

## STUDII ASUPRA CALITĂȚII VASELINELOR INDIGENE\*

Adriana Popovici, Mirela Becuș-Laurențiu, Z. Hankó

Vaselina destinată uzului farmaceutic, este o vaselină naturală, provenită din țiteiuri selecționate și produsă la noi în rafinăria Ploiești-Nord, pentru consum intern și la rafinăria de la Teleajen pentru export. Ca materie primă rafinăria Ploiești-Nord utilizează un amestec de 12% ulei mediu solventat, 28% ulei rezidual solventat și 60% ulei mediu deparafinat, iar rafinăria de la Teleajen utilizează pentru fabricarea vaselinei, materii prime superioare formate din ulei ușor contractat și gaciuri care provin prin deparafinarea cu solvenți a uleiurilor grele obținute prin distilarea păcurii.

În procesul tehnologic de preparare a formelor farmaceutice s-au observat diferențe în calitatea vaselinelor livrate și uneori separarea unei faze lichide prin conservare la temperatura mai ridicată a localului (25—30°) ca urmare a distrugerii adsorbitive din gel, fenomen și mai semnificativ după o prelucrare mecanică.

În literatura de specialitate se definește calitatea vaselinei prin noțiunea de număr de ulei sau indice de ulei, care indică cantitatea de ulei separată în condiții normale de stocare. La varietățile bune acest număr trebuie să fie cât mai mic, apreciat de F. Gstirner și E. Binde (4) la cifra maximă de 10, iar de B. Schmitz (cit. de 4 și 9) la cifra 25.

După cum rezultă din cercetările lui H. Grosz și K. Grodde (cit. de 4) asupra compoziției structurale a hidrocarburilor solide, faza solidă a vaselinelor se compune din izoparafine și din parafine ciclice, reprezentate în majoritate prin n-parafine. Vaselina naturală de bună calitate se distinge printr-un

\* Lucrare comunicată la a 7-a Sesiune științifică a cadrelor didactice I. M. F. Tg.-Mureș din dec. 1967

conținut scăzut de n-parafine. Astfel, W. Presting și R. Boentke (4, 15) indică un conținut între 5—15%. U. Bogs și G. Knepper (2) de 10—20% sau F. Gstirner (4) între 7,8—18,5%. Acest conținut e necesar microcristalizării prin care vaselina își menține omogenitatea și extensibilitatea.

Obiectivul acestei lucrări este urmărirea farmaceutică a valorii de întrebunțare a vaselinelor produse în țară, privind calitățile fizico-chimice și biologice, legătura dintre ele și diferitele etape ale procesului tehnologic.

### Partea experimentală

#### A. Material

La 9 serii de vaselină provenite de la raf. Ploiești-Nord și Teleajen s-au examinat următoarele constante: densitatea, punctul de picurare, pH, viscozitatea, coeficientul de încorporare al apei, capacitatea de întindere, numărul de ulei, conținutul în n-parafine și aspectul microscopic. S-au urmărit următoarele serii de vaseline:

1. Vaselina farmaceutică naturală, lot nr. 33, 1. XII. 1966 raf. Ploiești Nord. N. I. 1789—61.
2. Vaselina farmaceutică seria 1. XII. 1966 raf. Teleajen.
3. Vaselina farmaceutică (Vaselină finită) raf. Ploiești Nord. 1. II. 1967.
4. Vaselina după pământul decolorant (galbenă) fază penultimă din procesul tehnologic de preparare, raf. Ploiești Nord. 1. II. 1967.
5. Vaselină neutră — fază intermediară a preparării — raf. Ploiești Nord 1. II. 1967.
6. Vaselina finită, lotul 9, martie 1967, raf. Ploiești N.
7. Vaselina după pământ decolorant, lotul 9, martie 1967, raf. Ploiești-Nord.
8. Vaselina după proba de neutralizare, lotul 9, martie 1967, raf. Ploiești-Nord.
9. Vaselina farmaceutică livrată de O. F. R. Tg.-Mureș, decembrie 1966.
10. Emulgin A. P., produs de sinteză, constituit dintr-un amestec de esteri parțiali și integrali ai glicerinei cu acizi grași ( $C_{10}$ — $C_{14}$ ) proveniți din oxidarea parafinelor, preparat al fabricii „Stela”.

