

Zur raschen Bestimmung von M und m wurden Nomogramme konstruiert, bei denen die Verluste mit 1% auf Rübe eingesetzt sind.

Schliesslich wurde der Vorschlag (6) widerlegt, die auf Grund einer Inventur ermittelte Weissausbeute durch Berechnung des Melassezuckers zu kontrollieren.

*Forschungsinstitut des Bevollmächtigten für Nahrungswirtschaft
Abteilung für Zuckerindustrie und Kohlenhydratforschung,
Bratislava, Mýtna 32.*

L iter at úra

1. A. Dolinek, Praktický výpočet množství melasy v L. C., 50 (1931-32), 501.
2. A. Dolinek, Vzorce pro praktický výpočet množství melasy a suroviny určitého složení v cukrovaru, L. C., 64 (1947-48), 12.
3. H. Claassen, Die praktische Kristallisation des Zuckers und die Melassebildung, Schallehn u. Wollbrück, Magdeburg 1940, str. 126.
4. A. Hinze, Weiszuckerfabrikation, Schallehn u. Wollbrück, Magdeburg 1925, str. 11.
5. J. Dědek, E. Grut a V. S. Pedersen, Zráta cukru v melase mírou jakosti šťav, L. C., 50 (1931-32), 345.
6. M. Gártner, Výpočet množstva melasy a výťažku na bielom tovare na základe nucukrov, L. C., 63 (1946-47), 183.
7. V. A. Goldobenko, Grafické znázornení výroby melasy, Sach. Prom. 1949, 9, str. 33.

*Výskumný ústav Poverenictva potravinárskeho priemyslu.
oddelenie pre cukrovarníctvo a uhľohydryty,
Bratislava, Mýtna ul. č. 32.*

Fotometrické stanovenie guajakolsulfonanu draselného v syrupoach

GABRIEL DUŠINSKÝ a VOJTECH PARRÁK

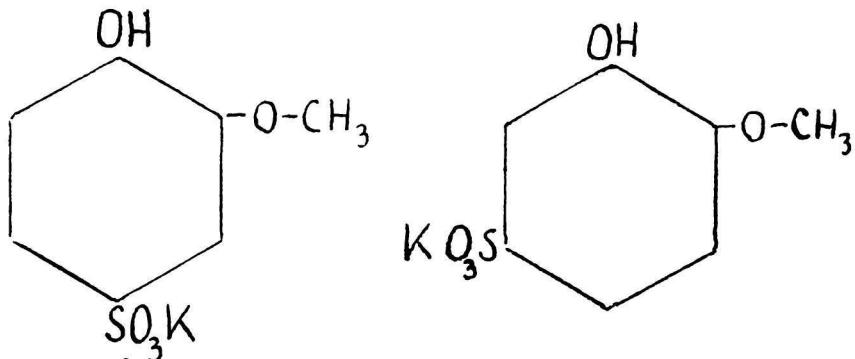
Guajakolsulfonan draselný patrí do skupiny kreozotových látok, ktoré súnižujú sekréciu hlenu a exsudátov. Naproti tomu látka ako čpavok, ipecacuanha a ī. vyvolávajú zvýšenú sekréciu. Obidve skupiny látok, známe ako expectorantia, používajú sa v medicíne pri akútnych a chronických onemocneniach priedušiek.

Oficinálny syrum guajakolsulfonanu draselného obsahuje podľa Čs. liekopisu 6% účinnej láky, okrem toho extr. aurantii (výťažok z pomarančovej kôry) a sir. simplex.

Guajakolsulfonan draselný (näďalej len Gsd.) je smesou dvoch izomerov $C_6H_5(OH)(OCH_3)SO_3K$ (1, 2, 4) a (1, 2, 5). lit. 1.

Gsd. pripravuje sa v priemysle sulfonáciou Guajakolu (1-hydroxy-2-metoxy-benzén) (2). Gsd. je známy aj pod patentným menom Thiocol. Chemické vlastnosti: Biele kryštalky m. v. 242,22, rozpustné vo vode

1:7,5, nerozpustné v alkohole a étere (3). Jeho vodný roztok redukuje dusičnan strieborný, reaguje s FeCl_3 za vzniku fialovej farby, s dusičnou kyselinou za vzniku červenej farby a formaldehyd-sírová kys. dáva fialovú farbu (4).



Stanovenie čistého Gsd. sa dá uskutočniť podľa Ruppa (5) jodometricky po prevedení ako merkuriderivát. Touto metódou sa Gsd. v syrupoach nedá stanoviť. Rojahn a Struffmann (6) navrhli po mineralizácii čistého Gsd. stanovenie síranovho iónu vážkovou metódou po vysrážaní s BaCl_2 . Táto metóda je pri stanoveniach v syrupe veľmi zdlhavá a nepresná. Mohrbutter (7) oxyduje s 25%-ou HNO_3 za prítomnosti BaCl_2 a vzniknutý síran stanovuje vážkove. Brodský a Ezerskaja (8) stanovujú draslik ako kyslý vínan draselný.

Stanovenie na základe síranovho iónu môže dávať nesprávne výsledky, keďže prítomný cukor (60,8%) aj extr. aurantii obsahuje značaú časť — 0,5—1% — anorganických látok, ktoré podľa údajov v literatúre obsahujú veľkú časť síranov a drasliku.

