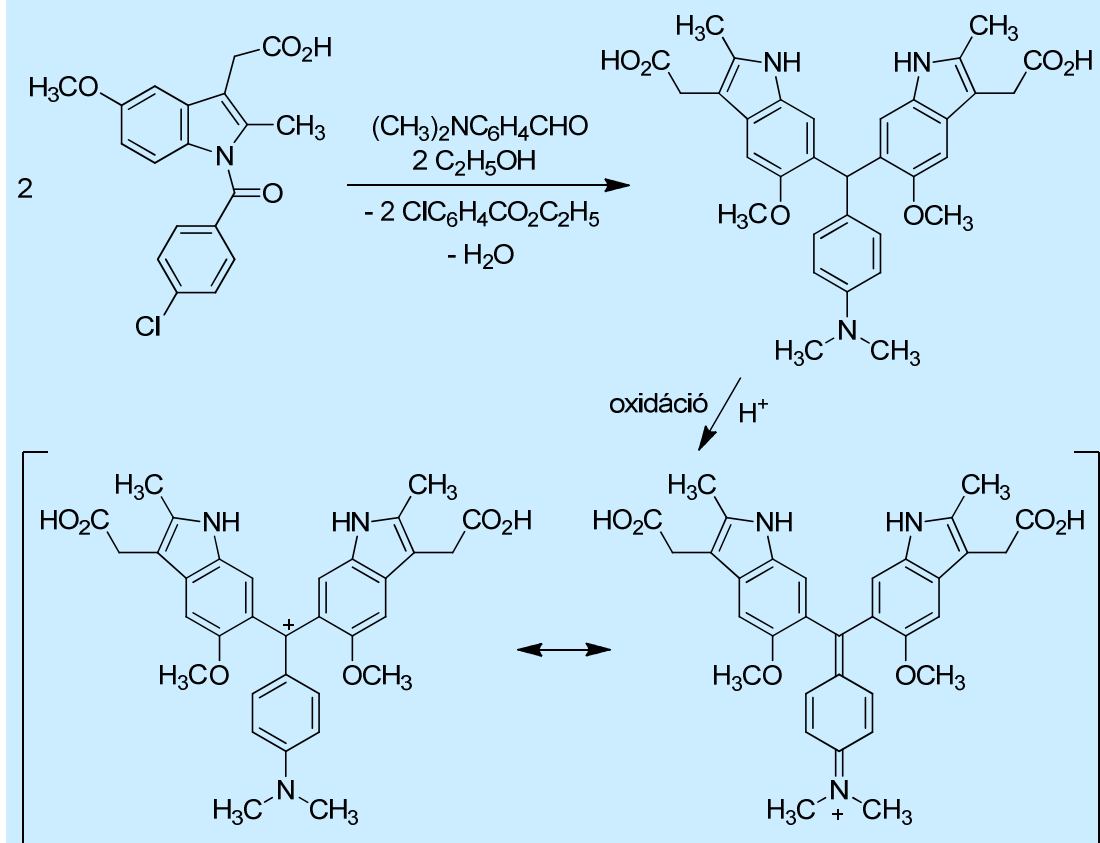
- A. Olvadáspont (2.2.14): 158–162 °C.
- B. Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- D. 0,1 g anyagot – szükség esetén enyhe melegítéssel – 10 ml *R etanolban* (96%) oldunk. Az oldat 0,1 ml-éhez *R hidroxilamin-hidroklorid* oldata (250 g/l) és *R hígított nátrium-hidroxid-oldat* frissen készített, 1:3 térfogatarányú elegyből 2 ml-t adunk. Az oldat 2 ml *R hígított sósav* és 1 ml *R2 vas(III)-klorid-oldat* hozzáadására ibolyás-rózsaszínű lesz.

Hidroxilaminnal az indometacin savamidkötése felhasad és (2-metil-5-metoxi-3-indolil)ecetsav mellett *p*-klórfenilhidroxámsav keletkezik. A hidroxámsav vas(III)-ionokkal ibolyaszínű komplexet képez.



- E. Az azonosítás D. pontjában készített alkoholos oldat 0,5 ml-éhez 0,5 ml *R2 dimetilaminobenzaldehid-oldatot* elegyítünk. Csapadék válik le, amely rázogatásra feloldódik. Vízfürdőn melegítve, az oldat kékeszöld színű lesz. A melegítést még 5 percig folytatjuk, majd az oldatot jeges vízben 2 percig hűtjük. Csapadék keletkezik, az oldat színe pedig világos szürkészöldre változik. 3 ml *R etanol* hozzáadására az oldat feltisztul és ibolyás-rózsaszínű lesz.

Az indometacin *p*-(dimetilamino)benzaldehiddel triarilmetán-típusú vegyületet képez (az etanosos-savas oldatban a *p*-klórbenzoil-csoport alkoholízissal lehasad), amelynek oxidációjával egy mezóméria-stabilizált színes triarilkarbónium-származék keletkezik.



## Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Indometacinum* cikkely **D.** azonosítás.

# IODUM

## Jód

I<sub>2</sub>

*M*: 253,8

### Definíció

*Tartalom*: 99,5–100,5% I.

### Sajátságok

*Küllem*: szürkésibolya színű, fémes fényű, törékeny lemezek vagy apró kristályok.

*Oldékonyság*: vízben alig oldódik; jodidok tömény oldataiban nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik; glicerinben kevésbé oldódik.

Szobahőmérsékleten lassanként elillan.

Alkoholos oldatát külsőleg, fertőtlenítésre használják.

### Azonosítás

- A.** Néhány kristálydarabkát kémcsőben melegítünk. Ibolyaszínű gőz fejlődik és kékesfekete, kristályos szublimátum képződik.
- B.** Az anyag telített oldata *R keményítő-oldat* hozzáadására kékre színeződik. A kék oldat melegítés hatására elszíntelenedik, hűtéskor pedig visszakékül.

A kék jód-keményítő-komplex képződése során pentajodid anionok (I<sub>5</sub><sup>-</sup>) épülnek az amilóz-hélixbe. Melegítés hatására a hélix „letekeredik” és a kék szín eltűnik. Lehűlés után a helikális szerkezet újra stabilizálódik és a szín ismét megjelenik.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 3,0 g anyagot 20 ml *R desztillált vízzel* eldörzsölünk. A keveréket megsűrjük, a szűrőt *R vízzel* mossuk és a szüredéket *R vízzel* 30 ml-re hígítjuk. Az így nyert oldatba 1 g *R cinkport* szórunk. A folyadékot, miután elszíntelenedett, megsűrjük, a szűrőt *R vízzel* mossuk, a szüredéket *R vízzel* 40 ml-re hígítjuk.

A cink a jódot jodiddá redukálja. Az S oldat a jód vízoldékony szennyezéseit tartalmazó cink-jodid-oldat.

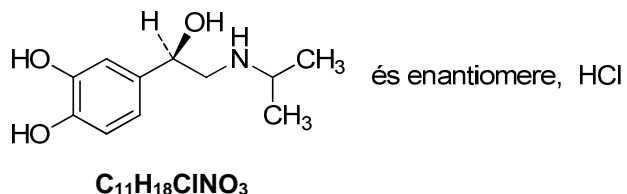


**Bromid, klorid:** Legfeljebb 250 ppm. Az S oldat 10 ml-éhez 3 ml *R ammónia-oldatot* és 6 ml *R2 ezüst-nitrát-oldatot* elegyítünk. A folyadékot megsűrjük, a szűrőt *R vízzel* mossuk, majd a szüredéket *R vízzel* 20 ml-re hígítjuk. Az így nyert oldat 10 ml-éhez 1,5 ml *R tömény salétromsavat* elegyítünk. 1 perc elteltével az oldat opálossága nem lehet erősebb, mint a 10,75 ml *R víz*, 0,25 ml 0,01 M *sósav-mérőoldat*, 0,2 ml *R hígított salétromsav* és 0,3 ml *R2 ezüst-nitrát-oldat* elegyítésével készített összehasonlító oldaté.

Ezüst-nitrát hozzáadására az S oldat halogenidionjai ezüst-halogenideket (AgI, AgCl, AgBr) képeznek, amelyek közül az ezüst-klorid és -bromid ammóniában diammin-ezüst-komplekként oldódik. A szüredék átsavanyításával az ezüst-klorid és -bromid csapadékok újra leválnak.

## ISOPRENALINI HYDROCHLORIDUM

### Izoprenalin-hidroklorid



$M_r$  247,7

#### Definíció

[4-[(1*RS*)-1-Hidroxi-2-[(1-metiletil)amino]etil]benzol-1,2-diol]-hidroklorid.

Tartalom: 98,0–101,5% (száritott anyagra)

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

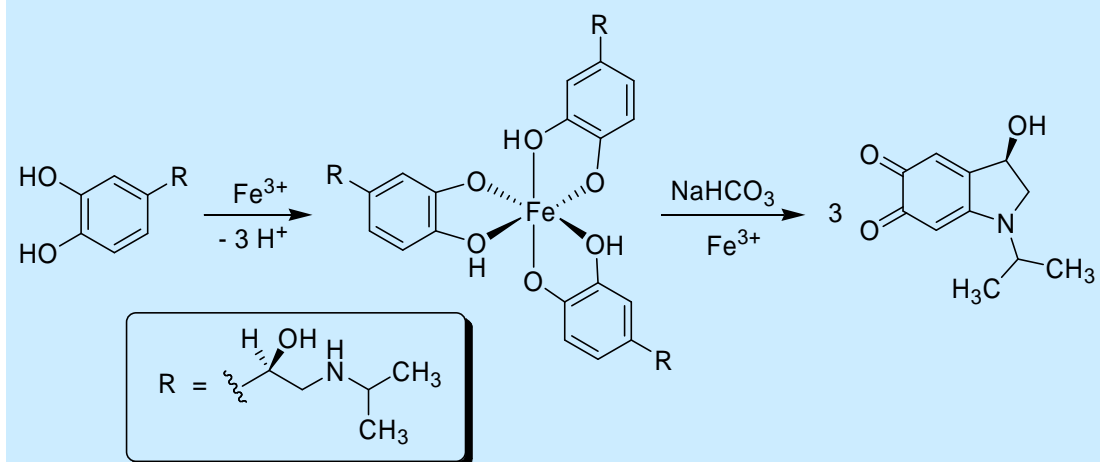
*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) mérsékelten oldódik; diklórmétánban gyakorlatilag nem oldódik.

$\beta$ -Szelektív szimpatomimetikum.

#### Azonosítás

- A. Olvadáspont (2.2.14): 165–170 °C (bomlás közben).
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. Optikai forgatóképesség (lásd Vizsgálatok).
- D. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 0,1 ml-éhez 0,05 ml *R1 vas(III)-klorid-oldatot* és 0,9 ml *R vizet* elegyítve, zöld színű oldat keletkezik. Cseppenként adagolt *R nátrium-hidrogén-karbonát-oldattól* ez a szín először kékre, majd vörösre változik.

Az izoprenalin fenolos hidroxilcsoportjai révén vas(III)-ionokkal színes kelátkomplexet képez. Nátrium-hidrogén-karbonát hozzáadására a komplex elbomlik és a vas(III)-ionok az izoprenalint vörös indokinin-származékká (*N*-izopropilnoradrenokró) oxidálják.



- E. A kloridion a) pont szerinti azonossági vizsgálatát elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz az S oldat 0,5 ml-ét 1,5 ml *R vízzel* elegyítjük.

### Vizsgálatok

Az oldatokat közvetlenül a felhasználás előtt készítjük.

Az izoprenalin pirokatechin szerkezeti eleme – különösen lúgos közegben – könnyen oxidálódik. Az oldatok gyors felhasználásával elkerülhető, hogy a vizsgálati mintát a levegő oxigénje oxidálja.

**S oldat.** 2,5 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 25,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a B<sub>7</sub> vagy a BS<sub>7</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 4,3–5,5. 5 ml S oldat és 5 ml *R szén-dioxid-mentes víz* elegyét vizsgáljuk.

**Optikai forgatóképesség** (2.2.7): –0,10° és +0,10° között. Az S oldatot vizsgáljuk.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Isoprenalini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Isoprenalini hydrochloridum* cikkely **D.** azonosítás.
3. Az S oldat 4 cseppjéhez 3,0 ml *R vizet* adunk, majd 2–3 csepp *R hígított salétromsavval* és 2,0 ml *R1 ezüst-nitrát-oldattal* elegyítjük. Fehér csapadék keletkezik.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

## KALII BROMIDUM

### Kálium-bromid

KBr

*M*<sub>r</sub> 119,0

### Definíció

*Tartalom:* 98,0–100,5% (száritott anyagra).

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben és glicerinben bőségesen oldódik; etanolban (96%) kevésbé oldódik.

Szedatív és antiepileptikus hatású vegyület. Hosszantartó alkalmazása krónikus mérgezést (bromizmus) okozhat.

### Azonosítás

- A. A bromidion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- B. A káliumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készült *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-ét 0,1 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* elegyítjük. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól vagy 0,5 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az oldat színének meg kell változnia.

A kálium-bromid oldata semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Bromát.** Az S oldat 10 ml-ét 1 ml *R keményítő-oldattal*, *R kálium-jodid* 100 g/l töménységű oldatának 0,1 ml-ével és 0,25 ml 0,5 M kénsavval elegyítjük, majd az oldatot fénytől védett helyen, 5 percig állni hagyjuk. Nem keletkezhet kék vagy ibolyaszínű színeződés.

Bromátszennyezés esetén bróm képződik, ami a jodidot jóddá oxidálja (lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Bromát” vizsgálat magyarázata). A jód keményítővel kék komplexet képez.

**Jodid.** Az S oldat 5 ml-ét 0,15 ml *R1 vas(III)-klorid-oldattal* és 2 ml *R diklórmétánnal* osszerázzuk, majd a rétegeket hagyjuk szétválni. Az alsó réteg színtelen legyen (2.2.2, I. módszer).

A vas(III)-ionok a jodidot jóddá oxidálják, amely diklórmétánban lila színnel oldódik (lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Jodid” vizsgálat magyarázata).

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálatához az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Kalii bromidum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. 2,0 ml S oldatot, 0,10 g *R nátrium-acetátot* oldva benne, 0,10 g *R borkősavval* rázogatunk. Fehér, kristályos csapadék keletkezik.

A vizsgálat során vízben rosszul oldódó kálium-hidrogén-tartarát keletkezik (lásd *Kalii chloridum* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 2. pont magyarázata).

3. Az oldat másik 1,0 ml-es részletét 4–5 csepp *R hígított sósavval* megsavanyítjuk, majd 2,0 ml *R kloroformmal* és *R klóramin* 50 g/l-es oldatának néhány cseppjével rázzuk össze. Az elkülönülő kloroform sárga színű. Szaporítva a klóramin-oldat mennyiségét, heves osszerázás után a kloroformos réteg narancsvörös színűvé válik.

A klóraminból (tozilklóramid-nátrium) és sósavból képződő klór a bromidot kloroformban narancsvörös–barna színnel oldódó brómmá oxidálja (lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 2. pont magyarázata).

## KALII CARBONAS

### Kálium-karbonát



*M*, 138,2

#### Definíció

A kálium-karbonát szárított anyagra vonatkoztatott  $K_2CO_3$ -tartalma 99,0–101,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, szemcsés por; nedvszívó.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Elektrolitvesztés esetén alkalmazott rehidratáló, alkalizáló készítmények komponense.



**Azonosítás**

- A.** 1 g anyagot 10 ml *R* vízben oldunk. Az oldat kémhatása erősen lúgos kémhatású (2.2.4).
- B.** Az „Azonosítás” **A** pontja szerint készített oldat 2 ml-ével a karbonát- és bikarbonátion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.
- C.** Az „Azonosítás” **A** pontja szerint készített oldat 1 ml-ével a káliumion *b)* pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**Vizsgálatok**

**S oldat.** 10,0 g anyagot 25 ml *R* desztillált vízben oldunk. Az oldathoz lassan 14 ml *R* tömény sósavat elegyítünk. Az oldatot a pezsgés megszűnése után néhány percig forraljuk, hűlni hagyjuk és *R* desztillált vízzel 50 ml-re hígítjuk.

A savas oldás során a karbonátból szén-dioxid képződik. Az S oldat: sósavas kálium-klorid-oldat.

**Az oldat külleme.** Az S oldat opálössége nem lehet erősebb, mint a II. számú összehasonlító szuszpenzióé (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a S<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm. 0,5 g anyagot 10 ml *R* vízben oldunk. Óvatosan 1 ml tömény salétromsavat csepegtetünk hozzá. Forraljuk, majd hűtjük és 5 ml *R* hígított salétromsavval elegyítjük, végül *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk, ezt az oldatot használjuk a vizsgálathoz.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 7,5 ml-ét *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítjuk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 100 ppm. Az S oldat 5 ml-éhez 1 ml *R* tömény ammónia-oldatot elegyítünk, majd forraljuk. Az oldatot lehűtjük és *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítjuk, ezt az oldatot használjuk a vizsgálathoz.

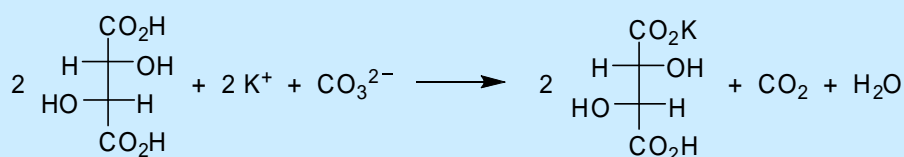
**Vas** (2.4.9): legfeljebb 10 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R* vízzel 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 10 ml-ét *R* vízzel 20 ml-re hígítjuk. Az oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (2 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

**Tájékoztató vizsgálat**

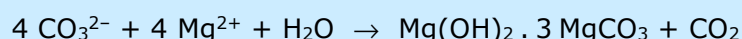
- Lásd *Kalium karbonát* cikkely **A.** azonosítás.
- 1,0 ml oldathoz 0,20 g *R* borkősavat szórunk. Élénk gázfejlődés közben fehér, kristályos csapadék képződik.

A vizsgálat során vízben rosszul oldódó kálium-hidrogén-tartarát keletkezik. A kálium-karbonát oldat lúgossága miatt nincs szükség nátrium-acetátos savmegkötésre.



- Az oldat másik 2,0 ml-es részletéhez 2,0 ml *R* vizet és 1,0 ml *R* magnézium-szulfát 123 g/l-es oldatát elegyítjük. Fehér csapadék keletkezik.

A reakcióban bázisos magnézium-karbonát csapadék keletkezik.



## KALII CHLORIDUM

### Kálium-klorid

KCl

 $M_r$  74,6

#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–100,5% (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; vízmentes etanolban gyakorlatilag nem oldódik.

Káliumhiányos (hipokalémiás) állapotok (pl. hányás, hasmenés, káliumvesztés) kezelésére használják. Túladagolása aritmiát, szívmegállást okozhat.

#### Azonosítás

- A. A kloridion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.
- B. Az S oldattal (lásd Vizsgálatok) a káliumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készült *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

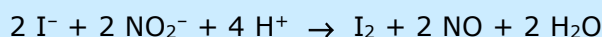
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 50 ml-ét 0,1 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* elegyítjük. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 M *sósav-mérőoldattól* vagy 0,5 ml 0,01 M *nátrium-hidroxid-mérőoldattól* az oldat színének meg kell változnia.

A kálium-klorid oldata semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Jodid.** 0,15 ml *R nátrium-nitrit-oldat*, 2 ml 0,5 M *kénsav* és 25 ml *R jodidmentes keményítő-oldat* elegyét 25 ml *R vízzel* hígítjuk. A frissen készített elegy cseppenként történő adagolásával átnedvesítünk 5 g anyagot. Az anyagon, 5 perc elteltével nappali fényben vizsgálva, ne legyen látható kék színeződés.

A nitrit a jodiszennyezést jóddá oxidálja, mely keményítővel kék komplexet képez.



**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 300 ppm. A vizsgálatához az S oldat 5 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Bárium.** Az S oldat 5 ml-éhez 5 ml *R desztillált vizet* és 1 ml *R hígított kénsavat* elegyítünk. 15 perc elteltével az oldat opálössége nem lehet erősebb, mint az 5 ml S oldat és 6 ml *R desztillált víz* elegyítésével készített oldaté.

A báriumszennyezést bárium-szulfát csapadékként mutatjuk ki.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálatához az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

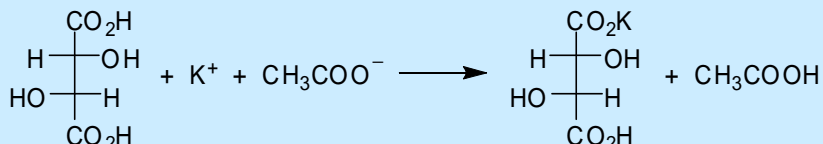
**Magnézium és alkáliföldfémek** (2.4.7): legfeljebb 200 ppm, Ca<sup>2+</sup>-ban kifejezve. 10,0 g anyagot vizsgálunk (a vizsgálatához 0,15 g *R eriokrómfekete-T-porhígítást* használunk). A 0,01 M *nátrium-edetát-mérőoldat* foygása legfeljebb 5,0 ml lehet.

**Nehézfémek (2.4.8/A):** legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom–mértékoldattal* (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Kalii chloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Az S oldat 2,0 ml-es részletét 0,10 g *R nátrium-acetátot* oldva benne, 0,10 g *R borkősavval* összerázzuk. Fehér, kristályos csapadék keletkezik.

A vizsgálat során vízben rosszul oldódó kálium-hidrogén-tartarát keletkezik. A csapadék erős savakban oldódik, ezért a reakciót nátrium-acetáttal puffertolt oldatban végezzük. Ez esetben a felszabaduló sav ecetsavat képez, amelyben a csapadék nem oldódik.



3. Az S oldat 1,0 ml-es részletét 4,0 ml *R vízzel*, 1 ml *R hígított salétromsavval* és 4,0 ml *R1 ezüst-nitrát-oldattal* elegyítve túrós, fehér csapadék keletkezik, amely *R2 hígított ammónia-oldat* feleslegében oldódik.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik, mely ammónia-oldatban diammin-ezüst-komplex képződésével oldódik.

## KALII HYDROGENOCARBONAS

### Kálium-hidrogén-karbonát

$\text{KHCO}_3$

$M_r$  100,1

#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–101,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

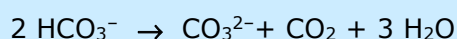
*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik. Szilárd halmazállapotban vagy oldatban melegítve fokozatosan kálium-karbonáttá alakul.

Metabolikus acidózis kezelésére használt vegyület.

#### Azonosítás

- A. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 5 ml-éhez 0,1 ml *R fenolftalein-oldatot* elegyítünk, az oldat halvány rózsaszínűre színeződik. Az oldatot melegítve gáz fejlődik és az indikátor színe vörösre változik.

Az alkáli-hidrogén-karbonátok oldata csak gyengén lúgos (pH ~9), oldatukban a fenolftalein indikátor rózsaszínű. Melegítés során szén-dioxid veszteséssel mellett alkáli-karbonáttá bomlanak, melyek vizes oldata lúgos (pH >10), ezért a fenolftalein színe vörösre változik.



- B. A karbonát- és hidrogén-karbonát-ion azonosságai reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- C. A káliumion *b)* pont szerinti azonosságai reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldat 1 ml-ét vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

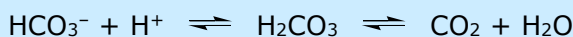
**S oldat.** 5,0 g anyagot *R desztillált vízből* készült *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Karbonát.** A frissen készített S oldat pH-ja (2.2.3) legfeljebb 8,6 lehet.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 150 ppm. A vizsgálathoz 7 ml S oldatot *R hígított salétromsavval* 15 ml-re hígítunk.

A kloridkimutatást az ezüstionokkal csapadékot adó karbonát és hidrogén-karbonát zavarja, ezért szükséges az S oldat salétromsavas átsavanyítása, melynek során a hidrogén-karbonát szén-dioxiddá alakul és kipezseg az oldatból.



**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 150 ppm. A vizsgálathoz 10 ml S oldatot *R ecetsavval* 15 ml-re hígítunk. Az összehasonlító oldatot 7,5 ml *R szulfát-mértékoldat* (10 ppm  $\text{SO}_4^{2-}$ ) és 7,5 ml *R desztillált víz* elegyével készítjük.

**Ammónium** (2.4.1): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz 10 ml S oldatot *R vízzel* 15 ml-re hígítunk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz 10 ml S oldatot *R ecetsavval* 15 ml-re hígítunk. Az összehasonlító oldatot 5 ml *R kalcium-mértékoldat* (10 ppm  $\text{Ca}^{2+}$ ) és 10 ml *R desztillált víz* elegyével készítjük.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. 2,0 g anyagot 2 ml *R tömény sósav* és 18 ml *R víz* elegyében oldunk. Az így készített oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 10 ml-ét vizsgáljuk.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Kalii hydrogenocarbonas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Kalii hydrogenocarbonas* cikkely **A.** azonosítás.
3. Lásd *Kalii hydrogenocarbonas* cikkely **B.** azonosítás.

## KALII IODIDUM

### Kálium-jodid

KI

*M*, 166,0

#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–100,5% (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; glicerinben bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

Gombaellenes, érelmeszesedést gátló, valamint köptető (expektoráns) hatású vegyület. A pajzsmirigyhormonok (tiroxin, trijód-tironin) képződését veszélyeztető jódhiány megelőzésére és kezelésére (jódpótlás) is használják.

#### Azonosítás

**A.** A jodidion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

**B.** A káliumion azonosságai reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készült *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

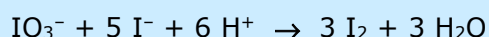
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer)

**Lúgosság.** Az S oldat 12,5 ml-ét 0,1 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* elegyítjük. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól az oldat színének meg kell változnia.

A kálium-jodid oldata semleges kémhatású, kevés sav hozzáadására savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék).

**Jodát.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,25 ml *R jodidmentes keményítő-oldatot* és 0,2 ml *R hígított kénsavat* elegyítünk; a fénytől védett helyre tett elegy 2 percig nem színeződhet kékre.

Jodátszennyezés esetén jód képződik, ami keményítővel kék színű komplexet képez.

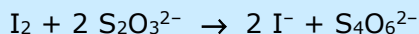


A reakcióval a jodidot savas közegben jóddá oxidáló egyéb szennyezések (pl.  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{NO}_2^-$ ) is kimutathatók.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 150 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Tioszulfát.** Az S oldat 10 ml-e 0,1 ml *R keményítő-oldattal* és 0,1 ml 0,005 M *jód-mérőoldattal* elegyítve kékre színeződjék.

A jódot jodiddá redukáló tioszulfát jelenlétében a kék színű jód-keményítő-komplex képződése elmarad.



**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

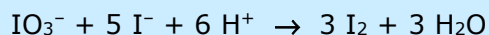
**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 1,500 g-ját *R vízzel* 100,0 ml-re oldjuk. Az oldat 20,0 ml-éhez 40 ml *R tömény sósavat* adunk. A kapott oldatot 0,05 M *kálium-jodát-mérőoldattal* addig titráljuk, míg az oldat vörös színe sárgára nem változik. Ezután az oldathoz 5 ml *R kloroformot* adunk és a titrálást – erőteljes rázogatózás közben – a kloroformos fázis elszíntelenedéséig folytatjuk.

1 ml 0,05 M *kálium-jodát-mérőoldattal* 16,60 mg KI egyenértékű.

A titrálás első részében a jodát a jodidot jóddá oxidálja, ami az oldat vöröses színét okozza. Klorid jelenlétében a jód további oxidációjával jód-klorid keletkezik. Kloroformban a jód ibolya színnel, a jód-klorid viszont színtelenül oldódik, ezért a kloroformos fázis színe a titrálás vége felé fokozatosan halványul, majd az ekvivalenciapontban eltűnik. Az erőteljes összerázás azért szükséges, hogy a vizes fázisban lévő oxidálószer a kloroformban oldott jóddal is elreagáljon.



A két reakciólépés egyenleteit összevonva:



$$\text{KI-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{KIO}_3} (\text{ml}) \cdot f_{\text{KIO}_3} \cdot E (\text{mg/ml}) \cdot V_T (\text{ml})}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_P (\text{ml})} \cdot 100$$

ahol  $V_T$  a törzsoldat,  $V_P$  pedig a kipipettázott alikvot térfogata.

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Kálii iodidum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Kálii iodidum* cikkely **B.** azonosítás.
3. Az S oldat 1,0 ml-es részletét 4–5 csepp *R hígított sósavval* és 2,0 ml *R kloroformmal* elegyítjük. 1-2 csepp *R klóramin-oldattal* összerázva, az elkülönülő kloroformréteg ibolyaszínű. Az *R klóramin-oldat* kellő feleslegével összerázva, az elkülönülő kloroformréteg színtelen.

A klóraminból savas közegben, kloridionokkal klór képződik (lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 2. pont), mely a jodidot jóddá oxidálja. A jód kloroformban ibolya színnel oldódik.



Ha a klóramint feleslegben alkalmazzuk, a jód tovább oxidálódik jodáttá és a kloroformos fázis elszíntelenedik.

**KALII NITRAS****Kálium-nitrát****KNO<sub>3</sub>****M: 101,1****Definíció**

*Tartalom:* 99,0–101,0% (szárított anyagra).

**Sajátságok**

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; forrásban lévő vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Izotonizáló gyógyszer technológiai segédanyag. Az élelmiszeriparban tartósítószerként alkalmazzák.

**Azonosítás**

- A nitrátion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető
- A káliumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

**Vizsgálatok**

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készült *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer)

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-ét 0,05 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* elegyítjük. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól vagy 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az oldat színének meg kell változnia.

A kálium-nitrát oldata semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Redukálható anyagok.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,5 ml *R* hígított kénsavat és 2 ml *R* cink-jodid–keményítő-oldatot elegyítünk. Az oldat 2 percen belül nem kékülhet meg.

Redukálható anyagok (pl. vas(III)-, réz(II)-ionok) a jodidot jóddá oxidálják, amelyet a jód-keményítő–komplex színének megjelenése jelez.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 20 ppm, a természetes felhasználásra szánt anyag esetében. A vizsgálathoz 2,5 g anyagot *R* vízzel 15 ml-re oldunk

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 150 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítjuk.

**Ammónium** (2.4.1/A): legfeljebb 100 ppm. Az S oldat 1 ml-ét vizsgáljuk. Szemészeti felhasználásra szánt anyag esetében legfeljebb 50 ppm megengedett

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 100 ppm. Szemészeti felhasználásra szánt anyag esetében legfeljebb 50 ppm megengedett. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítjuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. Szemészeti felhasználásra szánt anyag esetében legfeljebb 10 ppm megengedett. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R* vízzel 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm.. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom–mértékoldattal (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Kalii nitras* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Az S oldat 2 ml-ében 0,10 g *R* nátrium-acetátot oldunk, és 0,10 g *R* borkősavval összerázzuk. Fehér, kristályos csapadék keletkezik.

Vízben rosszul oldódó kálium-hidrogén-tartarát keletkezik (lásd *Kalii chloridum* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 2. pont magyarázata).

3. Kb. 50 mg porított anyagot 5 csepp *R* hígított kénsavval lecseppentve 2,0 ml *R* tömény kénsavban oldunk. A lehűtött oldatra óvatosan 3,0 ml *R*2 vas(II)-szulfát-oldatot rétegezzük. A folyadékok érintkező felületén sötétbarna gyűrű keletkezik.

Barna nitrozo-vas(II)-komplex képződik (lásd *Argenti nitras* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 3. pont magyarázata).

## KALII PERCHLORAS

### Kálium-perklorát

KClO<sub>4</sub>

*M*, 138,6

#### Definíció

Tartalom: 99,0-102,0%.

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

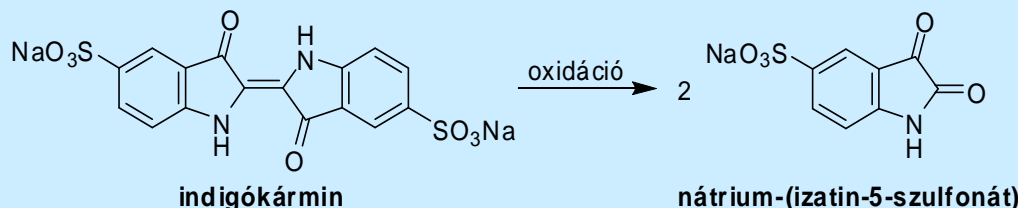
*Oldékonyság*: vízben mérsékelten oldódik; alkoholban gyakorlatilag nem oldódik.

Gátolja a pajzsmirigyben a jodid felvételét, ezért a túlzott jodidfelvétellel kapcsolatos pajzsmirigy-túlműködés (hipertireózis) esetén alkalmazzák.

#### Azonosítás

- A. 0,1 g anyagot 5 ml *R* vízben oldunk. Az oldatot 5 ml *R* indigókármin–oldattal elegyítjük és forrásig melegítjük. Az oldat színe nem tűnhet el.

A indigókármín – dinátrium-[3,3'-dioxobi(indolin-2-ilidén)-5,5'-diszulfonát] – egyes oxidálószeres (pl. nitrát, klorát, hipoklorit) hatására szintelen izatinszármazékká alakulva elszíntelenedik. Perklorátok nem oxidálják az indigókármint, ezért az oldat kék színe megmarad.



**B.** Az anyag feleljen meg a „Klorát és klorid” vizsgálatban előírt követelménynek (lásd Vizsgálatok).

**C.** 10 mg anyagot láng felett 2 percig hevítünk. A maradékot 2 ml *R* vízben oldjuk. Az oldattal a kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

A kálium-perklorát hevítve kálium-kloridra és oxigénre bomlik.



**D.** 50 mg anyagot 5 ml *R* vízben melegítés közben oldunk. A szobahőmérsékletűre lehűlt oldattal a káliumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot 90 ml *R* desztillált vízben szuszpendálunk. A szuszpenziót forrásig melegítjük, majd lehűlés után szűrjük. A szüredéket *R* szén-dioxid-mentes vízzel 100 ml-re hígítjuk.

**Az oldat külleme.** Az oldat tiszta (2.2.1) és szintelen legyen (2.2.2, II. módszer). A vizsgálatához 0,20 g anyagot *R* vízzel 20 ml-re oldunk.

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 5 ml-éhez 5 ml *R* vizet és 0,1 ml *R* fenoltalein-oldatot elegyítünk. Az indikátor színváltozásáig legfeljebb 0,25 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldat fogyhat. Az S oldat másik 5 ml-es részletéhez 5 ml *R* vizet és 0,1 ml *R* brómkrezolzöld-oldatot adunk. Legfeljebb 0,25 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól az indikátor színének meg kell változnia.

A kálium-perklorát oldata semleges kémhatású (a Gyógyszerkönyvben előírt indikátor színváltozások szerint pH-ja az 5,2 – 8,2 tartományba esik), ezért kevés lúg, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A fenoltalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (szintelen) – 10,0 (piros). A brómkrezolzöld indikátor átcsapási pH-tartománya: 3,6 (sárga) – 5,2 (kék).

**Klorát és klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm (kloridban kifejezve). Az S oldat 5 ml-ét 5 ml *R* vízzel elegyítjük, és az elegyet forrásig melegítjük. 1 ml *R* tömény salétromsav és 0,1 g *R* nátrium-nitrit hozzáadása után az oldatot félretesszük, amíg szobahőmérsékletűre le nem hűl, majd térfogatát *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk. Az így készített oldat feleljen meg a klorid határérték-vizsgálat követelményének. Az összehasonlító oldatot 5 ml *R* klorid-mértékoldattal (5 ppm Cl<sup>-</sup>) és 10 ml *R* vízzel készítjük, úgy, hogy csak 1 ml *R* hígított salétromsavat használunk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 100 ppm. Az S oldat 15 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot 7,5 ml *R* szulfát-mértékoldat (10 ppm SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) és 7,5 ml *R* víz elegyével készítjük.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 100 ppm. Az S oldat 15 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot 7,5 ml *R* kalcium-mértékoldat (10 ppm Ca<sup>2+</sup>), 1 ml *R* hígított ecetsav és 7,5 ml *R* desztillált víz elegyével készítjük.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

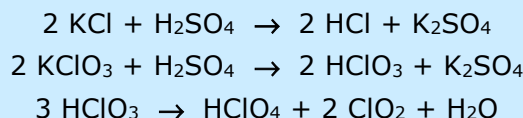
### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Kalium-perklorát* cikkely **D.** azonosítás.

2. 0,10 g anyag *R* tömény kénsavval lecseppentve nem színeződik, sem klórra, sem sósavra emlékeztető szagú gáz fejlődése nem érezhető.



Tömény kénsav hatására kloridokból sósavgáz, klorátokból pedig klórsav keletkezik. Ez utóbbi perklorosavvá és a klórera emlékeztető szagú klór-dioxidá diszproporcionálódik.



3. 0,10 g anyagot porcelán lemezen pár percig megolvadása hőmérsékletén tartunk. A kihűlt olvadékot 10,0 ml *R* vízben oldjuk, 1,0 ml *R* hígított salétromsavval és *R1* ezüst-nitrát-oldat 2,0 ml-ével elegyítjük. Túrós, fehér csapadék keletkezik, amely *R2* hígított ammónia-oldat feleslegében oldódik.

A kálium-perklorát hevítve kálium-kloridra és oxigénre bomlik. A kloridionok kimutatása a szokásos módon, ezüst-klorid csapadék képzéssel történik.

## KALII PERMANGANAS

### Kálium-permanganát

**KMnO<sub>4</sub>**

**M<sub>r</sub> 158,0**

#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–100,5%.

#### Sajátságok

*Küllem:* sötétvörös vagy barnásfekete szemcsés por, illetve sötétvörös vagy csaknem fekete, általában fémesfényű kristályok.

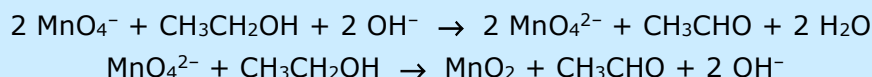
*Oldékonyság:* hideg vízben oldódik; forrásban lévő vízben bőségesen oldódik. Bizonyos szerves anyagokkal érintkezve bomlik.

Erélyes oxidáló tulajdonsága miatt fertőtlenítőszerként használják.

#### Azonosítás

- A.** Kb. 50 mg anyagot 5 ml *R* vízben oldunk. Az oldat 1 ml *R* etanol (96%) és 0,3 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldat hozzáadására zöld színű lesz; a forrásig melegített oldatból sötétbarna csapadék válik le.

A permanganát lúgos közegben az etanolt a jellegzetes szagú acetaldehiddé oxidálja, miközben előbb hidegen zöld manganáttá, majd forralva mangán(IV)-oxidá (barnakő) redukálódik.



- B.** A szüredékkel a káliumion *b*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az **A** pont szerinti, csapadékos oldatot megsűrjük.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 0,75 g anyagot 25 ml *R* desztillált vízben oldunk. Az oldatot 3 ml *R* etanol (96%) hozzáadása után 2–3 percig forraljuk; lehűtés után *R* desztillált vízzel 30 ml-re hígítjuk, majd megsűrjük.

Semleges közegben a permanganát az etanolt acetaldehiddé oxidálja, miközben mangán(IV)-oxidá (barnakő) redukálódik. A szüredék kálium-hidroxid-oldatnak tekinthető, mely a kálium-permanganát vízdoldékony szennyezéseit is tartalmazza.

**Az oldat külleme.** Az S oldat színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk.

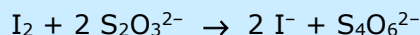
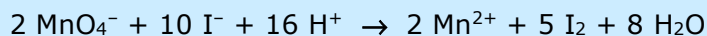
**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 500 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 12 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,300 g-ját *R vízzel* 100,0 ml-re oldjuk. Az oldat 20,0 ml-éhez 20 ml *R* vizet, 1 g *R kálium-jodidot* és 10 ml *R hígított sósavat* adunk. A felszabadult jódot, 1 ml *R keményítő-oldatot* alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal 3,160 mg  $\text{KMnO}_4$  egyenértékű.

Savas közegben a permanganát a jodidot jóddá oxidálja, melyet tioszulfáttal mérünk.



$$\text{KMnO}_4\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} (\text{ml}) \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E (\text{mg/ml}) \cdot V_{\text{T}} (\text{ml})}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_{\text{P}} (\text{ml})} \cdot 100$$

ahol  $V_{\text{T}}$  a törzsoldat,  $V_{\text{P}}$  pedig a kipipettázott alikvot térfogata.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Kálii permanganas* cikkely **A.** azonosítás.
2. Lásd *Kálii permanganas* cikkely **B.** azonosítás.

## KALII SULFAS

### Kálium-szulfát



$M_r$  174,3

#### Definíció

*Tartalom:* 98,5–101,0%  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben oldódik; etanolban gyakorlatilag nem oldódik.

Szulfáttartalma miatt hashajtó hatású vegyület (ozmotikus hashajtó).

#### Azonosítás

- A.** A szulfátion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.
- B.** A káliumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes víz* 90 ml-ében enyhe melegítéssel oldunk. Lehűlés után az oldatot *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re hígítjuk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-ét 0,1 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* elegyítjük. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól vagy 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az indikátor színének meg kell változnia.

A kálium-szulfát oldata semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

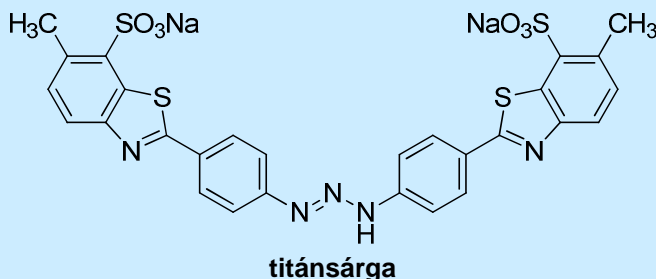
**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 40 ppm. 12,5 ml S oldatot *R* vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 200 ppm. 5 ml S oldatot *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 10 ml-ét vizsgáljuk.

**Magnézium**: legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 5 ml-éhez 5 ml *R* vizet, 1 ml *R* glicerint (85%-os), 0,15 ml *R* titánsárga-oldatot, 0,25 ml *R* ammónium-oxalát-oldatot és 5 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot elegyítünk és az elegyet összerázzuk. A vizsgált oldat rózsaszíne nem lehet erősebb, mint az 1 ml *R* magnézium-mértékoldat (10 ppm  $Mg^{2+}$ ) és 9 ml *R* víz elegyével egyidejűleg, azonos módon készített összehasonlító oldaté.

Lúgos oldatban a titánsárga magnéziumionokkal halványvörös festéklakot képez, amelynek színe kalciumionok hatására mélyül. A glicerint a reakció érzékenységét növeli, mivel – mint komplexképző polialkohol – a lúgos közegben megakadályozza a  $Mg(OH)_2$  csapadék képződését. Ammónium-oxaláttal az esetlegesen jelenlevő kalciumionok oxalátcsapadékként leválnak.



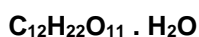
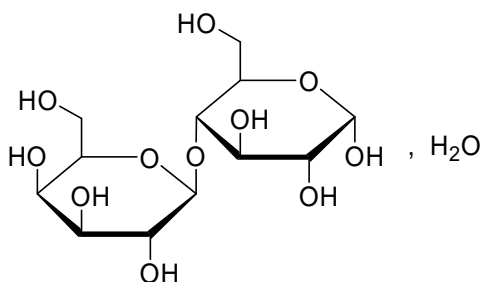
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (2 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Kalii sulfas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Kalii sulfas* cikkely **A.** azonosítás.
3. Lásd *Kalii sulfas* cikkely **B.** azonosítás.

## LACTOSUM MONOHYDRICUM

### Laktóz-monohidrát



*M<sub>r</sub>* 360,3

### Definíció

O-β-D-Galaktopiranozil-(1→4)-α-D-glükopiranoz–monohidrát.

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen, bár lassan oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

A gyógyszerkészítés során töltőanyagként alkalmazzák.

### Azonosítás

**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

**C.** 0,25 g anyagot 5 ml *R* vízben oldunk. Az oldat, 5 ml *R ammónia-oldattal* 10 percig 80 °C-os vízfürdőben melegítve, vörösre színeződik.

Az ammónia-oldattal történő melegítés során a laktóz (és a maltóz) esetén vörös, míg a glükóz és a fruktóz esetén sárgásbarna színeződés keletkezik (**WÖHLK**-reakció).

**D.** Az anyag feleljen meg a „Víztartalom” vizsgálatban (lásd Vizsgálatok) előírt követelménynek.

### Vizsgálatok

**Az oldat külleme.** Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>7</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer). 1,0 g anyagot forrásban lévő *R* vízzel 10 ml-re oldunk.

**Fajlagos optikai forgatóképesség** (2.2.7): +54,4 és +55,9 között (vízmentes anyagra). A vizsgálathoz 10,0 g anyagot – 50 °C-ra melegítve – 80 ml *R* vízben oldunk. A lehűlt oldatot 0,2 ml *R1 hígított ammónia-oldattal* elegyítjük, majd 30 perces várakozás után *R* vízzel 100,0 ml-re hígítjuk.

A glükopiranoz-rész gyűrű-lánc tautomériája miatt a laktóz vizes oldatának fajlagos optikai forgatóképessége az oldást követően egy állandó érték (kb. +55) eléréséig folyamatosan változik (**mutarotáció**, lásd *Glucosum anhydricum* cikkely „Fajlagos optikai forgatóképesség” vizsgálat magyarázata).

**Víztartalom** (2.5.12): 4,5–5,5%. 0,50 g anyagot félmikro-módszerrel vizsgálunk; oldószerként 1 térfogat-rész *R formamid* és 2 térfogatrész *R metanol* elegyét alkalmazzuk.

### Tájékoztató vizsgálat

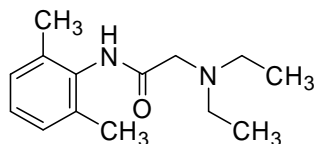
1. Lásd *Lactosum monohydricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

2. Az S oldat 1 cseppjét 5,0 ml *R* vízzel hígítjuk, és *R réz(II)-acetát* 50 g/l-es oldatának 1,0 ml-ével elegyítjük. A világoskék színű folyadék 10 percen át vízfürdőben melegítve legfeljebb zöldes árnyalatú lehet, de finom eloszlású vörös csapadék nem keletkezhet benne. Ezután 2,0 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldatot* elegyítünk a folyadékhoz. Dús téglavörös csapadék válik le.

A laktóz gyengébb redukálószer, mint a glükóz vagy a fruktóz, emiatt az ecetsavas réz(II)-acetátot nem redukálja (**BARFOED**-reakció). Lúg hozzáadására azonban megindul a réz(II)-ionok redukciója és a réz(I)-oxid csapadék képződése.

