

Nový spôsob stanovenia síry

DOBROSLAV PRÍSTAVKA a ZDENO VOTICKÝ

Stanoviť síru v organických látkach možno po predbežnej oxydácii, hydrogenácii a redukcii.

Klasickou metódou je metóda Cariova (1), pri ktorej sa rozrušuje organická látka dymiacou kyselinou dusičnou v zatavenej, silnostennej trubici vo zvláštnej, na tento účel skonštruovanej peci. Tejto metóde dá sa vyčítať jej zdĺhavosť.

Pre oxydáciu mokrou cestou boli navrhnuté ešte iné oxydovadlá, ako manganistan draselný a to v prostredí alkalickom² i kyslom^{3,4}, ďalej chroman alkalický², kyselina chloristá, ba aj elektrooxydácia v prostredí kyseliny dusičnej.

Síra sa dá oxydovať aj suchou cestou. K týmto metódam patrí oxydácia plynným kyslíkom^{5,6} a tavenie látky s alkalicko-oxydačnou smesou. Ako alkalicko-oxydačné činidlá sa používajú peroxyd sodíka⁷, smes peroxydu sodíka so sódou⁸, sóda a dusičnan draselný⁹, sóda a manganistan draselný¹⁰, ako i hydroxyd draselný a dusičnan draselný¹¹.

V týchto prípadoch síra sa zoxyduje na síran, ktorý sa stanoví. Pri týchto operáciách je potrebný platinový alebo niklový téglík.

Spôsobom katalytickej hydrogenácie¹² a redukciiu kovovým draslíkom^{13,14} alebo sodíkom v prostredí tekutého amoniaku vzniká z organicky viazanej síry sírovodík.

Všetkými uvedenými metódami prevedie sa síra v ionizovanú formu a jej stanovenie deje sa buď vážkove, ako síran barnatý, alebo titračne, a to acidimetricky, alebo jodometricky.

V našej práci snažili sme sa zjednodušiť metódu nielen čo sa týka chemikálií a aparatur, ale i časove ju čo najviac skrátiť. Výsledky, dosiahnuté našou metódou, sú vzhľadom na upotrebitelnosť a rýchlosť prevedenia veľmi uspokojivé a preto ju považujeme za potrebné publikovať.

Stanovenia sme prevádzali na chemoterapeutikách typu sulfonamidového, sulfomocovine, na živočíšnych látkach ako vlasy, koža, na neplnenom vulkanizovanom kaučuku a anorg. slúčeninách so sulfidicky viazanou sírou.

Pri našich stanoveniach navažovali sme 0,05 — 0,1 g látky a stanovenia prevádzali sme v kadičkách o obsahu 400 ml, prikrytých hodinkovými skielkami. Zoxydovanú, organicky viazanú síru stanovili sme vážkove ako síran barnatý, možno však použiť aj acidimetrické stanovenie⁴ po vysrážaní síranu benzidín-hydrochloridom.

Pracovný postup v hrubých črtách je nasledovný:

Odvážená látka prenesie sa kvantitatívne do kadičky, pridá sa 0,25—0,3 g jodidu draselného a ovlhčí sa niekoľkými kvapkami destilovanej vody. Potom sa pridá 10 ml dymiacej kyseliny dusičnej, ďalej 10 ml kyseliny soľnej a varí sa tak dlho, kým neuniknú kysličníky dusíka a tekutina nenadobudne vínovo-žltú farbu. Po vychladnutí steny kadičky a skielko sa spláchnu destilovanou vodou a roztok sa doplní na celkový objem 80 — 100 ml, pridá sa 0,25—0,3 g jodidu draselného a varí sa dotiaľ, kým sa tekutina neodfarbí. K látkam, ktoré pri zriedovaní vodou tvoria zákal alebo sraženinu, pridá sa opoznové jodid draselný, kyselina dusičná a soľná.

Po prevedenej oxydácii, ktorá trvá zhravida 20 — 40 minút, zriedi sa obsah kadičky vodou na 100 — 150 ml a sráža sa za varu roztokom chloridu barnatého.

Týmto spôsobom stanovovali sme i síru, anorganicky viazanú v pyrite, kde zoxydovanie normálnym pracovným postupom trvá príliš dlho.

Podrobnosti tejto metódy a tabuľky sú uvedené v dis. práci (knížnica SVŠT).

Pre informáciu uvádzame, že stanovenie síry uvedeným spôsobom je kvantitatívne v medziach analytických chýb. Priemerné výsledky stanovovania organicky i anorganicky viazanej síry majú rozdiel od kontrolnej metódy⁹ 0,04 — 0,39%.