#### B. Metode de lucru

##### I. Determinarea proprietăților fizice și fizico-chimice a vaselinelor.

Densitatea, pH, viscozitatea și punctul de picurare s-au determinat conform procedeele prevăzute de F. R. VII (8), iar capacitatea de întindere cu extensometrul. Coeficientul de încorporare a apei s-a determinat pe o cantitate de 10 g. vaselină, observându-se reținerea cantității de apă măsurată volumetric, după 24 ore. Nr. de ulei al vaselinelor s-a stabilit după metoda lui Bogs și Knepper (2) și reprezintă media a două măsurători efectuate pe o cantitate de 0,20 g vaselină exact cântărită, aplicată pe hîrtie Whatman nr. 1, la 35—37° timp de 24 ore. La vaselinele nr. 1, 2, 3 și 4 s-a determinat nr. de ulei atît în stare neprelucrată, cit și după prelucrare prin triturare în mojar (14) timp de 10 minute. Rezultatele determinărilor sînt cuprinse în tabelul nr. 1. și fig. nr. 1

Conținutul în n-parafine s-a urmărit după metoda lui W. Presting și R. Boentke (9, 15) care se bazează pe proprietățile ureei de a alcătui legături de închidere cu n-parafinele.

Aspectul microscopic a fost observat la microscop de cercetare în lumina polarizată

Rezultatele acestor determinări sînt redată în tabelul nr. 2 și fig. nr. 2 și 3.

Tabelul nr. 1.

Determinarea nr. de ulei al vaselinelor

| Nr. crt. | Felul vaselinei | Cantit. vas. in grame | Temperatura termost. | Timp de încălzire | Nr. de ulei in mm |               | Diferențe |
|----------|-----------------|-----------------------|----------------------|-------------------|-------------------|---------------|-----------|
|          |                 |                       |                      |                   | Neprelucrat       | Prelucrat 10' |           |
| 1.       | Vaselina nr. 1. | 0,20                  | 35—37°               | 24 ore            | 38.30             | 42.6          | + 4,3     |
| 2.       | Vaselina nr. 2. | 0,20                  | 35—37°               | 24 ore            | 36                | 43.42         | + 7,42    |
| 3.       | Vaselina nr. 3. | 0,20                  | 35—37°               | 24 ore            | 43.83             | 41,50         | — 2,33    |
| 4.       | Vaselina nr. 4. | 0,20                  | 35—37°               | 24 ore            | 48.71             | 48.57         | — 0,14    |

Tabelul nr. 3.

Grosimea stratului epidermic și factorii de akantoză a 4 serii de vaselină și Emulgin A. P.

| Substanța utilizată | Animalul de experiență | Grosimea medie a epidermei în microni |           | Factor de akantoză | Factor de akantoză mediu |
|---------------------|------------------------|---------------------------------------|-----------|--------------------|--------------------------|
|                     |                        | Tratată                               | Netratată |                    |                          |
| Vaselina nr. 1.     | A                      | 62.372                                | 31.712    | 1,68               | 1,35                     |
|                     | B                      | 44.198                                | 35.188    | 1,25               |                          |
|                     | C                      | 39,66                                 | 36.44     | 1,08               |                          |
|                     | D                      | 66.34                                 | 47.232    | 1,404              |                          |
| Vaselina nr. 2.     | A                      | 45.256                                | 44.138    | 1,025              | 1,301                    |
|                     | B                      | 61.750                                | 42.56     | 1,45               |                          |
|                     | C                      | 94.424                                | 53.224    | 1,52               |                          |
|                     | D                      | 47,926                                | 39,632    | 1,209              |                          |
| Vaselina nr. 3.     | A                      | 71,696                                | 57,92     | 1,23               | 1,317                    |
|                     | B                      | 74.46                                 | 47,29     | 1,57               |                          |
|                     | C                      | 62,94                                 | 46,50     | 1,35               |                          |
|                     | D                      | 53,56                                 | 47,86     | 1,119              |                          |
| Vaselina nr. 4.     | A                      | 52,02                                 | 47,95     | 1,084              | 1,92                     |
|                     | B                      | 34,52                                 | 29,86     | 1,156              |                          |
|                     | C                      | 72,104                                | 24,12     | 2,98               |                          |
|                     | D                      | 79,96                                 | 32,06     | 2,49               |                          |
| Emulgin A. P.       | A                      | 104,34                                | 30,14     | 3,46               | 2,21                     |
|                     | B                      | 76,58                                 | 46,18     | 1,65               |                          |
|                     | C                      | 81,84                                 | 33,24     | 2,46               |                          |
|                     | D                      | 29,62                                 | 23,32     | 1,27               |                          |