## LIDOCAINUM

### Lidokain



$C_{14}H_{22}N_2O$

$M_r$  234,3

#### Definíció

2-(Dietilamino)-*N*-(2,6-dimetilfenil)acetamid.

*Tartalom:* 99,0–101,0% (vízmentes anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

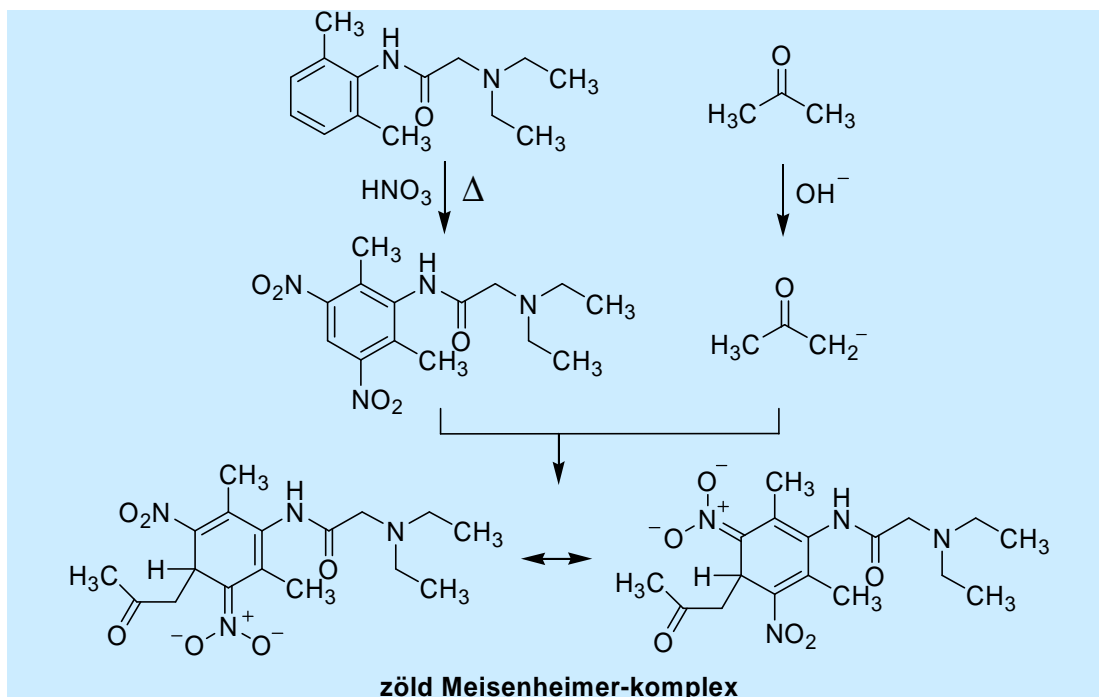
*Oldékonyság:* vízben gyakorlatilag nem oldódik; etanolban (96%) és diklórmétánban nagyon bőségesen oldódik.

Helyi érzéstelenítő és antiaritmiás hatású vegyület.

#### Azonosítás

- Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- Olvadáspont (2.2.14): 66–70 °C (előzetes szárítás nélkül).
- Kb. 5 mg anyagot 0,5 ml *R füstölgő salétromsav*val vízfürdőn szárazra párologtatunk. A lehűtött maradékot 5 ml *R aceton*ban oldjuk. Az oldat 0,2 ml *R alkoholos kálium-hidroxid-oldat* hozzáadására zöld színű lesz.

A salétromsavas bepárlás során főtermékként a lidokain 3,5-dinitroszármazéka keletkezik, mely a lúgos közegben deprotonálódó acetonnal zöld színű **MEISENHEIMER**-komplexet képez (**VITALI-MORIN**-reakció). A reakció a prokain, a tetrakain és a lidokain megkülönböztetésére alkalmas (a prokain esetén barnásvörös, a tetrakain esetén pedig ibolya színeződés keletkezik).



### Tájékoztató vizsgálatok

2. 0,10 g anyagot 1,0 ml *R* hígított salétromsavban oldunk, és 6,0 ml *R* higany-nitrát-oldattal elegyítjük. A forrásig melegített elegy sárgászöld színű.

## LITHII CARBONAS

### Lítium-karbonát

$\text{Li}_2\text{CO}_3$

$M_r$  73,9

#### Definíció

*Tartalom:* 98,5–100,5%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér por.

*Oldékonyság:* vízben kevésbé oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Pszichológiai rendellenességek kezelésére (mánia, mániás depresszió, bipoláris és unipoláris endogén depresszió), ill. megelőzésére használják.

#### Azonosítás

- A. Az anyag *R* tömény sósavval megnedvesítve a nem világító lángot pirosra színezi.

A sósavval képződő lítium-klorid a lángot kárminvörösre festi. Spektrumában egy rendkívül intenzív fényű vörös vonal ( $\lambda = 671 \text{ nm}$ ) és egy halvány vörössárga vonal ( $\lambda = 610 \text{ nm}$ ) a legjellemzőbb. Kobaltüvegen keresztül nézve a lítium lángfestése vörös színűnek látszik.

- B. 0,2 g anyagot 1 ml *R* tömény sósavban oldunk. Az oldatot vízfürdőn szárazra párologtatjuk. A maradék 3 ml *R* etanolban (96%) feloldódik.

A sósavval képződő lítium-klorid – ellentétben a többi alkálifém-kloriddal – etanolban jól oldódik.

C. A karbonátion azonosságát elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot 30 ml *R desztillált vízben* szuszpendálunk, majd 22 ml *R tömény salétromsav* hozzáadásával oldunk. Az oldatot *R hígított nátrium-hidroxid-oldattal* semlegesítjük, majd *R desztillált vízzel* 100 ml-re hígítjuk.

A salétromsavas oldás során lítium-nitrát képződik. Az S oldat lítium-nitrátot, nátrium-nitrátot, valamint a lítium-karbonát sav-, ill. vízdékony szennyezéseit tartalmazza.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 2,5 ml-ét *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz 1,25 g anyagot 5 ml *R desztillált vízben* diszpergálunk, majd 5 ml *R1 sósav* hozzáadásával oldunk. Az oldatot 2 percig forraljuk, lehűtjük, *R hígított nátrium-hidroxid-oldattal* semlegesítjük, majd *R desztillált vízzel* 25 ml-re hígítjuk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 2 ppm. 0,5 g anyaggal végezzük a vizsgálatot.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz 5 ml S oldatot *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítunk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz 5 ml S oldatot *R vízzel* 10 ml-re hígítunk.

**Magnézium** (2.4.6): legfeljebb 150 ppm. A vizsgálathoz 1 ml S oldatot *R vízzel* 10 ml-re hígítunk, majd a kapott oldat 6,7 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (2 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,500 g-ját 25,0 ml 1 M sósav-mérőoldatban oldjuk. Az oldatot, *R metilnarancs-oldatot* alkalmazva indikátorként, 1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 1 M sósav-mérőoldattal 36,95 mg  $Li_2CO_3$  egyenértékű.

A lítium-karbonát sósavban szén-dioxid fejlődés közben oldódik. A sósav feleslegét alkalmetriásan mérjük vissza. A metilnarancs indikátor színváltozásának pH-tartománya: 3,0 (vörös) – 4,4 (sárga).

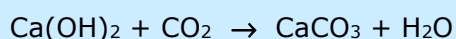


$$Li_2CO_3\text{-tartalom (\%)} = \frac{[V_{HCl} \text{ (ml)} \cdot f_{HCl} - V_{NaOH} \text{ (ml)} \cdot f_{NaOH}] \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Lithii carbonas* cikkely **A.** azonosítás.
2. Lásd *Lithii carbonas* cikkely **B.** azonosítás.
3. 0,50 g anyagra 3,0 ml *R vizet* öntünk, és az elegybe rázogatás közben 2,0 ml *R hígított sósavat* csepegtetünk. Heves pezsgés közben szagtalan gáz fejlődik, amelyet 5,0 ml *R kalcium-hidroxid-oldatot* tartalmazó kémcsőbe vezetünk. A kémcső tartalmát összerázva a kalcium-hidroxid-oldat megzavarosodik.

A reakció során szén-dioxid szabadul fel, mely kalcium-hidroxiddal (meszes víz) fehér színű kalcium-karbonát csapadékot képez.



## MAGNESII OXIDUM LEVE

### Könnyű magnézium-oxid

MgO

*M<sub>r</sub>* 40,30

#### Definíció

*Tartalom:* 98,0–100,5% MgO (kiizzított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* finom, fehér, vagy csaknem fehér, amorf por.

*Oldékonyság:* vízben gyakorlatilag nem oldódik. Híg savak – legfeljebb enyhe pezsgés közben – oldják.

Gyomorsósav túlermelés esetén savmegkötő szerként (antacidum) alkalmazzák. Ozmotikus hashajtóként és magnéziumpótlásra is használják.

#### Azonosítás

**A.** Tömörítetlen sűrűség (2.9.34): legfeljebb 0,15 g/ml.

**B.** A magnéziumion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz kb. 15 mg anyagnak 2 ml *R hígított salétromsavval* készült, majd *R hígított nátrium-hidroxid-oldattal* semlegesített oldalát használjuk.

A magnézium-oxid salétromsavban magnézium-nitrát képződése közben oldódik.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot 30 ml *R desztillált víz* és 70 ml *R ecetsav* elegyében oldunk. Az oldatot 2 percig forraljuk, majd lehűtjük és *R hígított ecetsavval* 100 ml-re hígítjuk. Az oldatot – szükség esetén – megfelelő pórusméretű, előzetesen kiizzított és lemért porcelán vagy kvarc szűrőtégelyen tisztára szűrjük.

Az ecetsavas oldás során szén-dioxid fejlődés közben magnézium-acetát keletkezik. Az S oldat magnézium-acetátot, valamint a magnézium-oxid sav-, ill. vízdoldékony szennyezéseit tartalmazza.

**Az oldat külleme.** Az S oldat színe nem lehet erősebb, mint a B<sub>2</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 0,15%. A vizsgálathoz 0,7 ml S oldatot *R vízzel* 15 ml-re hígítunk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 1,0%. A vizsgálathoz 0,3 ml S oldatot *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítunk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 4 ppm. A vizsgálathoz 5 ml S oldatot használunk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 1,5%. Az S oldat 1,3 ml-ét *R desztillált vízzel* 150 ml-re hígítjuk. A vizsgálathoz ezen oldat 15 ml-ét használjuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 0,1%. Az anyag 50 mg-ját 5 ml *R hígított sósavban* oldjuk, majd az oldatot *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk. A vizsgálathoz ezen oldat 2 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re tovább hígítva használjuk.

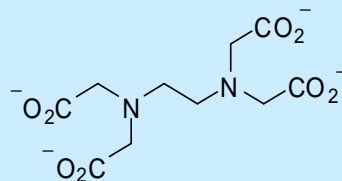
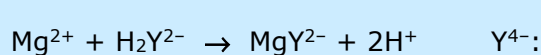
#### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,320 g-ját 20 ml *R hígított sósavban* oldjuk, majd az oldatot *R vízzel* 100,0 ml-re hígítjuk. Az oldat 20,0 ml-ét komplexometriásan titráljuk (2.5.11).

1 ml 0,1 M *nátrium-edetát-mérőoldattal* 4,030 mg MgO egyenértékű.

A magnéziumionok komplexometriás titrálásának optimális pH-értéke ~10, amit ammónium klorid-tompítóoldattal (pH = 10) állítunk be. Ennél lúgosabb pH-tartományban a Mg<sup>2+</sup> hidroxidcsapadékként [Mg(OH)<sub>2</sub>] leválna. A meghatározás során Mg<sup>2+</sup>-EDTA komplex képződik. A titrálás végpontjában az eriokrómfekete-T indikátor színe ibolyáról kékre változik.





$$\text{MgO-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{EDTA}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{EDTA}} \cdot E (\text{mg/ml}) \cdot V_{\text{T}} (\text{ml})}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_{\text{P}} (\text{ml})} \cdot 100$$

ahol  $V_{\text{T}}$  a törzsoldat,  $V_{\text{P}}$  pedig a kipipettázott alikvot térfogata.

### Tájékoztató vizsgálat

- 0,50 g anyag 5,0 ml *R* vízzel összerázva. 15,0 ml *R* hígított ecetsavban legfeljebb enyhe pezsgés közben, de színtelenül és csaknem maradék nélkül oldódik.
- 0,10 g anyagot 5,0 ml *R* vízzel és 2 csepp *R* fenolftalein–oldattal rázogatva, a fehér csapadékos folyadék megvöröszik.

A magnézium-oxid vízzel kismértékben magnézium-hidroxiddá hidrolizál, ami az oldat lúgos kémhatását okozza.



## MAGNESII SUBCARBONAS LEVIS

### Könnyű bázisos magnézium-karbonát

#### Definíció

Víztartalmú bázisos magnézium-karbonát.

*Tartalom:* magnézium-oxidban kifejezve ( $\text{MgO}$ ;  $M_r$  40,30): 40,0–45,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér por.

*Oldékonyság:* vízben gyakorlatilag nem oldódik. Híg savak élénk pezsgés közben oldják.

Gyomorsósav túlermelés esetén savmegkötő szerként (antacidum) alkalmazzák.

#### Azonosítás

- Tömörítetlen sűrűség (2.9.34): legfeljebb 0,15 g/ml.
- A karbonátion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- A magnéziumion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz kb. 15 mg anyagnak 2 ml *R* hígított salétromsavval készült, majd *R* hígított nátrium-hidroxid–oldattal semlegesített oldatát használjuk.

A bázisos magnézium-karbonát salétromsavban magnézium-nitrát és szén-dioxid képződése közben oldódik.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot 100 ml *R* hígított ecetsavban oldunk. Az oldatot a pezsgés megszűntével 2 percig forraljuk, majd lehűtés után, *R* hígított ecetsavval 100 ml-re kiegészítjük. Amennyiben az oldat nem tiszta, megfelelő pórusméretű, előzetesen kiizzított és lemért porcelán vagy kvarc szűrőtégelyen megszűrjük.

Az ecetsavas oldás során szén-dioxid fejlődés közben magnézium-acetát keletkezik.

**Az oldat külleme.** Az S oldat színe nem lehet erősebb, mint a B<sub>4</sub> szín-mértékoldaté. (2.2.2, II. módszer).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 700 ppm. A vizsgálathoz 1,5 ml S oldatot *R* vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 0,3%. A vizsgálathoz 1 ml S oldatot *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 2 ppm. A vizsgálathoz 10 ml S oldatot használunk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 0,75%. Az S oldat 2,6 ml-ét *R* desztillált vízzel 150 ml-re hígítjuk. A vizsgálathoz ezen oldat 15 ml-ét használjuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 400 ppm. Az anyag 0,1 g-ját 3 ml *R* hígított sósavban oldjuk, majd az oldatot *R* vízzel 10 ml-re hígítjuk. A vizsgálathoz ezen oldat 2,5 ml-ét *R* vízzel 10 ml-re tovább hígítva használjuk.

#### Tájékoztató vizsgálat

- 0,50 g anyag 5,0 ml *R* vízzel összerázva, 15,0 ml *R* hígított ecetsavban pezsgés közben oldódik.
- Lásd *Magnesii subcarbonas levis* cikkely **C.** azonosítás

## MAGNESII SULFAS HEPTAHYDRICUS

### Magnézium-szulfát-heptahidrát

$\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$

*M*<sub>r</sub> 246,5

#### Definíció

A magnézium-szulfát-heptahidrát szárított anyagra vonatkoztatott MgSO<sub>4</sub>-tartalma 99,0–100,5%.

#### Sajátságok

Küllem: fehér, kristályos por vagy fénylő, színtelen kristályok.

Oldékonyság: vízben bőségesen oldódik; forrásban lévő vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban gyakorlatilag nem oldódik.

Vizes oldatát ozmotikus hashajtóként használják. Parenterálisan bizonyos aritmiák, valamint terhességi eklampszia (eszméletvesztéssel járó rángógörcs) kezelésére használják. Szinonim neve: keserűsó.

#### Azonosítás

- A szulfátion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.
- A magnéziumion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot *R* desztillált vízzel 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10-ml-ét 0,05 ml *R* fenolvörös-oldattal elegyítjük. Legfeljebb 0,2 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól vagy 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az oldat színének meg kell változnia.

A magnézium-szulfát oldata semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A fenolvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 6,8 (sárga) – 8,4 (vörösesibolya). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid–mérőoldatot, ha vörösesibolyát, akkor pedig sósav–mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Narancssárga szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatható.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 300 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 1,7 ml-ét *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 2 ppm. 0,5 g anyagot vizsgálunk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R* vízzel 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom–mértékoldattal (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Magnesii sulfas heptahydricus* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Magnesii sulfas heptahydricus* cikkely **A.** azonosítás.
3. Lásd *Magnesii sulfas heptahydricus* cikkely **B.** azonosítás.

## MAGNESII TRISILICAS

### Magnézium-triszilikát

#### Definíció

A magnézium-triszilikát összetétele változó, megközelítőleg  $Mg_2Si_3O_8 \cdot H_2O$ -nak felel meg. Kizűzött anyagra vonatkoztatva legalább 29,0% magnézium-oxidot ( $MgO$ ;  $M_r$  40,30) és legalább 65,0% szilícium-dioxidot ( $SiO_2$ ;  $M_r$  60,1) tartalmaz.

#### Sajátságok

Küllem: fehér, vagy csaknem fehér por.

Oldékonyság: vízben és etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Gyomorsósav túltermelés esetén tartós hatású savmegkötő szerként (antacidum) alkalmaz-  
zák.

#### Azonosítás

- A.** A szilikácion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. 0,25 g anyagot vizsgálunk.
- B.** A magnéziumion azonossági reakcióját (2.3.1), *R* hígított nátrium-hidroxid–oldattal semlegesített S oldat (lásd Vizsgálatok) 1 ml-ével elvégezve az előírt változás észlelhető.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,0 g anyagot 4 ml *R* tömény salétromsav és 4 ml *R* desztillált víz elegyével, gyakori rázogatós közben forrásig melegítünk. Hozzáadunk 12 ml *R* desztillált vizet és hagyjuk lehűlni. Szűrjük vagy centrifugáljuk, hogy tiszta oldatot kapjunk, és a kapott oldatot *R* desztillált vízzel 20 ml-re hígítjuk.

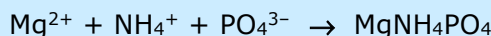
A magnézium-triszilikát savas forralása során magnéziumionok kerülnek oldatba és kovasav képződik, amit kiszűrünk. Az S oldat salétromsavas magnézium-nitrát–oldat, mely a magnézium-triszilikát sav-, ill. vízdékony szennyezéseit is tartalmazza.



## Tájékoztató vizsgálat

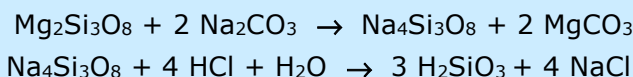
1. 0,50 g anyagot 10,0 ml *R* hígított sósavval 1 percen át rázogattunk, majd a zavaros folyadékot megsűrjük. A szüredéket előbb 10,0 ml *R1* hígított ammónia-oldattal, majd 0,40 g *R* diammónium-hidrogén-foszfáttal elegyítjük. Fehér kocsonyás csapadék keletkezik, amely rázogatva csakhamar kristályossá válik.

A savas kezeléssel kioldódó magnéziumionokat magnézium-ammónium-foszfát csapadékként mutatjuk ki.



2. 0,50 g anyagot 10,0 ml *R* nátrium-karbonát-oldattal 3 percen át forralunk. A lehűtött csapadékos folyadékot megsűrjük. A szüredékhez részletenként *R* tömény sósavat csepegtetünk, amíg a gázfejlődés meg nem szűnik. Az elegyhez még 1,0 ml *R* tömény sósavat elegyítünk, és forrásig melegítjük. Színtelen, kocsonyaszerű csapadék válik le.

A nátrium-karbonátos feltárás során vízdékony nátrium-triszilikát képződik, melyből savanyítás hatására kovasav válik le.



3. Az *R* víz felszínére hintett anyag az *R* vízben gyorsan, maradéktalanul ülepedjék le (különbség a talkumtól).

## MANGANI SULFAS MONOHYDRICUS

## Mangán(II)-szulfát-monohidrát

$\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

*M*, 169,0

## Definíció

A mangán-szulfát-monohidrát izzított anyagra vonatkoztatott  $\text{MnSO}_4$ -tartalma: 99,0–101,0%.

## Sajátságok

Küllem: halvány rózsaszínű, kristályos por. Kissé nedvszívó.

Oldékonyság: vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

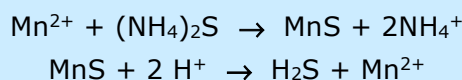
A mangán esszenciális nyomelem. A mangánvegyületeket roboránsként és a hemopoetikus vasterápia kiegészítéseként alkalmazzák.

## Azonosítás

**A.** A szulfácion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

**B.** 50 mg anyagot 5 ml *R* vízben oldunk, az oldathoz 0,5 ml *R* ammónium-szulfid-oldatot elegyítve halvány rózsaszínű csapadék képződik, amely 1 ml *R* vízmentes ecetsav hozzáadására feloldódik.

A kationok III. osztályába tartozó  $\text{Mn}^{2+}$  semleges vagy lúgos közegben, szulfidionokkal mangán-szulfid csapadékot képez, mely savakban (már ecetsavban is) kénhidrogén fejlődése közben oldódik.



**Vizsgálatok**

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízzel* 100 ml-re oldunk.

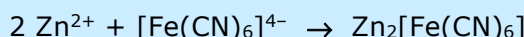
**Az oldat külleme.** Az S oldat opálössége nem lehet erősebb, mint a II. számú összehasonlító-szuspenzióé (2.2.1).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz 5,0 ml S oldatot *R vízzel* 15 ml-re hígítunk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 10 ppm. Az S oldatot vizsgáljuk.

**Cink:** legfeljebb 50 ppm. Az S oldat 10 ml-éhez 1 ml *R tömény kénsavat* és 0,1 ml *R kálium-hexaciano-ferrát(II)]-oldatot* elegyítünk. 30 másodperc elteltével az oldat opálössége nem lehet erősebb, mint azé az oldaté, amelyet 5 ml *R cink-mértékoldat* (10 ppm  $Zn^{2+}$ ), 5 ml *R víz*, 1 ml *R tömény kénsav* és 0,1 ml *R kálium-[hexaciano-ferrát(II)]-oldat* elegyítésével készítettük.

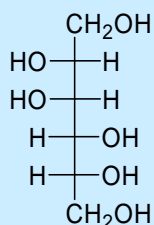
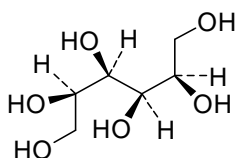
A cinkionok savas közegben kálium-[hexaciano-ferrát(II)]-oldattal fehér cink-[hexaciano-ferrát(II)] csapadékot képeznek.



**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (2 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Mangani sulfas monohydricus* cikkely **A.** azonosítás.
2. Lásd *Mangani sulfas monohydricus* cikkely **B.** azonosítás.

**MANNITOLUM****Mannit**

$M_r$  182,2

**Definíció**

D-Mannit. *Tartalom:* 98,0–102,0% (vízmentes anyagra).

**Sajátságok**

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristály vagy por.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Polimorfíára hajlamos (5.9).

Ozmotikus hashajtó és vizelethajtó hatású cukoralkohol.

**Azonosítás**

**A.** Fajlagos optikai forgatóképesség (2.2.7): +23 és +25 között (vízmentes anyagra vonatkoztatva).

2,00 g vizsgálandó anyagot és 2,6 g *R* dinátrium-tetraborátot kb. 20 ml *R* vízben 30 °C-on oldunk, majd az oldatot 15–30 percen keresztül további melegítés nélkül folyamatosan rázogatójuk. A kapott tiszta oldatot *R* vízzel 25,0 ml-re hígítjuk.

A D-mannit vizes oldata igen csekély optikai aktivitást mutat (fajlagos optikai forgatóképessége: kb. –0,2). Bórax hozzáadásával azonban a mannit jóval nagyobb optikai forgatóképességű (kb. +24) borátkomplexe keletkezik (a balra forgató mannit borátkomplexe jobbra forgat).

- B. Olvadáspont (lásd Vizsgálatok)
- C. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- D. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

### Vizsgálatok

**Olvadáspont** (2.2.14): 165–170 °C.

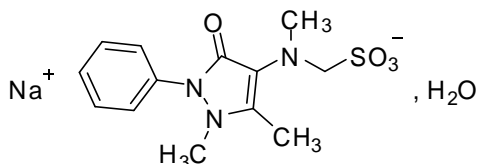
### Tájékoztató vizsgálat

1. 0,25 g anyagot 5,0 ml *R* vízben oldunk, 5,0 ml *R2* vas(III)-klorid-oldatot és 2,50 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot adunk hozzá. Az oldat sárgásbarna színű lesz, de csapadék nem képződik.

A mannit vas(III)-ionokkal vízdékony, stabilis kelátkomplexet képez, melyből nátrium-hidroxid hozzáadására nem képződik vörösbarna Fe(OH)<sub>3</sub> csapadék.

## METAMIZOLUM NATRICUM

### Metamizol-nátrium



*M<sub>r</sub>* 351,4

### Definíció

Nátrium-[[[(1,5-dimetil-3-oxo-2-fenil-2,3-dihidro-1*H*-pirazol-4-il)-*N*-metilamino]metánszulfonát]-monohidrát.

*Tartalom*: 99,0–100,5% (száritott anyagra).

### Sajátságok

Küllem: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

Oldékonyság: vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik, diklórmétánban gyakorlatilag nem oldódik.

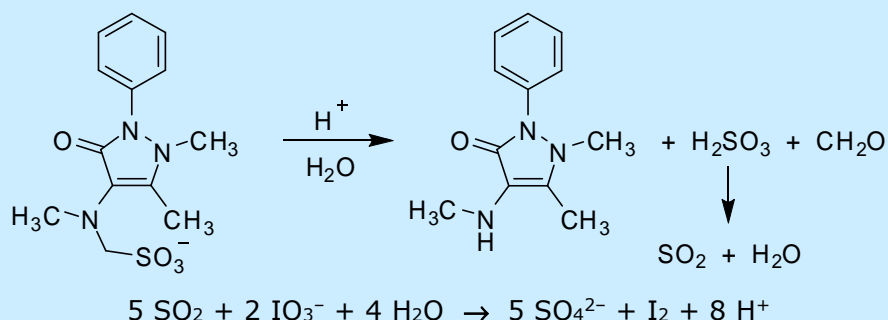
Nemkábító, hőcsökkentő fájdalomcsillapító.

### Azonosítás

- A. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- B. 50 mg anyagot 1 ml *R* tömény hidrogén-peroxid-oldatban oldunk. Kék színeződés keletkezik, amely gyorsan elhalványul, majd néhány percen belül intenzív pirossá változik.

- C. 0,10 g anyagot kémcsőbe mérünk, és néhány üvegyöngy jelenlétében 1,5 ml *R* vízben oldunk. Az oldathoz 1,5 ml *R* hígított sósavat elegyítünk és a kémcső nyílására olyan szűrőpapírt helyezünk, amelyet 20 mg *R* kálium-jodátnak 2 ml *R* keményítő-oldattal készített oldatával itattunk át. Az enyhe melegítéskor fejlődő kén-dioxid-gőzök a szűrőpapírt kékre színezik. Egy percig tartó, enyhe melegítés után a kémcső nyílásához olyan üvegbotot tartunk, amelyen *R* kromotropsav(dinátriumsó) *R* tömény kénsavas, 10 g/l töménységű oldatának egy cseppje függ. 10 percen belül a csepp kekesibolyára színeződik.

A metamizol-nátrium savas közegben 4-(metilamino)fenazonra, kénessavra és formaldehidre hidrolizál. A kénessavból keletkező kén-dioxid a jodátot jóddá redukálja, ami keményítővel kék színű komplexet képez.



A formaldehid kromotrópsavval ibolyaszínű dibenzoxantén-származékká alakul, melyet a kénsav színes, mezoméria-stabilizált dibenzoxanténium kationná oxidál (lásd *Formaldehydi solutio (35 per centum) A.* azonosítás magyarázata).

- D. A nátriumion a) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 0,5 ml-ét vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,0 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 40 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). A frissen készített oldat színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, I. módszer).

**Savasság, lúgosság.** 5 ml S oldatot 0,1 ml *R1* fenolftalein-oldattal elegyítünk. Az oldat színtelen legyen, de legfeljebb 0,1 ml 0,02 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól rózsaszínűre színeződjék.

A metamizol-nátrium vizes oldata gyengén savas kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 0,1%. Az anyag 0,150 g-ját *R* desztillált vízzel 15 ml-re oldva vizsgáljuk.

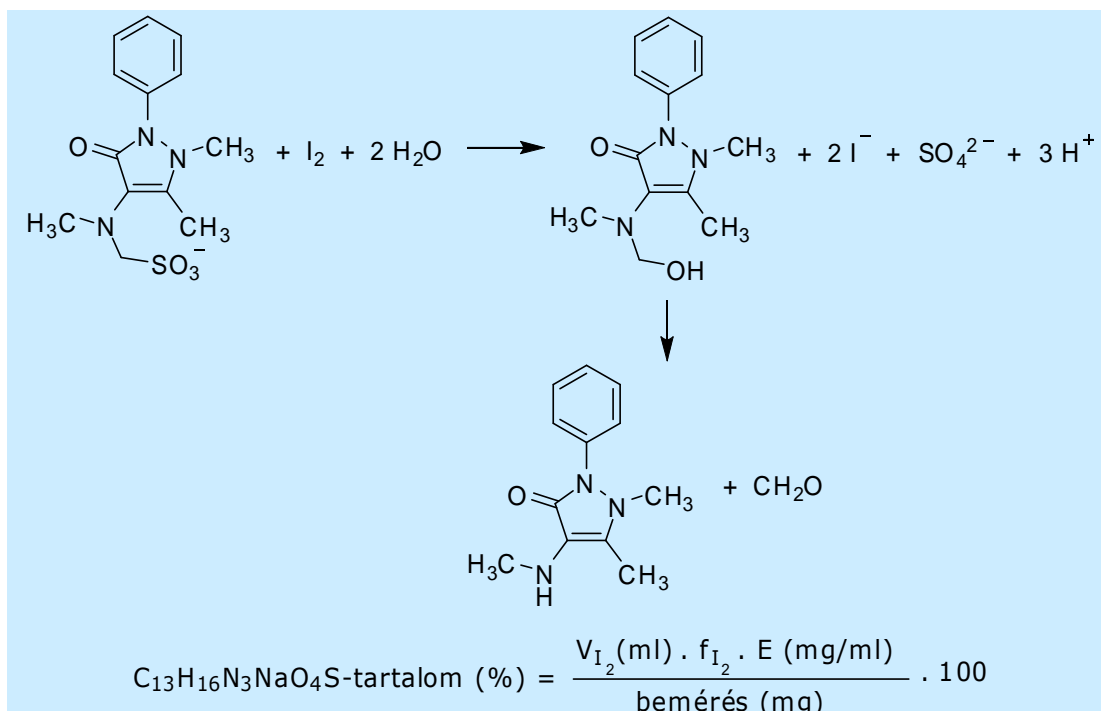
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az anyag 2,0 g-ját *R* vízzel 20 ml-re oldjuk. A frissen készített oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (2 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,200 g-ját 10 ml, jeges vízben lehűtött 0,01 M sósavban oldjuk. Az oldatot késedelem nélkül, cseppenként adagolt 0,05 M jód-mérőoldattal titráljuk. A keletkezett csapadékot minden mérőoldat-részlet hozzáadása előtt rázogatással feloldjuk. A végpont előtt 2 ml *R* keményítő-oldatot adunk az elegyhez, és addig titrálunk, míg a kék szín legalább 2 percen át megmarad. A titrálás folyamán az oldat hőmérséklete nem haladhatja meg a 10 °C-ot.

1 ml 0,05 M jód-mérőoldattal 16,67 mg C<sub>13</sub>H<sub>16</sub>N<sub>3</sub>NaO<sub>4</sub>S egyenértékű.

A jód közvetlenül a metamizol-nátrium szulfonát csoportját oxidálja. Az alacsony hőmérséklet a metamizol-nátrium oxidáció előtti hidrolízisének visszaszorítására szolgál.



### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag hevítve megolvad, megbarnul és jellemző szagú füstöt áraszt. Tartósan hevítve maradéka a lángot sárgára festi.

A nátriumion sárga lángfestése érzékeny kimutatási módszer.

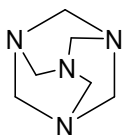
2. Lásd *Metamizolum natricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

3. Az S oldat 1,0 ml-es részlete 4,0 ml *R* vízzel és 1,0 ml *R* tömény salétromsavval elegyítve, átmenetileg kékre színeződik.

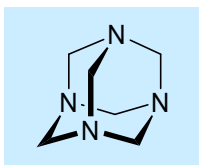
4. Lásd *Metamizolum natricum* cikkely **B.** azonosítás.

## METHENAMINUM

### Meténamin



$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$



$M_r$  140,2

### Definíció

1,3,5,7-Tetraazatriciklo[3.3.1.1<sup>3,7</sup>]dekan. *Tartalom*: 99,0–100,5% (száritott anyagra).

### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

*Oldékonyság*: vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) és diklórmetánban oldódik.



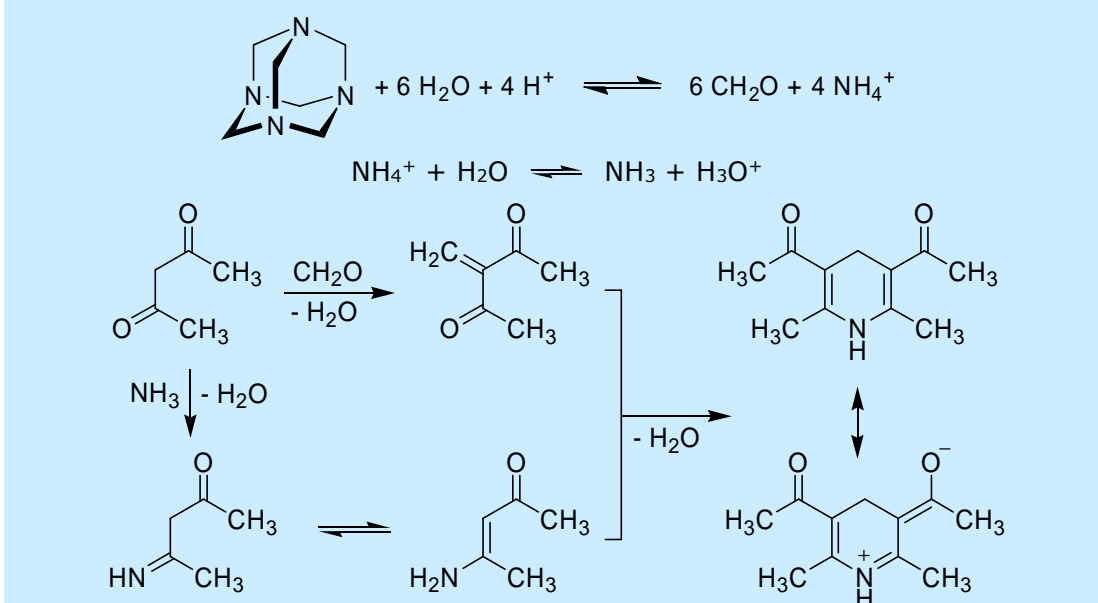
Húgyúti fertőzések kezelésére használják. A gyógyszeranalitikában pufferoldatok készítésére alkalmazzák.

### Azonosítás

**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** 1 ml S oldatot (lásd Vizsgálatok) 1 ml *R tömény kénsav*val elegyítünk és az elegyet azonnal forrásig melegítjük, majd hagyjuk lehűlni. Az oldat 1 ml-ét 4 ml *R vízzel* és 5 ml *R1 acetilaceton-reagens*sel vízfürdőn 5 percig melegítjük. Az oldat intenzív sárga színű lesz.

Savas oldatban a meténamin formaldehidre és ammónium-ionokra hidrolizál. A formaldehid és az ammónium-ionokból képződő ammónia acetilacetonos kondenzációs termékeinek összekapcsolódásával sárga színű 3,5-diacetil-2,6-dimetil-1,4-dihidropiridin keletkezik.

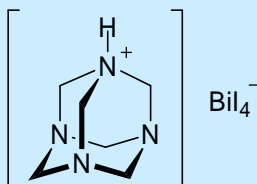


**C.** 1 ml S oldatot 1 ml *R hígított kénsav*val elegyítünk és az elegyet azonnal forrásig melegítjük. Az oldattal az ammóniumsók és illékony bázisok sói azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

A meténamin savas hidrolízise során formaldehid és ammónium-ionok keletkeznek (lásd *Methenaminum* cikkely **B.** azonosítás magyarázata).

**D.** 10 mg anyag 5 ml *R vízzel* készült oldatát *R hígított sósav*val megsavanyítva, 1 ml *R kálium-[tetrajodo-bizmutát(III)]-oldattal* reagáltatjuk. Azonnal narancsszínű csapadék válik le.

A bázisos tercier nitrogént tartalmazó vegyületek, így a meténamin is, savas oldatban kálium-[tetrajodo-bizmutát(III)]-tal (**DRAGENDORFF-reagens**) vízben rosszul oldódó, narancsszínű [tetrajodo-bizmutát(III)]-sót képeznek.



### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készült *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** 5 ml S oldathoz 0,1 ml *R fenolftalein*-oldatot elegyítünk. Legfeljebb 0,2 ml 0,1 M sósav-mérőoldat vagy 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldat hozzáadására az indikátor színének meg kell változnia.

A meténamin vizes oldata gyengén lúgos kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros). Ha az indikátor hozzáadása után rózsaszínű oldatot kapunk, sósav-mérőoldatot, ha színtelen, akkor pedig nátrium-hidroxid-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához.

**Szabad formaldehid:** legfeljebb 50 ppm. 0,8 g anyagot *R* vízzel 8 ml-re oldunk. A 2 ml *R ammóniás ezüst-nitrát*-oldat hozzáadására az oldatban kifejlődő szürke szín 5 perc múltán nem lehet erősebb, mint azé az összehasonlító oldaté, amelyet egyidejűleg, azonos módon, 8 ml frissen készített *R formaldehid-mértékoldat* (5 ppm CH<sub>2</sub>O) és 2 ml *R ammóniás ezüst-nitrát*-oldat elegyítésével készítettünk.

Az ammóniás ezüst-nitrát-oldat diammin-ezüst-komplexet tartalmaz, melyet a formaldehid fémezüstté redukál.



**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálatához 5 ml S oldatot *R* vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 100 ppm. Az S oldat 15 ml-ét vizsgáljuk.

**Ammónium** (2.4.1): legfeljebb 50 ppm. 2 ml frissen készített S oldatot *R* vízzel 13 ml-re hígítunk. A vizsgálatához az oldatot 2 ml *R hígított nátrium-hidroxid*-oldattal elegyítjük.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (2 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

#### Tájékoztató vizsgálat

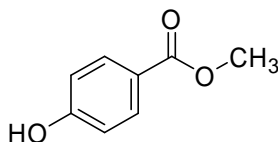
- 1,00 g anyagot 20,0 ml *R* vízben oldunk, majd az oldat 2,0 ml-es részletét 1,0 ml *R hígított sósavval* elegyítjük. A felforralt oldat formaldehidszagú. Ezután az oldatot 3,0 ml *R hígított nátrium-hidroxid*-oldattal ismét felforraltjuk. Ammóniaszag érezhető, és a kémcső fölé tartott *R piros lakmuspapír* megkékül.

Savas oldatban a meténamin formaldehidre és ammónium-ionokra hidrolizál (lásd *Methenaminum* cikkely „Azonosítás” B. pont magyarázata). Az átlúgosított oldatból ammónia szabadul fel.



## METHYLIS PARAHYDROXYBENZOAS

### Metil-parahidroxibenzoát



C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>

*M<sub>r</sub>* 152,1

#### Definíció

Metil-4-hidroxibenzoát. *Tartalom:* 98,0–102,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

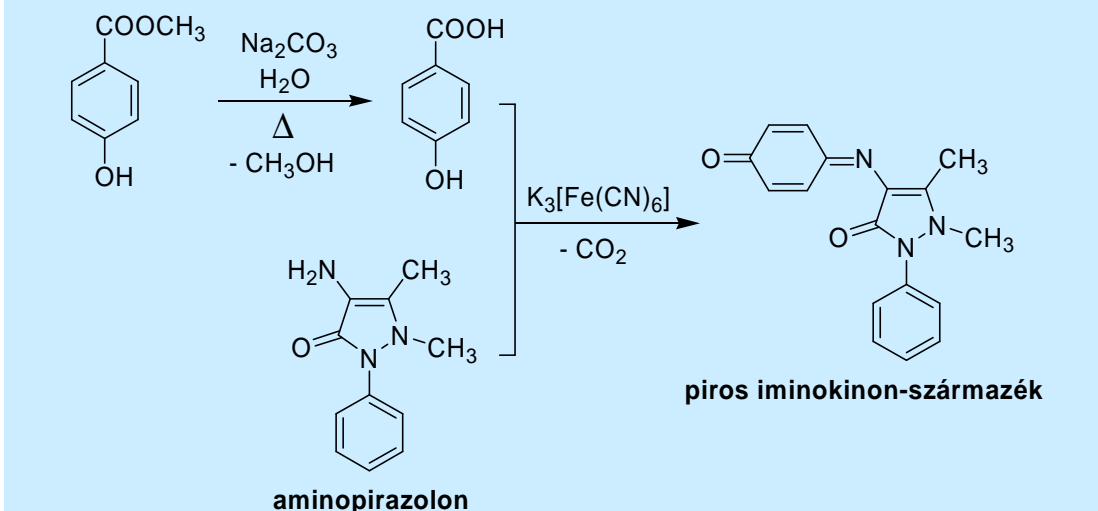
**Oldékonyság:** vízben alig oldódik; alkoholban és metanolban bőségesen oldódik.

Mikrobiológiai tartósítószer.

### Azonosítás

- A.** Olvadáspont (2.2.14): 125–128 °C.  
**B.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.  
**C.** Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.  
**D.** Egy kémcsőbe kb. 10 mg anyagot mérünk és 1 ml *R* nátrium-karbonát-oldat hozzáadása után az elegyet 30 másodpercig forraljuk, majd lehűtjük (A-oldat). Egy másik kémcsőben újabb 10 mg anyaghoz 1 ml *R* nátrium-karbonát-oldatot adunk; az anyag részben oldódik (B-oldat). Az A-oldathoz és a B-oldathoz egyidejűleg 5–5 ml *R* aminopirazon-oldatot, majd 1–1 ml *R* kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-oldatot elegyítünk. A B-oldat sárga vagy narancsosbarna színű lesz. Az A-oldat színe narancsszínűtől pirosig terjedhet; e szín intenzitása erősebb legyen, mint a B-oldatban képződő hasonló színeződésé.

A metil-parahidroxibenzoát nátrium-karbonát-oldattal melegítve *p*-hidroxibenzoesavvá hidrolizál (A-oldat), mely oxidálószer (kálium-[hexaciano-ferrát(III)]) jelenlétében, aminopirazonnal dekarboxileződés közben piros *para*-iminokinin-származékká alakul (**EMERSON**-reakció). A B-oldatban a metil-parahidroxibenzoát észtercsoportja melegítés nélkül csak kismértékben hidrolizál, ezért aminopirazonnal nem képződik iminokinin-származék. Az **EMERSON**-reakció a 4-helyzetben szubsztituátlan fenolok kimutatására alkalmas.



### Vizsgálatok

**S oldat.** 1,0 g anyagot *R* alkohollal 10 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

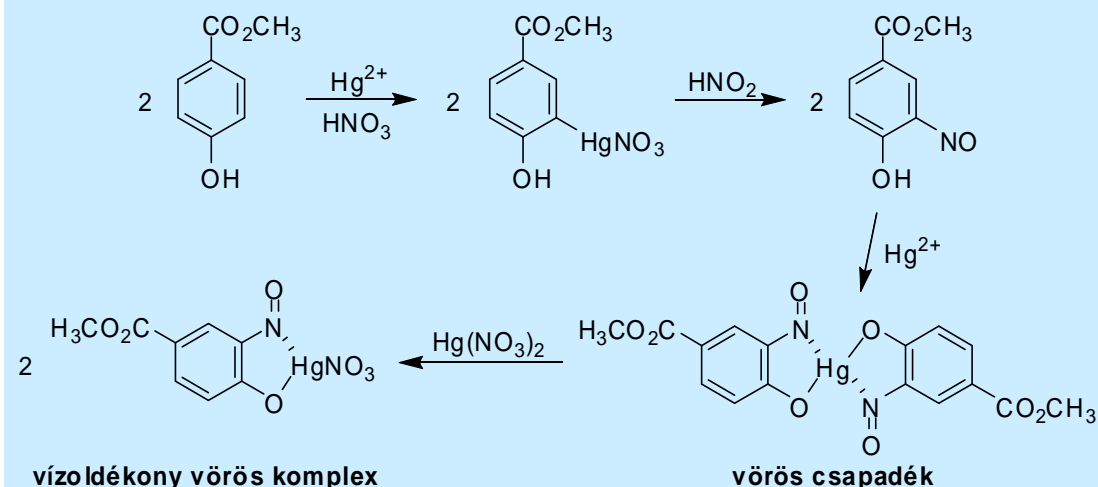
**Savasság.** 2 ml S oldathoz 3 ml *R* alkoholt, 5 ml *R* szén-dioxid-mentes vizet és 0,1 ml *R* brómkrezolzöld-oldatot elegyítünk. Legfeljebb 0,1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldat hozzáadására az indikátor színének kékre kell változnia.

A metil-parahidroxibenzoát vizes-alkoholos oldata gyengén savas kémhatású. A brómkrezolzöld indikátor színváltozásának pH-tartománya: 3,6 (sárga) – 5,2 (kék).

### Tájékoztató vizsgálat

- Lásd *Methylis parahydroxybenzoas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
- Kb. 20 mg anyagra néhány csepp *R* higany-nitrát-oldatot cseppentünk. A felmelegített keverék sötétvörösre színeződik.

A higany salétromsavas oldásával nyert R-higany-nitrát-oldat higany(I)- és higany(II)-nitrát salétromossav tartalmú, salétromsavas oldata (**MILLON**-reagens). A reagenssel a metil-parahidroxibenzoát merkurálódik, majd *o*-nitrozofenol-származékká alakul, mely higany(II)-ionokkal vörös komplexet képez.

