

P Ž V O D N Ě O Z N Ā M E N I A**ODDELOVANIE KYSELINY ŠŤAVELOVEJ A LAKTŔNU
KYSELINY GLUKOHEPTŔNOVEJ POMOCOU VYMIEŇAČA ANIŔNOV MFD**

MOJMİR TRAITER

Slovakofarma, n. p., Hlohovec

Pri výrobe laktŔnu kyseliny glukoheptŔnovej (ďalej laktŔnu) používal sa pre rozklad glukoheptŔnanu vápenatého roztok kyseliny šŤaveľovej. Prípadný nepatrný nadbytok kyseliny šŤaveľovej sa v ďalšom čistiacom procese laktŔnu neodstraňoval kvantitatívne a bol jednou z príčin vzniku zákalov v injekčných roztokoch vápenatých solí, pre ktoré je laktŔn jednou zo základných surovín.

Obvyklú reakciu pre dôkaz a stanovenie kyseliny šŤaveľovej zrážaním chloridom vápenatým nebolo možné v tomto prípade použiť, lebo zrazenina šŤaveľanu vápenatého vzniká v 10 % vodných roztokoch laktŔnu pri stopových množstvách kyseliny šŤaveľovej až po značne dlhej dobe.

Experimentálna časť

Bolo preto nevyhnutné pre dôkaz a stanovenie kyseliny šŤaveľovej vypracovať inú vhodnú metódu. Použila sa jednoduchá izolačná metóda, založená na princípe chromatografickej výmeny iŔnov na stredne bázičkom vymieňači aniŔnov MFD československej výroby.

Do sklenej trubice o dĺžke 70 cm, vnútornom priemere 0,3 cm, na spodu opatrenej skleným kohútom, vneslo sa za mokra na vrstvu sklenej vaty 6 ml vymieňača aniŔnov MFD o priemere zŕn 0,25—0,75 mm. Kolónka sa regenerovala 100 ml 5 % vodného roztoku amoniaku a po regenerácii sa premývala asi 200 ml destilovanej vody do neutrálnej reakcie na fenoltaleín. Cez takto pripravený stĺpec vymieňača aniŔnov sa prepustil roztok analyzovaného laktŔnu, pripravený rozpustením 100 g laktŔnu v destilovanej vode a doplnením roztoku do 500 ml. Roztok laktŔnu pretekal cez kolónku rýchlosťou 0,5—0,8 ml/min. Po pretečení celého množstva roztoku laktŔnu sa kolónka premyla 10 ml destilovanej vody a eluovala sa 5 % roztokom amoniaku. V prvých podieloch eluátu sa nachádzala všetka kyselina šŤaveľová zachytená z laktŔnu, ktorá sa ďalej dokázala vyzrážaním eluátu rovnakým objemom 2 M roztoku chloridu vápenatého za varu. Zrazenina šŤaveľanu vápenatého stála do druhého dňa, načo sa kvantitatívne odfiltrovala na sklenom filtračnom kelímku G4 a po premytí destilovanou vodou sa rozpustila v 20 ml teplej 10 % kyseline sírovej. Uvoľnená kyselina šŤaveľová sa stanovila titráciou 0,1 N manganistanom draselným.

Týmto spôsobom sa v laktŔne kyseliny glukoheptŔnovej pro inj. dokázala a stanovila kyselina šŤaveľová.

Súhrn

Vypracovala sa analytická metóda pre dôkaz a stanovenie kyseliny šŤaveľovej v laktŔne kyseliny glukoheptŔnovej pro inj. na základe chromatografickej

metódy výmeny iónov na stredne bázičkom vymieňači aniónov MFD česko-slovenskej výroby.

Zachytená kyselina šťaveľová sa zo stĺpca vymieňača aniónov eluovala 5 % vodným roztokom amoniaku.

Uvoľnená kyselina šťaveľová sa v amoniakálnom eluáte dokázala vyzrážaním roztokom chloridu vápenatého a po rozpustení zrazeniny šťaveľanu vápenatého v kyseline sírovej sa stanovila manganometricky.

ДЕЛЕНИЕ ЩАВЕЛЕВОЙ КИСЛОТЫ И ЛАКТОНА ГЛЮКОГЕПТОНОВОЙ КИСЛОТЫ ПРИ ПОМОЩИ ИОНООБМЕННИКА МФД

МОЙМИР ТРАЙТЕР

. Словакофарма, н. п., Глоговец

Выводы

Был разработан аналитический метод для доказательства и определения щавелевой кислоты в лактоне глюкогептоновой кислоты для инъекций на основании хроматографического метода обмена ионов на средне основном ионообменнике анионов МФД чехословацкого производства.

Элюция адсорбированной щавелевой кислоты с ионообменника проводилась 5 %-ным водным раствором аммиака.

Элюированная щавелевая кислота в аммиачном элюате доказывалась осаждением раствором хлористого кальция и после растворения осадка щавелевокислого кальция в серной кислоте определялась мanganометрически.

Поступило в редакцию 12. 3. 1959 г.

TRENNUNG DER OXALSÄURE UND DES LACTONS DER GLUCOHEPTONSÄURE MITTELS DES ANIONEN-AUSTAUSCHERS MFD

MOJMÍR TRAITER

Nationalunternehmen „Slovakofarma“ in Hlohovec

Zusammenfassung

Es wurde eine analytische Methode für den Nachweis und die Bestimmung von Oxalsäure im Lacton der Glucoheptonsäure pro Inj. auf der Grundlage einer chromatographischen Methode des Ionenaustausches auf einem mittelbasischen Anionen-Austauscher MFD tschechoslowakischer Erzeugung ausgearbeitet.

Die Elution der erfassten Oxalsäure aus der Säule des Anionen-Austauschers wurde mit einer 5 %-igen wässrigen Ammoniaklösung durchgeführt.

Die im ammoniakalischen Eluat freigemachte Oxalsäure wurde durch Ausfällung mittels einer Lösung von Calciumchlorid nachgewiesen und nach dem Auflösen der Fällung des Calciumoxalats in Schwefelsäure manganometrisch bestimmt.

In die Redaktion eingelangt den 12. 3. 1959

LITERATÚRA

1. Kunin R., Myers R. J., *Ion Exchange Resins*, London 1950. — 2. Nachod F. C., *Ion Exchange. Theory and Application*, New York 1949. — 3. Samuelson O., *Ion Exchangers in Analytical Chemistry*, New York—Stockholm 1956. — 4. Strain H. H., *Chromatographic Adsorption Analysis*, New York 1957. — 5. Šmíd J. a spolupracovníci, *Měníče iontů, jejich vlastnosti a použití*, Praha 1954.

Do redakcie došlo 12. 3. 1959

Adresa autora:

Inž. Mojmír Traiter, kandidát technických vied, Hlohovec, Slovakoфарма, n. p.