cuprinzând constantele fizico-chimice ale diferitelor vaseline indigene

| Nr. | Denumirea produsului  | Densitatea D 60° C | Punct de picurare (°C) | pH   | Viscozitate cP 60° | Indice de apă % | Capacit. de întindere (mm <sup>2</sup> ) |                        |                        | Nr. de ulei (35° in mm) | N-parafine 9% |                        |
|-----|---|--------------------|------------------------|------|--------------------|-----------------|--|------------------------|------------------------|-------------------------|---------------|------------------------|
|     |   |                    |                        |      |                    |                 | g <sub>1</sub> = 75 g                    | g <sub>2</sub> = 100 g | g <sub>3</sub> = 200 g |                         |               | g <sub>4</sub> = 500 g |
| 1   | Vaselină farm. nat. lot. 32 I. 1966. Raf. Ploiești-Nord         | 0.8527             | 44                     | 7.44 | 14.809             | 3.2             | 283.385                                  | 400.625                | 615.44                 | 934.338                 | 38.30         | 22.56                  |
| 2   | Vaselină farm. seria I. XII. 1966. Raf. Teleajen                | 0.8457             | 43                     | 6.92 | 24.6612            | 5.1             | 422.518                                  | 644.796                | 803.84                 | 1051.27                 | 36            | 14.10                  |
| 3   | Vaselină farm. I. II. 1967. Raf. Ploiești-N.                    | 0.8434             | 41                     | 6.47 | 14.12              | 3.3             | 631.23                                   | 961.63                 | 1256                   | 1697.36                 | 43.83         | 19                     |
| 4   | Vaselină după pământ de color (galbenă I. II. 1967) Raf. Pj.-N. | 0.8466             | 41                     | 6.72 | 14.62              | 3.9             | 320.31                                   | 660.185                | 867.33                 | 1319.58                 | 48.71         | 13.46                  |
| 5   | Vaselină neutr. I. II. 1967 Pj.-N.                              | —                  | 41                     | 7.21 | 14.96              | 56.50           | 803.84                                   | 1256                   | 904.51                 | 2640.74                 | —             | —                      |
| 6   | Vaselină farm. finită lot. 9 III. 1967. Raf. Pj.-N.             | 0.8433             | 43                     | 6.69 | 6.511              | 6               | 530.66                                   | 803.84                 | 1103.27                | 1625.14                 | 45.85         | 11.20                  |
| 7   | Vas. după pământ de col. lot. 9. III. 1967. Raf. Pj. N.         | 0.8492             | 45                     | 6.43 | 19.76              | 12              | 1485.41                                  | 1661.06                | 2873.29                | 3419.46                 | 50.5          | 5.37                   |
| 8   | Vaselină neutr. lot. 9. III. 1967 Raf. Ploiești-N.              | 0.8504             | 43                     | 6.74 | 23.09              | 31              | 1846.51                                  | 2461.76                | 3115.66                | 4534.16                 | 54.70         | —                      |
| 9   | Vaselină farm. uz din Centrom. farm. Tg.-M. XII. 1966.          | 0.8307             | 42                     | 7.42 | 6.4506             | 3.1             | 283.38                                   | 530.66                 | 593.65                 | 961.62                  | 38            | 21.20                  |

## II. Determinarea biologică a vaselinelor

Gradul de tolerabilitate al vaselinelor s-a determinat prin testul de akantoză, după metoda lui F. Schaaf și F. Gross (18) pe 4 loturi de cobai.

Din probele recoltate din pielea cobailor tratați cu vaselină și piele tratată numai mecanic (martori) s-au efectuat secțiuni histologice, incluse în parafină și colorate cu hematoxilina-eozină și Van Gieson. Valorile medii ale grosimii stratului epidermic de la nivelul membranei bazele, sint trecute în tabelul nr. 3. și reprezintă media a 150 măsurători micrometrice efectuate la lanametrul.

### Discuția rezultatelor

De la o vaselină de bună calitate pretindem să prezinte o culoare albă, o consistență potrivită, să fie extensibilă și în straturi subțiri, să fie transparentă și filantă, după o prelucrare mecanică viscozitatea să nu se modifice prea mult, să nu separe o fază lichidă și să-și mențină constituția egală și omogenă (4, 8, 11, 12, 13).