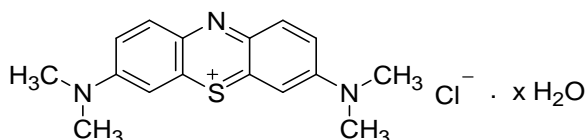


3. Kb. 20 mg anyagot forrásban tartott vízfürdőbe merített száraz kémcsőben melegítünk. A kristálykák nem olvadnak meg (megkülönböztetés a propil-parahidroxibenzoáttól).

A propil-parahidroxibenzoát (op: 96–99 °C) a forrásban levő vízben megolvad, a metil-parahidroxibenzoát (op: 125–128 °C) viszont nem.

## METHYLTHIONINI CHLORIDUM

### Metiltioninium-klorid



$\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$

$M_r$  319,9 (vízmentes anyag)

#### Definíció

[3,7-bisz(Dimetilamino)fenotiazin-5-ium]-klorid (metilénkék).

Tartalom: 95,0–101,0 % (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* Sötétkék, rézfényű kristályos por vagy bronzfényű zöld kristályok.

*Oldékonyság:* Vízben oldódik; etanolban (96%) kevésbé oldódik.

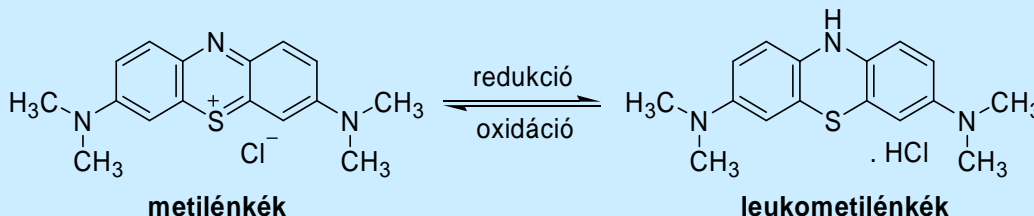
Fertőtlenítő hatású festék, melyet methemoglobinémia kezelésére (pl. nitritmérgezés esetén) és testszövetek diagnosztikus célú megfestésére is alkalmaznak.

#### Azonosítás

- A. Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- B. Vékonyréteg-kromatográfiai vizsgálat.

- C. Kb. 1 mg anyagot 10 ml *R* vízben oldunk. Az oldathoz 1 ml *R* tömény ecetsavat és 0,1 g *R* cinkport adunk, majd a folyadékot forrásig melegítjük. Az oldat elszíntelenedik. A keveréket megsűrjük, majd a szüredéket rázogatjuk. Levegővel érintkezve az oldat megkékül.

A metiltioninium-klorid hidrogénnel színtelen leukovegyületté redukálódik, levegőn viszont a leukoszarmazék fokozatosan visszaoxidálódik metilénkékké.



- D. 50 mg anyagot 0,5 g *R* vízmentes nátrium-karbonáttal izzítunk. Lehűtés után a maradékot 10 ml *R* hígított salétromsavban oldjuk, majd a folyadékot megsűrjük. A szüredékkel - további *R* hígított salétromsav adagolása nélkül - a kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

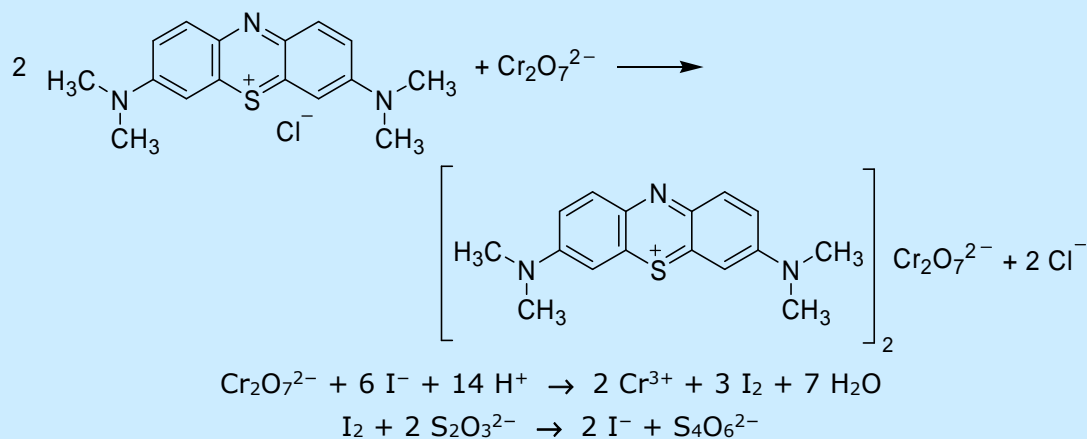
A nátrium-karbonátos izzítás során a metiltioninium-klorid kloridtartalmából nátrium-klorid keletkezik.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,300 g-ját 30 ml *R* vízben melegítés közben oldjuk. Az oldatot lehűtjük, majd 50,0 ml *R*1 kálium-dikromát-oldatot elegyítünk hozzá és *R* vízzel 100,0 ml-re hígítjuk. 10 perc állás után a keveréket megsűrjük, a szüredék első 20 ml-ét elöntjük. A szüredék 50,0 ml-éhez csiszolatos üveglombikban 50 ml *R* hígított kénsavat és 8,0 ml *R* kálium-jodid-oldatot elegyítünk. Fénytől védett helyen 5 percig állni hagyjuk, majd az oldathoz 80 ml *R* vizet adunk. A kapott oldatot, 2 ml *R* keményítő oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 *M* nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk; az indikátort a titrálás végéhez közeledve adjuk az oldathoz. Üres kísérletet is végzünk.

1 ml 0,1 *M* nátrium-tioszulfát-mérőoldattal 10,66 mg  $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$  egyenértékű.

A metiltioninium-klorid dikromáttal barnászavóros metiltioninium-dikromát csapadékot képez, melyet kiszűrünk, majd a dikromát feleslegét jodometriásan mérjük.

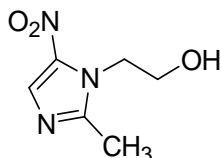


$$\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} (\%) = \frac{[V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}(\text{ml}) - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}(\text{ml})] \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E (\text{mg/ml}) \cdot V_T}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_P} \cdot 100$$

ahol  $V_T$  a törzsoldat (100,0 ml),  $V_P$  pedig a kipipettázott alikvot (50,0 ml) térfogata.

## METRONIDAZOLUM

### Metronidazol



*Mr* 171,2

#### Definíció

2-(2-Metil-5-nitro-1*H*-imidazol-1-il)etanol. *Tartalom*: 99,0–101,0% (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy sárgás színű, kristályos por.

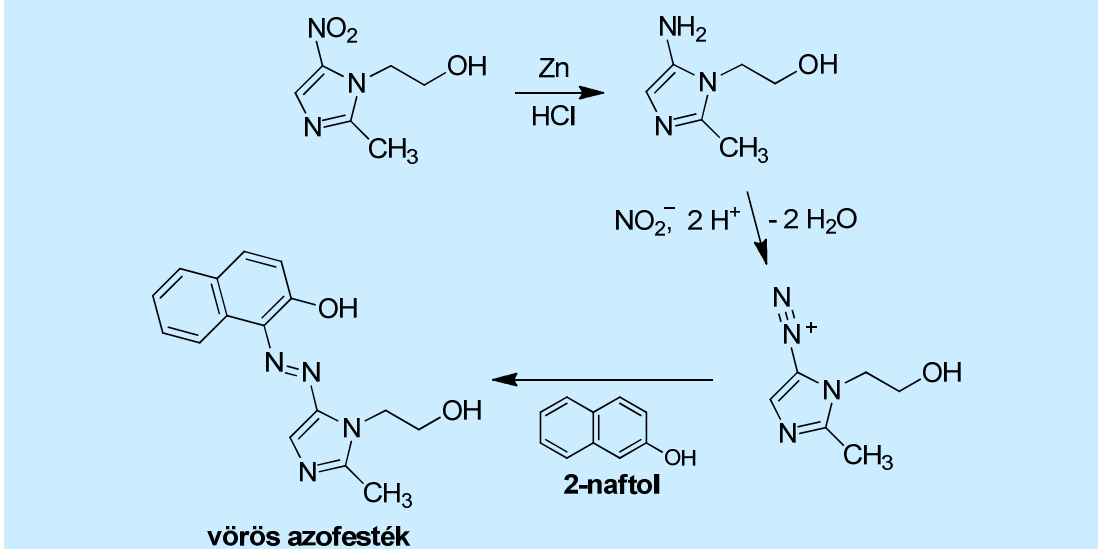
*Oldékonyság*: vízben, acetonban, alkoholban és diklórmétánban kevésbé oldódik.

Protozoonok és anaerob baktériumok ellen használt kemoterapeutikum.

#### Azonosítás

- A. Olvadáspont (2.2.14): 159–163 °C.
- B. Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- D. Kb. 10 mg anyaghoz kb. 10 mg *R cinkport*, 1 ml *R vizet* és 0,25 ml *R hígított sósavat* adunk. A keveréket vízfürdőn 5 percig melegítjük, majd lehűtjük. Az oldattal az aromás primer aminok azonosságai reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

A metronidazol nitrocsoportja cink-sósavval primer aminocsoporttá redukálódik, melyet azo-festék-képzési reakcióval mutatunk ki.

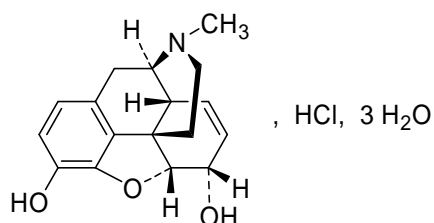


#### Tájékoztató vizsgálat

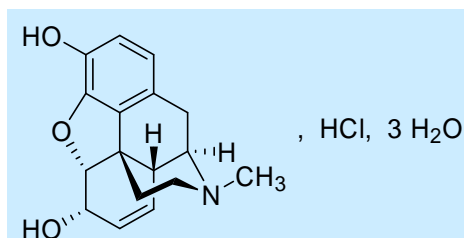
1. Lásd *Metronidazolom* cikkely D. azonosítás.

## MORPHINI HYDROCHLORIDUM

### Morfin-hidroklorid



$C_{17}H_{20}ClNO_3 \cdot 3 H_2O$



$M_r$  375,8

#### Definíció

[17-Metil-7,8-didehidro-4,5 $\alpha$ -epoximorfinán-3,6 $\alpha$ -diol]-hidroklorid-trihidrát.

Tartalom: 98,0–102,0% (vízmentes anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve színtelen, selyemfényű tűk vagy kocka alakú részecskék; száraz levegőn elmállik.

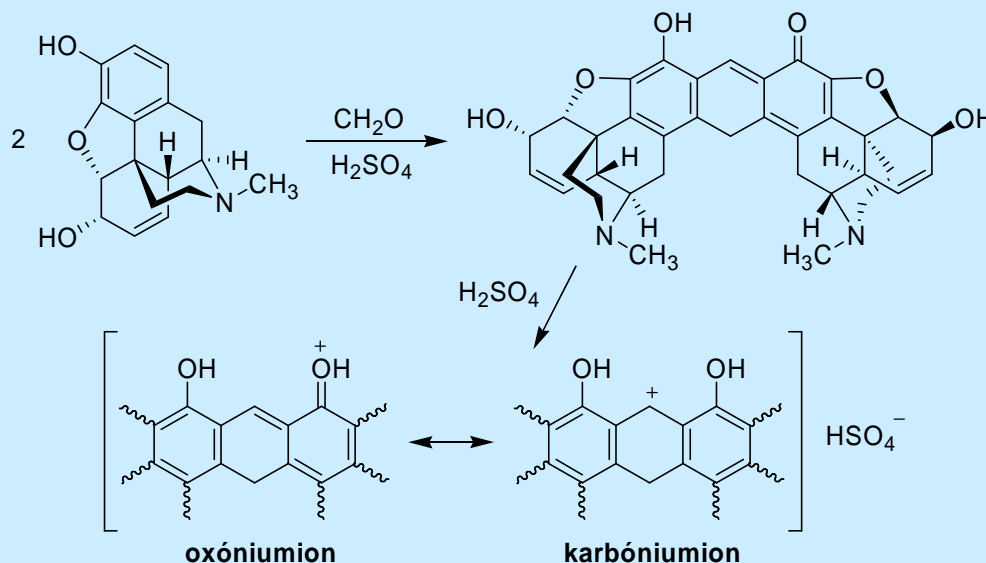
*Oldékonyság:* vízben oldódik; etanolban (96%) kevésbé oldódik; toluolban gyakorlatilag nem oldódik.

Kábító fájdalomcsillapító.

#### Azonosítás

- Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- Porcelántálba mért kb. 1 mg porított anyaghoz 0,5 ml *R kénsav-formaldehid-reagenst* adunk. Bíbor színeződés keletkezik, mely ibolyaszínűre változik.

Tömény kénsavban két morfin és két formaldehid kondenzációjával dinaftoantracén-származék keletkezik, mely kénsavval mezóméria-stabilizált, ibolyaszínű oxónium-karbóniumiont képez (**MARQUIS**-reakció). A reakció a morfin és a kodein megkülönböztetésére is alkalmas, mivel a kodein esetén a reakcióelegy azonnal sötét ibolyaszínűvé válik.



- D. Az alkaloidok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- E. A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 0,500 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 25,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az S<sub>6</sub> vagy a BS<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Morphini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Morphini hydrochloridum* cikkely **C.** azonosítás.
3. Lásd *Morphini hydrochloridum* cikkely **D.** azonosítás.
4. 10 mg anyagot 5,0 ml, kevés *R* hígított salétromsavval megsavanyított vízben oldunk. Néhány csepp *R*1 ezüst-nitrát-oldattól fehér csapadék válik le.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

## NATRII ACETAS TRIHYDRICUS

### Nátrium-acetát-trihidrát



*M*, 136,1

### Definíció

Nátrium-etanoát-trihidrát. *Tartalom:* 99,0–101,0% (száritott anyagra).

### Sajátságok

*Küllem:* színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

Infúziók, dializáló oldatok pufferelésére alkalmazzák. Analitikai reagens.

### Azonosítás

- A.** Az acetátion b) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. 1 ml S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgálunk.
- B.** A nátrium a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. 1 ml S oldatot vizsgálunk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R* desztillált vízből készített *R* szén-dioxid-mentes vízzel 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 7,5–9,0. 5 ml S oldatot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 10 ml-re hígítunk.



**Redukáló anyagok.** 5,0 g anyagot 50 ml *R* vízben oldunk. Az oldathoz 5 ml *R* hígított kénsavat és 0,5 ml 0,002 M kálium-permanganát-mérőoldatot elegyítünk. A rózsaszínű oldat legalább 1 órán át nem színtelenedhet el. Üres vizsgálatot is végzünk, az üres oldatot ugyanilyen módon, de a vizsgálandó anyag nélkül készítve.

Redukáló szennyezések savas közegben mangán(II)-ionokká redukálják a permanganátot és az oldat elszíntelenedik.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. 2,5 ml S oldatot *R* vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 200 ppm. 7,5 ml S oldatot *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 2 ppm. 0,5 g anyagot vizsgálunk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

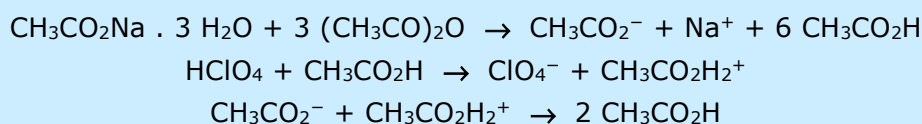
**Vas** (2.4.9): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 10 ml-ét vizsgáljuk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,250 g-ját 50 ml *R* vízmentes ecetsavban oldjuk, 5 ml *R* ecetsavanhidridet elegyítünk az oldathoz, majd 30 percig állni hagyjuk. Az oldatot, 0,3 ml *R* naftolbenzein-oldatot használva indikátorként, 0,1 M perklórsav-mérőoldattal a zöld szín eléréséig titráljuk.

1 ml 0,1 M perklórsav-mérőoldattal 8,20 mg  $C_2H_3NaO_2$  egyenértékű.

A nátrium-acetátot nemvizes közegben, perklórsavval titráljuk. A zavaró kristályvíz-tartalmat ecetsavanhidriddel ecetsavvá alakítjuk.



$$C_2H_3NaO_2\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{HClO_4}(\text{ml}) \cdot f_{HClO_4} \cdot E(\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

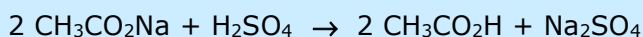
### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Natrii acetat trihydricus* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Hevítve kristályvizében megolvad, majd elszéneseedik. Kiiizítva fehér maradékot hagy hátra, mely *R* hígított sósavval lecseppentve pezseg és a lángot élénksárgára festi.

A nátriumion sárga lángfestése jellemző és érzékeny kimutatási módszer.

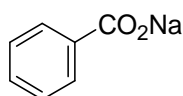
3. 0,10 g anyagot 1,0 ml *R* tömény kénsavval óvatosan melegítünk. Ecetsavszag érezhető.

Az erősebb és kevésbé illékony kénsav a nátrium-acetátból illékony ecetsavat szabadít fel.



## NATRII BENZOAS

### Nátrium-benzoát



$C_7H_5NaO_2$

$M_r$  144,1

**Definíció**

Nátrium-benzolkarboxilát. *Tartalom:* 99,0–100,5% (szárított anyagra).

**Sajátságok**

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos vagy szemcsés por illetve lemezek. Enyhén nedvszívó.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (90 % V/V) mérsékelten oldódik.

Élelmiszerek és gyógyszerek tartósítására használják.

**Azonosítás**

**A.** A benzoáion *b)* és *c)* pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

**B.** A nátriumion *a)* pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**Vizsgálatok**

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R szén-dioxid-mentes* vízzel 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az S<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** 10 ml S oldatot 10 ml *R szén-dioxid-mentes* vízzel és 0,2 ml *R fenolftalein-oldattal* elegyítünk. Legfeljebb 0,2 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól vagy 0,1 M sósav-mérőoldattól az oldat színének meg kell változnia.

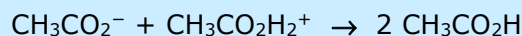
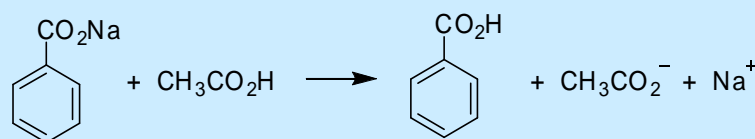
A nátrium-benzoát vizes oldata enyhén lúgos kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros). Ha az indikátor hozzáadása után rózsaszínű oldatot kapunk, sósav-mérőoldatot, ha színtelent, akkor pedig nátrium-hidroxid-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához.

**Tartalmi meghatározás**

Az anyag 0,250 g-ját 20 ml *R vízmentes ecetsavban*, szükség esetén 50 °C-ra melegítve, oldjuk. Az oldatot lehűtés után, 0,05 ml *R naftolbenzein-oldatot* alkalmazva indikátorként, 0,1 M perklórsav-mérőoldattal zöld színig titráljuk.

1 ml 0,1 M perklórsav-mérőoldattal 14,41 mg C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>2</sub> egyenértékű.

A nátrium-benzoátot nemvizes közegben, perklórsavval titráljuk.



$$\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_2\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{HClO}_4}(\text{ml}) \cdot f_{\text{HClO}_4} \cdot E(\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Natrii benzoas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Hevítve megbarnul, megolvad, fokozatosan elszenesedik, miközben benzolszag érezhető, és meggyulladva kormozó lánggal ég. A felpuffadt maradék izzítás után szürkésfehérré válik, s a lángot tartósan sárgára festi.

Az izzítási maradék lángfestése a nátriumionra jellemző.

3. 0,10 g anyagot 2,0 ml *R* vízben oldunk. 5 csepp oldatot 2,0 ml *R* vízzel hígítunk, majd 5–10 csepp *R2* vas(III)-klorid-oldattal elegyítünk. Hűsszínű csapadék keletkezik, amely *R* hígított sósavban oldódik.

Vízben rosszul oldódó, dihidroxo-hexabenzóáto-triferri(III)-monobenzoát komplex keletkezik (lásd benzoátok általános azonossági vizsgálata). Sav hatására a komplex elbomlik.

## NATRII BROMIDUM

### Nátrium-bromid

NaBr

*M<sub>r</sub>* 102,9

#### Definíció

*Tartalom:* 98,5–101,0% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, szemcsés por vagy apró, színtelen, átlátszó vagy áttetsző kristályok; kissé nedvszívó.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

Nyugtató (szedatív) és görcsgátló (antikonvulzív) hatású vegyület.

#### Azonosítás

- A.** A bromidion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.
- B.** A nátriumion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 100,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-ét 0,1 ml *R1* brómtimolkék-oldattal elegyítjük. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 *M* sósav-mérőoldattól vagy 0,01 *M* nátrium-hidroxid-mérőoldattól az indikátor színének meg kell változnia.

A nátrium-bromid oldata semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Bromát.** Az S oldat 10 ml-ét 1 ml *R* keményítő-oldattal, *R* kálium-jodid 100g/l töménységű oldatának 0,1 ml-ével és 0,25 ml 0,5 *M* kénsavval elegyítjük, majd az oldatot fénytől védett helyen, 5 percig állni hagyjuk. Nem keletkezik kék vagy ibolyaszínű színeződés.

Bromátszennyezés esetén bróm képződik, ami a jodidot jóddá oxidálja (lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Bromát” vizsgálat magyarázata). A jód keményítővel kék komplexet képez.

**Jodid.** Az S oldat 5 ml-ét 0,15 ml *R1* vas(III)-klorid-oldattal és 2 ml *R* diklórmetánnal összerázzuk, majd a rétegeket hagyjuk szétválni. Az alsó réteg színtelen legyen (2.2.2, I. módszer).

A vas(III)-ionok a jodidot jóddá oxidálják, amely diklórmetánban lila színnel oldódik (lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Jodid” vizsgálat magyarázata).

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálatokhoz az S oldat 5 ml-ét *R* vízzel 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek (2.4.8/A):** legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom–mértékoldattal* (1 ppm  $Pb^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Hevítve a lángot tartósan élénksárga színűre festi.

A nátrium intenzív sárga lángfestése ( $\lambda = 589$  nm) jellemző és érzékeny kimutatási módszer.

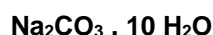
2. Lásd *Natrii bromidum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

3. Az S oldat 1,0 ml-es részletét 4–5 csepp *R hígított sósavval* és 2,0 ml *R kloroformmal* elegyítjük. A folyadékot *R klóramin* 50 g/l-es oldatának néhány cseppjével erősen összerázzuk. Az elkülönülő kloroform sárga színű. Növelve a klóramin–oldat mennyiségét, erős összerázás után az elkülönülő kloroform narancsvörös színű lesz.

A klóraminból (tozilklóramid-nátrium) savas közegben, kloridionokkal klór képződik, amely a bromidot brómmá oxidálja. A bróm kloroformban narancsvörös–barna színnel oldódik (lásd *Ammonii bromidum* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 2. pont magyarázata).

## NATRII CARBONAS DECAHYDRICUS

### Nátrium-karbonát-dekahidrát



*M*: 286,1

#### Definíció

*Tartalom*: 36,7–40,0%.

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér kristályos por vagy színtelen, átlátszó kristályok; elmállásra hajlamos.

*Oldékonyság*: vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Analitikai reagensként használatos. Erős lúgossága miatt nyálkahártya-, ill. bőrirritáló hatású.

#### Azonosítás

**A.** 1 g anyagot *R vízzel* 10 ml-re oldunk. Az oldat erősen lúgos kémhatású (2.2.4).

**B.** A karbonátion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az „Azonosítás” **A** pontja szerint készített oldatot vizsgáljuk.

**C.** A nátriumion *a)* pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az „Azonosítás” **A** pontja szerint készített oldatot vizsgáljuk.

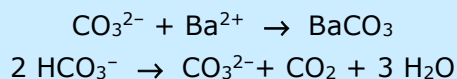
#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5 ml *R tömény sósav* és 25 ml *R desztillált víz* elegyében 5,0 g anyagot részletekben oldunk. Az oldatot forrásig melegítjük, majd lehűtjük. Ezután *R hígított nátrium-hidroxid–oldattal* semlegesítjük, és *R desztillált vízzel* 50 ml-re hígítjuk.

**Az oldat külleme.** Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az  $S_6$  szín–mértékoldaté (2.2.2, *I. módszer*). 4,0 g anyagot 10 ml *R vízben* oldunk.

**Alkáli-hidroxidok és hidrogén-karbonátok.** 1,0 g anyagot 20 ml *R vízben* oldunk. Az oldathoz 20 ml *R1 bárium-klorid–oldatot* elegyítünk, majd a csapadékos folyadékot megsűrjük. A szüredék 10 ml-es részletéhez 0,1 ml *R fenolftalein–oldatot* adunk. Az oldat nem színeződhet pirosra. A szüredék maradékát 2 percig forrásig melegítjük. Az oldatnak tisztának kell maradnia (2.2.1).

A nátrium-karbonát oldatából báriumionokkal bárium-karbonát csapadék válik le, amit szűrés-sel eltávolítunk, így a szüredék – a nátrium-karbonát vízdékony szennyezéseit is tartalmazó, bárium/nátrium-klorid-oldat – esetleges lúgos kémhatását a szennyező alkáli-hidroxidok és hidrogén-karbonátok okozzák. A hidrogén-karbonát melegítve – szén-dioxid veszteséssel – báriumionokkal csapadékot adó karbonáttá bomlik.



**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 50 ppm. 1,0 g anyagot *R* vízben oldunk, Az oldatot 4 ml *R* hígított salétromsavval elegyítjük, majd *R* vízzel 15 ml-re hígítjuk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz az S oldatot használjuk.

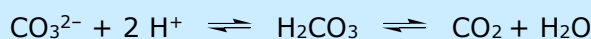
**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 2 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét használjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (2 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálat

- 1 g anyagot 20,0 ml *R* vízben oldunk. Az oldat 2,0 ml-es részletéhez *R* hígított sósavat csepegtetve, erős pezsgés közben szagtalan gáz fejlődik.

Karbonátokból sav hatására szén-dioxid képződik.



2. Az oldat másik 2,0 ml-es részletéhez 2,0 ml *R* vizet és 1,0 ml *R* magnézium-szulfát 123 g/l-es oldatát elegyítjük. Fehér csapadék keletkezik.

A reakcióban bázisos magnézium-karbonát csapadék keletkezik (lásd *Kalii carbonas* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 3. pont magyarázata).

## NATRII CHLORIDUM

### Nátrium-klorid

NaCl

*M*: 58,44

#### Definíció

*Tartalom*: 99,0–100,5% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok, illetve fehér vagy csaknem fehér gyöngyök.

*Oldékonyság*: vízben bőségesen oldódik; vízmentes etanolban gyakorlatilag nem oldódik.

A szervezet só-víz háztartásában játszik alapvető szerepet. 0,9 %-os oldata a vérrel izotóniás (fiziológiás sóoldat).

#### Azonosítás

- A kloridion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.
- A nátriumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

**Vizsgálatok**

A gyöngyök formájában forgalmazott anyagot vizsgálat előtt porítani kell.

**S oldat.** 20,0 g anyagot *R* desztillált vízből készített *R* szén-dioxid-mentes vízzel 100,0 ml-re oldunk.

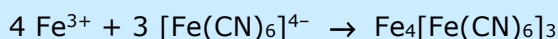
**Az oldat külleme.** Az *S* oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az *S* oldat 20 ml-éhez 0,1 ml *R1* brómtimolkék-oldatot elegyítünk. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 *M* sósav-mérőoldattól vagy 0,01 *M* nátrium-hidroxid-mérőoldattól az indikátor színének meg kell változnia.

A nátrium-klorid oldata semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Vas(II)-cianid.** 2,0 g anyagot 6 ml *R* vízben oldunk. Az oldathoz 0,5 ml reagenst adunk. (A reagens készítése: *R* ammónium-vas(III)-szulfát – *R* tömény kénsav 2,5 g/l-es oldatával készített – 10 g/l-es oldatának 5 ml-ét és *R* vas(II)-szulfát 10 g/l-es oldatának 95 ml-ét elegyítjük.) Az oldat 10 percen belül nem színeződhet kékre.

Cianidionok jelenlétében hexaciano-ferrát(II) képződik, mely vas(III)-ionokkal kék csapadékot képez (berlini-kék reakció).



**Jodid.** 5 g anyagot átnedvesítünk, cseppenként adagolva hozzá a következő összetételű, frissen készített elegyet: 0,15 ml *R* nátrium-nitrit-oldat, 2 ml 0,5 *M* kénsav, 25 ml *R* jodidmentes keményítő-oldat és 25 ml *R* víz. Az anyag 5 perc múlva, nappali fényen vizsgálva, nem színeződhet kékre.

A nitrit a jodiszennyezést jóddá oxidálja, mely keményítővel kék komplexet képez (lásd *Kalii chloridum* cikkely „Jodid” vizsgálat magyarázata).

**Foszfát** (2.4.11): legfeljebb 25 ppm. A vizsgálatához az *S* oldat 2 ml-ét *R* vízzel 100 ml-re hígítjuk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 200 ppm. Az *S* oldat 7,5 ml-ét *R* desztillált vízzel 30 ml-re hígítjuk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 1 ppm. Az *S* oldat 5 ml-ét vizsgáljuk.

**Bárium.** Az *S* oldat 5 ml-éhez 5 ml *R* desztillált vizet és 2 ml *R* hígított kénsavat elegyítünk. 2 óra elteltével az oldat opálossága nem lehet erősebb, mint az 5 ml *S* oldatból és 7 ml *R* desztillált vízből készült elegy.

Báriumszennyezés esetén fehér bárium-szulfát csapadék képződik.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 2 ppm. Az *S* oldat 10 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot 4 ml *R* vas-mértékoldat (1 ppm  $\text{Fe}^{3+}$ ) és 6 ml *R* víz elegyével készítjük.

**Magnézium és alkáliföldfémek** (2.4.7): legfeljebb 100 ppm,  $\text{Ca}^{2+}$ -ban kifejezve, és 10,0 g anyagot vizsgálva. 0,150 g *R* eriokrómfekete-*T*-porhígítást alkalmazunk. Legfeljebb 2,5 ml 0,01 *M* nátrium-edetát-mérőoldat fogyhat.

**Nehézfémetek** (2.4.8/A): legfeljebb 5 ppm. Az *S* oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

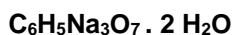
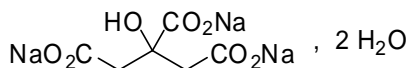
**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Natrii chloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Hevítve pattogzik, a lángot élénksárgára festi. Huzamosabb erős hevítésre megolvad.
3. Az *S* oldat 1,0 ml-es részletéhez pár csepp *R* hígított salétromsavat és 2,0 ml *R1* ezüst-nitrát-oldatot elegyítve túrós, fehér csapadék keletkezik, amely *R2* hígított ammónia-oldat feleslegében oldódik.

A leváló ezüst-klorid csapadék ammónia-oldatban diammin-ezüst-komplex képződésével oldódik.

## NATRII CITRAS

### Nátrium-citrát



*M*: 294,1

#### Definíció

Trinátrium-(2-hidroxi-propán-1,2,3-trikarboxilát). *Tartalom*: 99,0–101,0% (vízmentes anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér, vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve fehér, vagy csaknem fehér, szemcsés kristályok; nedves levegőn kis mértékben elfolyósodhat.

*Oldékonyság*: vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Citromsavval együtt infúziók, dializáló oldatok, valamint a vizelet pH-jának beállítására (urát vesekövek oldása) alkalmazzák. Kalciumkötő tulajdonsága miatt gátolja a véralvadást.

#### Azonosítás

- A.** A citrátion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. 1 ml S oldat (lásd Vizsgálatok) és 4 ml *R* víz elegyét vizsgáljuk.
- B.** A nátriumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. 1 ml S oldatot vizsgálunk.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R* desztillált vízből készített *R* szén-dioxid-mentes vízzel 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,1 ml *R* fenolftalein-oldatot elegyítünk. Legfeljebb 0,2 ml 0,1 M sósav-mérőoldattól vagy 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az oldat színének meg kell változnia.

A nátrium-citrát vizes oldata enyhén lúgos kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros). Ha az indikátor hozzáadása után rózsaszínű oldatot kapunk, sósav-mérőoldatot, ha színtelen, akkor pedig nátrium-hidroxid-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 50 ppm. 10 ml S oldatot *R* vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Oxalát:** legfeljebb 300 ppm. 0,50 g anyagot 4 ml *R* vízben oldunk, majd az oldathoz 3 ml *R* tömény sósavat és 1 g szemcsés *R* cinket adunk. A keveréket 1 percig vízfürdőn melegítjük, majd 2 percig állni hagyjuk. Ezután a felülúszó folyadékot dekantáljuk, és olyan kémcsőbe fogjuk fel, amely *R* fenilhidrazin-hidroklorid 10 g/l töménységű oldatának 0,25 ml-ét tartalmazza; az elegyet forrásig melegítjük, majd gyorsan lehűtjük, mérőhengerbe töltjük és vele egyenlő térfogatú *R* tömény sósavat, valamint 0,25 ml *R* kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-oldatot adunk hozzá, majd összerázzuk. 30 perc elteltével az oldat rózsaszíne nem lehet erősebb, mint az egyidejűleg és azonos módon, de a vizsgálandó anyag oldata helyett *R* oxálsav oldatának (50 mg/l) 4 ml-ével készített összehasonlító oldaté.

Az oxalátszennyezésből savas közegben keletkező oxálsavat a cink és sósav reakciójában fejlődő naszcens hidrogén glioxilsavvá redukálja. A glioxilsav fenilhidrazinnal képződő hidrazonszármazéka a fenilhidrazin kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-os oxidációjával keletkező fenildiazónium sóval szén-dioxid fejlődés közben vörös színű 1,5-difenilformazánná alakul (reakcióegyenletek: lásd *Acidum citricum monohydricum* cikkely „Oxálsav” vizsgálat magyarázata).

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 150 ppm. 10 ml S oldathoz 2 ml R1 sósavat adunk, majd az oldatot R desztillált vízzel 15 ml-re hígítjuk.

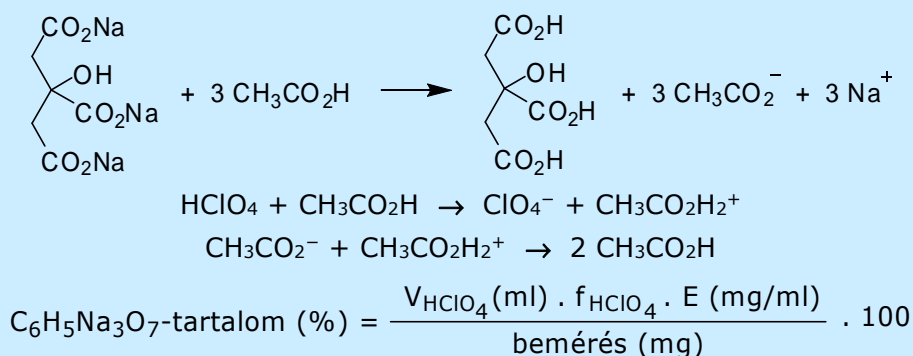
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. 12 ml S oldatot vizsgálunk. Az összehasonlító oldatot R ólom-mértékoldattal (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

0,150 g anyagot 20 ml R vízmentes ecetsavban kb. 50 °C-ra melegítve oldunk. A lehült oldatot, 0,25 ml R naftolbenzein-oldatot használva indikátorként, 0,1 M perklórsav-mérőoldattal addig titráljuk, amíg az indikátor színe zöldre nem változik.

1 ml 0,1 M perklórsav-mérőoldattal 8,602 mg C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>7</sub> egyenértékű.

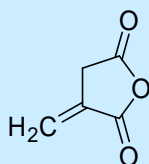
A nátrium-citrátot nemvizes közegben, perklórsavval titráljuk.



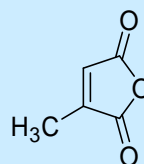
### Tájékoztató vizsgálatok

- Lásd Natrii citras cikkely „Az oldat külleme” pont.
- Hevítve részben megolvad, majd megbarnul, elszenesedik, szúrós szagú gáz fejlődik belőle, világító lánggal ég, végül fekete tömeggé puffad. Izzítva fehér maradékot hagy, a lángot élénksárgára festi.

A nátrium-citrát hevítése során kellemetlen szagú itakonsav-anhidrid és citrakonsav-anhidrid keletkezik. Az izzítási maradék lángfestése a nátriumionra jellemző.



itakonsav-anhidrid



citrakonsav-anhidrid

- Az S oldat 1,0 ml-es részletét 4,0 ml R vízzel és 2,0 ml R higany(II)-szulfát-oldattal elegyítve felforraljuk, majd néhány csepp R kálium-permanganát-oldatot csepegtetünk hozzá. Az oldat elszíntelenedik, és dús, fehér csapadék válik ki belőle.

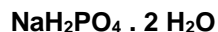
A permanganát a citrátot aceton-dikarbonsavvá oxidálja (lásd citrátok általános azonosság vizsgálata), mely higany(II)-szulfáttal (DENIGÉS-reagens) vízben rosszul oldódó, bázisos só képez.





## NATRII DIHYDROGENOPHOSPHAS DIHYDRICUS

### Nátrium-dihidrogén-foszfát-dihidrát

 $M_r$  156,0

#### Definíció

*Tartalom:* 98,0–100,5% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér por, illetve színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) alig oldódik.

Vizelet savanyítására, valamint – a szekunder sóval együtt – pufferoldatok készítésére alkalmazták.

#### Azonosítás

- A. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) gyengén savas kémhatású (2.2.4).
- B. A foszfátion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1), az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot vizsgáljuk.
- C. A nátriumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. Az *R kálium-hidroxid* 100 g/l töménységű oldatával előzetesen semlegesített S oldatot vizsgáljuk.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 4,2–4,5. Az S oldat 5 ml-ét 5 ml *R szén-dioxid-mentes vízzel* vizsgáljuk.

**Redukáló anyagok.** Az S oldat 5 ml-ét 0,25 ml 0,02 M *kálium-permanganát-mérőoldattal* és 5 ml *R hígított kénsavval* elegyítjük, majd vízfürdőben 5 percig melegítjük. A permanganát színe nem tűnhet el teljesen.

Redukáló szennyezések savas közegben mangán(II)-ionokká redukálják a permanganátot és az oldat elszíntelenedik.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálathoz 2,5 ml S oldatot *R vízzel* 15 ml-re hígítunk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 300 ppm. A vizsgálathoz 5 ml S oldatot 0,5 ml *R tömény sósavval* elegyítünk, majd *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítunk.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 2 ppm. 0,5 g anyagot vizsgálunk.

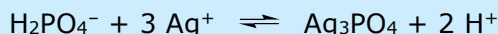
**Vas** (2.4.9): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 10 ml-ét vizsgáljuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

#### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Natrii dihydrogenophosphas dihydricus* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Az anyag hevítve kristályvizében megolvad, majd felpuffad, miközben a víz pezsgés közben távozik. A beszáradt maradék tartós hevítéskor megolvad, és a lángot élénksárgára festi.
3. Az S oldat 2,0 ml-es részlete 5 csepp *R metilvörös-oldattól* pirosra színeződik. Az oldatot 5,0 ml *R1 ezüst-nitrát-oldattal* összerázva, élénksárga színű csapadék keletkezik, a folyadék tisztája pedig piros színű marad. A csapadék *R hígított salétromsav* feleslegében oldódik.

Ezüst-nitráttal sárga ezüst-foszfát csapadék képződik. A nátrium-dihidrogén-foszfát vizes oldata savas kémhatású (a metilvörös piros). Az oldat az ezüst-foszfát leválasztása után is savas marad (a metilvörös piros színe nem változik). A reakció primer és szekunder foszfátok megkülönböztetésére alkalmas (lásd *Dinatrii phosphas dodecahydricus* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 3. pont).



Híg salétromsav hozzáadására a fenti egyensúlyi reakció a csapadék oldódásának irányába tolódik el.

## NATRII FLUORIDUM

### Nátrium-fluorid

NaF

*M*, 41,99

#### Definíció

*Tartalom*: 98,5–100,5% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér por vagy színtelen kristályok.

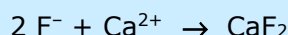
*Oldékonyság*: vízben oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

A fogzománc erősítésére, a fogszuvasodás megakadályozására használt vegyület.

#### Azonosítás

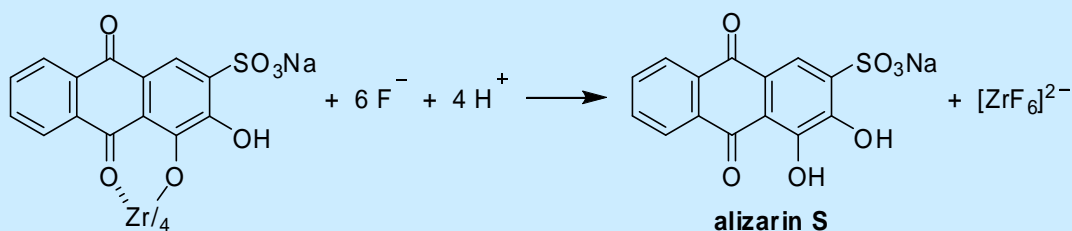
- A. 2 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 0,5 ml *R kalcium-klorid-oldat*ot adunk. Kocsonyás fehér csapadék képződik, amely 5 ml *R1 vas(III)-klorid-oldat* hozzáadására feloldódik.

Kalciumionokkal vízben rosszul oldódó kalcium-fluorid képződik, mely vas(III)-ionok hozzáadására színtelen [hexafluoro-ferrát(III)]-ként ( $[\text{FeF}_6]^{3-}$ ) oldódik.



- B. Kb. 4 mg anyaghoz 0,1 ml *R alizarin-S-oldat* és 0,1 ml *R cirkonil-nitrát-oldat* elegyét adjuk és össze-rázzuk. Az oldat színe vörösről sárgára változik.

Az alizarin-S [alizarinszulfonsav-nátriumsó: nátrium-(3,4-dihidroxi-9,10-dioxo-9,10-dihydro-antracén-2-szulfonát)] cirkonil-nitrát-oldattal (a cirkonil-nitrát bázisos cirkónium(IV)-nitrát, megközelítő összetétele:  $\text{Zr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ) vörös cirkónium(IV)-alizarin-S komplexet képez. Fluoridionok hatására a cirkónium(IV)-alizarin-S komplex színtelen hexafluoro-cirkonát(IV) és sárga alizarin-S képződése közben elbomlik.



- C. A nátriumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldatot vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel*, melegítés nélkül, 100,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag hevítve a lángot élénksárga színűre festi.
2. Lásd *Natrii fluoridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Lásd *Natrii fluoridum* cikkely **A.** azonosítás.

## NATRII HYDROGENOCARBONAS

### Nátrium-hidrogén-karbonát



*M<sub>r</sub>* 84,0

### Definíció

*Tartalom:* 99,0–101,0%.

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság:* vízben oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

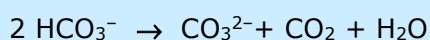
Az anyag mind szilárd állapotban, mind oldatban melegítve fokozatosan nátrium-karbonáttá változik.

Gyomorsósav-túltermelés (hiperaciditás), valamint metabolikus acidózis kezelésére használt vegyület.

### Azonosítás

**A.** 5 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 0,1 ml *R fenolftalein-oldatot* elegyítve az oldat halvány rózsaszínűre színeződik. Az oldat melegítésekor gáz fejlődik és színe vörösre változik.

Az alkáli-hidrogén-karbonátok oldata csak gyengén lúgos (pH ~9), oldatukban a fenolftalein indikátor rózsaszínű. Melegítés során szén-dioxid veszteség mellett alkáli-karbonátokká bomlanak, melyek vizes oldata lúgos (pH >10), ezért a fenolftalein színe vörösre változik.



**B.** A karbonát- és hidrogén-karbonát-ion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**C.** A nátriumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldatot vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot 90 ml *R szén-dioxid-mentes vízben* oldunk, majd az oldatot ugyanazon oldószerrel 100,0 ml-re hígítjuk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Karbonát.** A frissen készített S oldat pH-ja (2.2.3) legfeljebb 8,6 lehet.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 150 ppm. 7 ml S oldat és 2 ml *R tömény salétromsav* elegyét *R vízzel* 15 ml-re hígítva vizsgáljuk.

Az S oldat salétromsavas átsavanyítása során a hidrogén-karbonát szén-dioxiddá alakul és kipezseg az oldatból (lásd *Kalii hydrogenocarbonas* cikkely „Klorid” vizsgálat magyarázata).

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 150 ppm. 1,0 g anyag 10 ml *R desztillált vízzel* készített szuszpenzióját *R tömény sósavval* semlegesítjük, majd további 1 ml savat adunk hozzá. Az oldatot *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítva vizsgáljuk.

**Ammónium** (2.4.1): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz 10 ml S oldatot *R vízzel* 15 ml-re hígítunk. Az összehasonlító oldatot 10 ml *R ammónium-mértékoldat* (1 ppm NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) és 5 ml *R víz* elegyével készítjük.

**Arzén** (2.4.2/A): legfeljebb 2 ppm. 0,5 g anyagot vizsgálunk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 100 ppm. 1,0 g anyag 10 ml *R desztillált vízzel* készített szuszpenzióját *R tömény sósavval* semlegesítjük, majd az oldatot *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítva vizsgáljuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz 0,5 g anyagot 5 ml *R hígított sósavban* oldunk és az oldatot *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. A vizsgálathoz 2,0 g anyagot 2 ml *R tömény sósav* és 18 ml *R víz* elegyében oldunk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 1,500 g-ját 50 ml *R szén-dioxid-mentes vízben* oldjuk. Az oldatot, 0,2 ml *R metilnarancs-oldatot* használva indikátorként, 1 M sósav-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 1 M sósav-mérőoldattal 84,0 mg NaHCO<sub>3</sub> egyenértékű.

Acidimetriás kizorításos titrálást végzünk, melynek végpontjában az oldat narancssárga színű lesz. A metilnarancs indikátor színváltozásának pH-tartománya: 3,0 (vörös) – 4,4 (sárga).

$$\text{HCO}_3^- + \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{H}_2\text{CO}_3 \rightleftharpoons \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$$

$$\text{NaHCO}_3\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{HCl}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{HCl}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag hevítve a lángot élénksárgára festi.
2. Lásd *Natrii hydrogenocarbonas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Lásd *Natrii hydrogenocarbonas* cikkely **A.** azonosítás.

## NATRII IODIDUM

### Nátrium-jodid

**NaI**

**M, 149,9**

#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–100,5% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok. Nedvszívó.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) bőségesen oldódik.

A pajzsmirigyhormonok (tiroxin, trijód-tironin) képződését veszélyeztető jódhiány megelőzésére és kezelésére alkalmazzák (jódpótlás). A hörgők szekrécióját fokozza, emiatt expektoráns hatású.

