

KOLORIMETRICKÉ STANOVENIE (—)FENYLACETYLKARBINOLU

O. BAUEROVÁ, Š. BAUER

Oddelenie farmaceutickej chémie a biochémie Chemického ústavu
Slovenskej akadémie vied v Bratislave

Výroba (—)fenylacetylkarbinolu priniesla i problém jeho analytického stanovenia. Obsah (—)fenylacetylkarbinolu v surovom technickom ketole, ktorý sa ako východisková látka používa pri ďalšej syntéze, stanovuje sa rozličnými metódami, napr. stanovením optickej otáčavosti, titračne oximačnou metódou [1], polarograficky [2] a pomocou papierovej chromatografie [3].

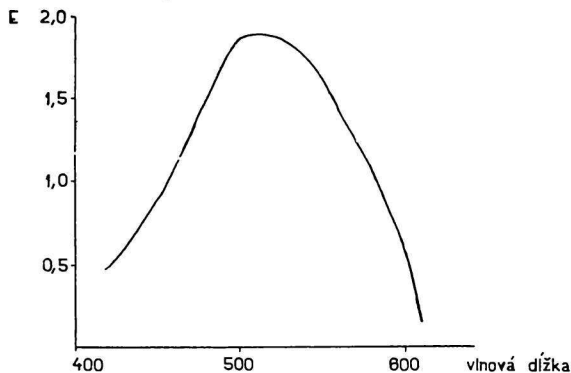
Výsledky získané uvedenými metódami sú skreslené, a to prítomnosťou iných opticky aktívnych látok v surovom technickom produkte, asociáciou v koncentrovaných roztokoch, prítomnosťou kolísavého množstva benzaldehydu a inými faktormi danými biochemickým charakterom prípravy.

Stanovenie pomocou papierovej chromatografie je pre technologickú kontrolu zdĺhavá metóda.

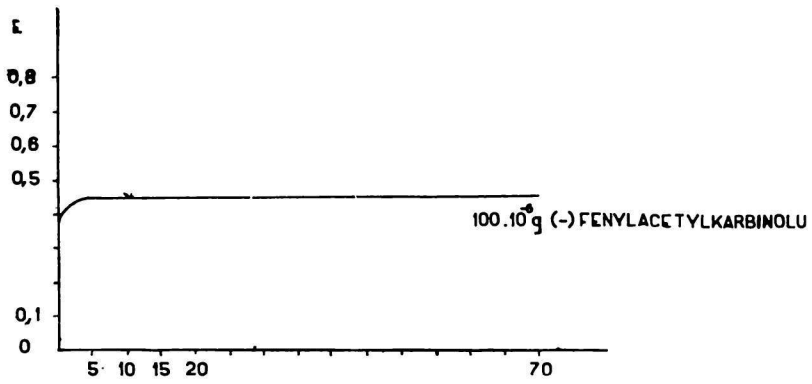
Pretože pri chromatografických prácach na papieri sa v surovom ketole nikdy nedokázala okrem (—)fenylacetylkarbinolu nijaká iná látka, ktorá by reagovala s tetrazóliovou modrou, využili sme túto skutočnosť na jeho kolorimetrické stanovenie.

Kolorimetrickým stanovením ketoalkoholov v oblasti steroidov sa zaoberali W. J. Mader, R. R. Buck [4] a A. A. Henly [5]. V obidvoch prácach ide o reakciu tetrazólievej modrej s redukujúcou látkou za vzniku červeného sfarbenia.

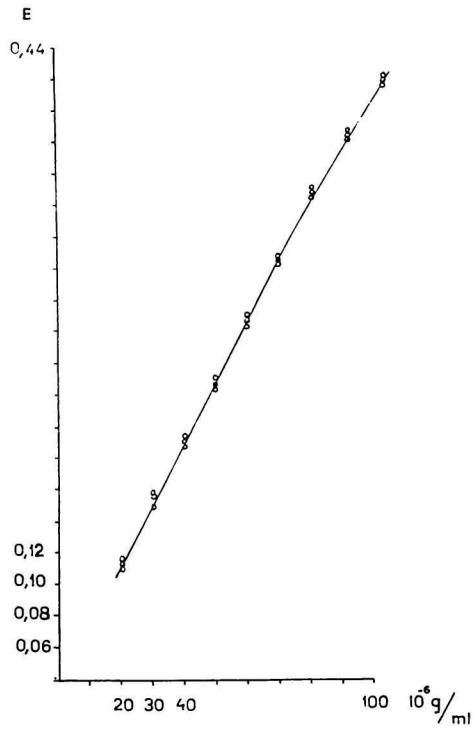
Závislosť extinkcie od vlnovej dĺžky, časovú stálosť zafarbenia a platnosť Lambert—Beerovho zákona v rozmedzí koncentrácie od $20 \cdot 10^{-6}$ g do $100 \cdot 10^{-6}$ g sme stanovili premeraním hodnôt extinkcií po vyvolaní farebnej reakcie medzi čistým (—)fenylacetylkarbinolom, prečisteným cez adičnú bisulfitickú zlúčeninu, a tetrazóliovou modrou za podmienok uvedených v experimentálnej časti. Jednotlivé výsledky sú zhrnuté na grafe 1, 2 a 3.



Graf 1. Extinkčná krivka.

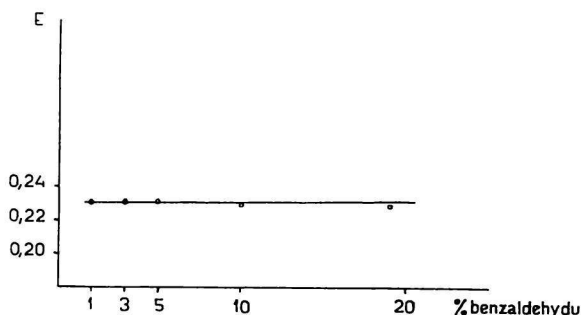


Graf 2. Závislosť extinkcie od času v minútach.