Examinând diferitele constante fizico-chimice și biologice ale vaselinelor se pot observa următoarele: densitatea (0,830—0,8527) și punctul de picurare (41—44°) se găsesc în limitele admise de F. R. VIII și N. I. Examinarea pH atrage atenția asupra urmelor de aciditate sau alcalinitate a unor sorturi finite cum ar fi vaselina nr. 3., nr. 6 sau vaselina nr. 1 și nr. 9. F. R. VIII. pretinde o reacție neutră neadmițând urme de aciditate sau alcalinitate provenite din procesul tehnologic. Sorturile intermediare datorită incompletei purificării nu intră în discuție.

Se constată o bună capacitate de întindere în special pentru sorturile nr. 2, 3 și 6 (fig. nr. 2).

Indicele de apă este cuprins între 3,2—6% fiind considerabil mărit la sorturile intermediare (pînă la 56%) datorită produșilor reziduali din procesul tehnologic.

Nr. de ulei e situat între 38 și 50 (tab. nr. 2), deci cantitatea separată de ulei este destul de mare cu excepția vaselinei nr. 2, care prezintă o bună comportare separînd o cantitate mică din faza lichidă. Valorile obținute explică exsudarea uleiului care s-a observat deseori la stocare sau prelucrare. Din acest motiv ar fi indicat ca F. R. pe lângă constantele care se referă la aspect, solubilitate, punctul de picurare, condiții de puritate, să includă și precizarea numărului de ulei.

Din fig. nr. 3. se observă că conținutul în n-parafină este convenabil, fiind cuprins între 11,29 și 22,56%.

*Aspectul microscopic* al vaselinelor studiate în lumină polarizată relevă o structură cristalină fină, acidulară, constituită din aglomerate de trichiți și cristaliți, unele de dimensiuni coloidale, altele care apar micelizate în agregate numeroase. Cristalele constituie o rețea cristalină care conține și porțiunea amorfă, cristale care au un rol important în procesul de gelifiere al vaselinei și cauzează tixotropia mai mult sau mai puțin pronunțată (fig. nr. 4).

Constantele fizico-chimice ale vaselinei nr. 4., obținută după tratamentul cu pămînt decolorant (sondafin) sînt apropiate de ale vaselinei finite nr. 3. S-ar putea studia problema acceptării unui sort de vaselină galbenă și în farmacopeea noastră, ceea ce ar realiza importante economii în procesul tehnologic.

Din valorile obținute, prin testul de akantoză la cele 4 serii de vaselină studiate paralel cu Emulgin A. P., se constată un factor mic de akantoză, cuprins între 1,30—1,35 la vaselina nr. 1, 2 și 3 spre deosebire de sortul 4, care reprezintă vaselina obținută după tratare cu pămînt decolorant (galbenă), cu un factor de 1,92 și Emulgin A. P. cu 2,21. Factorul mic de akantoză subliniază alături de celelalte constante, calitatea superioară a vaselinei indigene.

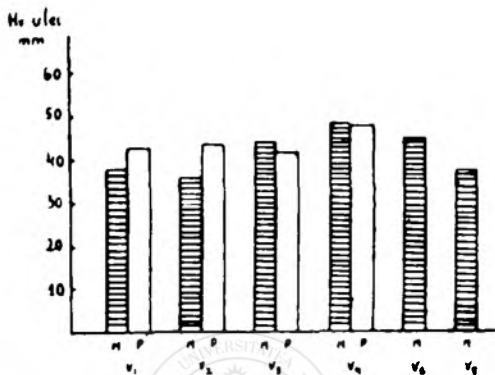


Fig. nr. 1.: Variația numărului de ulei a 6 sorturi de vaselină (N = neprelucrată, P = prelucrată)