**Azonosítás**

- A.** Az S oldattal (lásd Vizsgálatok) a jodidion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.
- B.** Az S oldattal (lásd Vizsgálatok) a nátriumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

**Vizsgálatok**

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Lúgosság.** Az S oldat 12,5 ml-ét 0,1 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* elegyítjük. Legfeljebb 0,7 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól az oldat színének meg kell változnia.

A nátrium-jodid oldata közel semleges kémhatású, kevés sav hozzáadására savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék).

**Jodát.** 10 ml S oldathoz 0,25 ml *R jodidmentes keményítő-oldatot* és 0,2 ml *R hígított kénsavat* elegyítünk, majd az oldatot fénytől védett helyen 2 percig állni hagyjuk. Az oldat nem kékülhet meg.

Jodátszennyezés esetén jód képződik, ami a keményítővel kék színű komplexet képez (lásd *Kalii iodidum* cikkely „Jodát” vizsgálat magyarázata).

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 150 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 10 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Tioszulfát.** 10 ml S oldathoz 0,1 ml *R keményítő-oldatot* és 0,1 ml 0,005 M *jód-mérőoldatot* elegyítünk. Az oldatnak kékre kell színeződnie.

A kék színű jód-keményítő-komplex képződése a jódot jodiddá redukáló tioszulfát jelenlétében elmarad (lásd *Kalii iodidum* cikkely „Tioszulfát” vizsgálat magyarázata).

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. A vizsgálathoz az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

**Tartalmi meghatározás**

Az anyag 1,300 g-ját *R vízzel* 100,0 ml-re oldjuk. Az oldat 20,0 ml-éhez 40 ml *R tömény sósavat* adunk. A kapott oldatot 0,05 M *kálium-jodát-mérőoldattal* addig titráljuk, míg az oldat piros színe sárgára nem változik. Ezután az oldathoz 5 ml *R kloroformot* adunk és élénk rázogatózás közben addig titráljuk, míg a kloroformos fázis el nem színtelenedik.

1 ml 0,05 M *kálium-jodát-mérőoldattal* 14,99 mg NaI egyenértékű.

A jodidtartalmat jodometriásan mérjük (lásd *Kalii iodidum* cikkely „Tartalmi meghatározás” magyarázata).

$$\text{NaI-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{KIO}_3} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{KIO}_3} \cdot E \text{ (mg/ml)} \cdot V_{\text{T}} \text{ (ml)}}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_{\text{P}} \text{ (ml)}} \cdot 100$$

ahol  $V_{\text{T}}$  a törzsoldat,  $V_{\text{P}}$  pedig a kipipettázott alikvot térfogata.

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Az anyag hevítve megolvad, miközben a lángot erősen sárgára festi.
2. Lásd *Natrii iodidum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Az S oldat 1,0 ml-éhez 1,0 ml *R vizet*, 4–5 csepp *R hígított sósavat*, 2,0 ml *R kloroformot* öntünk, majd néhány csepp *R klóramin-oldatot* adva hozzá, erősen összerázzuk. Az elkülönülő kloroformos réteg ibolyaszínű. Az *R klóramin-oldat* kellő feleslegével összerázva, a kloroformos réteg elszíntelenedik.

A klóraminból képződő klór a jodidot jóddá oxidálja. A jód kloroformban ibolya színnel oldódik (lásd *Kalii iodidum* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 3. pont magyarázata).

## NATRII METABISULFIS

### Nátrium-diszulfít

 $M_r$  190,1

#### Definíció

Nátrium-diszulfít (más néven nátrium-metabiszulfít). *Tartalom*: 95,0–100,5%.

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve színtelen kristályok.

*Oldékonyság*: vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) kevésbé oldódik.

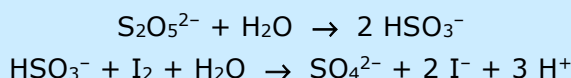
Antioxidáns, tartósítószerként használják.

#### Azonosítás

A. pH (lásd Vizsgálatok).

B. 0,4 ml *R* kálium-jodid–jód–oldathoz 8 ml *R* desztillált vizet adunk. Az oldathoz az *S* oldat *R* desztillált vízzel készített, tízszeres hígításából 1 ml-t elegyítünk. Az így nyert oldat színtelen legyen. Ezzel az oldattal elvégezve a szulfátion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

A metabiszulfít vizes oldata a jód–oldatot szulfát képződése közben elszínteleníti.



C. A nátriumion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az *S* oldatot vizsgáljuk.

#### Vizsgálatok

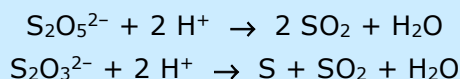
**S oldat.** 5,0 g anyagot *R* desztillált vízből készített *R* szén-dioxid-mentes vízzel 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az *S* oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 3,5–5,0. Az *S* oldatot vizsgáljuk.

**Tioszulfát.** Az *S* oldat 5 ml-ét 5 ml *R* hígított sósavval elegyítjük. Az oldat legalább 15 percig tiszta maradjon (2.2.1).

Az *S* oldat átsavanyítása során a diszulfitból kén-dioxid fejlődik. A szennyezésként jelenlevő tioszulfátból savas közegben ugyancsak kén-dioxid szabadul fel, de emellett még kén is képződik, ami az oldat opaleszcenciáját okozza.



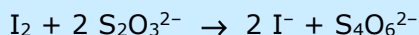
**Vas** (2.4.9): legfeljebb 20 ppm. 10 ml *S* oldatot vizsgálunk.

#### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,200 g-ját 50,0 ml 0,05 *M* jód–mérőoldatban oldjuk. Az oldatot 5 ml *R* hígított sósavval elegyítjük és 0,1 *M* nátrium-tioszulfát–mérőoldattal titráljuk. Az indikátorként használt 1 ml *R* keményítő–oldatot a végpont közelében adjuk az oldathoz.

1 ml 0,05 *M* jód–mérőoldattal 4,753 mg  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  egyenértékű.

A diszulfittartalmat jodometriásan határozzuk meg. A jód diszulfit-oxidációra (reakcióegyenletek: lásd *Natrii metabisulfis* cikkely „Azonosítás” B. pont magyarázata) fel nem használt részét nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. A jód- és tioszulfát-mérőoldatok relatív koncentrációja megfelel a reakció sztöchiometriájának, ezért a hatóanyagtartalom kiszámítása során nem kell az egyenlet sztöchiometriáját figyelembe venni (egységnyi térfogatú jód-mérőoldat ekvivalens egységnyi térfogatú tioszulfát-mérőoldattal).



$$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5\text{-tart. (\%)} = \frac{[V_{\text{I}_2}(\text{ml}) \cdot f_{\text{I}_2} - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}(\text{ml}) \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}] \cdot E(\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag tartósan hevítve narancssárgára színeződik, a lángot élénksárgára festi. A lehűlt maradék fehér.
2. Lásd *Natrii metabisulfis* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Lásd *Natrii metabisulfis* cikkely B. azonosítás.

## NATRII NITRIS

### Nátrium-nitrit

$\text{NaNO}_2$

$M_r$  69,0

#### Definíció

*Tartalom:* 98,5–100,5% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* színtelen kristályok vagy kristályos tömeg, illetve sárgás pácikák. Nedvszívó.

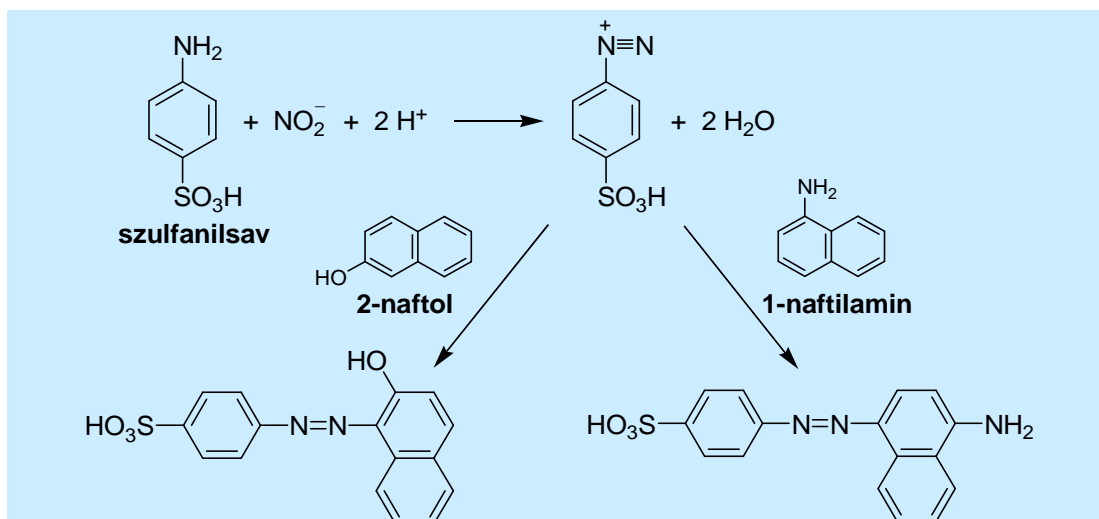
*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; alkoholban oldódik. Fehér por.

Értágító hatású, a vérnyomást csökkenti. Ciánmérgezés antidótumaként is használják.

#### Azonosítás

- A. 1 ml S1 oldatot (lásd Vizsgálatok) R vízzel 25 ml-re hígítunk. Az oldat 0,1 ml-éhez 1 ml R1 szulfanilsav-oldatot adunk, majd 2–3 perc múlva az oldathoz 1 ml R 2-naftol-oldatot és 1 ml R hígított nátrium-hidroxid-oldatot elegyítünk. Élénk vörös színeződés észlelhető.

A szulfanilsav (4-aminobenzolszulfonsav) primer aromás aminocsoportját savas közegben (az R1 szulfanilsav-oldat ecetsavas-vizes oldat) a nitrit diazotálja. A képződő diazóniumvegyület elektronküldő szubsztituenszt tartalmazó aromás vegyületekkel: 2-naftollal ( $\beta$ -naftollal) vagy 1-naftilaminnal ( $\alpha$ -naftilaminnal) elektrofil szubsztitúciós reakcióban vörös azofestéket képez (GRIESS-ILOSVAY- vagy LUNGES-reakció). Az azokapcsolás pozícióját az elektronküldő csoport irányító hatása szabja meg: 2-naftol esetén a naftalingyűrű 1-helyzetű, míg az 1-naftilaminnal végzett reakcióban a 4-helyzetű szénatomja szubsztituálódik.



- B.** Az „Azonosítás” A pontjában kapott oldat 1 ml-éhez *R* fenazon 20 g/l töménységű oldatának 3 ml-ét és *R* hígított kénsav 0,4 ml-ét elegyítjük. Élénk zöld színeződés észlelhető.

A fenazon savas közegben nitrittel zöld 4-nitrozofenazont képez (lásd *Carbo activatus* cikkely „Tájékoztató vizsgálat” 2. pont magyarázata).

- C.** A nátriumion *b*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. 0,15 ml S1 oldat és 0,35 ml *R* víz elegyét használjuk.

### Vizsgálatok

**S1 oldat.** 2,5 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S1 oldat tiszta legyen (2.2. 1). Színe nem lehet erősebb, mint a B<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

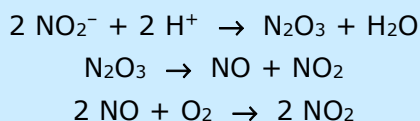
**Savasság, lúgosság.** Az S1 oldat 10 ml-éhez 0,05 ml *R* fenolvörös-oldatot adunk. Az oldat, 0,1 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal elegyítve vörös színű legyen, de 0,3 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól sárgára színeződjék.

A nátrium-nitrit vizes oldata semleges vagy enyhén lúgos kémhatású. A fenolvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 6,8 (sárga) – 8,4 (vörösesibolya).

### Tájékoztató vizsgálat

- Az anyag óvatosan hevítve megsárgul, majd citromsárga színnel megolvad. Kihűlés után a megszilárdult maradék fehér. A lángot élénksárgára festi.
- Lásd *Natrii nitris* cikkely „Az oldat külleme” pont.
- Az S oldat 2,0 ml-ét 1,0 ml *R* hígított kénsavval megsavanyítjuk. Kékeszöld színű oldat keletkezik, amely felett a légtér a fejlődő nitrozus gázoktól vörösbarna színű.

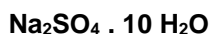
A nátrium-nitrit kénsavban nitrozus gázok fejlődése közben, pezsgéssel oldódik. A sav hatására képződő, bomlékony salétromossav azonnal kék színű anhidridjévé, dinitrogén-trioxiddá alakul, mely színtelen nitrogén-monoxiddá és barna nitrogén-dioxiddá bomlik. A nitrogén-monoxidot a levegő oxigénje nitrogén-dioxiddá oxidálja.





## NATRII SULFAS DECAHYDRICUS

### Nátrium-szulfát-dekahidrát

 $M_r$  322,2

#### Definíció

*Tartalom:* 98,5–101,0% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér kristályos por vagy színtelen, átlátszó kristályok.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; alkoholban gyakorlatilag nem oldódik. Kristályvizében kb. 33 °C-on részben oldódik.

Hashajtó hatású (ozmotikus hashajtó) vegyület. Szinonim neve: Glaubersó.

#### Azonosítás

- A. A szulfátion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.
- B. A nátriumion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-ét 0,1 ml *R1 brómtimolkék-oldattal* elegyítjük. Legfeljebb 0,5 ml 0,01 M sósav-mérőoldattól vagy 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól az oldat színének meg kell változnia.

A nátrium-szulfát oldata semleges kémhatású, ezért kevés lúg-, ill. sav hozzáadására lúgossá, ill. savassá válik. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kéket, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 200 ppm. A vizsgálatához az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Kalcium** (2.4.3): legfeljebb 200 ppm. A parenterális gyógyszerkészítmények előállítására szánt anyag feleljen meg e vizsgálat követelményének is. A vizsgálatához az S oldat 10 ml-ét *R desztillált vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Vas** (2.4.9): legfeljebb 40 ppm. A parenterális gyógyszerkészítmények előállítására szánt anyag feleljen meg e vizsgálat követelményének is. A vizsgálatához az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

**Magnézium:** legfeljebb 100 ppm. A parenterális gyógyszerkészítmények előállítására szánt anyag feleljen meg e vizsgálat követelményének is. Az S oldat 10 ml-éhez 1 ml *R glicerint* (85%-os), 0,15 ml *R titánsárga-oldatot*, 0,25 ml *R ammónium-oxalát-oldatot* és 5 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldatot* elegyítünk, majd az oldatot összerázzuk. Az oldat rózsaszíne nem lehet erősebb, mint az egyidejűleg és azonos módon készített összehasonlító oldaté. Az összehasonlító oldatot 5 ml *R magnézium-mértékoldat* (10 ppm Mg<sup>2+</sup>) és 5 ml *R víz* elegyével készítjük.

A titánsárga lúgos oldatban magnéziumionokkal halványvörös festéklakkot képez (lásd *Kalii sulfas* cikkely „Magnézium” vizsgálat magyarázata).

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Az anyag hevítve kristályvizében megolvad, kristályvize pezsgés közben elforr. Az anyag felpuffad, majd beszárad. A lángot élénksárgára festi.
2. Lásd *Natrii sulfas decahydricus* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Az S oldat 2,0 ml-es részletéhez néhány csepp *R hígított sósavat* és *R1 bárium-klorid-oldatot* elegyítünk. Fehér csapadék keletkezik.

Bárium-szulfát csapadék válik le.

**NATRII SULFIS ANHYDRICUS****Nátrium-szulfít, vízmentes**

$\text{Na}_2\text{SO}_3$

*M*, 126,0

**Definíció**

*Tartalom*: 95,0–100,5%.

**Sajátságok**

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér por.

*Oldékonyság*: vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) alig oldódik.

Antioxidáns, tartósítószerként használják.

**Azonosítás**

- A. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) gyengén lúgos kémhatású (2.2.4).
- B. Az S oldat 5 ml-éhez 0,5 ml 0,05 M *jód-mérőoldatot* elegyítünk. A kapott oldat színtelen. Az oldattal a szulfátion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

A szulfít a jód-oldatot szulfát képződése közben elszínteleníti.



- C. A nátriumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A vizsgálathoz az S oldatot használjuk.
- D. Az anyag feleljen meg a tartalomra előírt követelményeknek.

**Vizsgálatok**

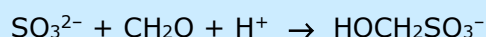
**S oldat.** 5 g anyagot *R vízzel* 100 ml-re oldunk.

**S1 oldat.** 10,0 g anyag és 25 ml *R víz* keveréket addig rázzuk, amíg az anyag nagyrészt feloldódik, majd kis részletekben óvatosan 15 ml *R tömény sósavat* elegyítünk az oldathoz. Ezután forrásig melegítjük, majd lehűtjük és *R vízzel* 100,0 ml-re hígítjuk.

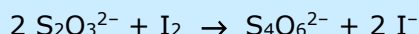
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, I. módszer).

**Tioszulfát:** legfeljebb 0,1%. 2,00 g anyagot 100 ml *R vízzel* összerázunk, majd 10 ml *R formaldehid-oldatot* és 10 ml *R ecetsavat* adunk hozzá. 5 perc állás után az oldatot, 0,5 ml *R keményítő-oldatot* alkalmazva indikátorként, 0,05 M *jód-mérőoldattal* titráljuk. Üres kísérletet is végzünk. A mérőoldat-fogyások közötti különbség legfeljebb 0,15 ml lehet.

A szulfít savas közegben aldehidekkel és ketonokkal – így formaldehiddel is – addíciós terméket (aldehid-biszulfít) képez.



Stabilitása miatt a formaldehid-biszulfít jóddal közvetlenül nem oxidálható, így a jód-mérőoldattal csak a szennyezésként jelenlevő tioszulfát reagál.



**Vas** (2.4.9): legfeljebb 10 ppm. Az S1 oldat 10 ml-ét vizsgáljuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S1 oldat 20 ml-ét majdnem teljesen szárazra párologtatjuk, 10 ml *R* vizet adunk hozzá, *R tömény ammónia-oldattal* semlegesítjük, majd *R vízzel* 20 ml-re hígítjuk. A kapott oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R ólom-mértékoldattal* (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,250 g-ját 50,0 ml 0,05 M jód-mérőoldatot tartalmazó 500 ml-es Erlenmeyer lombikba mérjük. A lombikot az anyag teljes oldódásáig rázogatójuk. A jód feleslegét, 1 ml *R keményítő-oldatot* alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. Üres kísérletet is végzünk.

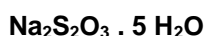
1 ml 0,05 M jód-mérőoldattal 6,30 mg Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> egyenértékű.

A szulfittartalmat jodometriásan határozzuk meg. A jód szulfit-oxidációra (reakcióegyenlet: lásd *Natrii sulfis anhydricus* cikkely „Azonosítás” B. pont magyarázata) fel nem használt részét nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. A jód- és tioszulfát-mérőoldatok relatív koncentrációja megfelel a reakció sztöchiometriájának, ezért a hatóanyagtartalom kiszámítása során nem kell az egyenlet sztöchiometriáját figyelembe venni (egységnyi térfogatú jód-mérőoldat egységnyi térfogatú tioszulfát-mérőoldattal reagál).

$$\text{Na}_2\text{SO}_3\text{-tart. (\%)} = \frac{[V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}^{\text{üres}}(\text{ml}) - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}(\text{ml})] \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E(\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

## NATRII THIOSULFAS

### Nátrium-tioszulfát



*M*: 248,2

#### Definíció

*Tartalom*: 99,0–101,0% Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O

#### Sajátságok

*Küllem*: szintelen, átlátszó, száraz levegőn elmálló kristályok.

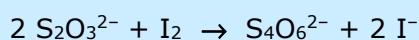
*Oldékonyság*: vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik. Kb. 49 °C-on saját kristályvizében feloldódik.

Ciánmérgezés antidótumaként (a cianidot a rodanáz enzimmel nem mérgező tiocianáttá alakítja) használják. Gombaellenes hatású.

#### Azonosítás

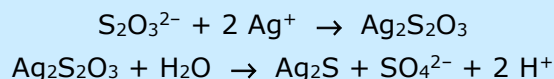
**A.** Az anyag elszínteleníti az *R kálium-jodid-jód-oldatot*.

A tioszulfát a jódot tetratiónt képződése közben, pillanatszerűen jodiddá redukálja.



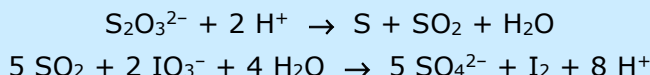
**B.** 0,5 ml S oldatot (lásd Vizsgálatok) 0,5 ml *R vízzel* és 2 ml *R2 ezüst-nitrát-oldattal* elegyítünk. Fehér csapadék keletkezik, amely hamarosan megsárgul, majd megfeketedik.

Ezüstion-felesleggel fehér ezüst-tioszulfát csapadék válik le (tioszulfátfeleslegben az ezüst-tioszulfát komplexképzéssel oldódik), mely folyamatosan ezüst-szulfiddá hidrolizál, ezért megsárgul, barnul, végül megfeketedik.



- C. 2,5 ml S oldatot 2,5 ml *R* vízzel és 1 ml *R* tömény sósavval elegyítünk. A kén csapadék formájában kiválik, és közben gáz fejlődik, amely az *R* jódátos keményítő–papírt kékre színezi.

A tioszulfát sav hatására kénkiválás és kén-dioxid fejlődés közben bomlik. A kén-dioxid a jódátot jódáá redukálja, ami a keményítővel kék színű komplexet képez.



- D. A nátriumion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldat 1ml-ét vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 10,0 g anyagot *R* desztillált vízből készített *R* szén-dioxid-mentes vízzel 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** A frissen készített oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer). 10,0 g anyagot 50 ml *R* desztillált vízben oldunk. Az oldatot, 1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-oldat hozzáadása után, *R* desztillált vízzel 100 ml-re hígítjuk.

**pH** (2.2.3): 6,0–8,4. A frissen készült S oldatot vizsgáljuk.

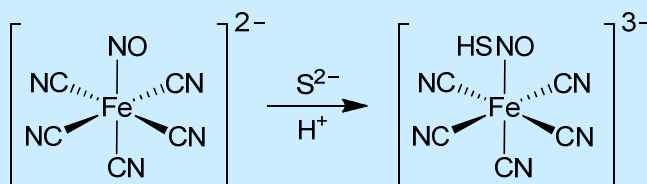
**Szulfát és szulfid (2.4.13.):** legfeljebb 0,2%. Az frissen készített S oldat 2,5 ml-ét *R* desztillált vízzel 10 ml-re hígítjuk. Ezen oldat 3 ml-éhez *R* kálium-jodid–jód-oldatból először 2 ml-t elegyítünk, majd maradandó halványsárga színig további reagensoldatot csepegtetünk hozzá. Ezután *R* desztillált vízzel 15 ml-re hígítjuk.

Az esetlegesen jelenlévő szulfidot jódal szulfáttá oxidáljuk.



**Szulfid.** Az S oldat 10 ml-éhez *R* nitroprusszid–nátrium frissen készített, 50 g/l-es oldatának 0,05 ml-ét elegyítjük. Az oldat nem színeződhet ibolyaszínűre.

A nitroprusszid–nátrium (dinátrium-[pentaciano-nitrozil-ferrát(III)]) szulfidionokkal ibolyászínű adduktumot képez.



**Nehézfémek:** legfeljebb 10 ppm. 10 ml S oldatot 0,05 ml *R* nátrium-szulfid–oldattal elegyítünk. Két perc elteltével az oldat barna színe nem lehet erősebb, mint az egyidejűleg, azonos módon, 10 ml *R* ólom–mértékoldattal (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készített összehasonlító oldaté.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,500 g-ját 20 ml *R* vízben oldjuk. Az oldatot 0,05 M jód–mérőoldattal titráljuk. Az indikátorként használt 1 ml *R* keményítő–oldatot a végpont közelében adjuk az oldathoz.

1 ml 0,05 M jód–mérőoldattal 24,82 mg  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  egyenértékű.

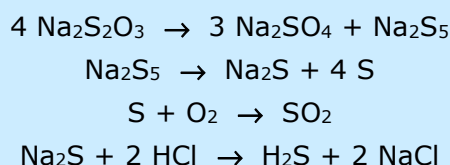
A tioszulfátot jodometriásan mérjük (reakcióegyenlet: lásd *Natrii thiosulfas* cikkely „Azonosítás” A. pont). A titrálás végpontjában megjelenik az éppen feleslegbe kerülő jód keményítővel alkotott komplexének kék színe.

$$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{I}_2} (\text{ml}) \cdot f_{\text{I}_2} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag kis részlete porcelán lemezen fokozatosan hevítve kristályvizében megolvad, majd megszikkad, s a belőle kiváló, megolvadt kéntől vörösbarna tömeg meggyullad, és kékes lánggal ég. A maradék izzítva a színtelen lángot tartósan élénksárgára festi. A kihűlt maradék sárga színű, és 2 M sóssal lecseppentve hidrogén-szulfid szagú.

Az anyag hevítve nátrium-szulfátra és nátrium-pentaszulfidra bomlik. Ez utóbbiból kén hasad le, mely megolvad és az izzítási maradékot barnára színezi, ill. kén-dioxidra ég el. A visszamaradó nátrium-szulfidból sav hatására kénhidrogén fejlődik.

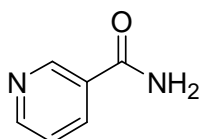


2. Lásd *Natrii thiosulfas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Az S oldat 1,0 ml-es részletéhez 1 ml *R1 ezüst-nitrát-oldatot* elegyítve, fehér csapadék válik le, amely gyorsan megsárgul, majd megbarnul, végül megfeketedik.

Ezüstion-felesleggel fehér ezüst-tiosulfát csapadék válik le, mely folyamatosan ezüst-szulfidra hidrolizál, ezért megsárgul, barnul, végül megfeketedik (lásd *Natrii thiosulfas* cikkely „Azonosítás” B. pont magyarázata).

## NICOTINAMIDUM

### Nikotinamid



$\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}$

$M_r$  122,1

#### Definíció

A nikotinamid szárított anyagra vonatkoztatott piridin-3-karboxamid-tartalma 99,0–101,0%.

#### Sajátságok

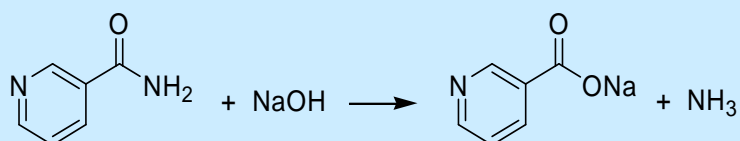
Fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok. Vízen és etanolban bőségesen oldódik.

B-vitaminhiány megelőzésére és kezelésére használják (B<sub>3</sub>-vitamin).

#### Azonosítás

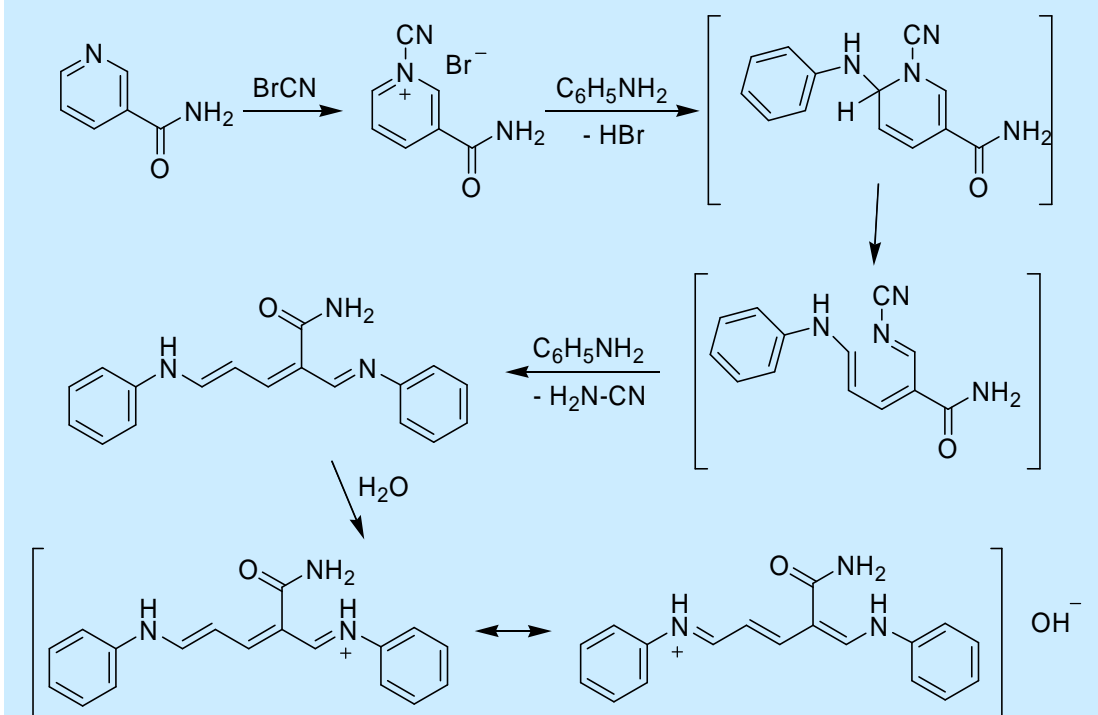
- A. Olvadáspont (2.2.14): 128–131 °C.
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. 0,1 g anyagot 1 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldattal* forralva ammóniagáz fejlődik, amely szagáról felismerhető.

A nikotinamid lúgos hidrolízisével a nikotinsav nátriumsója és ammónia keletkezik.



- D. Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 2 ml-ét *R* vízzel 100 ml-re hígítjuk. Az oldat 2 ml-éhez 2 ml *R* bróm-cián-oldatot és *R* anilin 25 g/l-es oldatának 3 ml-ét elegyítjük, majd az elegyet összerázzuk. Sárga színeződés keletkezik.

A reakció első lépésében bróm-ciánnal egy kvaterner piridinium só (1-ciano-3-karbamoilpiridinium-bromid) keletkezik, majd anilinnel a 2-helyzetű, elektronhiányos szénatomon egy fenilamino-addukt alakul ki. A piridingyűrű felnyílásával és a cianimin csoport anilines transziminálódásával egy rezonancia-stabilizált, sárga polimetin-vegyület keletkezik. A módszer 2-helyzetben szubsztituálatlan piridinszármazékok azonosítására alkalmas (**KÖNIG**-reakció).



### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 50 ml-re oldunk.

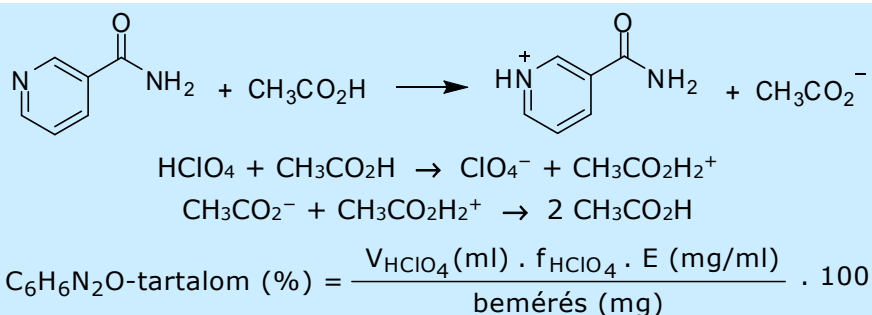
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2. 1). Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>7</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

### Tartalmi meghatározás

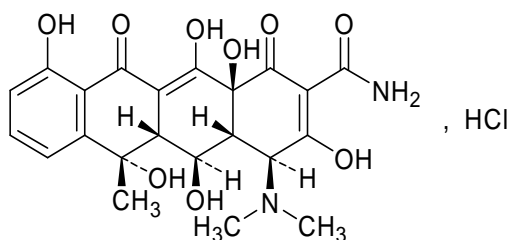
Az anyag 0,250 g-ját 20 ml *R* vízmentes ecetsavban – szükség esetén enyhe melegítés közben – oldjuk. 5 ml *R* ecetsavanhidrid hozzáadása után, indikátorként *R* kristályibolya-oldatot alkalmazva, az oldatot 0,1 M perklórsav-mérőoldattal zöldeskék színig titráljuk.

1 ml 0,1 M perklórsav-mérőoldattal 12,21 mg C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O egyenértékű.

A gyengén bázikus piridin-nitrogént tartalmazó nikotinamidot nemvizes közegben, perklórsavval titráljuk.

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Nicotinamidum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Nicotinamidum* cikkely **C.** azonosítás.

**OXYTETRACYCLINI HYDROCHLORIDUM****Oxitetraciklin-hidroklorid****C<sub>22</sub>H<sub>25</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>9</sub>****M<sub>r</sub> 496,9****Definíció**

[(4*S*,4*aR*,5*S*,5*aR*,6*S*,12*aS*)-4-(Dimetilamino)-3,5,6,10,12,12*a*-hexahidroxi-6-metil-1,11-dioxo-1,4,4*a*,5,5*a*,6,11,12*a*-oktahidrotetracén-2-karboxamid]-hidroklorid.

Az anyagot a *Streptomyces rimosus* egyes törzseiből nyerik, vagy egyéb módon állítják elő.

*Tartalom:* 95,0–102,0% (száritott anyagra).

**Sajátságok**

*Küllem:* sárga, kristályos, nedvszívó por.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) mérsékelten oldódik. Vizes oldata az oxitetraciklin kiválása miatt, állás közben, megzavarosodik.

Széles spektrumú antibiotikum.

**Azonosítás**

- A.** Vékonyréteg-kromatográfias vizsgálat.
- B.** Az anyag kb. 2 mg-jához 5 ml *R tömény kénsavat* adunk. Sötétvörös színeződés képződik. Az oldatot 2,5 ml *R víz*hez öntve, színe sárgára változik.

Tömény kénsavval, majd a reakcióelegy vízre öntésével a tetraciklinek jellemző színreakciót adnak, mely megkülönböztetésükre is alkalmas (a tetraciklin esetén ibolya majd sárga, a klórtetraciklin esetén pedig sötétkék-olajzöld majd barna színű reakcióelegy keletkezik).

C. A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Oxytetracyclini hydrochloridum* cikkely B. azonosítás.
2. 20 mg anyagot 5,0 ml *R* vízben oldunk. Az oldat 1,0 ml-es részlete *R2 vas(III)-klorid-oldat* 2–3 cseppjétől barnára színeződik.

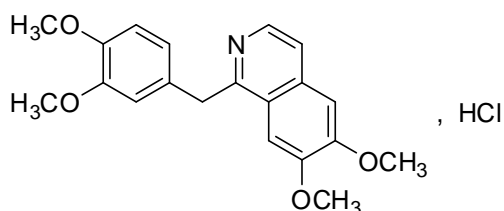
Az oxitetracliklin fenolos hidroxilcsoportja miatt vas(III)-ionokkal barna színű komplexet képez.

3. A megmaradó 4,0 ml-es oldatrészletet 2–3 csepp *R hígított salétromsav*val megsavanyítjuk, és *R1 ezüst-nitrát-oldat* 4–5 cseppjével elegyítjük. Fehér csapadék keletkezik.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

## PAPAVERINI HYDROCHLORIDUM

### Papaverin-hidroklorid



$C_{20}H_{22}ClNO_4$

$M_r$  375,9

### Definíció

1-(3,4-Dimetoxibenzil)-6,7-dimetoxiizokinolin-hidroklorid. *Tartalom*: 99,0–101,0% (szárított anyagra).

### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve fehér vagy csaknem fehér kristályok.

*Oldékonyság*: vízben mérsékelten oldódik; alkoholban kevésbé oldódik.

Simaizomgörcs-oldó vegyület; oldja az agyi és a perifériás erek görcsét is.

### Azonosítás

- A. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- B. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.
- C. 10 ml S oldathoz (lásd *Vizsgálatok*) cseppenként *R ammónia-oldat*ot adunk és 10 percig állni hagyjuk. A kivált csapadékot mossuk és szárítjuk. A csapadék olvadáspontja (2.2.14): 146–149 °C.

Ammóniás lúgosítás hatására papaverin bázis válik le.

D. A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** Az anyag 0,4 g-ját *R szén-dioxid-mentes víz*ben, ha szükséges, enyhe melegítéssel oldjuk, majd az oldatot az előbbi oldószerrel 20 ml-re hígítjuk.

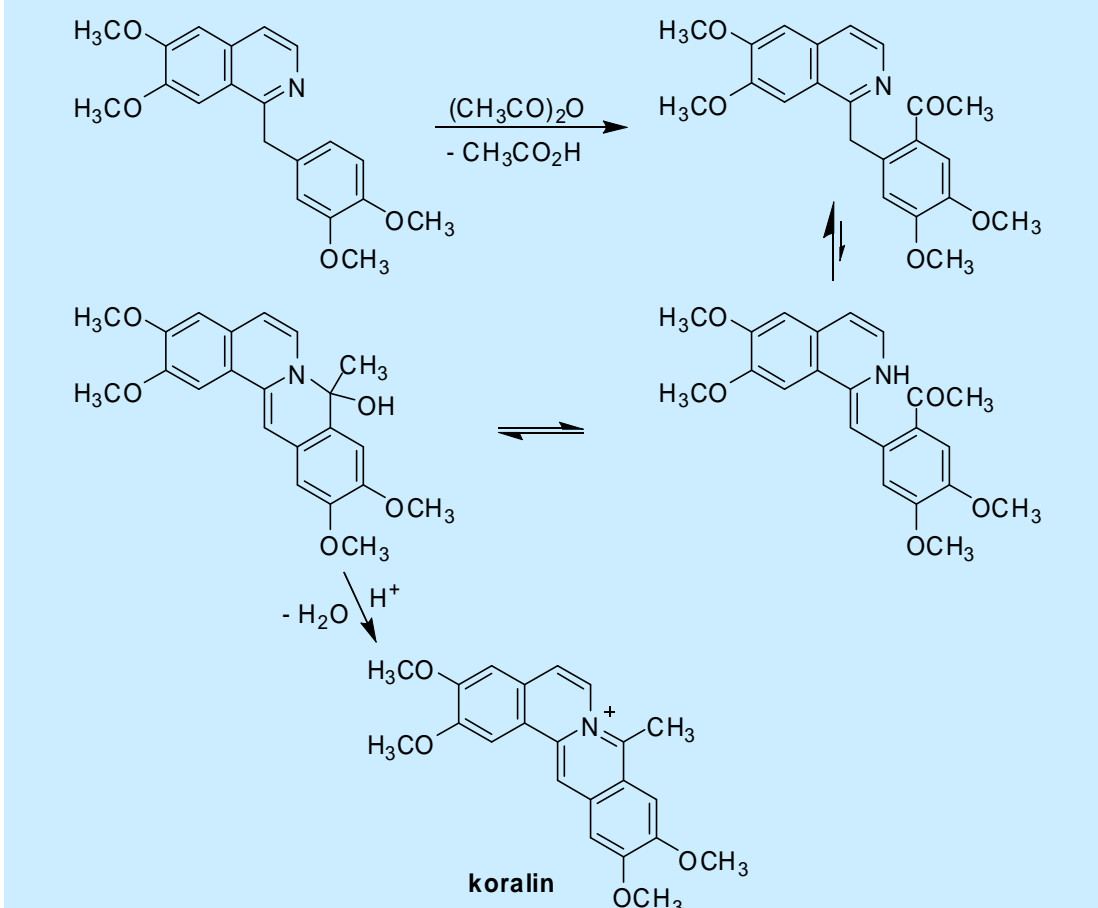
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a BS<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).



## Tájékoztató vizsgálat

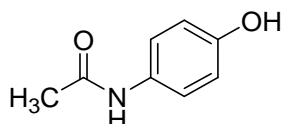
1. Lásd *Papaverini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Kb. 5 mg anyagot 3,0 ml *R ecetsavanhidrid*ben oldunk. Az oldatot 3–4 percig vízfürdőn melegítjük, és 5 csepp *R tömény kénsav*val elegyítjük. Élénk sárgászöld fluoreszcencia keletkezik, amely akkor is megmarad, ha az elegyet kihűlése után óvatosan *R alkohollal* hígítjuk.

Ecetsavanhidriddel a papaverin 3,4-dimetoxifenil-csoportja 6-helyzetben acetileződik. A C=N kettős kötés tautomer átrendeződésével, majd a nitrogénatom acetil-karbonilra történő nukleofil támadásával aminálszármazék alakul ki, melyből sav hatására bekövetkező vízkilépéssel sárgászöld színnel fluoreszkáló koralin keletkezik (koralin-reakció).



## PARACETAMOLUM

## Paracetamol



$\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$

$M_r$  151,2

## Definíció

*N*-(4-Hidroxifenil)acetamid. *Tartalom*: 99,0–101,0% (száritott anyagra).

**Sajátságok**

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság:* vízben mérsékelten oldódik; alkoholban bőségesen oldódik; diklórmétánban alig oldódik.

Enyhe gyulladáscsökkentő hatású, hőcsökkentő fájdalomcsillapító.

**Azonosítás**

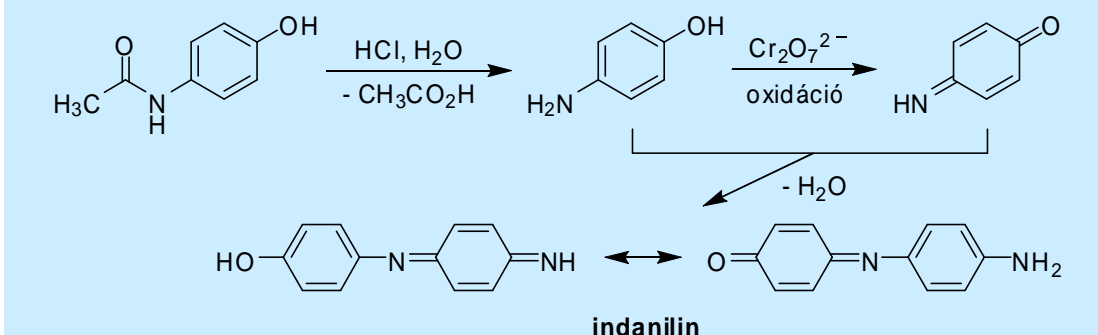
A. Olvadáspont (2.2.14): 168–172 °C.

B. Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

C. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

D. 0,1 g anyaghoz 1 ml *R* tömény sósavat adunk. Az oldatot 3 percig forrásig melegítjük, 1 ml *R* vízzel elegyítjük és jeges vízben lehűtjük. Csapadék nem képződik. Az oldathoz *R* kálium-dikromát 4,9 g/ml töménységű oldatának 0,05 ml-ét elegyítve ibolya színeződés képződik, amely nem változik pirosra.

A paracetamol sósavas hidrolízisével 4-aminofenol keletkezik, melyet a dikromát 1,4-benzokinon-monoiminé oxidál. A kinonimin 4-aminofenollal ibolyaszínű indanilinné alakul.

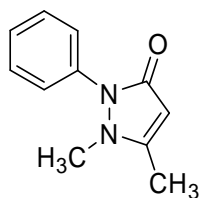


E. Az acetilcsoport reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. A melegítést nyílt lángon végezzük.

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Paracetamolum* cikkely D. azonosítás.

2. Vízben mérsékelten oldódik; alkoholban bőségesen oldódik.

**PHENAZONUM****Fenazon**

**C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O**

**M<sub>r</sub> 188,2**

**Definíció**

A fenazon száritott anyagra vonatkoztatott 2-fenil-1,5-dimetil-1,2-dihidro-3*H*-pirazol-3-on-tartalma 99,0–100,5%.

### Sajátságok

Küllem: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve színtelen kristályok.

Oldékonyság: vízben, etanolban (96%) és diklórmétánban nagyon bőségesen oldódik.

Humán terápiában ma már ritkán használt, hőcsökkentő fájdalomcsillapító. Gyógyszeranalitikai reagens.

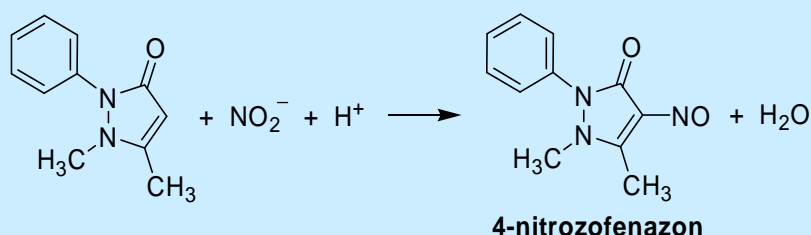
### Azonosítás

A. Olvadáspont (2.2.14): 109–113 °C.

B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálatot.

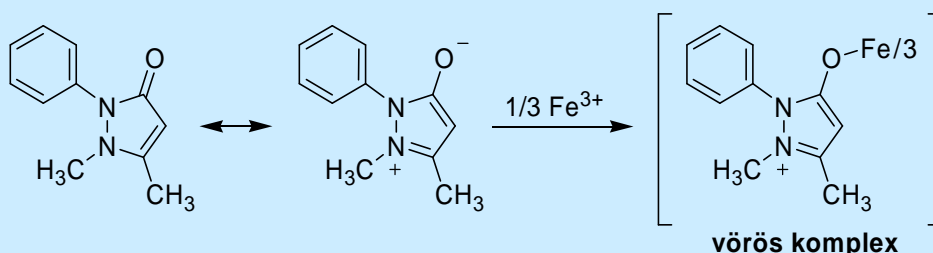
C. 1 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 4 ml R vizet és 0,25 ml R hígított kénsavat, majd 1 ml R nátrium-nitrit-oldatot elegyítünk. Az oldat zöldre színeződik.

A fenazon savas közegben, nitritionokkal zöld 4-nitrozofenazont képez.



D. 1 ml S oldathoz 4 ml R vizet és 0,5 ml R2 vas(III)-klorid-oldatot adunk. Vörös színeződés keletkezik, amely R hígított kénsav hozzáadására eltűnik.

A fenazon ikerionos enolátformája Fe(III)-ionokkal (fenazon)<sub>3</sub>-vas(III) komplexet képez, mely sav hatására elbomlik.



### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot R szén-dioxid-mentes vízzel 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság, lúgosság.** 10 ml S oldathoz 0,1 ml R fenolftalein-oldatot adunk. Az oldat színtelen legyen, de 0,2 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól pirosra színeződjék. 0,25 ml R metilvörös-oldat és 0,4 ml 0,01 M sósav-mérőoldat hozzáadására az oldat vörös vagy sárgászöld legyen.

A fenazon vizes oldata semleges vagy gyengén savas kémhatású. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros), a metilvörösé pedig 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz 10 ml S oldatot R vízzel 15 ml-re hígítunk.

**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálathoz 1,5 g anyagot R desztillált vízzel 15 ml-re oldunk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 20 ppm. Az S oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot R ólom-mértékoldattal (1 ppm Pb<sup>2+</sup>) készítjük.

