

CONTRIBUȚIUNI LA PREPARAREA ȘI STABILIZAREA PREPARATELOR ULEIOASE DE CONTRAST

Mártonfi L., Fülöp L., Sarudi L., Szánthó E.

Conform datelor bibliografice, preparatele uleioase iodurate de contrast, se prepară din ulei de sesam sau ulei de mac. Iodurarea se face pînă la saturarea incompletă, în mediu alcoolic, cu iodură de hidrogen, sau cu clorură de iod. Preparatele similare conțin 30—40% iod organic, „Jodolipolum”, în Farmacopea Sovietică VIII. oficial are un conținut de 30% iod, iar Lipjodolul 40%. Noi am studiat și am cercetat posibilitățile de a iodura uleiul de floarea soarelui, cu scopul de a obține un preparat, bun ca material de contrast.

Capacitățile ulciurilor amintite de a lega iodul, calculate pe baza indicelui de iod, sînt după cum urmează :

Denumirea uleiului	Prin iodurare cu :	
	ICI	I H
Ulei de sesam	30,76—32,53	34,13—36,03
Ulei de mac	35,96—37,14	40,26—41,84
Ulei de floarea soarelui	34,17—36,11	38,64—38,44

Deci capacitatea adiționării de iod a uleiului de floarea soarelui se găsește între aceea a uleiului de sesam și a celui de mac și prin ambele metode de iodurare se poate obține un conținut de iod de 30% prevăzut în F. S. VIII., fără ca uleiul să fie complet saturat.

Din faptul că nici Jodolipolul, nici Lipjodolul, nu conțin clor legat organic putem deduce, că iodurarea cu HI trebuie să fie mai favorabilă atît din punctul de vedere al preparării, cit și pentru purificarea și conservarea substanței de contrast. Din cauza anumitor greutăți obiective, nu am putut aplica această metodă și am fost siliți să ne ocupăm numai de metoda cu clorură de iod.

Clorura de iod necesară pentru iodurare am obținut-o prin încălzirea lentă a iodului cu apă regală. După terminarea reacției vaporii nitroși rezultați i-am eliminat prin fierbere, iar după răcirea soluției am procedat la separarea clorurii de iod prin extracția cu eter. Pentru iodurarea uleiului am găsit soluția eterică de iodură de clor 5—10%, ca cea mai corespunzătoare. Uleiul de floarea soarelui, amestecat cu o astfel de soluție, se iodurează imediat, chiar la o simplă agitare, fapt indicat prin dispariția culorii galben-roșiatice a clorurii de iod, în cazul cînd concentrația finală de iod nu depășește 30%. Pentru o iodurare pînă la saturație este nevoie de mai multe ore, însă se efectuează în mai puțin de 24 ore. Am constatat că uleiul iodurat în soluție eterică se descompune foarte ușor și devine brun, din cauza iodului pus în libertate. De aceea, imediat după iodurare, trebuie să procedăm la separarea și purificarea uleiului iodurat. În acest scop majoritatea eterului l-am distilat, iar reziduiul — într-o pînie de separare — l-am tratat cu alcool și partea uleioasă,

care s-a stratificat în fundul pilniei, am separat-o. Prin repetate solvări cu eter și separări cu alcool, am purificat uleiul pînă la reacție neutră. Cantitățile mici de alcool și eter rămase în ulei am încercat să le eliminăm prin încălziri moderate în vid.

Produsul astfel obținut a fost un ulei dens, de culoare galbuie, cu miros particular slab, care a corespuns atît din punctul de vedere al conținutului de iod, cît și al purității, cerințelor „F. S. VIII” și capacitatea de absorbție de raze a uleiului a fost corespunzătoare, întrucît într-un strat de 1 cm. a lăsat o umbră neagră, dar și într-un strat de abia 1 mm. a lăsat o umbră închisă, bine determinată. Preparatul obținut a avut defectul că s-a descompus relativ repede — păstrat atît la întuneric cît și la lumină — menținându-și culoarea originală galbenă abia timp de 2—3 zile. După aceea, în urma separării de iodul conținut, a primit o culoare cafenie slabă, care cu încetul se intensifica, pe urmă descompunerea s-a accelerat, iar după 2 luni preparatul s-a făcut complet brun.