Nami popísaná metóda má tieto výhody:

1. rýchlosť a pomerná presnosť stanovenia,
2. jednoduchosť prevedenia,
3. malá spotreba a dostupnosť chemikálií.

S ú h r n :

Opísali sme metódu na stanovenie síry, viazanej organicky i anorganicky. Oxydáciu prevádzali sme jodidom draselným, kyselinou dusičnou a kyselinou soľnou a sírany stanovili sme vážkovo, pričom ich možno aj titračne stanoviť.

S u m m a r y :

We described the method of determination of sulphur in organic and inorganic compounds. The oxidation was carried out by means of potassium iodide, nitric acid and hydrochloric acid, and the sulphates were determined gravimetrically, but it is possible to determine the sulphates also by titration.

L i t e r a t ú r a

1. *Carius*: A. 1860, 116, 1; 1865, 136, 129.
2. *Messinger*: B. 1888, 21, 2914.
3. *Mělnikov*: Z. anal. Ch. 1934, 98, 412.
4. *Erdoš*: Mikrochemie 1949, 34, 286.
5. *Brügelmann*: Z. anal. Ch. 1876, 15, 1; 1877, 16, 1.

2 SC 3495

V. 1951

386/53

6. *Pregl-Roth*: Mikroanalyse 1935, 144.
7. *Kraus* Z. anal. Ch. 1939, 117, 243.
8. *Asloth*: Chem. Ztg. 1895, 19, II, 2040.
9. *Emerson*: Am. Soc. 1930, 52, 1291.
10. *Feigl, Schorrová*: Z. anal. Ch. 1923, 63, 17.
11. *Liebig, Du Ménil*: Arch. Pharm. 1835, 52, 67.
12. *Ter Meulen-Heslinga*: Neue Methoden der organisch chem. Analyse: 1927, 29.
13. *Zimmermann*: Mikrochemie 1943, 31, 15.
14. *Bürger* Angew. Chem. 1941, 54, 479.
- Jureček*: Organická Analýsa 1950, 169.

Biologické hodnotenie mužského a ženského sexuálneho hormónu

FRANTIŠEK SELECKÝ

Hneď na začiatku zdôrazňujem, že nie je cieľom a ani účelom biologických metodík, aby sa považovali za akýsi druh bežných rutinných analytických meraní. Nie, biologické metodiky vyhodnocovacie sú v podstate metodikami čiste výskumnými a experimentálnymi, kde nám ide o stanovenie a zhodnotenie určitého špecifického účinku fyziologického toho alebo oného orgánu, alebo jeho sekrečného produktu. Ide o to, stanoviť, aké zmeny nastanú v biologickom materiáli pod vplyvom najrôznejších látok. Sú to biologické metodiky, ktoré nám umožňujú stanoviť, či tá-ktorá látka je schopná nahradit' funkciu určitého metabolitu — v našom prípade hormónu. Pomocou nich bolo možné objaviť a definovať veľa účinných látok a dnes už tak nevyhnutných liekov. Kontrolná biologická metodika rutinná sa používa iba v tých prípadoch, kde nieto ešte bezpečného kritéria chemickej analýzy, keď stanovením určitých chemických vlastností nemáme zaručenú tú istú biologickú hodnotu liečiva, ktorá sa koniec-koncov musí potom zračit' vo svojom terapeutickom efekte. Je tomu tak najmä pri látkach, ktoré sú chemicky vôbec ešte nedefinované, alebo aj pri látkach, získaných z biologického materiálu, i keď je tento už v pomerne čistej forme, ale celá súhra konečného biologického efektu nie je zaručená chemickými konštantami. Pravdaže, konečnou snahou je vždy dospieť k chemickej analýze, ktorá je vo veľkej väčšine prípadov menej pracná a rýchlejšia, čo už je zrejme z toho, že pri biologických metodikách sa pracuje so živým materiálom, kde sa musí čakať na priebeh životných biologických reakcií oveľa dlhšie, ako na priebeh reakcie v skle. Toto sa vo veľkom počte prípadov aj podarilo. Podarilo sa to vďaka teamovej spolupráci a myslím, že nikde sa tak táto teamová spolupráca neosvedčila, ako práve v doméne výskumu liečiv. Myslím, že by mi nikto nevedel vymenovať novší objav terapeutický, ktorý by sa nebol realizoval za súčinnosti chemika-organika, syntetika, analytika, fyziologa, farmakologa, klinika,