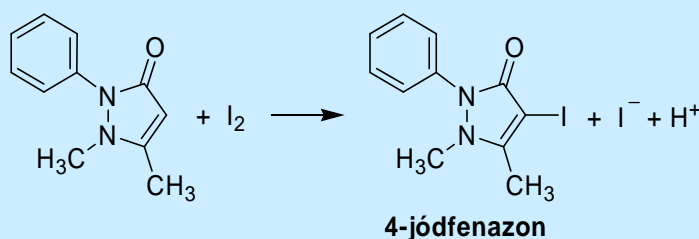
## Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,150 g-ját 20 ml *R* vízben oldjuk. Az oldathoz 2 g *R* nátrium-acetátot és 25,0 ml 0,05 M jódmérőoldatot mérünk, majd fénytől védve 30 percig állni hagyjuk. 25 ml *R* diklórmétánt elegyítünk hozzá és addig rázogattjuk, míg a csapadék fel nem oldódik. Az oldatot, 1 ml *R* keményítő-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk. Az indikátoroldatot a titrálás végéhez közeledve adjuk az oldathoz. Üres kísérletet is végzünk.

1 ml 0,05 M jódmérőoldattal 9,41 mg  $C_{11}H_{12}N_2O$  egyenértékű.

A fenazon nátrium-acetáttal pufferolt, enyhén lúgos oldatban, jódfelesleggel vízben rosszul oldódó 4-jódfenazont képez. A 4-jódfenazont diklórmétánban oldjuk, majd a jódfelesleget tioszulfáttal titráljuk. A vízben rosszul oldódó jódkeményítő-komplex jódtartalma csak lassan reagál tioszulfáttal, emiatt a keményítő indikátort csak a végpont közelében (amikor az alacsony jódkoncentráció miatt az oldat eredetileg sötétbarna színe már halványsárgára változott) célszerű az oldathoz adni.

1 ml 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal szintén 9,41 mg  $C_{11}H_{12}N_2O$  egyenértékű.



$$C_{11}H_{12}N_2O\text{-tart. (\%)} = \frac{[V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}^{\text{üres}}(\text{ml}) - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}(\text{ml})] \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

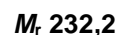
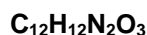
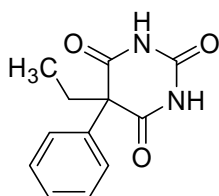
## Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Phenazonum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Phenazonum* cikkely **C.** azonosítás.
3. Lásd *Phenazonum* cikkely **D.** azonosítás.
4. Az S oldat 0,5 ml-es részletéhez 1,0 ml *R* tömény salétromsavat elegyítünk. Az oldat szintelen maradjon (különbség a metamizol-nátriumtól).

Tömény salétromsavval a metamizol-nátrium átmenetileg kékre színeződik.

## PHENOBARBITALUM

## Fenobarbitál



### Definíció

A fenobarbitál szárított anyagra vonatkoztatott 5-etil-5-fenilpirimidin-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trion-tartalma 99,0–101,0%.

### Sajátságok

Küllem: fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

Oldékonyság: vízben alig oldódik; alkoholban bőségesen oldódik. Alkáli-hidroxidokkal, -karbonátokkal és ammóniával vízben oldódó vegyületeket képez.

Szedatív, altató és antiepileptikus hatású vegyület.

### Azonosítás

- A.** Meghatározzuk a vizsgálandó anyag olvadáspontját (2.2.14), majd a vizsgálandó anyagból és *CRS fenobarbitál*ból 1:1 arányú keveréket készítünk, és a keveréknek is meghatározzuk az olvadáspontját. A két olvadáspont között (értékük kb. 176 °C) a különbség legfeljebb 2 °C lehet.
- B.** Infravörös spektrofotometriás vizsgálatot.
- C.** Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálatot.
- D.** A nitrogénen nem szubsztituált barbitursav-származékok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**Az oldat külleme.** 1,0 g anyagot 4 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldat* és 6 ml *R víz* elegyében oldunk. Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az *S<sub>6</sub> szín-mértékoldaté* (2.2.2, II. módszer).

**Savasság.** 1,0 g anyagot 50 ml *R vízzel* 2 percig forralunk. A folyadékot lehűlés után szűrjük. A szüredék 10 ml-éhez 0,15 ml *R metilvörös-oldatot* elegyítve az oldat narancssárga színű legyen. E szín legfeljebb 0,1 ml 0,1 M *nátrium-hidroxid-mérőoldattól* sárgára változzék.

A fenobarbitál forró vízzel készült, majd lehűlés után megszárt vizes oldata gyengén savas kémhatású. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

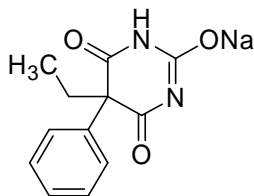
### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Phenobarbitalum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Phenobarbitalum* cikkely „Savasság” pont.
3. Lásd *Phenobarbitalum* cikkely **D.** azonosítás.
4. 0,10 g anyagot 5,0 ml *R víz* és 8–10 csepp *R hígított nátrium-hidroxid-oldat* elegyében oldunk, és az oldathoz *R citromsav-monohidrát* 100 g/l-es oldatának 1,0 ml-ét elegyítjük. Dús, fehér csapadék válik le (különbség a barbitáltól).

A citromsavval átsavanyított oldatból a vízben rosszabbul oldódó fenobarbitál kiválik, míg a jobban oldódó barbitál oldatban marad.

## PHENOBARBITALUM NATRICUM

### Fenobarbitál-nátrium

 $C_{12}H_{11}N_2NaO_3$  $M_r$  254,2

#### Definíció

A fenobarbitál-nátrium szárított anyagra vonatkoztatva 99,0–101,0% 5-etil-5-fenilpirimidin-2,4,6-(1*H*,3*H*,5*H*)-trion-nátrium-sót tartalmaz.

#### Sajátságok

Küllem: fehér, kristályos, nedvszívó por.

Oldékonyság: szén-dioxid-mentes vízben bőségesen oldódik (csekély része oldhatatlan lehet); alkoholban oldódik; diklórmétánban gyakorlatilag nem oldódik.

Szedatív, altató és antiepileptikus hatású vegyület.

#### Azonosítás

**A.** Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 10 ml-ét *R* hígított sósavval megsavanyítjuk és 20 ml *R* éterrel kirázzuk. Az éteres fázist elválasztjuk, 10 ml *R* vízzel mossuk, *R* vízmentes nátrium-szulfát hozzáadásával vízmentesítjük és szűrjük. A szüredéket szárazra párologtatjuk és a maradékot 100–105 °C-on szárítjuk. A maradék olvadáspontját meghatározzuk (2.2.14). A maradékból és CRS fenobarbitálból 1:1 arányú keveréket készítünk és a keverék olvadáspontját is meghatározzuk. A két olvadáspont között (értékük kb. 176 °C) a különbség legfeljebb 2 °C lehet.

Az átsavanyított S oldatból a fenobarbitált extraháljuk és olvadáspontja alapján azonosítjuk.

**B.** Infravörös abszorpció spektrofotometriás vizsgálatot.

**C.** Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálatot.

**D.** A nitrogéneken nem szubsztituált barbitursav-származékok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**E.** A nátriumion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot *R* alkohollal (50 %V/V) 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az S<sub>7</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3). A vizsgálatához 5,0 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel, lehetőleg maradéktalanul, 50 ml-re oldunk. Az oldat pH-ja nem lehet 10,2-nél nagyobb.

#### Tájékoztató vizsgálat

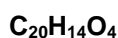
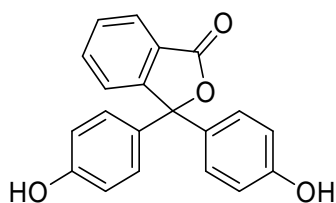
1. Az anyag meggyulladva kormozó lánggal ég, maradéka a lángot sárgára festi.

Az izzítási maradék lángfestése a nátriumionra jellemző.

2. Lásd *Phenobarbitalum natricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Lásd *Phenobarbitalum natricum* cikkely **D.** azonosítás.

## PHENOLPHTHALEINUM

### Fenolftalein



$M_r$  318,3

#### Definíció

A fenolftalein szárított anyagra vonatkoztatott 3,3-bisz(4-hidroxifenil)izobenzofurán-1(3*H*)-on-tartalma 98,0–101,0%.

#### Sajátságok

Fehér vagy csaknem fehér por. Vízben gyakorlatilag nem oldódik; alkoholban oldódik.

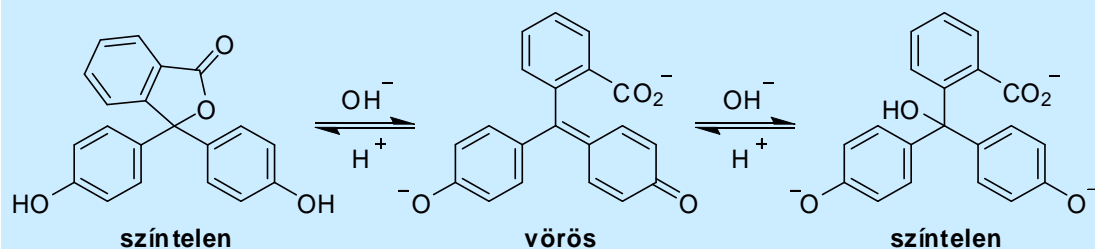
Kb. 260 °C-on megolvad.

Hashajtó hatású vegyület. A gyógyszeranalitikában sav-bázis indikátorként használják.

#### Azonosítás

- Ultraibolya és látható abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- Kb. 10 mg anyagot *R* alkoholban oldunk. 1 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldat hozzáadására az oldat vörösre színeződik. 5 ml *R* hígított kénsavtól a szín eltűnik.

Enyhén lúgos közegben a fenolftalein laktongyűrűjének felnyílásával kinoidális szerkezetű, kétértékű anion keletkezik. Erősen lúgos közegben a vörös szín a konjugációt megbontó, tri-fenilmetanol-szerkezet kialakulása miatt eltűnik.



#### Vizsgálatok

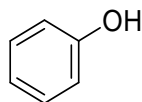
**Az oldat külleme.** 0,20 g anyagot 5 ml *R* alkoholban oldunk. Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az  $S_7$  szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

#### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Phenolphthaleinum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Phenolphthaleinum* cikkely **B.** azonosítás.

## PHENOLUM

### Fenol



$C_6H_6O$

$M_r$  94,1

#### Definíció

Tartalom: 99,0–100,5%.

#### Sajátságok

**Küllem:** színtelen vagy enyhén rózsaszínű vagy enyhén sárgás kristályok, illetőleg kristályos tömeg; könnyen elfolyósodik.

**Oldékonyság:** vízben oldódik; alkoholban, glicerinben és diklórmétánban nagyon bőségesen oldódik.

Fertőtlenítőszer. Régi neve: karbolsav.

#### Azonosítás

**A.** 0,5 g anyagot 2 ml *R* *tömény ammónia-oldat*ban oldunk. Az anyag teljesen feloldódik. Az oldatot *R* vízzel kb. 100 ml-re hígítjuk. A hígított oldat 2 ml-éhez 0,05 ml *R* *tömény nátrium-hipoklorit-oldat*ot elegyítünk. Az oldat kékre színeződik és e szín fokozatosan mélyül.

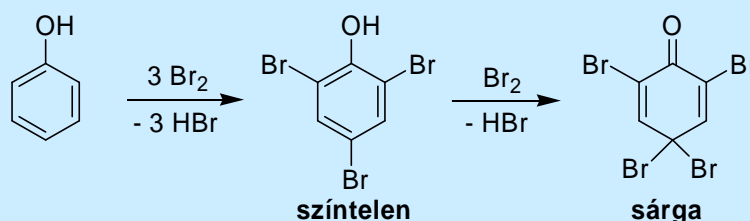
A fenol ammónia jelenlétében végzett hipokloritos oxidációjával színes, kinon-imin-típusú termékek keletkeznek.

**B.** Az *S* oldat (lásd Vizsgálatok) 1 ml-éhez 10 ml *R* vizet és 0,1 ml *R1 vas(III)-klorid-oldat*ot elegyítünk. Az oldat ibolyaszínű lesz, és e szín 5 ml *R 2-propanol* hozzáelegyítésére eltűnik.

Ibolyaszínű vas(III)-hexafenolát-komplex ( $[Fe(OC_6H_5)_6]^{3-}$ ) keletkezik, mely propanol hozzáadására elbomlik.

**C.** Az *S* oldat 1 ml-éhez 10 ml *R* vizet és 1 ml *R brómos vizet* elegyítünk. Halványsárga csapadék válik le.

A fenol brómozásával színtelen 2,4,6-tribrómfenol és sárga 2,4,4,6-tetrabrom-2,5-ciklohexadién-1-on keletkezik. Mindkét vegyület vízben rosszul oldódik.



#### Vizsgálatok

**S oldat.** 1,0 g anyagot *R* vízzel 15 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az *S* oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a  $B_6$  szín-mértékkoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Savasság.** Az *S* oldat 2 ml-éhez 0,05 ml *R metilnarancs-oldat*ot elegyítünk. Az oldat sárga színű legyen.

A fenol vizes oldata gyengén savas kémhatású. A metilnarancs indikátor színváltozásának pH-tartománya: 3,0 (vörös) – 4,4 (sárga).



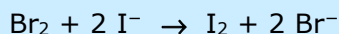
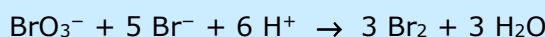
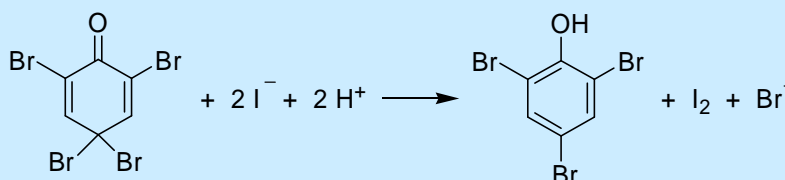
## Tartalmi meghatározás

2,000 g anyagot *R* vízzel 1000,0 ml-re oldunk. Az oldat 25,0 ml-ét üvegdugós lombikba mérjük és 50,0 ml 0,0167 M bromid-bromát-mérőoldatot és 5 ml *R* tömény sósavat elegyítünk hozzá. A lombikot lezárjuk és az oldatot időnként lóbálással megkeverve, 30 percig, majd további 15 percig állni hagyjuk. Ezután *R* kálium-jodid 200 g/l töménységű oldatának 5 ml-ét elegyítjük hozzá, összerázzuk és 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal addig titráljuk, amíg az oldat enyhén sárga színű nem lesz. Ekkor 0,5 ml *R* keményítő-oldatot és 10 ml *R* klorofomot adunk hozzá és erőteljes rázás közben folytatjuk a titrálást. Üres kísérletet is végzünk.

1 ml 0,0167 M bromid-bromát-mérőoldattal 1,569 mg  $C_6H_6O$  egyenértékű.

Elektrofil szubsztitúcióval 2,4,6-tribrómfenol, majd további oxidációval 2,4,4,6-tetrabrom-2,5-ciklohexadién-1-on (tribrómfenol-brom) keletkezik (reakcióegyenlet: lásd *Phenolum* cikkely **C.** azonosítás magyarázata). A brómfelesleg, valamint a 2,4,4,6-tetrabrom-2,5-ciklohexadién-1-on a hozzáadott jodidot jóddá oxidálja, amelyet keményítő jelenlétében tioszulfáttal titrálunk (**KOPPESCHAAR**-féle fenolmeghatározás). Kloroformban a rossz vízoldékonyságú 2,4,6-tribrómfenol jól oldódik.

1 ml 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal szintén 1,569 mg  $C_6H_6O$  egyenértékű.



$$C_6H_6O\text{-tart. (\%)} = \frac{[V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}^{\text{üres}}(\text{ml}) - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}(\text{ml})] \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E(\text{mg/ml}) \cdot V_T}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_P} \cdot 100$$

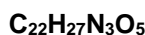
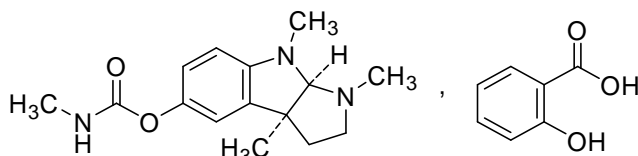
ahol  $V_T$  a törzsoldat,  $V_P$  pedig a kipipettázott alikvot térfogata.

## Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Phenolum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Phenolum* cikkely **A.** azonosítás.

## PHYSOSTIGMINI SALICYLAS, ESERINI SALICYLAS

## Fizosztigmin-szalicilát, Ezerin-szalicilát



## Definíció

A fizosztigmin-szalicilát szárított anyagra vonatkoztatott [(3a*S*,8a*R*)-1,3a,8-trimetil-1,2,3,3a,8,8a-hexahidropirroló[2,3-*b*]indol-5-il]-metilkarbamát]-szalicilsav-só-tartalma 98,5–101,0 %.

## Sajátságok

Szintelen vagy csaknem szintelen kristályok. Vízben mérsékelten oldódik; alkoholban oldódik. Levegő és fény hatására a kristályok fokozatosan megvörösödnek; a színeződés gyorsabb, ha a kristályok nedvesség hatásának is ki vannak téve. Vizes oldatai bomlékonyak.

Kb. 182 °C-on megolvad (bomlás közben).

Kolinészteráz bénító, indirekt paraszimpatomimetikum. Glaukóma kezelésére használják.

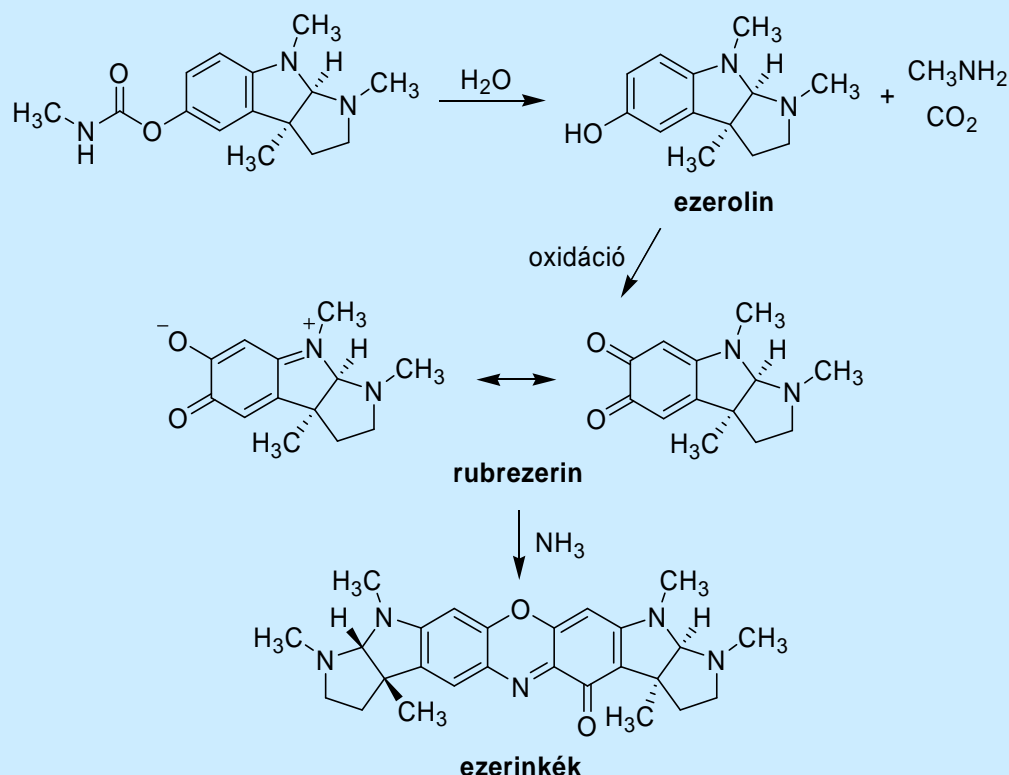
## Azonosítás

A. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

B. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

C. Kb. 10 mg anyagot porcelántálban néhány csepp *R1 hígított ammónia*-oldattal melegítünk. Narancs-szín keletkezik. Az oldatot szárazra párologtatjuk. A maradék *R alkoholban* kék színnel oldódik. Az oldathoz 0,1 ml *R tömény ecetsavat* adunk. Az oldat ibolyaszínűre változik. Az oldatot *R vízzel* meghígítjük. Az oldat intenzív vörös színnel fluoreszkál.

A fizosztigmin észterkötésének hidrolízisével ezerolin keletkezik, melyet a levegő oxigénje vörös színű rubrezerinné oxidál. A rubrezerin ammóniával ezerinkékké alakul, mely ecetsavban ibolyásvörös színnel oldódik.



D. Az S oldattal (lásd Vizsgálatok) a szalicilát a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

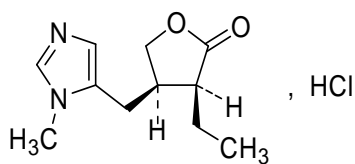
## Vizsgálatok

**S oldat.** 0,900 g anyagot, melegítés nélkül, 95 ml *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízben* oldunk, majd az oldatot *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vízzel* 100,0 ml-re hígítjuk. Az oldatot közvetlenül a felhasználás előtt készítjük.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és szintelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Physostigmini salicylas* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Physostigmini salicylas* cikkely **C.** azonosítás.
3. Lásd *Physostigmini salicylas* cikkely **D.** azonosítás.

**PILOCARPINI HYDROCHLORIDUM****Pilokarpin-hidroklorid****Definíció**

[(3*S*,4*R*)-3-Etil-4-[(1-metil-1*H*-imidazol-5-il)metil]dihidrofuran-2(3*H*-on)]-hidroklorid.

*Tartalom:* 99,0–101,0% (száritott anyagra).

**Sajátságok**

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok; nedvszívó.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik, etanolban (96%) bőségesen oldódik.

*Op.:* kb. 203 °C.

Paraszimpatomimetikum. Glaukóma, száraz szem szindróma, szájszárazság kezelésére használják.

**Azonosítás**

- A. Fajlagos optikai forgatóképesség (lásd Vizsgálatok).
- B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- C. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.
- D. A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**Vizsgálatok**

**S oldat.** 2,50 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 50,0 ml-re oldunk.

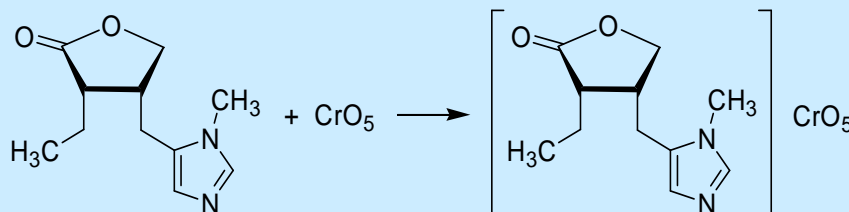
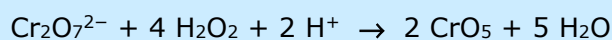
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az S<sub>7</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Fajlagos optikai forgatóképesség** (2.2.7): +89 és +93 között. Az S oldatot vizsgáljuk; az eredményt a száritott anyagra vonatkoztatjuk.

**Tájékoztató vizsgálatok**

1. Lásd *Pilocarpini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. 0,2 ml S oldatot (lásd Vizsgálatok) *R vízzel* 2 ml-re hígítunk, majd az oldathoz *R kálium-dikromát* 50 g/l-es oldatának 0,05 ml-ét, 1 ml *R hígított hidrogén-peroxid-oldatot* és 2 ml *R diklórmétánt* elegyítünk és összerázzuk. A szerves fázis ibolyaszínű lesz.

A dikromátból hidrogén-peroxiddal képződő króm(VI)-oxid-peroxiddal a pilokarpin diklórmétánba átrázható, színes molekulavegyületet képez. A vizsgálat olyan nitrogéntartalmú szerves vegyületek azonosítására alkalmas, melyek mind vízben, mind az alkalmazott szerves oldószerben oldódnak és nem oxidálódnak hidrogén-peroxiddal (**HELCH**-reakció).

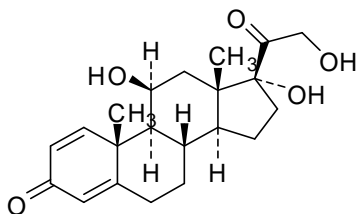


3. Az S oldat 1,0 ml-es részletéhez néhány csepp *R* hígított salétromsavat és *R1* ezüst-nitrát-oldat 2,0 ml-ét elegyítve fehér csapadék válik le.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

## PREDNISOLONUM

### Prednizolon



$\text{C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_5$

360,4

#### Definíció

11 $\beta$ ,17,21-Trihidroxipregna-1,4-dién-3,20-dion. *Tartalom*: 96,5–102,0%.

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por; nedvszívó.

*Oldékonyság*: vízben alig oldódik; etanolban (96%) és metanolban oldódik; acetonban mérsékelten oldódik; diklórmétánban kevésbé oldódik.

Polimorfiaira hajlamos (5.9).

Gyulladáscsökkentő szteroid.

#### Azonosítás

**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** Folyadékromatográfiás vizsgálat.

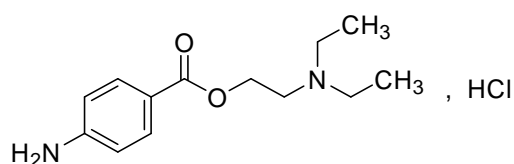
#### Tájékoztató vizsgálat

- Kb. 2 mg anyagot 2,0 ml *R* tömény kénsavban oldunk. A vörös színű oldat 5 perc múlva borvörös színű lesz. 10,0 ml *R* vízzel óvatosan hígítva, az oldat elszíntelenedik, és szürke, pelyhes csapadék válik ki belőle.

Tömény kénsavval egyes szteroidszármazékok jellegzetes színreakciót adnak. A prednizolon kénsavas reakciója a hidrokortizontól való megkülönböztetésére is alkalmas (a hidrokortizon tömény kénsavban sárgásbarna színnel oldódik, az oldat zölden fluoreszkál és 5 perc elteltével vörösbarna színűvé válik, majd vizes hígításával a szín barnássárgára, a fluoreszcencia pedig zöldre változik).

## PROCAINI HYDROCHLORIDUM

### Prokain-hidroklorid



$C_{13}H_{21}ClN_2O_2$

$M_r$  272,8

#### Definíció

A prokain-hidroklorid szárított anyagra vonatkoztatott [2-(dietilamino)etil-4-aminobenzoát]-hidroklorid-tartalma 99,0–101,0%.

#### Sajátságok

Fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok. Vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban oldódik.

Helyi érzéstelenítő.

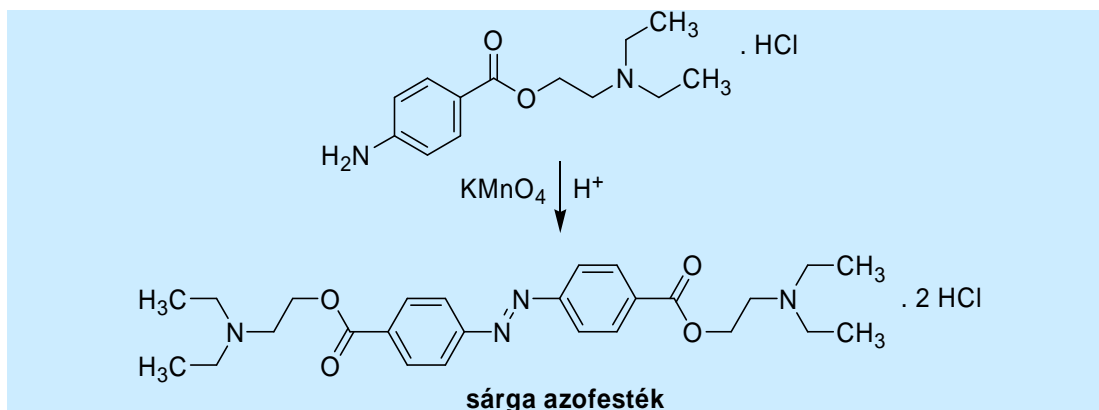
#### Azonosítás

- Olvadáspont (2.2.14): 154–158 °C.
- Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- Kb. 5 mg anyagot 0,5 ml *R füstölő salétromsaval* vízfürdőn szárazra párologtatunk. Lehűlés után a maradékot 5 ml *R acetonban* oldjuk. 1 ml alkoholos 0,1 M *kálium-hidroxid-oldat* hozzáadása csak barnászöld színűvé színezi az oldatot.

A **VITALI–MORIN**-reakció a prokain, a tetrakain és a lidokain megkülönböztetésére alkalmas (a lidokain esetén zöld, a tetrakain esetén pedig ibolyaszínű **MEISENHEIMER**-komplex keletkezik).

- 0,2 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 2 ml *R vizet* és 0,5 ml *R hígított kénsavat* elegyítünk. Az összerázott oldathoz *R kálium-permanganát* 1 g/l töménységű oldatának 1 ml-ét elegyítjük. Az oldat azonnal elszíntelenedik.

A prokaint savas közegben a permanganát sárga azofestékké oxidálja, miközben mangán(II)-ionok képződnek.



**E.** A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

**F.** Az aromás primer aminok azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldat 1 ml-ét *R* vízzel 100 ml-re hígítjuk és az így nyert oldat 2 ml-ét vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

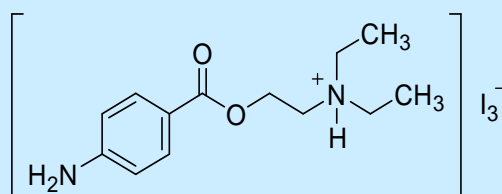
**S oldat.** 2,5 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Procaini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Procaini hydrochloridum* cikkely **F.** azonosítás.
3. Az S oldat 1,0 ml-ét 1 csepp *R* hígított sósavval megsavanyítva, néhány csepp *R4 jód-oldattól* barna színű csapadék válik le.

A prokain-hidroklorid trijodid-ionokkal vízben rosszul oldódó, barna söt képez. A reakció a protonált tercier aminokra jellemző.



4. Az S oldat másik 1,0 ml-es részlete 4,0 ml *R* vízzel hígítva 1,5 ml *R kálium-tiocianát-oldattól* nem változik (különbség a tetrakaintól).

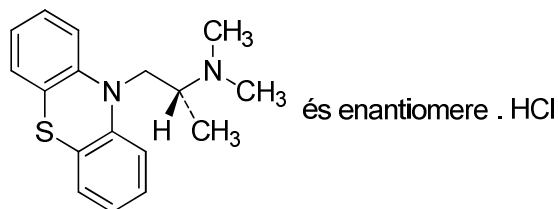
A tetrakainnal ellentétben, a prokain tiocianáttal nem képez vízben rosszul oldódó söt.

5. Az S oldat újabb 1,0 ml-es részletéhez 2 csepp *R hígított salétromsavat* és 8–10 csepp *R1 ezüst-nitrát-oldatot* elegyítve, fehér csapadék keletkezik.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

## PROMETHAZINI HYDROCHLORIDUM

### Prometazin-hidroklorid



$C_{17}H_{21}ClN_2S$

$M_r$  320,9

#### Definíció

(2*RS*)-*N,N*-Dimetil-1-(10*H*-fenotiazin-10-il)propán-2-amin-hidroklorid.

Tartalom: 99,0–101,0% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy kissé sárgás, kristályos por.

*Oldékonyság*: vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) és diklórmetánban bőségesen oldódik.

*Op*: kb. 222 °C (bomlás közben).

$H_1$ -antagonista, szedatív, paraszimpatomimetikus és szerotonin-antagonista hatású fenotiazin-származék. A gyógyászatban allergiás tünetek kezelésére, hányinger, tengeribetegség mérséklésére, valamint nyugtatóként alkalmazzák.

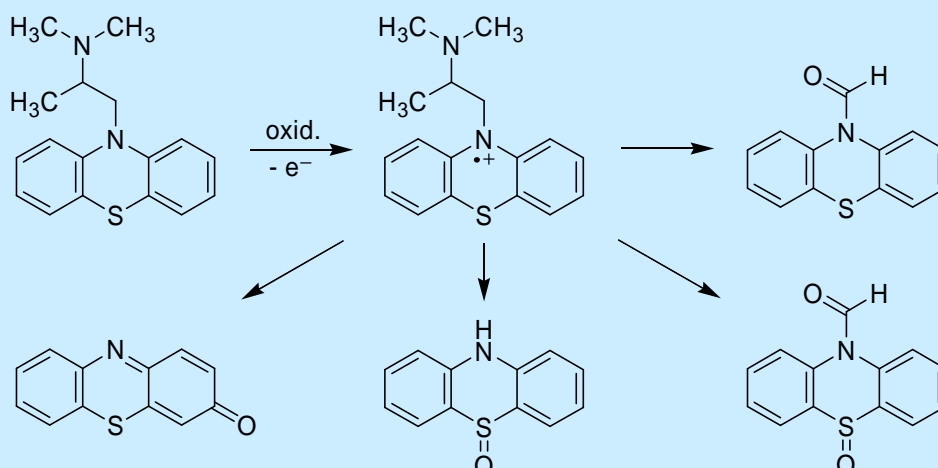
#### Azonosítás

A . Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

B. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

C. 0,1 g anyag 3 ml *R* vízzel készült oldatához cseppenként 1 ml *R* tömény salétromsavat elegyítünk. Csapadék válik le, amely vörös színnel azonnal oldódik; ez a szín narancsszínűre, majd sárgára változik. Az oldatot forrásig melegítjük; ekkor narancsszínű lesz, és narancsvörös csapadék válik le belőle.

A fenotiazinvázis vegyületek jellegzetes reakciója, hogy oldatuk oxidálószer hatására elszíneződik. A prometazin salétromsavas reakciójának első lépésében színes gyökkation képződik, majd az oldallánc és/vagy a fenotiazingyűrű oxidációjával további oxidációs termékek (pl. 10-formilfenotiazin, fenotiazin-szulfoxid, kinoidális szerkezetű fenotiazon) keletkeznek.



D. A kloridion *b*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

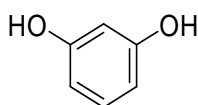
### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Prometazini hydrochloridum* cikkely **C.** azonosítás.
2. 50 mg anyagot 3,0 ml *R* vízben oldunk, és az oldatot 2,0 ml *R1* ezüst-nitrát-oldattal elegyítjük. Fehér csapadék keletkezik.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

## RESORCINOLUM

### Rezorcin



$C_6H_6O_2$

$M_r$  110,1

### Definíció

A rezorcin szárított anyagra vonatkoztatott benzol-1,3-diol-tartalma 98,5–101,0%.

### Sajátságok

Színtelen vagy enyhén rózsaszínes-szürke, kristályos por vagy kristályok; fény és levegő hatására vörösödik. Vízben és alkoholban nagyon bőségesen oldódik.

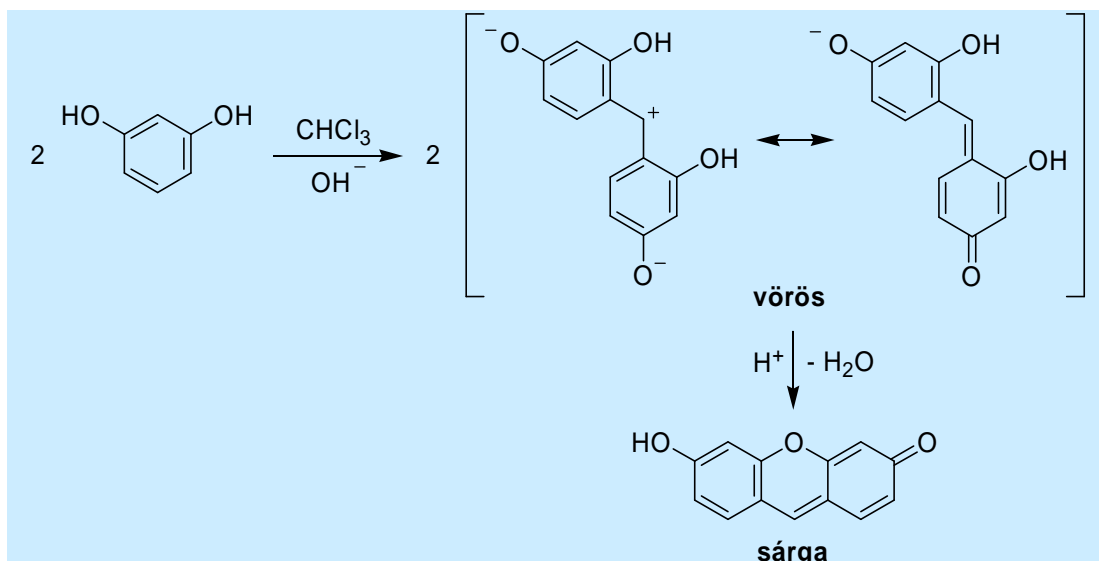
Keratolitikus és enyhe fertőtlenítő hatású egyület.

### Azonosítás

- A. Olvadáspont (2.2.14): 109–112 °C.
- B. 0,1 g anyagot 1 ml *R* vízben oldunk, az oldathoz 1 ml *R* tömény nátrium-hidroxid-oldatot és 0,1 ml *R* kloroformot adunk, az elegyet melegítjük, majd hagyjuk lehűlni. Intenzív mélyvörös szín keletkezik, amely *R* tömény sósav csekély feleslegének hozzáadására halványsárgára változik.

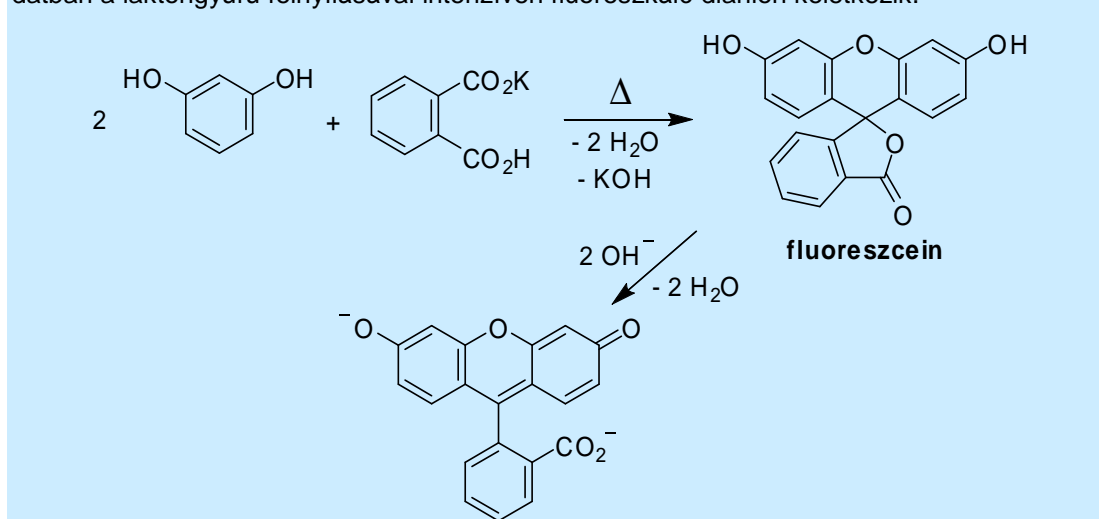
A rezorcin lúgos oldatát kloroformmal melegítve difenilmetán-típusú, vörös színezék keletkezik, mely sav hatására kinoidális szerkezetű, sárga xanténszármazékká alakul (**GUARESCHI-LUSTGARTEN**-reakció).





- C. Kb. 10-10 mg finoman elporított anyagot és *R* kálium-hidrogén-ftalátot alaposan összekeverünk. Nyílt láng felett narancssárga szín megjelenéséig hevítjük. Lehűtjük, 1 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot és 10 ml *R* vizet adunk hozzá és a keveréket oldódásig rázzuk. Az oldat intenzív zöld fluoreszcenciát mutat.

A rezorcint ftálsav-anhidriddel vagy ftálsav-sókkal hevítve fluoreszcein képződik. Lúgos oldatban a laktongyűrű felnyílásával intenzíven fluoreszkáló dianion keletkezik.



### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 25 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) legyen. Színe nem lehet erősebb, mint a  $\text{B}_5$  vagy  $\text{P}_5$  szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer), és a színintenzitás vízfürdőn történő 5 percnyi melegítés után is változatlan maradjon.

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 10 ml-éhez 0,05 ml *R2* brómfenolkék-oldatot elegyítünk. Az indikátor színének legfeljebb 0,05 ml 0,1 M sósav-mérőoldattól vagy 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól meg kell változnia.

A rezorcín vizes oldata savas kémhatású. A brómfenolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 2,8 (sárga) – 4,4 (kékesibolya). Ha az indikátor hozzáadása után sárga oldatot kapunk, akkor nátrium-hidroxid-mérőoldatot, ha kékesibolyát, akkor pedig sósav-mérőoldatot adunk a vizsgált mintához. Zöld szín esetén a vizsgálat bármelyik mérőoldat hozzáadásával folytatódhat.

**Pirokatechin.** Az S oldat 2 ml-éhez 1 ml *R2 ammónium-molibdenát-oldatot* elegyítünk és összekeverjük. Az oldat sárga színe nem lehet erősebb, mint az egyidejűleg és azonos módon végzett összehasonlító vizsgálat során észlelt színeződés. Az összehasonlító vizsgálatot *R pirokatechin* 0,1 g/l koncentrációjú oldatának 2 ml-ével végezzük.

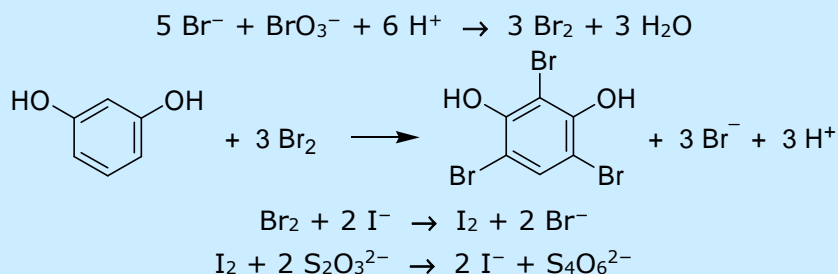
Az *orto*-helyzetű fenolos hidroxilcsoportokat tartalmazó pirokatechin molibdenáttal sárga komplexet képez.

### Tartalmi meghatározás

0,500 g anyagot *R vízzel* 250,0 ml-re oldunk. Az oldat 25,0 ml-éhez üveg dugós lombikban 1,0 g *R kálium-bromidot*, 50,0 ml 0,0167 M *kálium-bromát-mérőoldatot*, 15 ml *R kloroformot* és 15,0 ml *R1 sósavat* adunk. A lombikot lezárjuk, összerázzuk és sötét helyen, időnként összerázva 15 percig állni hagyjuk. Ezután *R kálium-jodid* 100 g/l töménységű oldatának 10 ml-ét elegyítjük hozzá. A lombik tartalmát alaposan összerázzuk, 5 percig állni hagyjuk, majd 1 ml *R keményítő-oldatot* használva indikátorként, 0,1 M *nátrium-tioszulfát-mérőoldattal* titráljuk.

1 ml 0,0167 M *kálium-bromát-mérőoldattal* 1,835 mg  $C_6H_6O_2$  egyenértékű.

Elektrofil szubsztitúcióval 2,4,6-tribrómrezorcin keletkezik, mely vízben rosszul, de kloroformban jól oldódik. A brómfelesleget jodometriásan visszamérjük.



$$C_6H_6O_2\text{-tart. (\%)} = \frac{(V_{\text{KBrO}_3} \cdot f_{\text{KBrO}_3} - V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}) \cdot E \text{ (mg/ml)} \cdot V_{\text{T}}}{\text{bemérés (mg)} \cdot V_{\text{P}}} \cdot 100$$

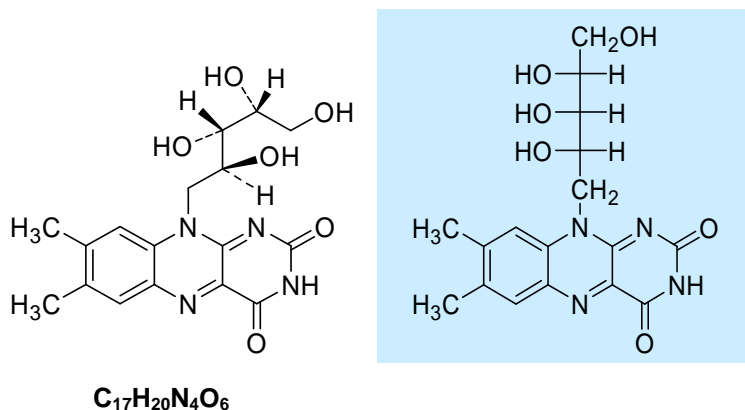
ahol  $V_{\text{T}}$  a törzsoldat,  $V_{\text{P}}$  pedig a kipipettázott alikvot térfogata.

### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Resorcinolum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Resorcinolum* cikkely **B.** azonosítás.

## RIBOFLAVINUM

### Riboflavin



#### Definíció

7,8-Dimetil-10-[(2*S*,3*S*,4*R*)-2,3,4,5-tetrahidroxipentil]benzo[*g*]pteridin-2,4(3*H*,10*H*)-dion.

Tartalom: 97,0–103,0% (szárított anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* sárga vagy narancssárga, kristályos por.

*Oldékonyság:* vízben alig oldódik, etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik.

Oldatai fény hatására bomlanak, különösen lúgos közegben. Polimorfíára hajlamos (5.9).

B-vitaminhiány kezelésére és megelőzésére használják (B<sub>2</sub>-vitamin).

#### Azonosítás

**A.** Fajlagos optikai forgatóképesség (lásd Vizsgálatok).

**B.** Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

**C.** Kb. 1 mg anyagot 100 ml *R* vízben oldunk. Az oldat áteső fényben halvány zöldsárga színű, ráeső fényben pedig élénk sárgászöld színben fluoreszkál; a fluoreszcencia ásványi savak, illetve lúgok hozzáadására megszűnik.

A riboflavinból savak vagy lúgok hatására keletkező kation, ill. anion nem fluoreszkál.

#### Vizsgálatok

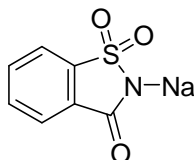
**Fajlagos optikai forgatóképesség (2.2.7):** –115 és –135 között (szárított anyagra). 50,0 mg anyagot karbonátmentes 0,05 *M* nátrium-hidroxid-oldattal 10,0 ml-re oldunk. Az optikai forgatóképességet az oldás befejeződését követő 30 percen belül mérjük.

#### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Riboflavinum* cikkely **C.** azonosítás.

## SACCHARINUM NATRICUM

### Szacharin-nátrium



*Mr* 205,2

#### Definíció

[1,2-Benzizotiazol-3(2*H*)-on]-1,1-dioxid-nátrium-só.