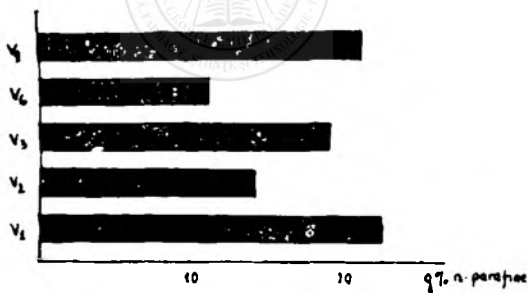


Fig. nr. 3.: Conținutul în n-parafină a 5 varietăți de vaseline

ADRIANA POPOVICI ȘI COLAB.: STUDII ASUPRA CALITĂȚII  
VASELINELOR INDIGENE

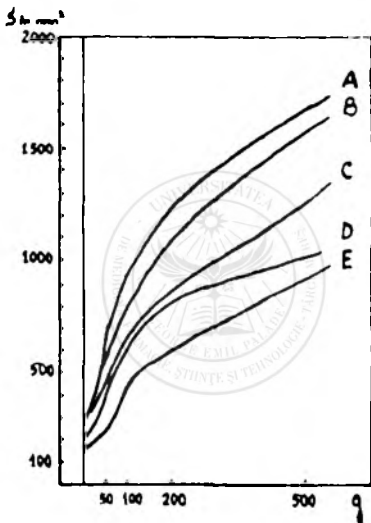


Fig. nr. 2.: Capacitatea de întin-  
dere a vaselinelor:  
A = vaselina nr. 3.  
B = vaselina nr. 6.  
C = vaselina nr. 2.  
D = vaselina nr. 9.  
E = vaselina nr. 1.



Fig. nr. 4.: Aspectul microscopic al unei vaseline farmaceutice (Teleajen)  
în lumină polarizată. 450  $\times$



## Concluzii

1. Au fost studiate constantele fizico-chimice și biologice a 9 sorturi de vaselină finită și intermediară, produse de industria noastră petroliferă.

2. Din analiza acestor constante se remarcă calitatea diferită a seriilor elaborate în diferite etape ale procesului tehnologic.

3. Dintre sorturile urmărite se relevă calitățile deosebite ale vaselinei nr. 2 produsă de rafinăria Teleajen.

4. În caracterizarea valorii de întrebuințare a vaselinelor e necesar să se ia în considerația în afară de constantele prevăzute de F. R. VIII. și valoarea conținutului în n-parafine și determinarea numărului de ulei.

5. Avînd în vedere calitățile apropiate ale vaselinei finite cu vaselina obținută după tratamentul cu pământ decolorant, s-ar putea admite întrebuințarea în anumite limite a unei varietăți de vaselină galbenă.

6. A fost determinat prin testul de akantoză, factorul de akantoză al vaselinelor indigenă care este cuprins între 1,31—1,92.

*Sosit la redacție: 12 iunie 1968.*

## Bibliografie

1. MÜNDEL K., BÜCHI I., SCHULTZ O. E.: Galenisches Praktikum Stuttgart, 1959;
2. BOGS U., KNEPPER G.: Die Pharmazie (1955), 10, 1;
3. FÜLLER W., MÜNDEL K.: Ph. Acta Helv. (1960), 35, 656;
4. GSTIRNER F., BINDE E.: Pharmazeutische Zeitung (1966), 2—4, 70; 133, 138;
5. \* \* \* Farmacopeea D. A. B., 7;
6. \* \* \* Farmacopeea U.S.A., Ed. XVI.;
7. \* \* \* Farmacopeea Franceză, Ed. VIII.;
8. \* \* \* Farmacopeea Română, Ed. VII.;
9. GSTIRNER F.: Grundstoffe und Verfahren der Arzneibereitung, Stuttgart 1960;
10. GSTIRNER F., BINDE E.: Scientia Pharmaceutica (1966), 34, 4;
11. KEDVESSY GY.: Gyógyszer Technológia, Budapest, 1965;
12. LEBEAU P., JANOT M. M.: Traité de Pharm. Chimique, Ed. Masson, 1955—56, vol. II;
13. VAN OOTEGHEM M.: Pharm. Acta Helvetiae (1964), 39, 11, 679;
14. ROZSA P.: Acta Pharm Hung. (1964), 1, 31;
15. PRESTING W., BOENTKE R.: Die Pharmazie (1954), 9, 562;
16. KERN W., CORDES T.: Archiv und Berichte 1943;
17. HOFFS W., TUNGER W.: Dermatologische Wochenschrift (1950), 139, Caiet 1—26, 97;
18. SCHAAF F., GROSS F.: Dermatologica (1953), 357, 106;
19. ONEA O.: Îndrumător pentru lucrări de histologie (1962), 57;
20. BRUNETIÈRE R. A., ARON CL.: Presse Médicale (1962), 30, 1507;
21. NICOLAU ȘT.: Dermatologie și venerologie, Ed. Med. București, 1955;
22. LARSSON K.: Nature (1967), 312, 5074, 385;
23. VAN OOTEGHEM M.: Pharm Acta Helvetiae (1968), 43, 5, 264;
24. \* \* \* Farmacopeea Română, Ed. VIII.;
25. POPESCU C., PROTOPESCU T., OPARI A., BRAILEANU CL., STĂNESCU V.: Farmacia (1954), 4, 38.