Graf 3. Závislosť extinkcie od koncentrácie (-)fenylacetylkarbinolu.

Prítomnosť kolísavého množstva benzaldehydu v surovom ketole neovplyvňuje presnosť kolorimetrického stanovenia (graf 4).



Graf 4. 5 10^{-6} g (—)fenylacetylkarbinolu po pridaní 1, 3, 5, 10, 20 % benzaldehydu.

Na ilustráciu uvádzame výsledky získané stanovením (—)fenylacetylkarbinolu v 4 vzorkách surového technického ketolu, označených *A*, *B*, *C*, *D* (tab. 1).

Tabuľka 1

Návažok	$80 \cdot 10^{-3}$ g	$100 \cdot 10^{-6}$ g	$120 \cdot 10^{-6}$ g	Chyba v	
	%	%	%	+	-
<i>A</i> *	47,7	47,0	46,6	1,05	1,05
<i>B</i>	27,5	27,0	28,3	2,52	0,27
<i>C</i>	36,5	36,0	35,9	1,02	0,60
<i>D</i>	38,0	37,0	35,9	2,81	2,87

Vzorka *A** je predestilovaný technický ketol [6].

Experimentálna časť

Reagencie

Tetrazóliová modrá je 0,2 % roztok 2,2'-*p*-(di-*o*-metoxy)-difenyln-3,3'-5,5'-tetrafenylditetrazóliumchloridu v etanole;

0,05 *N*-NaOH v 25 % izopropylalkohole;

0,01 *N* kyselina octová v 90 % izopropylalkohole;

etylalkohol čistoty p. a.

Aparatúra

Meralo sa na Langeho kolorimetri v kvete o hrúbke 2 cm za použitia modrozeleného filtra pri 490 $m\mu$.

Príprava základného roztoku

10 mg (—)fenylacetylkarbinolu sa dá do 1000 ml odmernej banky a doplní sa etylalkoholom.

Reakcia

Zo základného roztoku sa pipetuje 1 ml, 2 ml, 3 ml, 10 ml ($10 \cdot 10^{-6}$ g, $20 \cdot 10^{-6}$ g, $30 \cdot 10^{-6}$ g, $100 \cdot 10^{-6}$ g) (—)fenylacetylkarbinolu do 50 ml odmernej banky. Nato sa pridá 1 ml roztoku tetrazólovej modrej (pripraveného asi 30 minút predtým), 1 ml 0,05 N sodného líhu v 25 % izopropylalkohole a nechá sa 10—15 minút stáť za občasného pretrepiania. Potom sa doplní po značku 0,01 N kyselinou octovou v 90 % izopropylalkohole a zmes sa meria proti roztoku pripravenému zároveň bez základnej látky.

Súhrn

Vykonalo sa kolorimetrické stanovenie (—)fenylacetylkarbinolu na základe farebnej reakcie s tetrazólovou modrou. Metóda nie je ovplyvnená prítomnosťou benzaldehydu, a preto sa dá výhodne využiť v technológii na stanovenie percentuálneho obsahu (—)fenylacetylkarbinolu ako rýchlej analytickej metódy. Presnosť merania je ± 3 %.

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ (—)ФЕНИЛАЦЕТИЛКАРБИНОЛА

О. БАУЭРОВА, Ш. БАУЭР

Отдел фармацевтической химии и биохимии Химического института Словацкой Академии Наук в Братиславе

Выводы

Провелось колориметрическое определение (—)фенилацетилкарбинола на основании красочной реакции с тетразолиевым синним. Этому методу определения не мешает присутствие бензальдегида и поэтому он хорошо годится в технологии для определения количества (—)фенилацетилкарбинола как скорый аналитический метод. Точность измерения ± 3 %.

Поступило в редакцию 23. 5. 1958 г.

KOLORIMETRISCHE BESTIMMUNG VON (—)PHENYLACETYL- CARBINOL

O. BAUEROVÁ, Š. BAUER

Abteilung für pharmazeutische Chemie und Biochemie des Chemischen Instituts
an der Slowakischen Akademie der Wissenschaften in Bratislava

Zusammenfassung

Die Autoren führten die kolorimetrische Bestimmung von (—)Phenylacetylcarbinol durch, u. zw. unter Zugrundelegung der Farbreaktion mit Tetrazolumblau. Diese Methode wird nicht durch die Anwesenheit von Benzaldehyd beeinflusst und lässt sich deshalb mit Vorteil in der Technologie für die Bestimmung des Prozentgehalts an (—)Phenylacetylcarbinol als rasche analytische Methode benützen. Die Genauigkeit der Messung beträgt ± 3 %.

In die Redaktion eingelangt den 23. 5. 1958

LITERATÚRA

1. Molnár L., Bauer Š., Chem. zvesti 7, 289 (1953). — 2. Fedoroňko M., Chem. zvesti 12, 17 (1958). — 3. Bauerová O., Bauer Š., Chem. zvesti 12, 366 (1958). — 4. Mader W. J., Buck R. R., Anal. Chem. 24, 666 (1952). — 5. Henly A. A., Nature 169, 877 (1952). — 6. Bauer Š. a spol., Chem. zvesti 11, 651 (1957).

Došlo do redakcie 23. 5. 1958

Adresa autorov:

PhMr. Oldřiška Bauerová, dr. inž. Štefan Bauer, Bratislava, Mlynské nivy 37, Chemický ústav Slovenskej akadémie vied.