*Tartalom:* 99,0–101,0% (vízmentes anyagra). Változó mennyiségű vizet is tartalmazhat.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok. Száraz levegőn mállik.

*Oldékonyság:* vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) mérsékelten oldódik.

Mesterséges édesítőszer.

#### Azonosítás

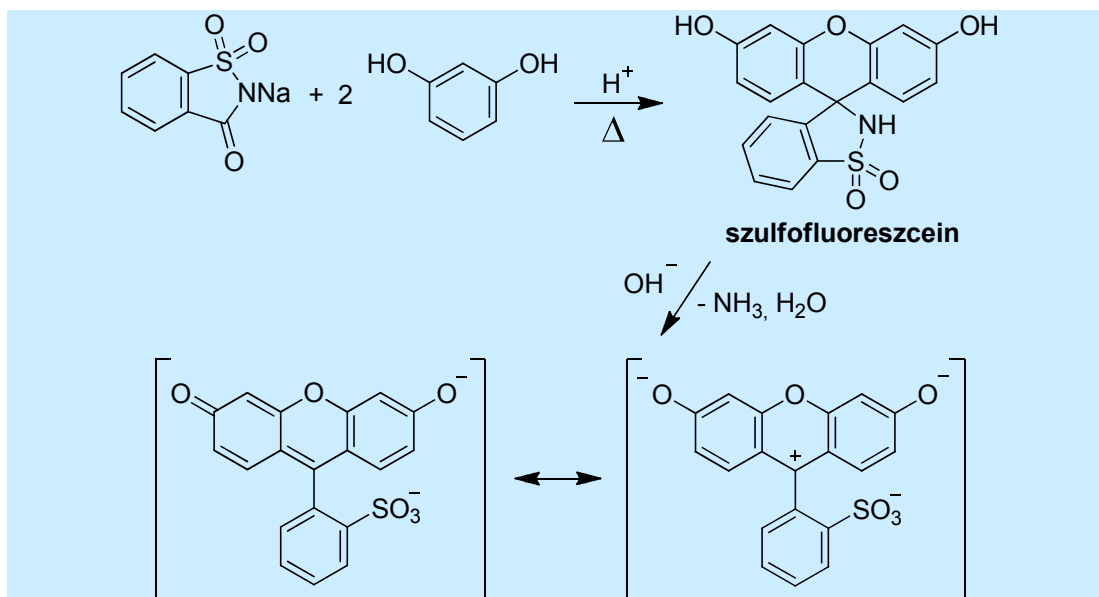
**A.** Az *S* oldat (lásd Vizsgálatok) 5 ml-éhez 3 ml *R* hígított sósavat elegyítve fehér csapadék képződik. A csapadékot leszűrjük és *R* vízzel átmoszuk. A 100–105 °C-on szárított csapadék olvadáspontja (2.2. 14): 226–230 °C.

A savas közegben felszabaduló szacharin fehér csapadékként kiválik az oldatból.

**B.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

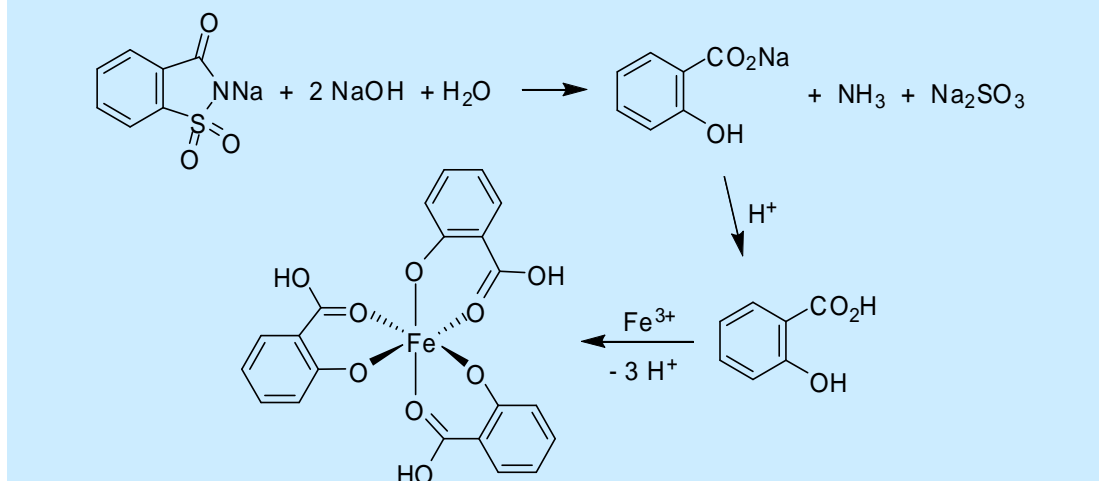
**C.** Kb. 10 mg anyagot kb. 10 mg *R* rezorcinnal összekeverünk. A keveréket 0,25 ml *R* tömény kénsavval nyílt lángon sötétzöld szín keletkezéséig óvatosan melegítjük. Lehűlés után 10 ml *R* vizet, majd annyi *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatot elegyítünk hozzá, hogy kémhatása lúgos legyen. Intenzív zöld fluoreszcencia lép fel.

A szacharin-nátrium tömény kénsav jelenlétében rezorcinnal melegítve szulfofluoreszceinné alakul, melyből lúgos oldatban a gyűrűs szulfonamid hidrolízisével egy intenzív zöld színnel fluoreszkáló anion keletkezik.



- D. 0,2 g anyagot 1,5 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldattal szárazra párologtatunk. A maradékot – kerülve az elszénesedést – óvatosan megolvasztjuk. Lehűlés után kb. 5 ml *R* vízben oldjuk, és az oldathoz annyi *R* hígított sósavat adunk, hogy kémhatása gyengén savas legyen. Az oldatot szükség esetén megszűrjük, és a szüredékhez 0,2 ml *R2* vas(III)-klorid-oldatot elegyítünk. Ibolya színeződés keletkezik.

A nátrium-hidroxidos ömlesztés során a szacharin-nátriumból nátrium-szalicilát keletkezik, ami – az oldat átsavanyítását követően – vas(III)-ionokkal ibolyaszínű kelátkomplexet képez.



- E. Az S oldattal a nátriumion *a*) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízzel 50,0 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer). A vizsgálathoz 5,0 g anyagot 25 ml *R* szén-dioxid-mentes vízben oldunk.

### Tájékoztató vizsgálat

1. Az anyag óvatosan hevítve megfeketedik, miközben a lángot élénksárgára festi. A lángba tartva fellobban, de a lángból kivéve nem ég tovább.

A nátriumion a nemvilágító lángot tartósan élénksárgára festi.

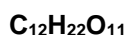
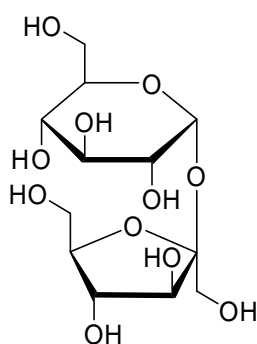
2. Lásd *Saccharinum natricum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

3. Lásd *Saccharinum natricum* cikkely **C.** azonosítás.

4. Lásd *Saccharinum natricum* cikkely **D.** azonosítás.

## SACCHARUM

### Szacharóz



*M*, 342,3

### Definíció

$\beta$ -D-Fruktofuranozil  $\alpha$ -D-glükopiranozid. Adalékanyagokat nem tartalmaz.

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por, illetve csillogó, színtelen vagy fehér, vagy csaknem fehér kristályok.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; etanolban (96%) kevésbé oldódik; vízmentes etanolban gyakorlatilag nem oldódik.

Fontos élelmiszer; gyógyszeres szirupok készítésére is használják.

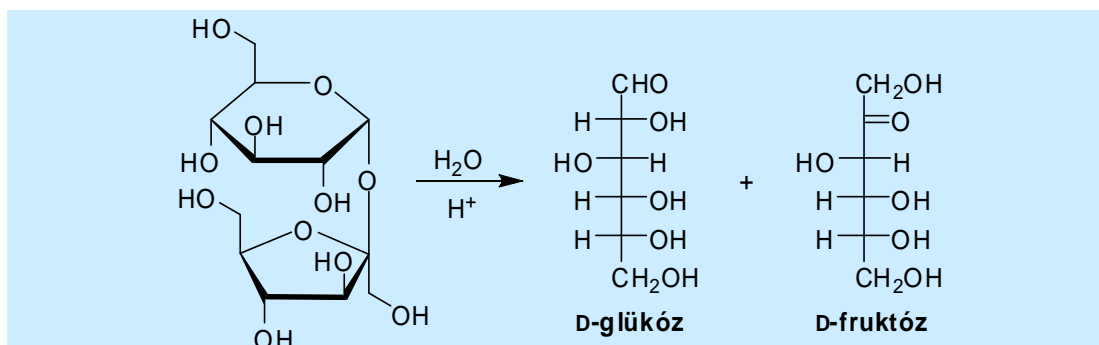
### Azonosítás

**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

**C.** Az S oldat (lásd Vizsgálatok) 1 ml-ét R vízzel 100 ml-re hígítjuk. Az oldat 5 ml-éhez 0,15 ml frissen készített R réz(II)-szulfát-oldatot és 2 ml frissen készített R hígított nátrium-hidroxid-oldatot elegyítünk. Az oldat kék színű, tiszta és forralás után is az marad. A forró oldathoz 4 ml R hígított sósavat elegyítünk, és 1 percig forraljuk. 4 ml R hígított nátrium-hidroxid-oldat hozzáadása után azonnal narancsszínű csapadék keletkezik.

A szacharóz nemredukáló cukor (nem tartalmaz szabad ciklofélaacetálos hidroxilcsoportot), ezért nem adja a FEHLING-reakciót. Savas hidrolízisével azonban redukáló cukrok (D-glükóz, D-fruktóz) keletkeznek, melyek a réz(II)-ionokat vörös réz(I)-oxid csapadékká redukálják (reakcióegyenletek: lásd *Glucosum anhydricum* cikkely **C.** és *Fructosum* cikkely **B.** azonosítás).



### Vizsgálatok

**S oldat.** 50,0 g anyagot *R* vízzel 100 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta legyen (2.2.1).

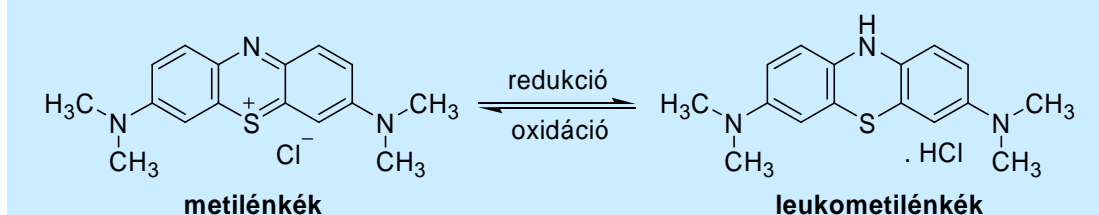
**Fajlagos optikai forgatóképesség** (2.2.7): +66,3 és +67,0 között. A vizsgálathoz 26,0 g anyagot *R* vízzel 100,0 ml-re oldunk.

**Dextrin.** A nagytérfogatú infúziók előállítására szánt anyag feleljen meg e vizsgálat követelményének is. Az S oldat 2 ml-éhez 8 ml *R* vizet, 0,05 ml *R* hígított sósavat és 0,05 ml 0,05 M jód-oldatot elegyítünk. Az oldat sárga színének meg kell maradnia.

A dextrinek a keményítő lebomlása során keletkező, különféle hosszúságú poliszacharid lánc-töredékek, melyek jód-oldattal a polimerizációs foktól függően kék (amilodextrin) vagy vörös színreakciót (eritrodextrin) adnak.

**Redukáló cukrok.** 150 mm hosszú és 16 mm átmérőjű kémcsőbe mért 5 ml S oldathoz 5 ml *R* vizet, 1,0 ml 1 M nátrium-hidroxid-oldatot és *R* metilénkék 1 g/l töménységű oldatának 1,0 ml-ét elegyítjük. Az elegyet homogenizáljuk és a kémcsövet vízfürdőbe helyezzük. Pontosan 2 perc elteltével a kémcsövet kiemeljük a vízfürdőből, és az oldatot azonnal vizsgáljuk. A kék szín nem tűnhet el teljesen. A levegő/oldat határfelületen megjelenő kék színt figyelmen kívül hagyjuk.

A redukáló cukrok – pl. glükóz, invertcukor (a szacharóz hidrolízisével keletkező, 1 : 1 arányú glükóz : fruktóz elegy) – a metilénkéket színtelen leukometilénkékké alakítják (a levegő/oldat határfelületen a leukoszarmazék fokozatosan visszaoxidálódik metilénkékké).



### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Saccharum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Saccharum* cikkely **C.** azonosítás.

## SILICA COLLOIDALIS HYDRICA

### Szilícium-dioxid, kolloid, víztartalmú

#### Definíció

A víztartalmú, kolloid szilícium-dioxid előállítása csapadékképzés vagy gélképzés útján történik.

*Tartalom:* 98,0–100,5% szilícium-dioxid (SiO<sub>2</sub>; *M<sub>r</sub>* 60,1) (kiiztított anyagra).

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, könnyű, finom, amorf por.

*Oldékonyság:* vízben és ásványi savakban – a hidrogén-fluorid-oldat kivételével – gyakorlatilag nem oldódik; forró alkálilúgok oldják.

Gyógyszertechnológiai segédanyag.

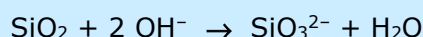
### Azonosítás

**A.** A szilikát azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1), az előírt változás észlelhető. Kb. 20 mg anyagot vizsgálunk.

### Tájékoztató vizsgálat

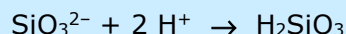
1. 0,20 g anyag 5,0 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldat*ban forralva oldódik.

A szilícium-dioxid lúgokban szilikátképződés közben oldódik.



2. Az oldatot 6,0 ml *R hígított sósav*val, majd 8,0 ml *R1 hígított ammónia-oldattal* összerázzuk. Kocsonyás, fehér csapadék keletkezik.

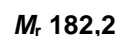
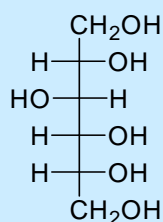
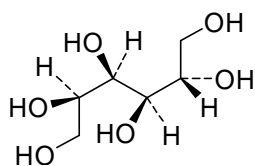
Az elektrolízis megbontja a kolloid oldatot, így a kovasav kiválik.



3. 0,10 g anyagot 5,0 ml *R vízre* szórunk. Az anyag a vízben néhány percen belül egyenletesen eloszlik.

## SORBITOLUM

### Szorbit



### Definíció

D-Glucit (D-szorbit). *Tartalom:* 97,0–102,0%.

### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban gyakorlatilag nem oldódik.

Polimorfíára hajlamos (5.9).

Ozmotikus hashajtó és vizelethajtó hatású cukoralkohol. Cukormentes élelmiszerek édesítőszereként is alkalmazzák.

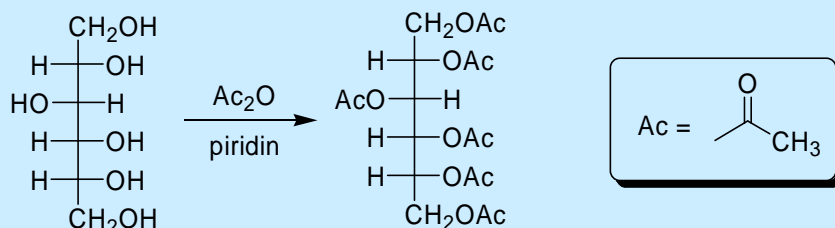


## Azonosítás

A. Folyadék-kromatográfiás vizsgálat.

B. 0,5 g anyagot 0,5 ml *R piridin* és 5 ml *R ecetsavanhidrid* elegyében melegítéssel oldunk. 10 perc múlva az oldatot 25 ml *R vízbe* öntjük, majd jeges vízfürdőben 2 óra hosszat állni hagyjuk. A csapadékot kis mennyiségű *R etanoból* (96%) átkristályosítjuk és *vákuumban* megszárítjuk. Olvadáspont (2.2.14): 98–104 °C.

Ecetsavanhidriddel, piridin jelenlétében melegítve a szorbit jellemző olvadáspontú hexaacetil-származéka keletkezik. A mannit hasonló módon előállított hexaacetil-származékának olvadáspontja: 121–124 °C.



C. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

D. Fajlagos optikai forgatóképesség (2.2.7): +4,0 és +7,0 között (vízmentes anyagra). 5,00 g anyagot és 6,4 g *R dinátrium-tetraborátot* 40 ml *R vízben* oldunk. Az oldatot 1 órán keresztül állni hagyjuk, közben időnként összerázzuk, majd *R vízzel* 50,0 ml-re hígítjuk és szükség esetén megszűrjük.

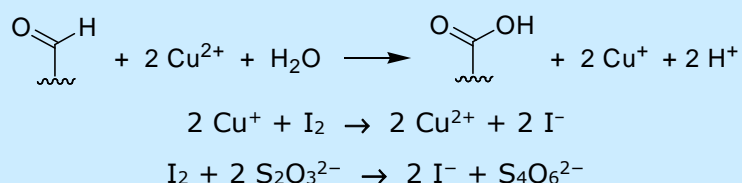
A D-sorbit vizes oldata igen csekély optikai aktivitást mutat (fajlagos optikai forgatóképessége: kb. –2). Bórx hozzáadásával azonban a szorbit valamivel nagyobb optikai forgatóképességű (kb. +6) borátkomplexe keletkezik (a balra forgató szorbit borátkomplexe jobbra forgat).

## Vizsgálatok

**Az oldat külleme.** 5 g anyagot *R vízzel* 50 ml-re oldunk. Az oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2 II. módszer).

**Redukáló cukrok:** legfeljebb 0,2%, glükóz egyenértékben kifejezve. 5,0 g anyagot 6 ml *R vízben* enyhe melegítéssel oldunk. Az oldatot lehűtjük, majd 20 ml *R réz(II)-citrát-oldatot* és néhány üveggöngyöt adunk hozzá. A folyadékot úgy melegítjük, hogy 4 perc múlva kezdjen forni, majd 3 percen át forrásban tartjuk. Gyorsan lehűtjük, majd *R tömény ecetsav* 2,4 % V/V-os oldatának 100 ml-ét és *0,025 M jód-mérőoldat* 20,0 ml-ét adjuk hozzá. Állandó rázogatás közben, 6 térfogatrész *R tömény sósav* és 94 térfogatrész *R víz* elegyének 25 ml-ét adjuk az oldathoz, majd a csapadék feloldódása után a jód feleslegét *0,05 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal* titráljuk. 1 ml *R keményítő-oldatot* alkalmazunk indikátorként, amit a titrálás vége felé adunk az oldathoz. Legalább 12,8 ml *0,05 M nátrium-tioszulfát-mérőoldat* fogyjon.

A redukáló mono- és diszacharidok a réz(II)-ionokat réz(I)-ionokká redukálják, melyek jóddal visszaoxidálódnak réz(II)-ionokká. A jódfeleslegét nátrium-tioszulfáttal mérjük.



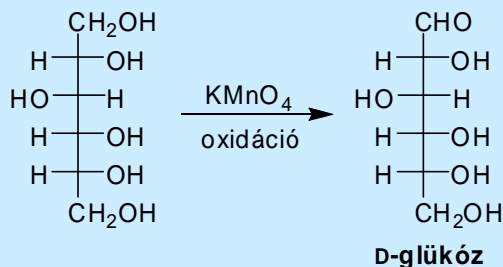
## Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Sorbitolum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

2. 0,70 g anyagot 10,0 ml *R vízben* oldunk. Az oldat 2,0 ml-es részletéhez 2,0 ml *R réz(II)-tartarát-oldatot* elegyítünk. A forrásig melegített oldat nem változik. Az oldat másik 2,0 ml-es részletéhez 1 csepp *R hígított nátrium-hidroxid-oldatot* és 7 csepp *0,02 M kálium-permanganát-oldatot* elegyítünk, állandó

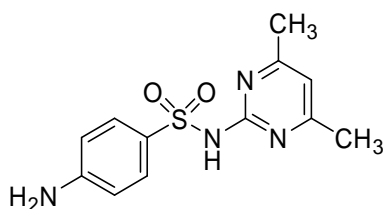
rázogatás közben. A forrásig hevített oldat elszíntelenedik. Az elegyhez 2,0 ml *R* réz(II)-tartarát-oldatot elegyítünk, és újból forraljuk. A sötétkék színű oldat alján téglavörös csapadék jelenik meg.

A szorbit nem redukálja a réz(II)-ionokat, azonban a permanganátos oxidációjával keletkező D-glükóz pozitív **FEHLING**-reakciót ad (reakcióegyenlet: lásd *Glucosum anhydricum* cikkely **C**. azonosítás).



## SULFADIMIDINUM

### Szulfadimidin



$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$

$M_r$  278,3

#### Definíció

4-Amino-*N*-(4,6-dimetilpirimidin-2-il)benzolszulfonamid. *Tartalom*: 99,0–101,0% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér por, illetve kristályok.

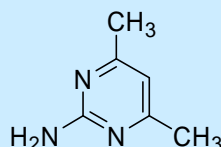
*Oldékonyság*: vízben alig oldódik; acetóban oldódik; etanolban (96%) kevéssé oldódik. Alkálilúgok és híg ásványi savak oldják.

Antibakteriális hatású szulfonamid-származék.

#### Azonosítás

- Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.
- 3 g anyagot száraz kémcsőbe mérünk. A 45°-os szögben megdőntött kémcső alsó részét szilikonolaj fürdőbe mártjuk és kb. 270 °C-ig hevítjük. A vizsgálandó anyag elbomlik és a kémcső falára fehér vagy sárgásfehér szublimátum válik ki. Az *R toluol*ból átkristályosított, majd 100 °C-on száritott szublimátum olvadáspontja 150–154 °C (2.2.14).

A szulfadimidint hevítve 2-amino-4,6-dimetilpirimidin keletkezik, mely a kémcső falára szublimál.



D. Kb. 5 mg anyagot *R tömény* sósav 103 g/l-es oldatának 10 ml-ében oldunk. Az oldat 1 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk. Ezen oldattal, további savanyítás nélkül elvégezve, az aromás primer aminok azonossági reakcióját (2.3.1), az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**Az oldat külleme.** 0,5 g anyagot 5 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldat* és 5 ml *R víz* elegyében oldunk. Az oldat színe nem lehet erősebb, mint az S<sub>5</sub>, a BS<sub>5</sub> vagy a ZS<sub>5</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

### Tájékoztató vizsgálatok

1. Száraz kémcsőben hevítve sárga színű cseppé olvad. Erősebb hevítéskor megbarnul, majd megfeketedik.
2. Lásd *Sulfadimidinum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
3. Lásd *Sulfadimidinum* cikkely D. azonosítás.

## SULFUR AD USUM EXTERNUM

### Kén külsőleges használatra

S

A, 32,07

#### Definíció

*Tartalom:* 99,0–101,0%.

#### Sajátságok

*Küllem:* sárga por.

*Oldékonyság:* vízben gyakorlatilag nem oldódik; szén-diszulfidban oldódik; növényi olajokban kevésbé oldódik.

*Op.:* kb. 120 °C.

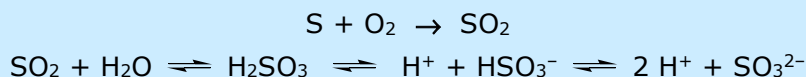
A szemcsék többségének mérete kisebb 20 µm-nél és csaknem valamennyi részecske kisebb 40 µm-nél.

Keratolitikus, enyhe antiszeptikus, gomba- és parazitaölő tulajdonsága miatt a bőrgyógyászatban alkalmazzák.

#### Azonosítás

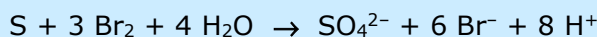
A. Levegő jelenlétében hevítve, kék lánggal ég. A fejlődő kén-dioxid a megnedvesített *R kék lakmuszpapír* színét pirosra változtatja.

A levegő oxigénjével a kén jellegzetes szagú kén-dioxiddá ég el, mely vízzel kénessavvá alakul. A savas közeg a lakmuszpapír színváltozását okozza. A lakmusz színváltozásának pH-tartománya: 5 (vörös) – 8 (kék).



B. 0,1 g anyagot 0,5 ml *R brómos vízzel* elszíntelenedésig melegítünk. Ezután 5 ml *R vizet* adunk a keverékhez és megsűrjük. A szüredékkel a szulfátion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

Bróm hatására a kén szulfáttá oxidálódik.



**Vizsgálatok**

**S oldat.** 5 g anyaghoz 50 ml *R desztillált vízből* készített *R szén-dioxid-mentes vizet* adunk. Ezután a keveréket gyakori rázogatás közben 30 percig állni hagyjuk, majd megsűrjük.

**Az oldat külleme.** Az S oldat színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Szag** (2.3.4). A vizsgálandó anyagnak nem lehet hidrogén-szulfid szaga.

**Savasság, lúgosság.** Az S oldat 5 ml-e 0,1 ml *R1 fenolftalein-oldattal* elegyítve színtelen legyen, de 0,2 ml 0,01 M *nátrium-hidroxid-mérőoldattól* piros színűre változzék. Az így nyert oldat 0,3 ml 0,01 M *sósav-mérőoldat* hozzáadására színtelenedjék el, majd 0,15 ml *R metilvörös-oldat* hozzáadására narancsvörös színű legyen.

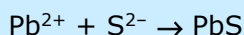
A kén vizes rázadéka enyhén savas–semleges kémhatású, ezért kevés lúg hozzáadására enyhén lúgossá válik. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros), a metilvörösé: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálatához az S oldat 5 ml-ét *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

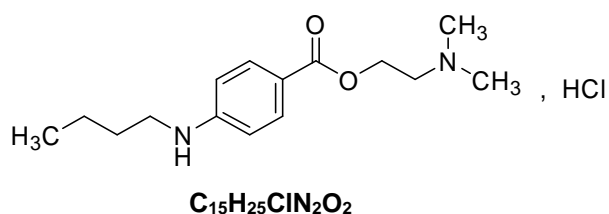
**Szulfát** (2.4.13): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálatához az S oldat 15 ml-ét használjuk.

**Szulfid.** 10 ml S oldathoz 2 ml *R tompítóoldatot* (pH 3,5) és *R ólom(II)-nitrát R szén-dioxid-mentes vízzel* frissen készített, 1,6 g/l-es oldatából 1 ml-t adunk, majd az elegyet összerázzuk. 1 perc elteltével oldat színe nem lehet erősebb, mint az egyidejűleg készített összehasonlító oldaté. Az összehasonlító oldatot 1 ml *R ólom-mértékoldat* (10 ppm Pb<sup>2+</sup>), 9 ml *R szén-dioxid-mentes víz*, 2 ml *R tompítóoldat* (pH 3,5) és 1,2 ml *R tioacetamid-reagens* elegyítésével készítjük.

A szulfidszennyezést fekete ólom(II)-szulfid csapadékként mutatjuk ki. Az összehasonlító oldatban a szulfidcsapadékot a tioacetamid hidrolízise során felszabaduló kénhidrogén képzí (lásd „Határértékvizsgálatok”, 2.4.8/A. pont magyarázata).

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Sulfur ad usum externum* cikkely **A.** azonosítás.

**TETRACAINI HYDROCHLORIDUM****Tetrakain-hidroklorid****Definíció**

[2-(Dimetilamino)etil]-[4-(butilamino)benzoát]-hidroklorid.

*Tartalom:* 99,0–101,0% (száritott anyagra).

**Sajátságok**

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér, kissé nedvszívó, kristályos por.

*Oldékonyság:* Vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

Kb. 148 °C-on megolvad; előfordulhat azonban két további kristályformája is, amelyek közül az egyik kb. 134 °C-on, a másik kb. 139 °C-on olvad meg. A különböző kristályformák elegyei 134 °C és 147 °C között olvadnak.

Helyi érzéstelenítő.

### Azonosítás

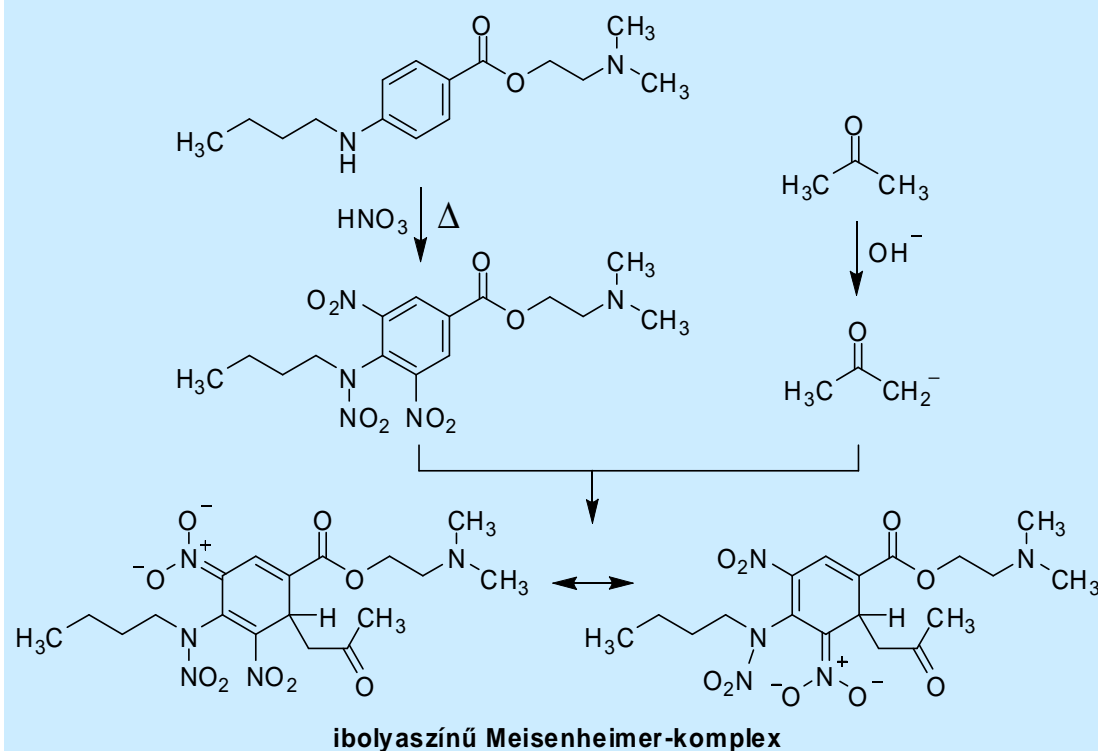
**A.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

**B.** 10 ml S oldathoz (lásd Vizsgálatok) 1 ml *R ammónium-tiocianát-oldatot* elegyítünk. Fehér, kristályos csapadék válik le. Az *R vízből* átkristályosított, majd 80 °C-on 2 órán át szárított kristályok kb. 131 °C-on olvadnak (2.2.14).

A tetracain tiocianáttal vízben rosszul oldódó, jellemző olvadáspontú sötét képez.

**C.** Kb. 5 mg anyagot 0,5 ml *R füstölgő salétromsavval* vízfürdőn szárazra párologtatunk. Lehűlés után a maradékot 5 ml *R acetonban* oldjuk. Az oldat 1 ml *alkoholos 0,1 M kálium-hidroxid-oldat* hozzáadására ibolyaszínű lesz.

A salétromsavas bepárlás során főtermékként a tetracain 3,5-dinitro-nitraminszármazéka keletkezik, mely a lúgos közegben deprotonálódó acetonnal ibolyaszínű **MEISENHEIMER-komplexet** képez (**VITALI-MORIN-reakció**). A reakció a prokain, a tetracain és a lidokain megkülönböztetésére alkalmas (a lidokain esetén zöld, a prokain esetén pedig barnászvörös színeződés keletkezik).



**D.** A kloridion *a)* pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldatot vizsgáljuk.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 5,0 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, *II. módszer*). Az S oldat 2 ml-ét *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk.

### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Tetracaini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. 1,0 ml S oldatot 4,0 ml *R* vízzel és 1,5 ml *R* kálium-tiocianát-oldattal elegyítünk. Fehér, kristályos csapadék keletkezik, amely melegítéskor feloldódik, de kihűlés közben fénylő kristálytűk alakjában újból kiválik.

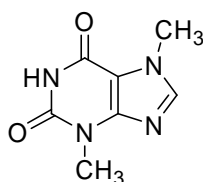
A gyógyszerkönyvben hivatalos helyi érzéstelenítők közül tiocianáttal csak a tetrakain képez vízben rosszul oldódó sót.

3. Az S oldat másik 1,0 ml-ét 4–5 csepp *R* hígított salétromsával és *R1* ezüst-nitrát-oldat 1,0 ml-ével elegyítjük. Fehér csapadék keletkezik.

Ezüst-klorid csapadék keletkezik.

## THEOBROMINUM

### Teobromin



$C_7H_8N_4O_2$

$M_r$  180,2

### Definíció

A teobromin szárított anyagra vonatkoztatott 3,7-dimetil-3,7-dihidro-1*H*-purin-2,6-dion-tartalma 99,0–101,0%.

### Sajátságok

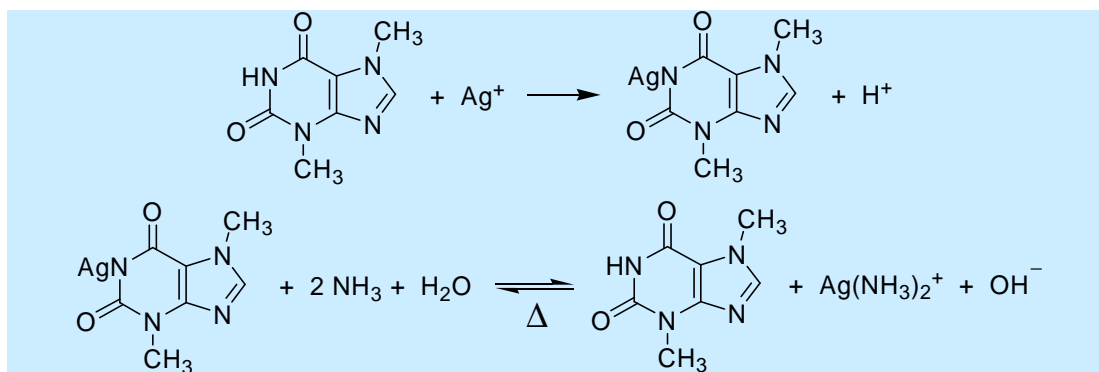
Fehér vagy csaknem fehér por. Vízben és etanolban alig oldódik; ammónia-oldatban kevésbé oldódik. Híg alkálilúgok és ásványi savak oldják.

Köhögéscsillapító, enyhe diuretikus és központi idegrendszeri stimuláló hatású alkaloid.

### Azonosítás

- A. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- B. Kb. 20 mg anyagot 2 ml *R1* hígított ammónia-oldatban, enyhén melegítve oldunk. Az oldatot lehűtjük, majd 2 ml *R2* ezüst-nitrát-oldatot elegyítünk hozzá. Az oldat tiszta marad. Néhány perc forralás után fehér kristályos csapadék válik ki belőle.

Ezüstionokkal a teobromin vízben rosszul oldódó ezüstsója keletkezik, mely ammónia-oldatban diammin-ezüst-komplex képződésével oldódik. Az ammóniát kiforralva az oldatból, leválik a teobromin-ezüstsó. A reakció a xantinszármazékok megkülönböztetésére is alkalmas. Az ammónia-oldatban oldódó teofillin ezüstsója sem vízben, sem ammónia-oldatban nem oldódik. A koffein nem tartalmaz savas protont, ezért rosszul oldódik ammónia-oldatban és nem reagál ezüstionokkal.



C. A xantin-származékok azonosságát elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**Savasság.** 0,4 g anyaghoz 20 ml forró *R* vizet adunk és a folyadékot 1 percig forraljuk, majd hagyjuk lehűlni és megszűrjük. A szüredékhez 0,05 ml *R1* brómtimolkék-oldatot elegyítve az oldat sárga vagy sárgászöld színű legyen, de legfeljebb 0,2 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldattól kékre színeződjék.

A teobromin vizes rázadéka közel semleges kémhatású. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 6,0 (sárga) – 7,6 (kék).

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,150 g-ját 125 ml forró *R* vízben kevergetés közben oldjuk, majd az oldatot 50–60 °C-ra lehűtjük, és 25 ml 0,1 M ezüst-nitrát-oldatot adunk hozzá. Az oldatot, 1 ml *R* fenolftalein-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal cseppenként rózsaszínig titráljuk.

1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 18,02 mg  $\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$  egyenértékű.

A teobromin ezüstsójának leválasztása során felszabaduló protonokat (az ezüstsó-képzés egyenletét lásd *Theobrominum* cikkely A. azonosítás magyarázata) alkalimetriásan titráljuk. A fenolftalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

$$\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{NaOH}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{NaOH}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

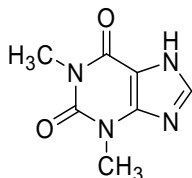
### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Theobrominum* cikkely B. azonosítás.
2. Lásd *Theobrominum* cikkely C. azonosítás.
3. 5,0 ml *R* vizet 0,05 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-oldattal és 2 csepp *R1* fenolftalein-oldattal elegyítünk. A piros színű oldathoz 0,10 g anyagot adunk. Az oldat piros színe forralás közben eltűnik, de lehűlés után ismét visszatér.

A xantinszármazékok eltérő savasságán és vízzoldékonyságán alapuló egyszerű reakció (WINKLER-próba) a koffein, a teobromin és a teofillin megkülönböztetésére alkalmas. A gyengén savas karakterű teobromin és teofillin nátrium-hidroxiddal sötét képeznek (a teobromin vízben csak melegítésre oldódódik), ezáltal az oldat lúgossága csökken és a fenolftalein piros színe eltűnik, míg a nem savas karakterű koffein esetén az oldat lúgos kémhatása, azaz a fenolftalein piros színe megmarad.

## THEOPHYLLINUM

### Teofillin

 $C_7H_8N_4O_2$  $M_r$  180,2

#### Definíció

1,3-Dimetil-3,7-dihidro-1*H*-purin-2,6-dion. *Tartalom*: 99,0–101,0% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.

*Oldékonyság*: vízben kevéssé oldódik; etanolban mérsékelten oldódik. Alkálilúgok, ammónia-oldat és ásványi savak oldják.

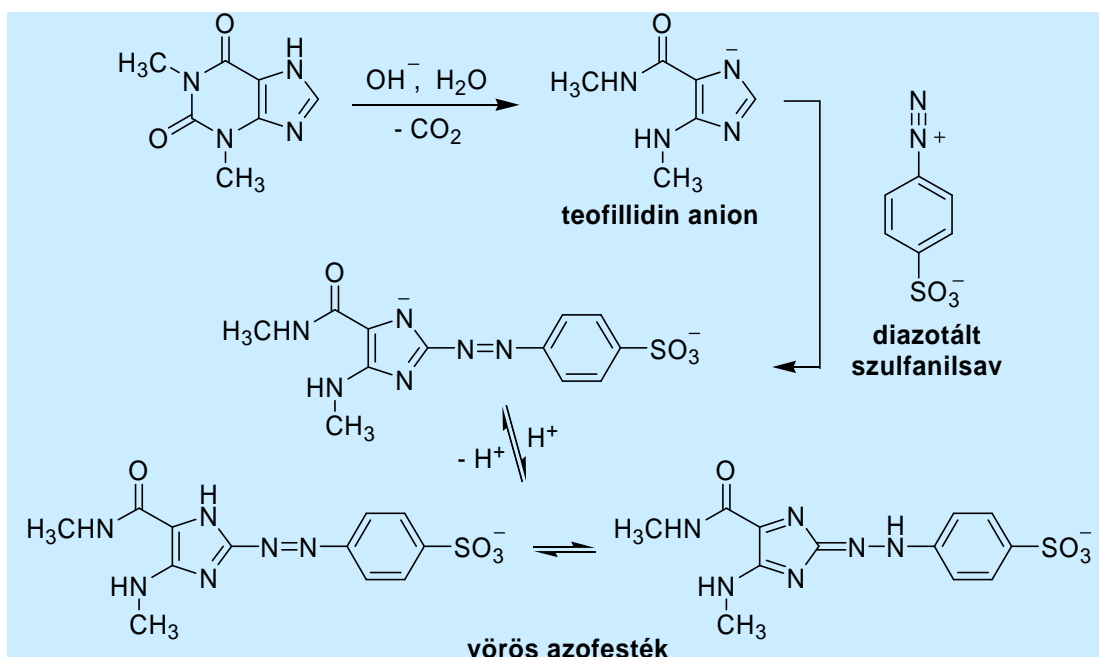
Hörgőtágító (bronchodilatáns), enyhe diuretikus és központi idegrendszeri stimuláló hatású alkaloid. A gyógyászatban főleg az asztma kezelésére alkalmazzák.

#### Azonosítás

- Olvadáspont (2.2.14): 270–274 °C. A 100–105 °C-on száritott anyagot vizsgáljuk.
- Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- 10 mg anyagot *R kálium-hidroxid* 360 g/l-es töménységű oldatának 1,0 ml-ével 90 °C-os vízfürdőben 3 percig melegítünk, majd az oldatot *R diazotált szulfanilsav-oldat* 1,0 ml-ével reagáltatjuk. Az elegy lassan vörös színű lesz. Üres kísérletet is végzünk.

Lúgos oldatban a teofillin pirimidingyűrűjének hidrolitikus felnyílásával teofillidin képződik (a lúgos oldatban anionként), mely diazotált szulfanilsavval vörös azofestéket (di-, ill. mono-aniont) képez (teofillidin-reakció). A diazónium-só az elektrondús imidazolgyűrű 2-helyzetébe kapcsolódik. A koffein és a teobromin csak hosszabb főzés után ad hasonló színreakciót.





D. Az anyag feleljen meg a „Szárítási veszteség” pontban (lásd Vizsgálatok) előírt követelménynek.

E. A xantin-származékok azonosságát elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 0,5 g anyagot *R* szén-dioxid-mentes vízben melegítéssel oldunk, majd az oldatot lehűtjük és ugyanezzel az oldószerrel 75 ml-re hígítjuk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**Savasság.** Az S oldat 50 ml-e 0,1 ml *R* metilvörös-oldattal elegyítve vörös színű legyen. Legfeljebb 1,0 ml 0,01 M nátrium-hidroxid-mérőoldat hozzáadására az indikátor színe sárgára változzék.

A theophyllin vizes oldata gyengén savas kémhatású. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

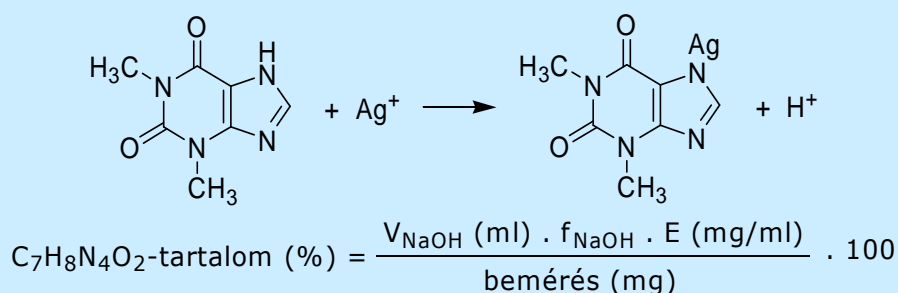
**Szárítási veszteség** (2.2.32): legfeljebb 0,5%. Az anyag 1,000 g-ját szárítószekrényben 105 °C-on szárítjuk.

### Tartalmi meghatározás

0,150 g anyagot 100 ml *R* vízben oldunk, majd az oldatot 20 ml 0,1 M ezüst-nitrát-oldattal elegyítjük és összerázzuk. Az oldatot 1 ml *R*1 brómtimolkék-oldat hozzáadása után 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-mérőoldattal 18,02 mg  $\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$  egyenértékű.

A theophyllin ezüstsójának leválasztása során felszabaduló protonokat alkalimetriásan titráljuk. A brómtimolkék indikátor színváltozásának pH-tartománya: 5,8 (sárga) – 7,4 (kék).



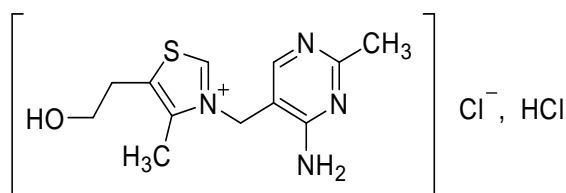
## Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Theophyllum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Theophyllum* cikkely E. azonosítás.
3. 5,0 ml R vizet 0,05 ml 0,1 M nátrium-hidroxid-oldattal és 2 csepp R1 fenolftalein-oldattal elegyítünk. A piros színű oldathoz 0,10 g anyagot adunk. Az oldat piros színe rázogatas közben eltűnik (megkülönböztetés a koffeintől és a teobromintól).

A xantinszármazékok eltérő savelősségén és vízdélkonyságán alapuló egyszerű reakció (WINKLER-próba) a koffein, a teobromin és a teofillin megkülönböztetésére alkalmas. A gyengén savas karakterű teobromin és teofillin nátrium-hidroxiddal söt képeznek (a teobromin vízben csak melegítésre oldódódik), ezáltal az oldat lúgossága csökken és a fenolftalein piros színe eltűnik, míg a nem savas karakterű koffein esetén az oldat lúgos kémhatása, azaz a fenolftalein piros színe megmarad.

## THIAMINI HYDROCHLORIDUM

## Tiamin-hidroklorid



$$\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{Cl}_2\text{N}_4\text{OS}$$

$$M_r 337,3$$

## Definíció

[3-[(4-Amino-2-metilpirimidin-5-il)metil]-5-(2-hidroxietyl)-4-metiltiazolium]-klorid-hidroklorid.

Tartalóm: 98,5–101,0% (vízmentes anyagra).

## Sajátságok

Küllem: fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok.