Pentru a afla cauzele descompunerii am cercetat Lipjodolul, expunindu-l cauzelor presupuse ca motive ale descompunerii și anume: acțiunii aerului, umidității, acizilor și luminii. Am observat că Lipjodolul ținut la aer prezintă după o zi separarea iodului, înțîi la suprafață mai tirziu și în adîncime, iar preparatul devine brun. Aceeași descompunere am observat-o și în cazul cînd am tratat Lipjodolul, separat cu: apă, acizi și alcool, chiar dacă a fost păstrat la loc luminos sau întunecos, în flacoane închise sau deschise. Această descompunere însă nu a fost mai mare decît la Lipjodolul pur, deci acești factori separați luați nu au o acțiune esențială în descompunerea preparatului. Descompunerea s-a făcut printr-o slabă tulburare și în cazul cînd flaconul cu Lipjodol a fost citva timp ținut deschis ca apoi să fie ermetic închis. La o deschidere repetată descompunerea s-a intensificat. Încălzirea la peste 70° a prezentat mici descompuneri. Experimentarea acțiunii temperaturii și separat a luminii, în absența aerului nu s-a putut executa din lipsa materialului de experiență.

Pe baza experiențelor am modificat prepararea uleiului iodurat în așa fel, că după iodurare, la soluția eterică am adăugat sulfid de sodiu pentru a reduce factorii oxidanți, în special clorura de iod rămasă în exces, apoi am adăugat carbonat de sodiu pentru neutralizare, clorură de calciu anhidru pentru deshidratare, am scuturat cu cărbune și am filtrat. După aplicarea procedurii de separare am obținut un preparat, care păstrat în vid s-a conservat 4 săptămîni fără a suferi alterări. După trecerea celor 4 săptămîni, în ulei s-au ivit mici tulburări brune, analizînd însă după metodele F. S. VIII, am constatat că nu conține iod liber. După cîteva zile, la deschiderea flaconului, uleiul s-a făcut brun deschis, datorită iodului pus în libertate, al cărui cantitate după alte 4 săptămîni s-a ridicat la 0,05%. În aceleași condiții în Lipjodol s-a pus în libertate 0,01% iod.

Un alt preparat, conținînd 25% iod legat organic, păstrat în flacon bine închis, chiar și după 3 luni a rămas nealterat prezentînd numai o slabă schimbare de culoare, fără însă să conțină iod liber; iar altul în care au rămas urme de eter, s-a descompus repede. Este de observat, că vidul produs deasupra uleiului în nici un caz nu era perfect și se presupune că în condițiuni mai adecvate nici această mică transformare nu s-ar fi întimplat.

E cert, că la stabilirea uleiului iodurat joacă rol și alți factori, în afară de cei amintiți. Dispunem de oarecare date bazate pe observațiuni asupra rolului important al felurilor uleiurilor în stabilitatea preparatului. Uleiurile sicative avînd un indice de iod ridicat — ca de ex. uleiul de in — se iodurază foarte ușor, însa preparatele obținute din aceste uleiuri, chiar și în cazul unui conținut de iod relativ scăzut se descompun foarte repede. În schimb din uleiul de prune, care are un indice de iod relativ mic, am reușit să obținem un ulei iodurat, care păstrat în condițiuni obișnuite (fără vid), nu s-a descompus nici după 6 luni, chiar și culoarea i-a rămas neschimbată. De asemenea am obținut rezultate bune și cu un amestec de ulei de prune și ulei de floarea soarelui. Aceste din urmă, precum și rolul prosepității uleiului în stabilitatea preparatului ne-am propus să le clarificăm într-o lucrare în curs.

Primită la redacție la 10 februarie 1956