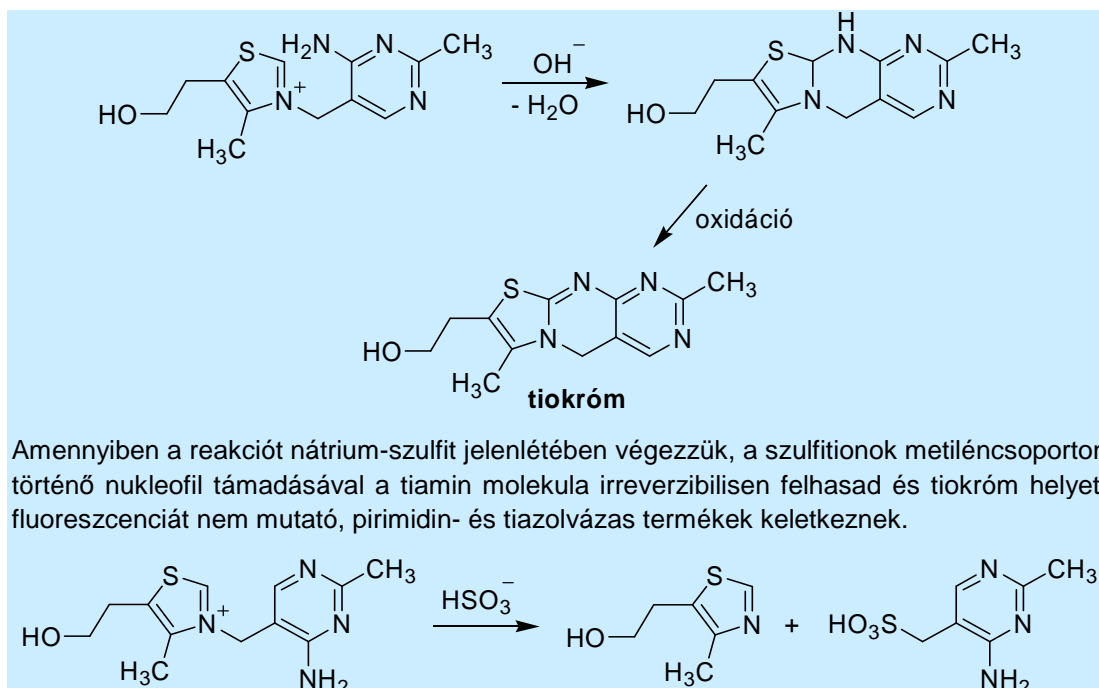
Oldékonyág: vízben bőségesen oldódik; gliceriben oldódik; alkoholban kevésé oldódik.

Vitaminpótlásra (B<sub>1</sub>-vitamin), valamint tiaminhiány következtében kialakuló idegszöveti károsodások, ill. szív működési zavarok kezelésére használják.

## Azonosítás

- A. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.
- B. Kb. 20 mg anyagot 10 ml R vízben oldunk, az oldathoz 1 ml R hígított ecetsavat és 1,6 ml 1 M nátrium-hidroxid-oldatot elegyítünk, és az elegyet vízfürdőn 30 percig melegítjük, majd hagyjuk lehűlni. A folyadékot 5ml R hígított nátrium-hidroxid-oldat, 10 ml R kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-oldat és 10 ml R 1-butanol hozzáadása után 2 percig erőteljesen rázzuk. A felső, alkoholos fázis intenzív világoskék fluoreszcenciát mutat, különösen 365 nm-es ultraibolya fényben. A vizsgálatot megismételjük, 1,6 ml 1 M nátrium-hidroxid-oldat helyett 0,9 ml 1 M nátrium-hidroxid-oldatot és 0,1 g R vízmentes nátrium-szulfítot alkalmazva. Az oldat gyakorlatilag nem fluoreszkál.

Lúgos közegben a tiamin protonlehasadással kondenzált triciklussá alakul, amelyet a hexaciano-ferrát(III) butanolba átrázható, kék színnel fluoreszkáló tiokrómá oxidál.



C. A kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

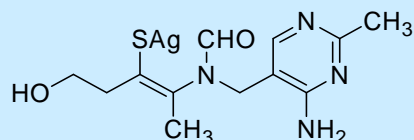
**S oldat.** 2,5 g anyagot *R* desztillált vízzel 25 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint az  $S_7$  vagy  $ZS_7$  szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer). A vizsgálathoz az S oldat 2,5 ml-ét *R* vízzel 5 ml-re hígítjuk.

### Tájékoztató vizsgálat

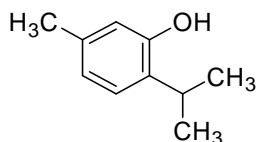
1. Lásd *Thiamini hydrochloridum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Kb. 10 mg anyagot 1,0 ml *R* vízben oldunk, és az oldatot 1–2 csepp *R* hígított salétromsával, majd *R1* ezüst-nitrát-oldat néhány cseppjével elegyítjük. Fehér csapadék válik le, mely *R2* hígított ammónia-oldat feleslegében oldódik. Az oldat melegítéskor sárga, később barna színűre változik, majd állás közben barna zavarosodás keletkezik.

Ammónia-oldatban diammin-ezüst-komplekként oldódó ezüst-klorid csapadék keletkezik. Az ammóniás oldat melegítése során a tiazolgyűrű felnyílik és barnásfekete ezüst-merkaptid képződik.



## THYMOLUM

### Timol



$C_{10}H_{14}O$

$M_r$  150,2

### Definíció

5-Metil-2-(metiletil)fenol.

### Sajátságok

*Küllem:* színtelen kristályok.

*Oldékonyság:* vízben alig oldódik; etanolban (96%) nagyon bőségesen oldódik; illóolajokban és zsíros olajokban bőségesen oldódik; glicerinben mérsékelten oldódik. Híg alkálilúgok oldják.

Baktérium- és gombaellenes hatású fertőtlenítőszer.

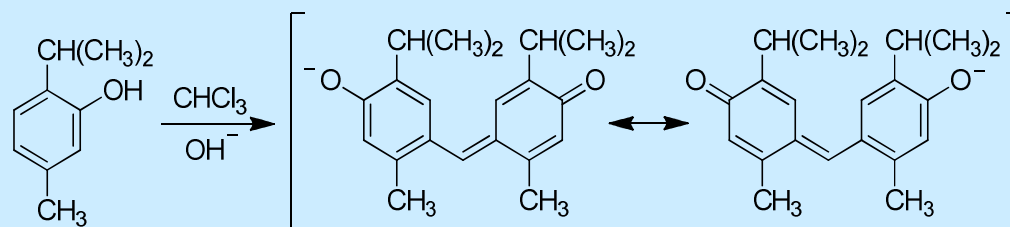
### Azonosítás

A. Olvadáspont: (2.2.14): 48–52 °C.

B. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

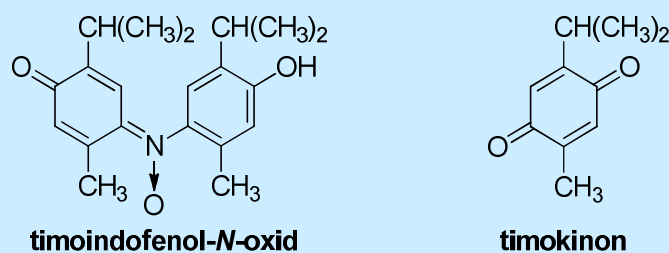
C. 0,2 g anyagot 2 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldatban melegítéssel oldunk, majd 0,2 ml *R* kloroformot adunk az oldathoz. Vízfürdőn melegítve ibolya színeződés keletkezik.

A timol lúgos oldatát kloroformmal melegítve ibolyaszínű, difenilmetán-típusú színezék keletkezik (**GUARESCHI–LUSTGARTEN**-reakció).



D. Kb. 2 mg anyagot 1 ml *R* vízmentes ecetsavban oldunk. 0,15 ml *R* tömény kénsav és 0,05 ml *R* tömény salétromsav hozzáadására az oldat kékeszöldre színeződik.

A reakcióban kék színnel fluoreszkáló timoindofenol-*N*-oxid és sárga timokinon képződik. A két szín keveredése eredményezi a kékeszöld színreakciót.



**Vizsgálatok**

1. Lásd *Thymolum* cikkely **C.** azonosítás.
2. Lásd *Thymolum* cikkely **D.** azonosítás.

**TITANII DIOXIDUM****Titán-dioxid** $M_r$  79,9**Definíció**

*Tartalom:* 98,0–100,5%.

**Sajátságok**

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér por.

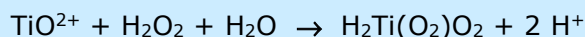
*Oldékonyság:* vízben gyakorlatilag nem oldódik. Híg ásványi savak nem oldják, de forró tömény kénsavban lassan feloldódik.

UV-fényt visszaverő sajátsága miatt fényvédő krémekben, fehérítő sajátsága miatt kozmetikumokban használják. Mivel a szerkezetben nem szívódik fel, mint fehér élelmiszerszínezéket (jelölőfesték) is alkalmazzák.

**Azonosítás**

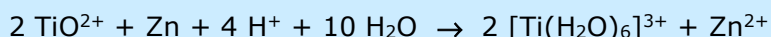
- A. Erős hevítés hatására a por halványsárgára színeződik; lehűlve azonban visszafehéredik.
- B. 5 ml S2 oldatot (lásd Vizsgálatok) 0,1 ml *R* tömény hidrogén-peroxid-oldattal elegyítünk. Az oldat narancsvörösre színeződik.

A titanilion hidrogén-peroxiddal élénksárga színű peroxo-titánsavat képez.



- C. Az S2 oldat 5 ml-ébe 0,5 g granulált *R* cinket szórunk. A keverék 45 perc múltán ibolyáskék színű lesz.

A titanilion savas közegben fém cinkkel titán(III)-ionná redukálódik, melynek hexaakvakomplexe ibolyaszínű.

**Vizsgálatok**

**S2 oldat.** 300 ml-es roncsoló lombikban 0,500 g anyagot (*m* g) 5 g *R* vízmentes nátrium-szulfáttal elkeverünk, majd 10 ml *R* vizet adunk hozzá. A vizes keverékhez – a szokásos elővigyázattal – 10 ml *R* tömény kénsavat adunk és az elegyet élénken forraljuk, míg tiszta oldatot nem nyerünk. Ez után lehűtjük, majd lassú ütemben 30 ml *R* víz és 10 ml *R* tömény kénsav lehűtött elegyét adjuk hozzá. A lombik tartalmát újból lehűtjük, majd *R* vízzel 100,0 ml-re hígítjuk.

A titán-dioxid tömény sósavval vagy tömény kénsavval melegítve titanilionok képződése közben oldódik.

**Tájékoztató vizsgálat**

1. Lásd *Titanii dioxidum* cikkely **A.** azonosítás.
2. Porcelán- vagy kvarctégelyben 0,20 g anyaghoz 3,0 ml *R* tömény kénsavat adunk, és a kénsavgőzök megjelenéséig hevítjük. A képződő szuszpenziót lehűtjük, *R* vízzel óvatosan 10,0 ml-re hígítjuk, és

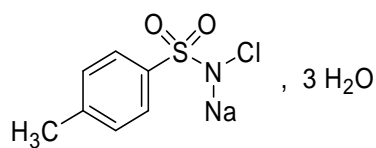
szűrjük. A szüredék 5,0 ml-éhez 1–2 csepp *R* tömény hidrogén-peroxid-oldatot cseppentünk. Az elegy narancsvörösre színeződik.

Az oldás során képződő titanilionok hidrogén-peroxiddal peroxotitánsavat képeznek (lásd *Titanii dioxidum* cikkely „Azonosítás” B. pont magyarázata).

3. 0,10 g anyag 2,0 ml *R* hígított sósavban nem oldódik (megkülönböztetés a cink-oxidtól).

## TOSYLCHLORAMIDUM NATRICUM

### Tozilklóramid-nátrium



*Mr* 281,7

#### Definíció

Nátrium-(*N*-klór-4-metilbenzolszulfonimidát)-trihidrát. *Tartalom*: 98,0–103,0%.

#### Sajátságok

*Küllem*: fehér vagy enyhén sárga, kristályos por.

*Oldékonyság*: vízben bőségesen oldódik; etanolban (96%) oldódik.

Fertőtlenítőszer, klóros víz helyett használt gyógyszeranalitikai reagens (chloraminum, klóramin-T). Bomlékonysága miatt vizes oldata nem tárolható.

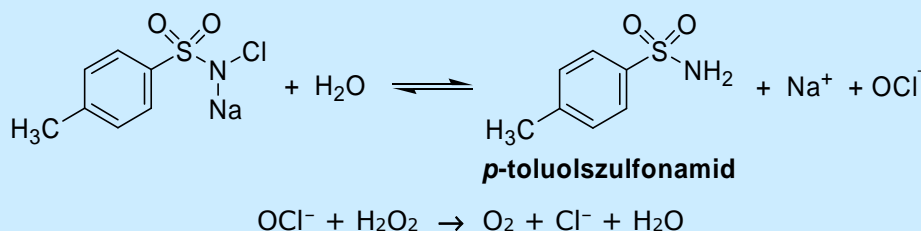
#### Azonosítás

A. Az S oldat (lásd „Vizsgálatok”) az *R* piros lakmuszpapírt megkékíti, majd színét elhalványítja.

A tozilklóramid-nátrium vizes oldata lúgos kémhatású; a lakmusz színváltozásának pH-tartománya: 5 (vörös) – 8 (kék). A lakmusz indigó-típusú színyanyagát a tozilklóramid-nátrium oxidálja, ezért a kék szín eltűnik.

B. Az S oldat 10 ml-éhez 10 ml *R* hígított hidrogén-peroxid-oldatot adunk. Fehér csapadék képződik, amely melegítve feloldódik. A forró oldatot megsűrjük és hagyjuk lehűlni. Fehér kristályok képződnek. A lemosott, és 100–105 °C-on szárított kristályok olvadáspontja (2.2.14) 137–140 °C.

A tozilklóramid-nátrium hidrolízise során *p*-toluolszulfonamid keletkezik, melyet olvadáspontja alapján azonosítunk. A hidrogén-peroxid a hidrolízis során keletkező hipoklorittal oxigént fejleszt, ezáltal a hidrolízis egyensúlyi reakciója teljesen eltolódik a *p*-toluolszulfonamid képződésének irányába.



C. Az anyag 1 g-ját, az ellobbanás kockázata miatt, óvatosan izzítjuk. A maradékot 10 ml *R* vízben oldjuk. Az oldattal a kloridion a) pont szerinti azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető.

Izzítása során a tozilklóramid-nátrium klórtartalma kloriddá, kéntartalma pedig szulfáttá alakul.

- D. Az „Azonosítás” C. pontja szerinti oldattal a szulfácion a) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1) elvégezve az előírt változás észlelhető.
- E. Az „Azonosítás” C. pontja szerinti oldattal a nátrium b) pont szerinti azonossági reakcióját (2.3.1) elvégezve az előírt változás észlelhető.

### Vizsgálatok

**S oldat.** Az anyag 1,0 g-ját *R* szén-dioxid-mentes vízzel 20 ml-re oldjuk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta opálössége nem lehet erősebb, mint a II. számú összehasonlító szuszpenzióé (2.2.1). Az oldat színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

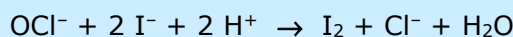
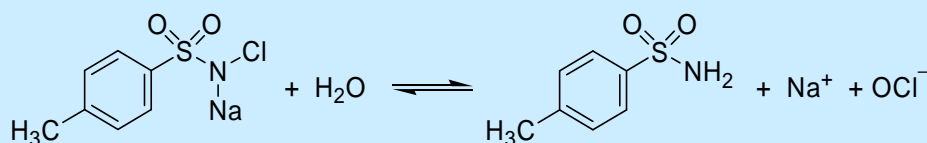
**pH** (2.2.3): 8,0–10,0. Az S oldatot vizsgáljuk.

### Tartalmi meghatározás

Az anyag 0,125 g-ját csiszolatos üveg dugós lombikban *R* víz 100 ml-ében oldjuk. Az oldathoz 1 g *R* kálium-jodidot és 5 ml *R* hígított kénsavat adunk, majd az elegyet 3 percig állni hagyjuk. Az oldatot, 1 ml *R* keményítő-oldatot alkalmazva indikátorként, 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk.

1 ml 0,1 M nátrium-tioszulfát-mérőoldattal 14,08 mg  $C_7H_7ClNaO_2S \cdot 3H_2O$  egyenértékű.

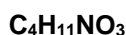
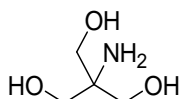
A tozilklóramid-nátrium hidrolízisével képződő hipoklorit savas közegben a jodidot jóddá oxidálja, melyet tioszulfáttal mérünk. A jodid oxidációját zárt lombikban kell végezni, hogy elkerüljük a hipokloritból savas közegben képződő (és a jodiddal elreagáló) klór elillanását.



$$C_7H_7ClNaO_2S \cdot 3H_2O\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

## TROMETAMOLUM

### Trometamol



*Mr* 121,1

### Definíció

A trometamol szárított anyagra vonatkoztatott 2-amino-2-(hidroximetil)propán-1,3-diol-tartalma 99,0–100,5%.

### Sajátságok

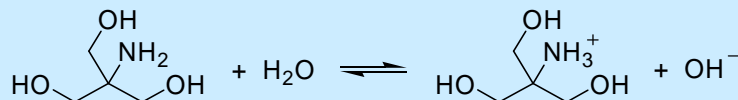
Fehér vagy csaknem fehér, kristályos por vagy színtelen kristályok. Vízen bőségesen oldódik; alkoholban mérsékelten oldódik; etil-acetátban alig oldódik.

Metabolikus acidózis kezelésére, valamint gyógyszeres oldatok pH-jának beállítására alkalmazák (triszpuffer). Vizelethajtó hatása is van (ozmotikus diuretikum).

### Azonosítás

A. Az S oldat (ld. Vizsgálatok) erősen lúgos (2.2.4).

A trometamol bázikus nitrogénje miatt az oldat lúgos kémhatású.



B. Olvadáspont (2.2.14): 168–174 °C.

C. Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

D. Vékonyréteg-kromatográfiás vizsgálat.

### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

**pH** (2.2.3): 10,0–11,5. A frissen készített S oldatot vizsgáljuk.

**Klorid** (2.4.4): legfeljebb 100 ppm. A vizsgálatához az S oldat 10 ml-éhez 2,5 ml *R hígított salétromsával* elegyítjük, majd *R vízzel* 15 ml-re hígítjuk.

**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. A vizsgálatához 2,0 g anyagot 10 ml *R vízben* oldunk. Az oldatot *R1 sósával* semlegesítjük, és *R vízzel* 20 ml-re hígítjuk. Az oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldat készítéséhez *R ólom-mértékoldatot* (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) használunk.

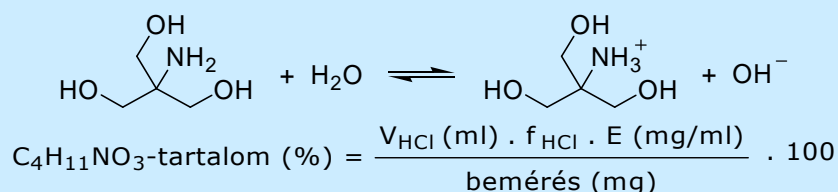
**Vas** (2.4.9): legfeljebb 10 ppm. A vizsgálatához 1,0 g anyagot *R vízzel* 10,0 ml-re oldunk.

### Tartalmi meghatározás

0,100 g anyagot 20 ml *R vízben* oldunk. Az oldatot 0,2 ml *R metilvörös-oldat* hozzáadása után 0,1 M sósav-mérőoldattal addig titráljuk, amíg az indikátor színe sárgáról pirosra nem változik.

1 ml 0,1 M sósav-mérőoldattal 12,11 mg  $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_3$  egyenértékű.

A trometamolt egyértékű bázisként, sósavval titráljuk. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).



### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Trometamolum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

2. Lásd *Trometamolum* cikkely A. azonosítás.

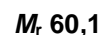
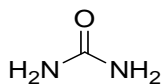
3. Az S oldat 2,0 ml-ét 2,0 ml *R hígított kénsával* és 2 ml *R nátrium-perjodát-oldattal* elegyítve forraljuk. Formaldehidszag érezhető. Lehűlés után az oldat 2,0 ml *R hígított nátrium-hidroxid-oldattal* forralva ammóniaszagot áraszt.

A trometamol perjodátos oxidációjával formaldehid és ammónia keletkezik.



## UREUM

### Karbamid



#### Definíció

Karbamid.

*Tartalom:* 98,5–101,5% (száritott anyagra).

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér vagy csaknem fehér kristályos por vagy átlátszó kristályok; enyhén nedvszívó.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban oldódik; diklórmetánban gyakorlatilag nem oldódik.

Hidratáló és hámlasztó kenőcsökben alkalmazzák; intravénásan adva diuretikus hatású (ozmotikus diuretikum).

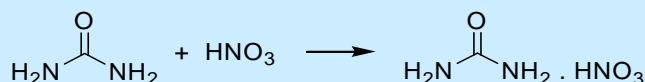
#### Azonosítás

**A.** Olvadáspont (2.2.14): 132–135 °C.

**B.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálat.

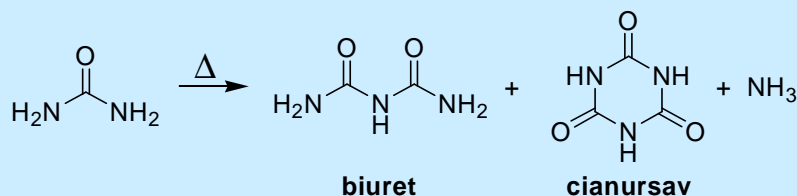
**C.** 0,1 g anyagot 1 ml *R* vízben oldunk. 1 ml *R* tömény salétromsav hozzáadására fehér, kristályos csapadék keletkezik.

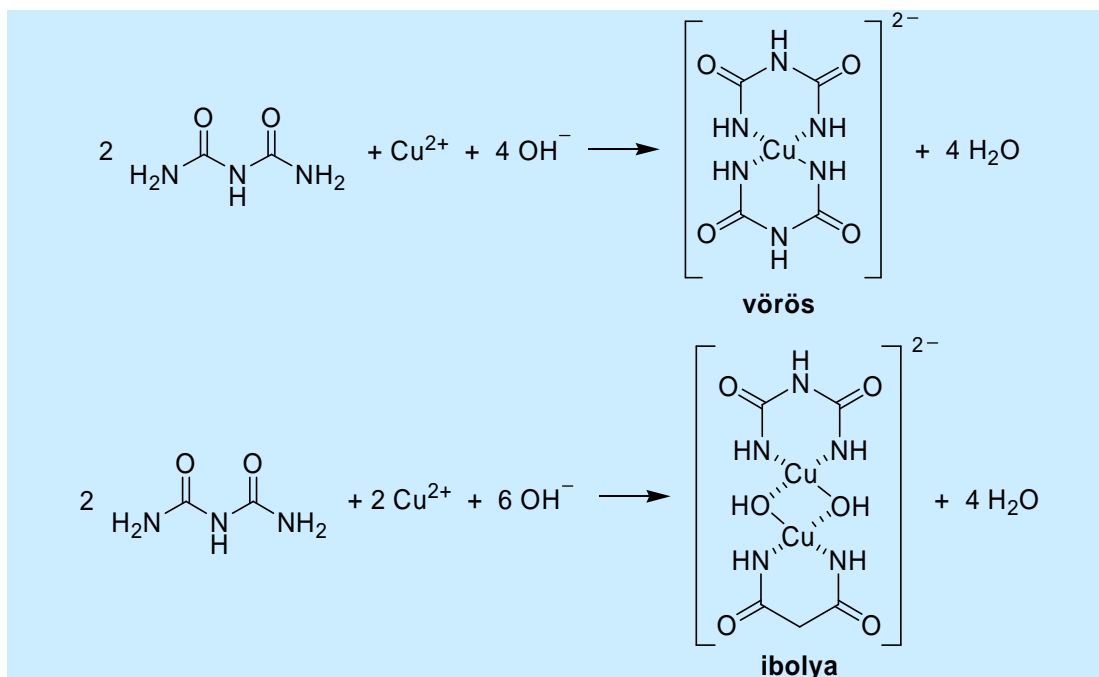
A karbamid igen gyenge bázis; salétromsavval nitrátsót képez, mely vízben rosszul oldódik.



**D.** 0,5 g anyagot kémcsőben elfolyósodásig, majd az olvadék zavarossá válásáig melegítünk. Lehűlés után az anyagot 10 ml *R* víz és 1 ml *R* hígított nátrium-hidroxid-oldat elegyében oldjuk, majd 0,05 ml *R* réz(II)-szulfát-oldatot adunk hozzá. Vörösesibolya szín keletkezik.

A karbamid melegítés hatására, ammóniafejlődés közben biuretté és cianursavvá alakul. Az oldat pH-jától és a biuret/Cu<sup>2+</sup> aránytól függően a biuret réz(II)-ionokkal zöld (savas közegben), illetve ibolya vagy vörös (lúgos közegben) színű komplexet képez.





### Vizsgálatok

**S oldat.** 10 g anyagot *R* vízzel 50 ml-re oldunk.

**Az oldat külleme.** Az oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer). 2,5 ml S oldathoz 7,5 ml *R* vizet adunk.

**Lúgosság.** 2,5 ml S oldathoz 7,5 ml *R* vizet és 0,1 ml *R* metilvörös-oldatot elegyítünk. Az oldat 0,4 ml 0,01 *M* sósav-mérőoldat hozzáadására vörösre vagy narancsszínűre változzék.

A karbamid vizes oldata közel semleges kémhatású. A metilvörös indikátor színváltozásának pH-tartománya: 4,4 (vörös) – 6,0 (sárga).

**Biuret:** legfeljebb 0,1%. 10 ml S oldathoz 5 ml *R* vizet, *R* réz(II)-szulfát 5 g/l töménységű oldatának 0,5 ml-ét és 0,5 ml *R* tömény nátrium-hidroxid-oldatot elegyítünk. 5 perc elteltével az oldat vörösesibolya színe nem lehet intenzívebb, mint az egyidejűleg és azonos módon, *R* biuret 0,2 g/l töménységű oldatának 10 ml-ével készült összehasonlító oldaté.

**Ammónium** (2.4.1): legfeljebb 500 ppm. Az S oldat 0,1 ml-ét vizsgáljuk.

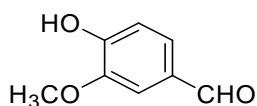
**Nehézfémek** (2.4.8/A): legfeljebb 10 ppm. Az S oldat 10 ml-ét *R* vízzel 20 ml-re hígítjuk. Az így készült oldat 12 ml-ét vizsgáljuk. Az összehasonlító oldatot *R* ólom-mértékoldattal (1 ppm  $\text{Pb}^{2+}$ ) készítjük.

### Tájékoztató vizsgálatok

1. Lásd *Ureum* cikkely **D**. azonosítás.
2. Lásd *Ureum* cikkely „Az oldat külleme” pont.

## VANILLINUM

### Vanillin



$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$

*M*, 152,1

**Definíció**

A vanillin szárított anyagra vonatkoztatott 4-hidroxi-3-metoxibenzaldehid-tartalma 99,0–101,0%

**Sajátságok**

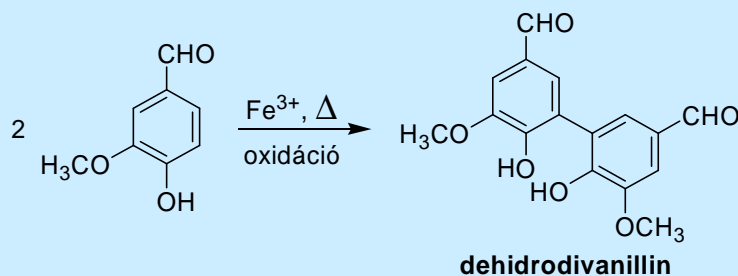
Fehér vagy kissé sárgás, kristályos por vagy tűkristályok. Vízen kissé oldódik; alkoholban és metanolban bőségesen oldódik. Híg alkálilúgok oldják.

Gyógyszertechológiai segédanyag (illatanyag), ill. élelmiszer-adalékanyag. Gyógyszeranalitikai reagensként is használják.

**Azonosítás**

- A.** Olvadáspont (2.2.14): 81–84 °C.
- B.** Infravörös abszorpciós spektrofotometriás vizsgálatot.
- C.** A „Rokon vegyületek” vizsgálat során nyert kromatogramokat bepermetezés után nappali fényben értékeljük. A *b*) vizsgálati oldat kromatogramjának főfoltja – helyét, színét és méretét tekintve – egyezzen meg az *a*) összehasonlító oldat kromatogramjának főfoltjával.
- D.** A vizsgálandó anyag telített oldatának 5 ml-éhez 0,2 ml *R1 vas(III)-klorid-oldatot* elegyítünk. Kék szín keletkezik. 80 °C-ra melegítve az oldat színe barnára változik. Lehűtve fehér csapadék keletkezik.

A vanillin – mint fenolszármazék – vas(III)-ionokkal színes komplexet képez. Melegítve a komplex elbomlik és a vas(III)-ionok a vanillint dehidrovanillinné (op: 302-305 °C) oxidálják, mely kiválik a lehűtött oldatból.

**Vizsgálatok**

**Az oldat külleme.** 1,0 g anyagot *R alkohol*al 20 ml-re oldunk. Az oldat tiszta legyen (2.2.1). Színe nem lehet erősebb, mint a B<sub>6</sub> szín-mértékoldaté (2.2.2, II. módszer).

**Tájékoztató vizsgálat**

- Lásd *Vanillinum* cikkely „Az oldat külleme” pont.
- Lásd *Vanillinum* cikkely **D.** azonosítás.

**ZINCI OXIDUM****Cink-oxid**

ZnO

*M<sub>r</sub>* 81,4

**Definíció**

*Tartalom:* 99,0–100,5% (kiizított anyagra vonatkoztatva).

## Sajátságok

**Küllem:** laza, fehér vagy enyhén sárgás árnyalatú fehér, kemény szemcséktől mentes amorf por.

**Oldékonyság:** vízben és etanolban (96%) gyakorlatilag nem oldódik. Híg szervesen savak oldják.

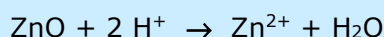
A bőrgyógyászatban szárító, enyhe adsztringens sajátsága folytán szuszpenziókban, hintőporokban és kenőcsökben alkalmazzák. UV-sugarakat visszaverő képessége miatt napégés elleni készítményekben is használják.

## Azonosítás

**A.** Erősen hevítve megsárgul, lehűtve a sárga szín eltűnik.

**B.** 0,1 g anyagot 1,5 ml *R hígított sósavban* oldunk, az oldatot *R vízzel* 5 ml-re hígítjuk. A cinkion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők.

A cink-oxid sósavban cink-klorid képződése közben oldódik.



## Vizsgálatok

**Lúgosság.** 1,0 g anyagot 10 ml forró *R vízzel* rázunk. Hozzáadunk 0,1 ml *R fenoltalein-oldatot*, majd megsűrjük. Ha a szüredék piros színű, legfeljebb 0,3 ml 0,1 M sósav-mérőoldattól színtelenné kell változnia.

A cink-oxid vizes rázadéka enyhén lúgos kémhatású. A fenoltalein indikátor színváltozásának pH-tartománya: 8,2 (színtelen) – 10,0 (piros).

**Karbonát és savakban nem oldódó anyagok.** 1,0 g anyagot 15 ml *R hígított sósavban* oldunk. Az anyagnak pezsgés nélkül kell oldódnia. Az oldat opálössége nem lehet erősebb, mint a II. összehasonlító-szuszpenzióé (2.2.1). Az oldat színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

Karbonátszennyezés estén a savas oldat szén-dioxid fejlődés miatt pezseg.

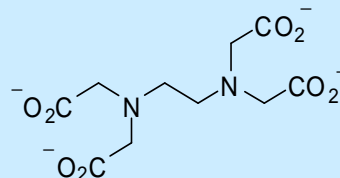
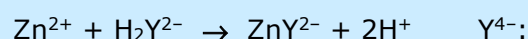
**Arzén.** (2.4.2/A): legfeljebb 5 ppm. 0,2 g anyagot vizsgálunk.

**Vas.** (2.4.9): legfeljebb 200 ppm. 50 mg anyagot 1 ml *R hígított sósavban* oldunk és *R vízzel* 10 ml-re hígítjuk. Ehhez a vizsgálathoz 0,5 ml *R tioglikolsavat* használunk.

## Tartalmi meghatározás

A cinket komplexometriásan titráljuk (2.5.11). A vizsgálathoz 0,150 g anyagot *R hígított ecetsavban* oldunk. 1 ml 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldattal 8,14 mg ZnO egyenértékű.

A cink-oxid savas oldásakor képződő cinkionokat komplexometriásan titráljuk. A titrálás során  $\text{Zn}^{2+}$ -EDTA komplex képződik.



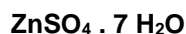
$$\text{ZnO-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{EDTA}} \text{ (ml)} \cdot f_{\text{EDTA}} \cdot E \text{ (mg/ml)}}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

## Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Zinci oxidum* cikkely **A.** azonosítás.
2. Lásd *Zinci oxidum* cikkely **B.** azonosítás.

## ZINCI SULFAS HEPTAHYDRICUS

### Cink-szulfát-heptahidrát



*M<sub>r</sub>* 287,5

#### Definíció

Tartalom: 99,0–104,0 %.

#### Sajátságok

*Küllem:* fehér, kristályos por vagy színtelen, áttetsző kristályok; elmállásra hajlamos.

*Oldékonyság:* vízben nagyon bőségesen oldódik; alkoholban gyakorlatilag nem oldódik.

Antiszeptikus és adsztringens hatású vegyület. A szemészetben kötőhártyagyulladás (conjunctivitis) esetén alkalmazzák.

#### Azonosítás

- A.** A szulfátion azonossági reakcióit elvégezve (2.3.1) az előírt változások észlelhetők. Az S oldatot (lásd Vizsgálatok) vizsgáljuk.
- B.** A cinkion azonossági reakcióját elvégezve (2.3.1) az előírt változás észlelhető. Az S oldatot vizsgáljuk.
- C.** Az anyag feleljen meg a tartalomra előírt követelményeknek.

#### Vizsgálatok

**S oldat.** 2,5 g anyagot *R szén-dioxid-mentes vízzel* 50 ml-re oldunk.

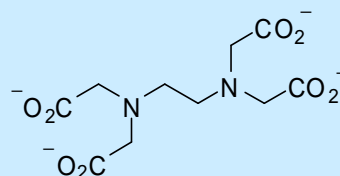
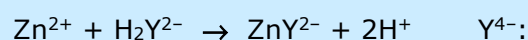
**Az oldat külleme.** Az S oldat tiszta (2.2.1) és színtelen legyen (2.2.2, II. módszer).

#### Tartalmi meghatározás

A cinket komplexometriásan titráljuk (2.5.11). A vizsgálathoz 0,200 g anyagot 5 ml *R hígított ecetsavban* oldunk.

1 ml 0,1 M nátrium-edetát-mérőoldattal 28,75 mg ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O egyenértékű.

A cink-szulfát savas oldásakor képződő cinkionokat komplexometriásan titráljuk. A titrálás során Zn<sup>2+</sup>–EDTA komplex képződik.



$$\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}\text{-tartalom (\%)} = \frac{V_{\text{EDTA}} (\text{ml}) \cdot f_{\text{EDTA}} \cdot E (\text{mg/ml})}{\text{bemérés (mg)}} \cdot 100$$

#### Tájékoztató vizsgálat

1. Lásd *Zinci sulfas heptahydricus* cikkely „Az oldat külleme” pont.
2. Lásd *Zinci sulfas heptahydricus* cikkely **A.** azonosítás.
3. Lásd *Zinci sulfas heptahydricus* cikkely **B.** azonosítás.

## KÉRDÉSEK

A Gyógyszerkönyv előírásai szerint milyen vizet lehet a vizsgált anyagok oldására, illetve a reagensoldatok elkészítésére használni?

Hogyan befolyásolják a mennyiségi viszonyok az ezüst-klorid csapadék ammóniás oldását?

Milyen illékony anyag keletkezik a kloridion kromátos/dimetilkarbazidos gyógyszerkönyvi azonossági reakciójában? Az itt szereplő három reakció közül melyikben történik oxidoredukció?

Miért fontos, hogy az összehasonlító vizsgálatok során egyforma folyadékszint legyen a két kémcsőben? Miért nem oldalról hasonlítjuk össze a kémcsövek tartalmát? Milyen háttér fölött kell a kémcsövek tartalmát összehasonlítani?

A gyógyszerkönyvi definíció szerint mit jelet, hogy egy oldat „tisztá” és „színtelen”?

Hogyan kell elkészíteni a szín-mértékoldatokat?

Hogyan kell elkészíteni az összehasonlító opállossági szuszpenziókat?

Miért mindegy, hogy sósav- vagy nátrium-hidroxid-mérőoldatot használunk a savasság-lúgosság vizsgálatokor, ha a nátrium-klorid oldatunk brómtimolkék indikátor hozzáadására zöld színű lesz?

Mit jelent a „határ” a határérték-vizsgálatban? Honnan tudjuk, hogy hol a „határ”, azaz mi az összehasonlító vizsgálati oldat szerepe?

Mi az ólom-acetáttal átitatott vatta szerepe az arzén határérték-vizsgálatban? Mi történhetne, ha kihagynánk?

Miért mutathatók ki a vas(III)-ionok a vas határérték-vizsgálatban, ha tioglikolsavval a vas(II)-ionok képeznek komplexet? Miért van akkor mégis vas(III) a színes végtermékben?

Miért előnyösebb a nehézfém határérték-vizsgálatot nátrium-szulfid-oldattal végezni tioacetamid-reagens helyett? Miért kell a tioacetamid-reagenst mindig frissen készíteni?

Hogyan rendelkezik a Gyógyszerkönyv arról, hogy felhasználható-e gyógyszerkészítésre egy olyan alapanyag, amelyben a gyógyszerész egy döglött csótányt talál?

Hogyan kell kiszámítani egy Gyógyszerkönyvi tartalmi meghatározás végeredményét?

Milyen szervesetlen gyógyszeranalitikai célra használható az elemi klór? A gyakorlaton hogyan generáljuk?

Milyen reakción alapul a Karl Fischer-féle vízmeghatározás?

Hogyan lehetséges a kén-dioxid gáz azonosítása?

Hogyan lehet a jódoldatot elszíntelenítő szulfit és tioszulfát sókat megkülönböztetni?

Mi történik, ha a nátrium-tioszulfát vizes oldatába sósavat csepegtetünk?

Milyen kémhatású a nátrium-jodid, az ammónium-klorid és a nátrium-szulfid vizes oldata? Hogyan befolyásolják az alkotórészek egy só vizes oldatának kémhatását?

Hogyan történik a primer és a szekunder foszfátok megkülönböztetése?

Hogyan függ a jód-keményítő komplex színe a hőmérséklettől? Mi a színváltozás oka?

Mi az oka annak, hogy a kálium-jodid gyógyszerkönyvi tartalmi meghatározása során a titrálás első felében a titrált oldat színe sötétedik, a második felében viszont halványodik?

Milyen arzénkimutatási reakciók találhatók meg a Gyógyszerkönyvben?

Hogyan reagálnak a bizmut(III)-ionok joddal?

Milyen színváltozás történik a bizmut-szubnitrát és a cink-oxid hevítése során? Hogyan változik a színük, ha ismét lehűlnek?

Milyen típusú reakció zajlik le az aktivált szén adszorbeálóképességének fenazon alkalmazásával történő gyógyszerkönyvi meghatározása során? Miért okoz hibát, ha a végpontjelzésre az előírtnál több indikátort használunk?

Hogyan lehet egy reakcióban fejlődő szén-dioxid gázt kimutatni?

Milyen reakció történik a borátok lángfestéssel történő kimutatása során?

Hogyan lehet megkülönböztetni a nátrium-bromidot, a kálium-bromidot és az ammónium-bromidot?

Miért kell ügyelni a reakcióidő (5 perc) betartására a kálium-bromid bromátszennyezésének Gyógyszerkönyv szerinti vizsgálata során? Mi történhet, ha az elegyet hosszabb ideig hagyjuk állni?

Mire használják a vas(II)-szulfátot és a vas(III)-kloridot a gyógyszeranalitikában?

A mangán milyen oxidációs számmal fordul elő vegyületeiben? Milyen színűek ezek az anyagok?

Hogyan történik a permanganometriás titrálások végpontjelzése?

Miért kell visszamérési módszert alkalmazni a kalcium-hidrogén-foszfát gyógyszerkönyvben szereplő komplexometriás meghatározásában?

Hogyan lehet megkülönböztetni a nátrium-hidrogén-karbonátot és a nátrium-karbonátot?

Gyógyszerkönyvi analitikai reakciók alapján hogyan lehetséges a nátrium-karbonátot, a kálium-karbonátot, a lítium-karbonátot és a kalcium-karbonátot megkülönböztetése?

Gyógyszerkönyvi reakciók alapján hogyan lehet megkülönböztetni a kálium-kloridot és a kálium-perklorátot?

Hogyan lehetséges a kálium-bromid és a kálium-jodid megkülönböztetése Gyógyszerkönyvi azonossági, illetve tájékoztató vizsgálataik alapján?

Miért színtelenedik el a fenolftalein indikátor, ha a bórax vizes oldatához glicerint adunk?

Miért nem lehet a szilikát azonosítását porcelántégelyben végezni?

Miért kell a *Ferrum ad preaparationes homoeopathicas* gyógyszerkönyvi tartalmi meghatározása során ügyelni a mintaelőkészítés időtartamának betartására, illetve a gyors szűrésre?

Mi a foszforsav szerepe a *Ferri chloridum hexahydricum* vas(II)-szennyezésének gyógyszerkönyv szerinti vizsgálatában?

Gyógyszerkönyvi analitikai reakciók alapján hogyan lehetséges az alumínium-szulfát és a cink-szulfát megkülönböztetése?

Gyógyszerkönyvi azonossági reakciók és tájékoztató vizsgálataik alapján hogyan lehetséges a cink-oxid és a könnyű magnézium-oxid megkülönböztetése?

Gyógyszerkönyvi azonossági reakciók és tájékoztató vizsgálataik alapján hogyan lehetséges az alumínium-szulfát, a cink-szulfát és a magnézium-szulfát-heptahidrát megkülönböztetése?

Gyógyszerkönyvi azonossági reakciók és tájékoztató vizsgálataik alapján hogyan lehetséges az alumínium-szulfát, a cink-szulfát és a magnézium-szulfát-heptahidrát megkülönböztetése?

Gyógyszerkönyvi azonossági reakciók és tájékoztató vizsgálataik alapján hogyan lehetséges az ezüst-nitrát, a bizmut-szubnitrát és a kálium-nitrát megkülönböztetése?

Gyógyszerkönyvi azonossági reakciók és tájékoztató vizsgálataik alapján hogyan lehetséges a magnézium-szulfát-heptahidrát, a könnyű bázisos magnézium-karbonát, a magnézium-triszilikát és a könnyű magnézium-oxid megkülönböztetése?

Hogyan lehet a bárium-szulfátot feloldani? Miért fontos, hogy a bárium-szulfát gyógyszerkönyvi azonosítása során a csapadéktól megsűrűt, lúgos kémhatású oldatot a szulfát kimutatása előtt átsavanyítsuk?

Milyen oxidációs szám változások történnek a kálium-permanganát etanollal történő gyógyszerkönyvi azonosítása során?

Milyen reagensekkel készíthető azofesték primer aromás aminokból?

Milyen reakción alapul az éter peroxidszennyezésének kimutatása?

A két vegyület milyen eltérő tulajdonságát használja ki a barbitál és a fenobarbitál gyógyszerkönyvi tájékoztató vizsgálatokon alapuló megkülönböztetése?

Mennyi a klór oxidációs száma a tozilklóramid-nátriumban?

Mi a magyarázata a tozilklóramid-nátrium piros lakmuspapírral történő reakciójában tapasztalható színváltozásoknak?

Miért kell a tozilklóramid-nátrium gyógyszerkönyvi tartalmi meghatározásának első részét zárt lombikban végezni?

Milyen jellemző szerkezeti elemet tartalmazó vegyületek azonosítására alkalmas a jodoform-próba?

Milyen gyógyszerkönyvi reakcióval különböztethető meg a morfin-hidroklorid és a kodein-hidroklorid?

A két vegyület milyen eltérő tulajdonságát használja ki a kodein-hidroklorid és az etilmorfin-hidroklorid gyógyszerkönyvi tájékoztató vizsgálatokon alapuló megkülönböztetése?

Milyen gyógyszerkönyvi reakcióval különböztethető meg a benzokain és a lidokain?

Mi a König-reakció? Milyen típusú vegyületek azonosítására alkalmas?

Mi a Helch-reakció? Milyen típusú vegyületek azonosítására alkalmas?

Hogyan különböztethető meg egymástól a teofillin, a teobromin és a koffein a Winkler-próba alkalmazásával?

Milyen típusú vegyületek kimutatására alkalmas a thalleiochin-reakció?

Milyen gyógyszerkönyvi reakcióval lehet a kinin és a kinidin szulfátsóit megkülönböztetni?

Gyógyszerkönyvi azonossági reakciók és tájékoztató vizsgálataik alapján hogyan lehet megkülönböztetni a glükózt, a fruktózt, a laktózt és a szacharózt?



## TESZTKÉRDÉSEK

### Egyszerű feleletválasztás

A felsorolt lehetőségek között (A-E) csak egy helyes válasz van.

- Melyik alábbi vegyület képződik a *Natrii chloridum* vas(II)-cianid–szennyezéséből a Ph. Hg. VIII. szerinti tisztasági vizsgálata során?
  - $K_3[Fe(CN)_6]$
  - $Fe(CN)_3$
  - $Fe_3[Fe(CN)_6]_2$
  - $Fe_4[Fe(CN)_6]_3$
  - $K_4[Fe(CN)_6]$
- Mivé alakul a *Iodum*, amikor elkészítjük a Ph. Hg. VIII. szerinti tisztasági vizsgálatahoz szükséges S-oldatát?
  - bróm-jodiddá
  - jód-keményítővé
  - kálium-jodid–jód komplexszé
  - kálium-jodáttá
  - cink-jodiddá
- Mi képződik a tioszulfátból a *Natrii thiosulfas* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása során?
  - diszulfid
  - ditionit
  - tetraszulfid
  - peroxodiszulfát
  - tetracionát
- Melyik vegyület Ph. Hg. VIII. szerinti azonosításához szükséges indigókármin?
  - Natrii thiosulfas*
  - Kalii perchloras*
  - Kalii chloridum*
  - Natrii fluoridum*
  - Iodum*
- Melyik alábbi reagensre nincs szükség a káliumion Ph. Hg. VIII. szerinti általános azonosságai vizsgálatahoz?
  - nátrium-karbonát–oldat
  - nátrium-szulfid–oldat
  - nátrium-acetát–oldat
  - nátrium-[hexanitrito-kobaltát(II)]–oldat
  - L-borkősav
- Tioszulfáttal szennyezett *Natrii iodidum* vizes oldatához a Ph. Hg. VIII. tisztasági vizsgálata szerint keményítő–oldatot és jód–mérőoldatot adunk. Összerázás után milyen színű oldatot kapunk?
  - kék
  - színtelen
  - sárga
  - ibolya
  - fehér opálos
- Melyik alábbi vegyület a Ph. Hg. VIII-ban hivatalos piros törzsoldat színanyaga?
  - vas(III)-klorid
  - kobalt(II)-klorid
  - kálium-kromát
  - ólom(II)-kromát
  - mangán(II)-szulfát
- Melyik alábbi állítás **igaz**?
  - A *Natrii metabisulfis* oldatából sav hozzáadására elemi kén válik ki.
  - A tioglikolsav hidrolízisével kén-hidrogén képződik.
  - A glioxál-hidroxianil kalciumionokkal kloroformban oldódó, vörös komplexet képez.
  - A lúgos kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]–oldatot Dragendorff-reagensnek nevezzük.
  - Az mangán-szulfid barnásfekete színű csapadék.
- A *Kalii chloridum* melyik szennyezésének Ph. Hg. VIII. szerinti kimutatása során keletkezik nitrogén-monoxid?
  - vas
  - jodid
  - szulfát
  - bárium
  - nehézfém

10. Melyik csapadék színe különbözik a többiétől?
- A) dikálium-nátrium-[hexanitrito-kobaltát(III)]
  - B) ezüst-klorid
  - C) nátrium-[hexahidroxo-antimonát(V)]
  - D) kalcium-oxalát
  - E) diammónium-kalcium-[hexaciano-ferrát(II)]
11. A Ph. Hg. VIII-ban hivatalos szín-törzsoldatokra, -alapoldatokra és -mértékoldatokra vonatkozó alábbi állítások közül melyik **hamis**?
- A) A szín-törzsoldatok színes szervesetlen vegyületek különböző koncentrációjú vizes oldatai.
  - B) A szín-mértékoldatok a szín-alapoldatok sósav-oldattal való hígításával készülnek.
  - C) A gyógyszerkönyvben ötféle színárnyalatú szín-törzsoldat, -alapoldat és -mértékoldat hivatalos.
  - D) A szín-alapoldatok a szín-törzsoldatok és sósav-oldat kombinációjával készülnek.
  - E) A B1 szín-mértékoldat színezettsége erősebb, mint a B3 szín-mértékoldaté.
12. Melyik vegyület Ph. Hg. VIII. szerinti azonosításához szükséges alizarin-S-oldat?
- A) *Calcii sulfas dihydricus*
  - B) *Natrii fluoridum*
  - C) *Hydrogenii peroxidum 3 per centum*
  - D) *Iodum*
  - E) *Kalii perchloras*
13. Melyik állítás **igaz**?
- A) A lítium-klorid etanolban oldódik.
  - B) A cirkonium(IV)-alizarin-S komplex sárga színű.
  - C) A *Natrii metabisulfis* vizes oldata lúgos kémhatású.
  - D) A difenilkarbazid króm(III)-ionokkal ibolyásvörös komplexet képez.
  - E) A Sanger-Black-próba során az arzén(III)-ionok arzén(V)-ionokká oxidálódnak.
14. Melyik alábbi reagens szükséges az arzén Ph. Hg. VIII. szerinti általános határérték-vizsgálatához?
- A) nátrium-hipoklorit
  - B) nátrium-szulfid
  - C) ammónia-oldat
  - D) ólom(II)-acetát
  - E) cink-klorid
15. Egészítse ki a helyes válasszal az alábbi mindatot!
- A difenilkarbazid ugyanannyi nitrogént tartalmaz, mint a .....
- A) tioglikolsav
  - B) glioxálhidroxianil
  - C) tioacetamid
  - D) kálium-[hexaciano-ferrát(II)]
  - E) meténamin
16. Melyik alábbi, Ph. Hg. VIII. szerinti vizsgálatra vonatkozó állítás **hamis**?
- A) A *Kalii sulfas* enyhén lúgos közegben borostyánkőssavval fehér csapadékot képez.
  - B) A *Natrii fluoridum* vizes oldatából kalcium-klorid hozzáadására fehér kocsonyás csapadék válik le.
  - C) A *Lithii carbonas* tömény sósavas oldatának vízfűrdőn szárazra párolt maradéka etanolban jól oldódik.
  - D) A ammónium határérték-vizsgálat során Nessler-reagenst alkalmazunk.
  - E) A *Natrii metabisulfis* vizes oldatából metoxifenilecetsav-reagens hozzáadására fehér csapadék válik le.
17. Milyen színű a diammónium-nátrium-[hexanitrito-kobaltát(III)]?
- A) fekete
  - B) sárga
  - C) piros
  - D) fehér
  - E) barna
18. Melyik csapadék nem képez vízben oldódó amminkomplexet ammóniafelesleggel?
- A) ezüst-bromid
  - B) ezüst-jodid
  - C) ezüst-foszfát
  - D) ezüst-klorid
  - E) cink-hidroxid

19. Melyik vegyület Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása történik kétfázisú rendszerben?
- A) *Kalii iodidum*  
B) *Lithii carbonas*  
C) *Hydrogenii peroxidum 3 per centum*  
D) *Calcii carbonas*  
E) *Natrii thiosulfas*
20. Melyik állítás **hamis**?
- A Ph. Hg. VIII. szerinti vas határérték-vizsgálat során ...
- A) a jelenlévő vas(III)-ionok nem zavarnak, mert az oldatban lévő tioglikolsavval vas(II)-ionokká redukálódnak.  
B) a jelenlévő vas(II)-ionok halványsárga vas(II)-tioglikolat komplexet képeznek.  
C) a komplexképzéshez a vas(III)-ionokat citromsavval vas(II)-ionokká redukáljuk.  
D) képződő tioglikolsav–vas(II) komplexből a levegő oxigénjének hatására vörös tioglikolsav–vas(III) komplex keletkezik  
E) a vas(III)-ionok a tioglikolsavat diszulfidszármazékká oxidálják.
21. Melyik állítás **igaz**?
- A) A *Magnesii oxidum leve* Ph. Hg. VIII. szerinti azonossági reakciója során komplexképződés történik.  
B) A *Bismuthi subnitras ponderosus* Bunsen-lángban hevítve nem változik.  
C) A *Zinci oxidum* Bunsen-lángban történő hevítése során megsárgul, majd lehűlés után visszafehéredik  
D) A *Magnesii subcarbonas levis* látszólagos térfogatának Ph. Hg. VIII. szerinti meghatározásához hőmérő, pipetta és mérőhenger szükséges.  
E) A *Ferrum ad praeparationes homoeopathicas* kénsavban kén-dioxid fejlődés közben oldódik.
22. Melyik csapadék képződik a káliumion Ph. Hg. VIII. szerinti azonosítása során
- A)  $K_2Na[Co(NO_2)_6]$   
B)  $K_2Na[Co(OH)_6]$   
C)  $K_2Na[Co(NO_3)_6]$   
D)  $K_2Na[Co(NO_2)_4]$   
E)  $K_2Na[Co(NO_3)_4]$
23. Melyik reagensre nincs szükség a Ph. Hg. VIII. szerinti arzén határérték-vizsgálathoz?
- A) higany(II)-bromidos papír  
B) ón(IV)-klorid-oldat  
C) ólom(II)-acetátos vatta  
D) kálium-jodid-oldat  
E) aktivált cink
24. Melyik alábbi vegyület a Ph. Hg. VIII.-ban hivatalos sárga törzsoldat színanyaga?
- A) mangán(II)-szulfát  
B) réz(II)-szulfát  
C) vas(III)-rodanid  
D) vas(III)-klorid  
E) kobalt(II)-klorid
25. Melyik alábbi, a *Carbo activatus* adszorbeálóképességének Ph. Hg. VIII. szerinti meghatározására vonatkozó állítás **hamis**?
- A) A meghatározás bromatometriás módszerrel történik.  
B) A meghatározás alapja a fenazon brómaddíciós reakciója.  
C) A fenazon dihidropirazol vázas vegyület.  
D) Minél több *Carbo activatus* mérünk be, annál kisebb bromát-mérőoldat fogyaszt tapasztalunk.  
E) A titrálás végpontját az indikátor színének eltűnése jelzi.
26. Melyik alábbi állítás **hamis**?
- A *Borax* ...
- A) vizes oldata lúgos kémhatású.  
B) tömény kénsav jelenlétében metanollal bórsav-trimetilésztert képez.  
C) forró vízben és glicerinben bőségesen oldódik.  
D) a nemvilágító Bunsen-lángot élénksárgára festi.  
E) vizes-glicerines oldata lúgos kémhatású.
27. Milyen elv alapján különböztethető meg egymástól a *Natrii dihydrogenophosphas dihydricus* és a *Dinatrii phosphas dodecahydricus*?
- A) ezüst-nitráttal képzett csapadékuk színe alapján  
B) vízdékonyságuk alapján  
C) vizes oldatuk pH-ja alapján  
D) ezüst-nitráttal képzett csapadékuk ammóniában való oldódása alapján  
E) molibdenovanadát-reagenssel adott reakciójuk alapján

28. Melyik állítás **hamis**?
- A) A vörös vas(III)-rodanid komplex higany(II)-ionok hatására elszíntelenedik.
  - B) a *Calcii hydrogenophosphas dihydricus* salétromsavas oldatban ammónium-molibdenáttal sárga csapadékot képez.
  - C) Az *Acidum boricum* glicerinnel középerős, egybázisú savat képez.
  - D) A bizmut(III)-ionok jodidfelesleggel fekete [tetrajodo-bizmutát(III)]-komplexet képeznek.
  - E) A Thiele-próba során a hipofoszfit az arzénessavat elemi arzénné redukálja.
29. Melyik állítás **igaz**?
- A) A bizmut(III)-ionok jodiddal narancs-sárga csapadékot adnak.
  - B) A kén-dioxid a megnedvesített kék lakmuszpapírt elszínteleníti.
  - C) A *Natrii dihydrogenophosphas dihydricus* vizes oldata metilvörös indikátor hozzáadásakor sárgára színeződik.
  - D) Az *Alumen* hígított sósavval átsavanyított vizes oldatából bárium-klorid hozzáadásával fehér csapadék válik le.
  - E) A réz(II)-ionok a jodidot oxidálják.
30. Melyik színváltozás jelenti a *Kalii permanganas* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározásának végpontját?
- A) a keményítő-jód komplex kék színének eltűnése
  - B) a kloroformos fázis elszíntelenedése
  - C) a permanganát színének eltűnése
  - D) a jód barna színének megjelenése
  - E) a permanganát lila színének megjelenése
31. Melyik vegyületre **igaz** az alábbi állítás?  
„Vörösszázig hevítve, az anyag lassan, láng nélkül ég el.”
- A) *Borax*
  - B) *Natrii metabisulfis*
  - C) *Carbo activatus*
  - D) *Sulfur ad usum externum*
  - E) *Alumen*
32. Melyik alábbi vegyület vizes oldata semleges kémhatású?
- A) *Natrii nitris*
  - B) *Kalii bromidum*
  - C) *Natrii hydrogenocarbonas*
  - D) *Ammonii chloridum*
  - E) *Borax*
33. Milyen változás észlelhető a Ph. Hg. VIII. szerinti vizsgálat végén, ha a *Natrii metabisulfis* a megengedett határértéknél több tioszulfátot tartalmaz?
- A) a színtelen oldat megsárgul
  - B) az oldatban fehér opaleszcencia jelenik meg
  - C) a kék oldat elszíntelenedik
  - D) az oldatban gyorsan barnuló csapadék jelenik meg
  - E) a zavaros oldat feltisztul
34. Melyik alábbi, a *Ferrum ad praeparationes homoeopathicas* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározásra vonatkozó állítás **igaz**?
- A) A réz(II)-ionok oldatában a vas réz(I)-oxid kiválás közben oldódik.
  - B) A réz(II)-szulfát-oldat feleslegét jód-mérőoldattal titráljuk vissza.
  - C) A réz(II)-ionok az elemi vasat redukálják.
  - D) A meghatározás során nem használunk indikátort.
  - E) A meghatározást meténaminnal puffertolt oldatban végezzük.
35. Milyen anyagot szűrünk ki a *Ferrum ad praeparationes homoeopathicas* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása során?
- A) réz(I)-oxidot
  - B) réz(II)-oxidot
  - C) fém vasat
  - D) vas(II)-oxidot
  - E) fém rezet
36. Melyik anyag Ph. Hg. VIII. szerinti azonossági vizsgálata során tapasztalunk zöld, majd barna színreakciót?
- A) *Kalii permanganas*
  - B) *Acidum boricum*
  - C) *Borax*
  - D) *Cupri sulfas pentahydricus*
  - E) *Ferrosi sulfas heptahydricus*

37. Melyik alábbi vegyület oxidálja a jodidot?  
 A) *Natrii thiosulfas*  
 B) *Natrii metabisulfis*  
 C) *Kalii permanganas*  
 D) *Ferrosi sulfas heptahydricus*  
 E) *Hydrargyri dichloridum*
38. Melyik állítás **igaz**?  
 A *Natrii nitris* ...  
 A) fenazonnal 4-nitrofenazont képez.  
 B) vizes oldata savas kémhatású.  
 C) savas közegben a 2-naftolból diazóniumsót képez.  
 D) vizes oldatát kénsavval savanyítva kék dinitogén-trioxid keletkezik, mely szintelen nitrogén-monoxiddá és barna nitrogén-dioxiddá bomlik.  
 E) óvatosan hevítve sárga folyadékká olvad, majd meggyullad és kék színű lánggal elég.
39. Melyik állítás **igaz**?  
 A *Natrii dihydrogenophosphas dihydricus* ...  
 A) savval lecseppentve pezseg.  
 B) vizes oldata fenoltalein hozzáadására rózsaszínűvé válik.  
 C) ezüst-nitráttal barna csapadékot képez.  
 D) halványzöld színű, kristályos por.  
 E) vizes oldata kálium-jodid-jód-oldat hozzáadására megbarnul.
40. Milyen módon küszöböli ki a Ph. Hg. VIII. módszere a vas(III)-ionok zavaró hatását a *Ferri chloridum* „Vas(II)-ionok” határérték-vizsgálatában?  
 A)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  csapadék képzésével  
 B) cianidos „maszkírozással”  
 C) fém vassá történő redukcióval  
 D) vas(III)-foszforsav komplex képzésével  
 E) sehogy, mert a vas(III)-ionok a határérték-vizsgálatot nem zavarják
41. Melyik állítás **hamis**?  
 A *Sulfur ad usum externum*...  
 A) sárga színű por.  
 B) vízben gyakorlatilag nem oldódik.  
 C) levegő jelenlétében hevítve kék lánggal ég.  
 D) égésterméke a megnedvesített piros lakmuspapír színét kékre változtatja.  
 E) brómos vízzel forralva szulfáttá oxidálódik.
42. Melyik alábbi vegyületre **igaz** a következő állítás?  
 „Az anyag 1 csepp tömény salétromsavtól pirosra színeződik.”  
 A) *Physostigmini salicylas*  
 B) *Phenazonum*  
 C) *Papaverini hydrochloridum*  
 D) *Lidocainum*  
 E) *Apomorphini hydrochloridum*
43. Melyik reagens szükséges a Chen–Kao-reakció Ph. Hg. VIII. szerinti kivitelezéséhez?  
 A) kobalt(II)-szulfát-oldat  
 B) réz(II)-szulfát-oldat  
 C) vas(II)-szulfát-oldat  
 D) higany(II)-szulfát-oldat  
 E) mangán(II)-szulfát-oldat
44. Melyik alábbi állítás **hamis**?  
 A *Formaldehydi solutio (35 per centum)* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása során ....  
 A) Romijn-féle jodometriás titrálást végzünk.  
 B) a formaldehydhez fölös mennyiségű jód-mérőoldatot adunk.  
 C) az alkalmazott lúgos közegben a jódból képződő hipojodit a formaldehydet formiáttá oxidálja.  
 D) az elreagálatlan hipojoditot etanol hozzáadásával jodoformmá alakítjuk.  
 E) a jód feleslegét átsavanyítást követően nátrium-tioszulfát-mérőoldattal titráljuk.
45. Egészítse ki helyesen az alábbi hiányos mondatot!  
 Az *Alcohol isopropylicus* kénsavas oldatban kálium-dikromáttal ... < I > ... oxidálódik, mely ... < II > ... indigót képez.  
 < I >                      < II >  
 A) acetonná            2-nitrobenzaldehyddel  
 B) etil-acetáttá        2-nitrobenzaldehyddel  
 C) acetonná            fenollal  
 D) etil-acetáttá        fenollal  
 E) ecetsavvá            2-nitrobenzaldehyddel

46. Melyik alábbi állítás **hamis**?
- A) A *Vanillinum* vas(III)-ionokkal kék színű komplexet komplex.
  - B) A glicerin nátrium-perjodátos oxidációja során formaldehid és hangyasav keletkezik.
  - C) A *Phenobarbitalum* vizes oldata gyengén savas kémhatású.
  - D) A kodein bázis vízdékonysága jobb, mint az etilmorfiné.
  - E) A Marquis-reakció során a morfin és a formaldehid kondenzációjával vörös színű apomorfín-származék keletkezik.
47. Melyik vegyület keletkezik az *Aether* "Aldehidek" szennyezésének Ph. Hg. VIII. szerinti határérték-vizsgálatakor?
- A) etanol
  - B) etil-acetát
  - C) ecetsav
  - D) etil-vinil-éter
  - E) jodoform
48. Melyik alábbi állítás **igaz**?
- A) A *Barbitalum* és a *Phenobarbitalum* citromsavas sóik vízdékonysága alapján megkülönböztethetők.
  - B) A ninhydrines próba tercier aminocsoportot tartalmazó vegyületek azonosítására alkalmas.
  - C) A *Chlorali hydras* lúgos oldatban kloroformmá és acetáttá hidrolizál.
  - D) Az etanol lúgos oldatához jódot adva sárga jodoform keletkezik.
  - E) A Helch-reakció során a vizsgált szerves gyógyszervegyület dikromáttal oxidálódik.
49. Melyik alábbi, az *Aether* „Peroxidok” szennyezésének Ph. Hg. VIII. szerinti vizsgálatára vonatkozó állítás **igaz**?
- A) A peroxidszennyezés a jódot jodiddá oxidálja.
  - B) Kék színeződés esetén a vizsgált anyag a megengedett határértéknél kevesebb peroxidot tartalmaz.
  - C) Peroxidok jelenlétében kék színű jód-keményítő komplex keletkezik.
  - D) A keményítő peroxidokkal kék színű komplexet képez.
  - E) A vizsgálathoz kálium-jodidos jódoldatot és keményítőt alkalmazunk.
50. Melyik alábbi, Ph. Hg. VIII. szerinti reakció, ill. vizsgálat **nem** komplexképződésen alapul?
- A) *Calcii gluconas* tartalmi meghatározása
  - B) koralin-reakció
  - C) *Ureum* „Biuret”-szennyezésének határérték-vizsgálata
  - D) Parri–Zwicker-reakció
  - E) Chen–Kao-reakció
51. Mi keletkezik, amikor a glicerint kálium-hidrogén-szulfáttal bepárlócsészében melegítjük?
- A) akridin
  - B) akrolein
  - C) hangyasav
  - D) akrilsav
  - E) propionsav
52. Mit észlelünk a *Calcii gluconas* „Szacharóz és redukáló cukrok” határérték-vizsgálatában, ha a minta a megengedettnél több glükózt tartalmaz?
- A) A minta égetett cukorra emlékeztető szagot áraszt.
  - B) A mintát tartalmazó kémcső falán ezüsttükör válik ki
  - C) A mintából vörös csapadék válik ki.
  - D) A minta opálössége erősebb, mint a vele egyszerre készült összehasonlító oldaté.
  - E) A mintából világoskék csapadék válik ki.
53. Melyik állítás **igaz** a nitrogéne nem szubsztituált barbitursav-származékok Ph. Hg. VIII. szerinti azonosítására?
- A) A barbitálok metanolos oldatban kobalt(III)-ionokkal ibolyaszínű komplexet képeznek.
  - B) A reakcióval a barbitál és a fenobarbitál megkülönböztethető.
  - C) A barbitálok metanolos oldatban kobalt(II)-ionokkal ibolyaszínű komplexet képeznek.
  - D) A barbitálok metanolos oldatban kobalt(III)-ionokkal zöld színű komplexet képeznek.
  - E) A reakció a barbitursavak specifikus reakciója.

54. Melyik alábbi, a Winkler-próba mennyiségi viszonyai szerint végzett reakcióra vonatkozó állítás **igaz**?  
A lúgos fenoltalein oldatot a ....
- A) koffein szobahőmérsékleten elszínteleníti.
  - B) teofillin forralva elszínteleníti.
  - C) koffein forralva elszínteleníti.
  - D) teobromin szobahőmérsékleten elszínteleníti.
  - E) teofillin szobahőmérsékleten elszínteleníti.
55. Melyik alábbi állítás **hamis**?  
Az *Acidum ascorbicum*...
- A) vas(II)-ionokkal ibolyaszínű komplexet képez.
  - B) vizes oldata savas kémhatású.
  - C) savas közegben ezüstionokkal reagálva dehidroaszcorbinsavvá alakul.
  - D) Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása acidi-alkalimetriás módszerrel történik.
  - E) savas közegben a jódot jodiddá redukálja.
56. Melyik alábbi vegyület keletkezik, ha citrátok savas oldatához kálium-permanganátot adunk?
- A) fumársav
  - B) maleinsav
  - C) glioxilsav
  - D) aceton-dikarbonsav
  - E) oxálsav
57. Melyik vegyület vizes oldata, vagy rázadéka savas kémhatású?
- A) *Natrii benzoas*
  - B) *Resorcinolum*
  - C) *Lactosum monohydricum*
  - D) *Methenaminum*
  - E) *Natrii citras*
58. Melyik vegyület képez vas(III)-ionokkal éterben oldódó, sárgás-rózsaszínű csapadékot?
- A) *Acidum citricum monohydricum*
  - B) *Acidum benzoicum*
  - C) *Acidum tartaricum*
  - D) *Acidum salicylicum*
  - E) *Acidum lacticum*
59. Melyik alábbi állítás **igaz**?
- A) A *Thymolum* fenolos hidroxilcsoportja révén vas(III)-ionokkal ibolyaszínű komplexet képez.
  - B) A *Natrii citras* a Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása kompleximetriás módszerrel történik.
  - C) A König-reakció elvégzéséhez brómcian-oldatra van szükség.
  - D) Az *Acidum tartaricum* Fenton-reakciója során dihidroxi-fumársavvá redukálódik.
  - E) Az Emerson-reakció a 4-helyzetben szubsztituált fenolok kimutatására alkalmas.
60. Melyik reagens szükséges a Szelivanov-reakció elvégzéséhez?
- A) réz(II)-acetát
  - B) rezorcin
  - C) vas(III)-klorid
  - D) 2-naftol oldat
  - E) réz(II)-tartarát
61. Melyik vegyületre **igaz** az alábbi állítás?  
„Vízben bőségesen oldódik, vizes oldata savas kémhatású.”
- A) *Thymolum*
  - B) *Methylis parahydroxybenzoas*
  - C) *Thiamini hydrochloridum*
  - D) *Chloramphenicolum*
  - E) *Natrii citras*
62. Melyik állítás **hamis** az alábbiak közül?  
A *Phenazonum* ...
- A) savas közegben, nitritionokkal zöld színű 4-nitrozofenazont képez.
  - B) vas(III)-ionokkal vörös komplexet képez.
  - C) tömény salétromsav hozzáadására kék színeződést mutat.
  - D) Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározását nátrium-acetáttal pufferolt, enyhén lúgos közegben végezzük.
  - E) jóddal reagálva vízben rosszul oldódó 4-jódfenazon keletkezik.

63. Melyik vegyületre **igaz** az alábbi megállapítás?  
"Oldata nátrium-hidrogén-karbonát és vas(II)-szulfát jeleléteiben ibolyaszínű, mely sósav hozzáadásával eltűnik."
- A) *Thymolum*
  - B) *Indometacinum*
  - C) *Acidum ascorbicum*
  - D) *Methylis parahydroxybenzoas*
  - E) *Natrii citras*
64. Melyik két vegyület megkülönböztetésére alkalmas a Szelivanov-reakció?
- A) *Glucosum anhydricum* és *Lactosum*
  - B) *Glucosum anhydricum* és *Sorbitolum*
  - C) *Glucosum anhydricum* és *Saccharinum natricum*
  - D) *Glucosum anhydricum* és *Fructusum*
  - E) *Glucosum anhydricum* és *Calcii gluconas*
65. Melyik alábbi állítás **hamis**?
- A) A *Thiamini hydrochloridum* redukálószerek hatására kék színnel fluoreszkáló tiokrómmá alakul.
  - B) Az *Acidum acetylsalicylicum* kalcium-hidroxiddal hevítve fenolra és kalcium-acetátra bomlik.
  - C) A redukáló cukrok a metilénkéket színtelen leukometilénkékké alakítják.
  - D) A *Glucosum anhydricum* mutarotációja a vegyület gyűrű-lánc tautomer egyensúlyának kialakulásával magyarázható.
  - E) A *Saccharum* vizes oldata nem mutat mutarotációt.



## Többszörös feleletválasztás

**A felsorolt lehetőségek között (1-5) több helyes válasz lehetséges az alábbi elrendezésben:**

- A:** csak az 1. válasz helyes  
**B:** csak az 1. és a 3. válasz helyes  
**C:** csak a 2. és a 4. válasz helyes  
**D:** csak az 1., a 3. és a 4. válasz helyes  
**E:** csak az 1. és az 5. válasz helyes

- Fenolftalein hozzáadására mely alábbi vegyület(ek) vizes oldata(i) marad(nak) színtelen(ek)?
  - Natrii sulfas decahydricus
  - Kalii carbonas
  - Ammonii bromidum
  - Natrii metabisulfis
  - Natrii hydrogenocarbonas
- Mely alábbi reagens(ek) szükséges(ek) a Ph. Hg. VIII. szerinti opálösségi törzsszuspenzió elkészítéséhez?
  - hidrazin-szulfát-oldat
  - dinátrium-hidrogén-foszfát-oldat
  - etilén-diamin-oldat
  - hígított sósav-oldat
  - meténamin-oldat
- Mely alábbi, a Ph. Hg. VIII. szerinti vizsgálatokra vonatkozó állítás(ok) **igaz(ak)**?
  - Az arzén határérték-vizsgálat Sanger-Black-reakcióval történik.
  - A káliumionok azonosítása során fehér dikálium-tartarát csapadék keletkezik.
  - A vas határérték-vizsgálatban a tioacetamid hidrolízisével keletkező kénhidrogén reagál.
  - Az ammóniumsók azonosítása során narancsszínű tiokarbamid-komplex keletkezik.
  - A nátriumionok azonosítása során fehér nátrium-[hexahidroxo-antimonát(V)] csapadék válik le.
- Mely ion(ok) Ph. Hg. VIII. szerinti általános azonossági reakcióiban válik le [hexanitritokobaltát(III)]-csapadék?
  - kálium
  - kalcium
  - nátrium
  - magnézium
  - ammónium
- Melyek alábbi állítás(ok) **hamis(ak)**  
*A Kalii carbonas ... ?*
  - sósavval lecseppentve a nemvilágító lángot kárminvörösre színezi.
  - sósavval lecseppentve heves pezsgés közben színtelen gázt fejleszt.
  - vizes oldatához magnézium-szulfát-oldatot adva fehér csapadék keletkezik.
  - vízben bőségesen oldódik.
  - vizes oldata erősen lúgos kémhatású.
- Melyek alábbi állítás(ok) **hamis(ak)**
  - A perklorátok az indigókármint izatin-származékká oxidálják
  - A nátriumionok metoxifenilecetsav-reagenssel fehér csapadékot adnak.
  - A difenilkarbazon kromil-kloridos oxidációjával difenilkarbazid keletkezik.
  - A *Kalii iodidum* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása során a titrált oldat színe a mérőoldat fogyás felénél a legintenzívebb.
  - A *Natrii thiosulfas* a jódot redukálja.
- Mely alábbi, Ph. Hg. VIII. szerinti határérték-vizsgálat(ok) során történik komplexképzési reakció?
  - magnézium
  - arzén
  - vas
  - kalcium
  - szulfát

8. Mely alábbi, Ph. Hg. VIII. szerinti reakció(k)ban keletkezik/keletkeznek kék színű vegyület(ek)?
- 1) *Natrii chloridum* vas(II)-cianid szennyezésének kimutatása.
  - 2) Nehézfém-szennyezés általános határérték-vizsgálata.
  - 3) *Natrii chloridum* azonosítása.
  - 4) *Kalii carbonas* azonosítása.
  - 5) Foszfát-szennyezés általános határérték-vizsgálata.
9. A Ph. Hg. VIII.-ban hivatalos általános azonossági reakciók közül mely ion(ok) esetén válik le [hexaciano-ferrát(II)]-csapadék?
- 1) kalcium
  - 2) kálium
  - 3) vas
  - 4) magnézium
  - 5) nátrium
10. Mely alábbi állítás(ok) **hamis(ak)**?  
A *Kalii iodidum* ...
- 1) savas közegben a kloridot jód-kloriddá oxidálja.
  - 2) savas közegben ezüst-nitráttal fehér csapadékot képez.
  - 3) sósavas oldatban klóramin (tozilklóramid nátrium) felesleggel jodátot képez.
  - 4) jodáttal savas oldatban jóddá alakul.
  - 5) tömény vizes oldatában a jód lila színnel odódik.
11. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
A *Iodum* ...
- 1) fehér vagy csaknem fehér, kristályos por.
  - 2) kloroformos oldata ibolyaszínű.
  - 2) vízben jól oldódik.
  - 4) kristályait melegítve ibolyaszínű gőz fejlődik és kékesfekete szublimátum képződik.
  - 5) keményítővel képzett komplexének színe melegítés hatására erősödik.
12. Mely alábbi, a Ph. Hg. VIII. szerinti általános arzén határérték-vizsgálatra vonatkozó állítás(ok) **hamis(ak)**?
- 1) A módszer mind az arsenit-, mind az arsenát-szennyezés kimutatására alkalmas.
  - 2) Az alkalmazott ón(II)-klorid-oldat a jodidionokat jóddá oxidálja.
  - 3) A reakció során barna higany(II)-arzenid vagy sárga higany(II)-arzenid-tribromid keletkezik.
  - 4) Az ólom(II)-acetátos vatta a zavaró arzén-hidrogén megkötésére szolgál.
  - 5) A határérték-vizsgálat során összehasonlító kísérletet is végzünk.
13. Mely alábbi vegyület(ek) használatos(ak) a Ph. Hg. VIII. szerinti szín-törzsoldatok elkészítéséhez?
- 1) vas(III)-klorid
  - 2) vas(II)-szulfát
  - 3) vas(III)-rodanid
  - 4) kobalt(III)-klorid
  - 5) kobalt(II)-klorid
14. Mely alábbi reagens(ek) szükséges(ek) a vas Ph. Hg. VIII. szerinti határérték-vizsgálatához!
- 1) tioglikolsav
  - 2) tioacetamid-reagens
  - 3) kálium-tiocianát-oldat
  - 4) nátrium-szulfid-oldat
  - 5) kálium-[hexaciano-ferrát(III)]-oldat
15. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
A *Kalii nitras* ...
- 1) vízben bőségesen oldódó, fehér kristályos por.
  - 2) hevítés során megolvad és kék lánggal ég.
  - 3) 4-aminobenzolszulfonsavval savas közegben diazóniumsót képez.
  - 4) hígított kénsavas oldata kékeszöld színű.
  - 5) tömény kénsavas közegben a nitrobenzolt *meta*-helyzetben nitrálja.

16. Mely alábbi vegyület(ek)ből fejlődik gáz sav hatására?
- 1) *Ferrum ad praeparationes ad homoeopathicas*
  - 2) *Argentii nitras*
  - 3) *Ferri chloridum hexahydricum*
  - 4) *Magnesii trisilicas*
  - 5) *Natrii thiosulfas*
17. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?
- 1) Az *Acidum boricum* vizes oldata lúgos kémhatású.
  - 2) A *Zinci oxidum* hevítve megsárgul, lehűtve a sárga szín eltűnik.
  - 3) A *Carbo activatus* vörösszásig hevítve nem változik.
  - 4) A *Barii sulfas* vízben nem oldódik.
  - 5) A magnézium-ammónium-foszfát sárga színű csapadék.
18. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?
- 1) A *Barii sulfas* híg ecetsavban nem oldódik.
  - 2) A réz(II)-ionok a jódot réz(I)-jodid képződése közben jodiddá redukálják.
  - 3) Melegítés során a *Sulfur ad usum externum* a brómos vizet elszínteleníti.
  - 4) Az *Acidum boricum* savassága mannit hozzáadására növekszik.
  - 5) Az alumínium-hidroxid csapadék ammónium-klorid hozzáadására feloldódik.
19. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?
- 1) A *Natrii dihydrogenophosphas dihydricus* vizes oldatából ezüst-nitrát hozzáadására sárga csapadék válik le.
  - 2) A nitrátionok Ph. Hg. VIII. szerinti általános azonossági vizsgálatában vörös azofesték keletkezik.
  - 3) A magnézium(II)-ion nátrium-szulfiddal halvány rózsaszínű csapadékot ad.
  - 4) Az alumínium(III)-ion hidroxidionokkal tetrahidroxo-, ammóniával tetraammin-komplexet képez.
  - 5) A *Bismuthi subnitras ponderosus* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása komplexometriás módszerrel történik.
20. Mely alábbi vegyület(ek) keletkezik(nek) a vasionok Ph. Hg. VIII. szerinti általános azonossági vizsgálata során?
- 1)  $\text{Fe}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$
  - 2)  $\text{Fe}(\text{OH})_3$
  - 3)  $\text{FeO}(\text{OH})$
  - 4)  $\text{Fe}_2(\text{CO}_3)_3$
  - 5)  $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_4$
21. Mely alábbi állítás(ok) **hamis(ak)**?
- 1) A prokain és a benzokain közös azonossági reakciója az aromás primer amin csoport kimutatása.
  - 2) A bázisos lantán(III)-acetát kék színű vegyület.
  - 3) A koralin-reakcióhoz kénsavra és ecetsavanhidridre van szükség.
  - 4) Az etanol nitroprusszid-nátriummal kék színű Legal-komplexet képez.
  - 5) Az *Isoprenalini hydrochloridum* Ph. Hg. VIII. szerinti azonosítása során kék, majd vörös színű indokinin-származék keletkezik.
22. Mely alábbi vegyület(ek) oldódik/nak jól vízben?
- 1) *Ureum*
  - 2) *Lidocainum*
  - 3) *Dinatrii edetas*
  - 4) *Benzocainum*
  - 5) *Phenolphthaleinum*
23. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?
- A *Glycerolum (85 per centum)* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása során ....
- 1) a glicerin hangyasavvá és formaldehiddé oxidálódik.
  - 2) a formaldehid lúgos közegben etilénlikollá hidrolizál.
  - 3) a hidrolízis során keletkezett etilénlikolt a perjodát feleslege ecetsavvá oxidálja.
  - 4) az alkalmazott perjodát feleslegét jodiddal joddá alakítjuk.
  - 5) a kivált jódot keményítő indikátor jelenlétében tioszulfát-mérőoldattal titráljuk.

24. Mely vegyület(ek) képződik(nek) a kodein tömény kénsavval és vas(III)-kloriddal történő melegítése során?
- 1) acetilmorfin
  - 2) morfin
  - 3) tebain
  - 4) apomorfin
  - 5) etilmorfin
25. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
A *Benzocainum* ....
- 1) észter-típusú helyi érzéstelenítő.
  - 2) vízben jól oldódik.
  - 3) aromás primer aminocsoportját a Ph. Hg. VIII. szerint vörös azofesték-képzéssel azonosítjuk.
  - 4) vas(III)-ionokkal ibolyaszínű komplexet képez.
  - 5) kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldattal (Mayer-reagenssel) barna csapadékot képez.
26. Mely köztitermék(ek) ill. termék(ek) keletkeznek a *Physostigmini salicylas* Ph. Hg. VIII. szerinti azonosítása során?
- 1) ezerolin
  - 2) ezeramin
  - 3) ezerinkék
  - 4) rubrezerin
  - 5) ezerolidin
27. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
A *Natrii acetat trihydricus*...
- 1) ammóniás közegben lantán(III)-nitráttal kék színű,  $\text{LaOH}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  összetételű vegyületet képez.
  - 2) Bunsen-lángban hevítve nem változik
  - 3) vizes oldata savas kémhatású..
  - 4) vas(III)-kloriddal éterben oldódó, sárgás-rózsaszínű csapadékot képez.
  - 5) tömény kénsavval melegítve illékony etil-acetát szagot áraszt.
28. Mely alábbi állítás(ok) **hamis(ak)**?
- 1) Az *Ureum* réz(II)-ionokkal ibolyaszínű biuretet képez.
  - 2) A primer vagy szekunder aminocsoportot tartalmazó vegyületek ninhidrin-oldattal melegítve ibolyáskék színű terméket képeznek.
  - 3) A *Chlorali hydras* lúgos oldatban kloroformmá és acetáttá hidrolizál.
  - 4) A *Trometamolium* vizes oldata lúgos kémhatású.
  - 5) A *Vanillinum* vas(III)-ionokkal színes komplexet képez.
29. Mely reakció(k) alkalmas(ak) a *Procaini hydrochloridum* és a *Tetracaini hydrochloridum* megkülönböztetésére?
- 1) Parri–Zwicker-reakció
  - 2) kálium-tiocianát–oldattal történő reakció
  - 3) ezüst-nitrát–oldattal adott reakció
  - 4) Vitali–Morin-reakció
  - 5) kálium-[tetrajodo-merkurát(II)]-oldattal (Mayer-reagenssel) történő reakció
30. Mely reagens(ek) szükséges(ek) a Marquis-reakció elvégzéséhez ?
- 1) kénsav-formaldehid–reagens
  - 2) metanol
  - 3) vas(III)-klorid–oldat
  - 4) tömény sósav
  - 5) diklórmétán
31. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
A *Tosylchloramidum natricum*...
- 1) izzítása során kéntartalma szulfáttá, klórtartalma kloriddá alakul.
  - 2) hidrolízise során o-toluolszulfonamid keletkezik.
  - 3) hidrolízise során hidrogén-peroxid keletkezik.
  - 4) vizes oldata a kék lakmuszpapírt megpirosítja, majd színét elhalványítja
  - 5) oldatához sósavat adva klór keletkezik.

32. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
Az *Ethanolum* (96 per centum) Ph. Hg. VIII. szerinti azonosítása során ...
- 1) az etanolt lúgos jódoldattal trijódacetaldehiddé oxidáljuk.
  - 2) a trijódacetaldehid piperazinnal vinilpiperazinná alakul.
  - 3) a vinilpiperazin nitroprusszid-nátriummal kék Legal-komplexet képez.
  - 4) a trijódacetaldehid jodoformra és formaldehidre hidrolizál.
  - 5) képződő jodoform egy sárga színű gáz.
33. Mely alábbi anyag(ok) rossz vízdékonyságú(ak)?
- 1) *Cholesterolum*
  - 2) *Phenazonum*
  - 3) *Indometacinum*
  - 4) *Nicotinamidum*
  - 5) *Sorbitolum*
34. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
A *Formaldehydi solutio* (35 per centum) Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása során ...
- 1) a formaldehidet lúgos közegben jódmérőoldattal formiáttá oxidáljuk.
  - 2) a lúgos oldatban a jodid jóddá és hipojodittá diszproporcionálódik.
  - 3) az oldat átsavanyításakor a hipojoditból perjodát keletkezik.
  - 4) a perjodát feleslegét etilénlikollal bontjuk el.
  - 5) a jódmérőoldatát a reakcióelegy átsavanyítását követően tioszulfát-mérőoldattal titráljuk.
35. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
A *Phenazonum*...
- 1) vizes oldatához vas(III)-klorid-oldatot adva vörös komplex keletkezik.
  - 2) savas közegben nitrittel zöld színű 4-nitrofenazon képez.
  - 3) Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása jodometriásan történik.
  - 4) vizes oldatát a *Carbo activatus* adszorbeálóképességének Ph. Hg. VIII. szerinti meghatározására használjuk.
  - 5) savas közegben az ezüstionokat fém ezüstként redukálja.
36. Mely alábbiak állítás(ok) **igaz(ak)**?
- 1) A *Methylis parahydroxybenzoas* Millon-reagenssel sötétvörös komplexet képez.
  - 2) Az *Acidum salicylicum* vizes oldata rezorcinnal, tömény kénsav jelenlétében sötétkékre színeződik.
  - 3) A König-reakció 2-helyzetben szubsztituátlan piridinszármazékok azonosítására alkalmas.
  - 4) Az *Acidum tartaricum* vas(II)-ionok jelenlétében, hidrogén-peroxiddal dihidroxifumársavvá oxidálódik.
  - 5) Az *Acidum lacticum* Ph. Hg. VIII. szerinti tartalmi meghatározása komplexometriásan történik.
37. Mely alábbi gyógyszervegyület(ek) Ph. Hg. VIII. szerinti azonosítása során képződik Fe(III)-komplex?
- 1) *Phenazonum*
  - 2) *Benzocainum*
  - 3) *Phenolum*
  - 4) *Thymolum*
  - 5) *Coffeinum*
38. Mely alábbi állítás(ok) **igaz(ak)**?  
A *Chinini sulfas* és a *Chinidini sulfas*...
- 1) bárium-kloridoldattal egyformán reagál.
  - 2) a thalleiochin-reakcióban eltérő szintet mutat.
  - 3) híg kénsavval készült oldataiban fluoreszcencia tapasztalható.
  - 4) megkülönböztetése kálium-jodiddal történő reakciójuk alapján lehetséges.
  - 5) vizes oldatai nátrium-kálium-tartarátal egyaránt fehér csapadékot adnak.
39. Mely alábbi vegyület(ek) redukáló tulajdonságú(ak)?
- 1) *Acidum ascorbicum*
  - 2) *Saccharum*
  - 3) *Fructosum*
  - 4) *Lactosum*
  - 5) *Sorbitolum*
40. Milyen reakciólépés(ek) történik(történnek) az *Acidum acetylsalicylicum* Ph. Hg. VIII. szerinti azonosítása során?
- 1) észter-hidrolízis
  - 2) acetilezés
  - 3) nitrálás
  - 4) brómmaddíció
  - 5) intramolekuláris oxidoredukció

## Megoldások

### Egyszerű feleletválasztás

- |       |       |
|-------|-------|
| 1. D  | 45. A |
| 2. E  | 46. E |
| 3. E  | 47. C |
| 4. B  | 48. D |
| 5. C  | 49. C |
| 6. B  | 50. B |
| 7. B  | 51. D |
| 8. C  | 52. C |
| 9. B  | 53. C |
| 10. A | 54. E |
| 11. C | 55. D |
| 12. B | 56. D |
| 13. A | 57. B |
| 14. D | 58. B |
| 15. E | 59. C |
| 16. A | 60. B |
| 17. B | 61. C |
| 18. B | 62. C |
| 19. A | 63. C |
| 20. C | 64. D |
| 21. C | 65. A |
| 22. A |       |
| 23. B |       |
| 24. D |       |
| 25. B |       |
| 26. E |       |
| 27. C |       |
| 28. D |       |
| 29. D |       |
| 30. A |       |
| 31. C |       |
| 32. B |       |
| 33. B |       |
| 34. D |       |
| 35. E |       |
| 36. A |       |
| 37. C |       |
| 38. D |       |
| 39. E |       |
| 40. D |       |
| 41. D |       |
| 42. E |       |
| 43. B |       |
| 44. D |       |

### Többszörös feleletválasztás

- D
- E
- E
- E
- A
- B
- B
- E
- B
- E
- C
- C
- E
- A
- E
- E
- C
- D
- A
- C
- B
- A
- C
- B
- B
- E
- D
- D
- B
- D
- D
- E

## FELHASZNÁLT IRODALOM

- Magyar Gyógyszerkönyv*, VIII. kiadás, I. kötet, Medicina Könyvkiadó, Budapest, 2003.
- Magyar Gyógyszerkönyv*, VIII. kiadás, II.. kötet, Medicina Könyvkiadó, Budapest, 2004.
- Magyar Gyógyszerkönyv*, VIII. kiadás, III.A és III:B kötet, Medicina Könyvkiadó, Budapest, 2007.
- Magyar Gyógyszerkönyv*, VIII. kiadás, IV.A és IV:B kötet, Országos Gyógyszerészeti Intézet, Budapest, év nélkül.
- Az Országos Gyógyszerészeti Intézet közleményei a VIII. Magyar Gyógyszerkönyv előírásainak változásairól* – <http://www.ogyi.hu/gyogyszerkonyv/>
- Gyógyszerészeti kémia* (szerk.: Fülöp F., Noszál B., Szász Gy. Takácsné Novák K.), Semmelweis Kiadó, Budapest, 2010.
- K. Eger, R. Troschütz, H. J. Roth: *Arzneistoffanalyse*, 5. Auflage, Deutscher Apotheker Verlag, Stuttgart, 2006.
- Kommentar zum Europäischen Arzneibuch*, Grundwerk mit 27. Aktualisierungslieferung, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH, Stuttgart, 2007.
- E. Ehlers: *Analytik I – Kurzlehrbuch Qualitative pharmazeutischen Analytik*, 8. Auflage, Deutscher Apotheker Verlag, Stuttgart, 2001.
- E. Ehlers: *Analytik II – Kurzlehrbuch Quantitative und instrumentelle pharmazeutischen Analytik*, 10. Auflage, Deutscher Apotheker Verlag, Stuttgart, 2002.
- O. Pedersen: *Pharmaceutical Chemical Analysis: Methods for Identification and Limit Tests*, CRC Press, Boca Raton, 2006.
- S. Hansen, S. Pedersen-Bjergaard, K. Rasmussen: *Introduction to Pharmaceutical Chemical Analysis*, John Wiley & Sons, Chichester, 2012.
- Almási A. Rozmer Zs., Perjési P.: *Gyógyszerészeti kémia I. – Gyakorlati segédanyag*, Pécsi Tudományegyetem, Pécs, 2014.
- Gyógyszerészeti kémia gyakorlatok* (szerk.: Takácsné Novák K., Horváth P), Semmelweis Kiadó és Multimédia Stúdió, Budapest, 2014.
- Barcza L., Buvári Á.: *A minőségi kémiai analízis alapjai*, 4. kiadás, Medicina Könyvkiadó, Budapest 1997.
- Martinek T.: *Kvalitatív kémiai analízis*, JATEPress, Szeged, 2007.
- Bajdik J.: *Anyagismeret a gyógyszerkészítéshez*, JATEPress, Szeged, 2005.
- Martindale – The Complete Drug Reference* (ed.: S. C. Sweetman), 36th Edition, Pharmaceutical Press, London, 2009.

A tananyag semmilyen formában nem árusítható!

**SZÉCHENYI** 



MAGYARORSZÁG  
KORMÁNYA

**Európai Unió**  
Európai Szociális  
Alap



**BEFEKTETÉS A JÖVŐBE**