Jednako snažili sme sa zrýchliť klasické metódy jednak zrýchlenou oxydáciou Gsd. so smesou HNO_3 a H_2O_2 , jednak stanovením síranovho iónu potenciometrickou titráciou s $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ za indikácie platinovej elektródy v redox-systéme Pb-fenoferrifikyanidu podľa Kolthoffa (9). Táto metóda sa osvedčila pri stanovení čistého Gsd., ale zlyhala pri aplikácii na syrupe, keďže rozpadové produkty organických látok, nachádzajúcich sa v syrupe, reagovaly s titračným činidlom. Vyskúšali sme aj kvantitatívne vyhodnotenie farebnej reakcie s FeCl_3 . Vzniknúťa fialová farba bola nestála, prítomné rasťlinné extrakty interferovaly pri reakcii s FeCl_3 a prítomný alkohol skreslil výsledky. Rupp a Brixen (10) navrhovali už dávnejšie kopuláciu Gsd. s diazoslúčeninou.

Na základe reakcie Ruppa a Brixena vypracovali sme elektrofotometrickú metódu na stanovenie Gsd. v syrupoach, vyšetrili specifickosť reakcie, platnosť Beerovho zákona, stabilitu farby a vplyv ostatných slúčenín v syrupe na farbu.

Kys. guajakolsulfonová a jej soli kopulujú sa s diazoslúčeninou v amoniakálnom prostredí na azofarbívá vo vode rozpustné.

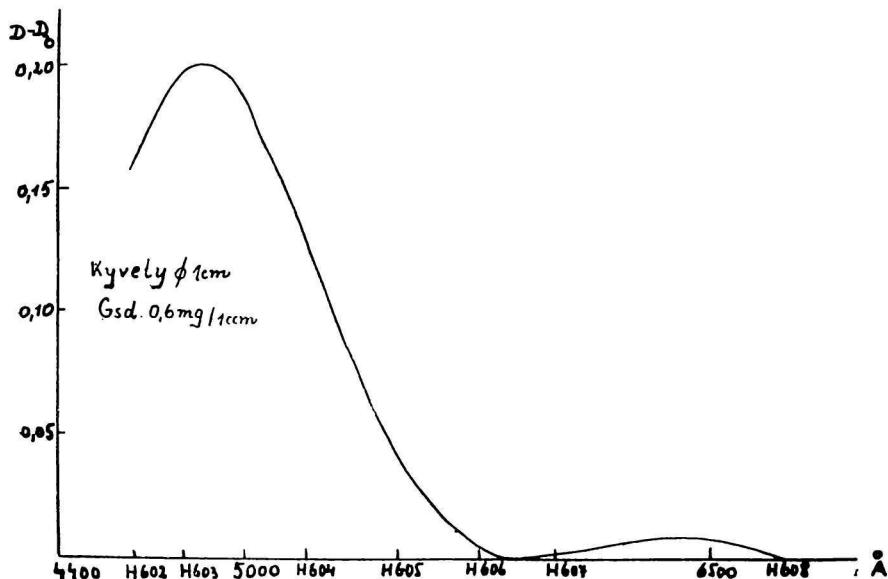
Experimentálna časť:

Reagencie: 1. Kys. sulfanilová p. a. Merck 0,5% (1,25 g sa rozpustí v asi 200,0 ccm vody, pridá sa 15,0 ccm 20%-nej HCl p. a. a doplní sa na 250,0 ccm vodou).

2. Dusitan sódny p. a. Schering 0,25%.

3. Amoniak 10%-ný.

Priestroj: Fotoelektrický absorpciometer Spekker, A. Hilger LTD. s dvoma fotobunkami a s galvanometrom Cambridge Instr. Co. LTD. Po mnohých pokusoch našli sme najvhodnejšie podmienky na diazotáciu a vznik azofarbiva so zreteľom na kvantitatívne meranie. Diazotovali sme 0,5 ccm 0,5%-nej kys. sulfanilovej v roztoku HCl s 0,5 ccm 0,25% NaNO₂ za laboratórnej teploty a presne po jednej minúte pridávali sme roztok čistého Gsd. koncentrácie od 0 do 2 mg/l ccm. Pridali sme ihneď 0,5 ccm 10% NH₃. Doplnili sme na 50,0 ccm dest. vodou. Optickú hustotu vznikutej oranžovej farby sme merali uvedeným prístrojom za použitia kyvet Ø 1 cm. Vypracovali sme krivku závislosti optickej hustoty D od spektrálneho filtrov, meranú voči blank-roztoku, pripraveného uvedeným postupom s vynechániom roztoku Gsd. Viď graf č. 1.



Po vypracovaní grafu č. 1. zistili sme, že za použitia filtrov H 603 (4750 — 4850 Å) bol lineárny vzťah medzi koncentráciou a optickou hustotou v oblastiach od 0,6 — 2 mg. Gsd./l ccm. Viď graf č. 2. Tento graf sme používali ako štandardný pre nasledujúce práce. Pri vyšších koncentráciách než 2 mg/l ccm Gsd. bola optická hustota taká vysoká, že meranie už nebolo presné. Zistili sme, že v intervale 1 — 20 min.



optická hustota sa nezmenila. Bol pripravený syrup Gsd. lege artis s náváženým množstvom 0,6000 g Gsd. na 10,0 g syrupu. Syrup sa zriedil na koncentráciu 0,6 mg/1 ccm Gsd. Uvedeným spôsobom sa urobila diazo-reakcia a namerané hodnoty optickej hustoty sme prirovnávali ku grafu č. 2. Našli sme hodnoty, uvedené v tab. č. 1. Z hodnôt vyplýva, že najväčšie odchýlky boli medzi —2,1 až +2,8%, t. j. v medziach dostatočnej presnosťi fotometrie. Boli pripravené syrupy Gsd. s rôznym obsahom tinct. aurantii namiesto prípravy lege artis a zistili sme, že tým zmenený obsah alkoholu neovplyvnil presnosť stanovenia. Vidľ tab. č. 2. Ani zmenšená koncentrácia cukru, t. j. 48% namiesto predpísaného množstva 60,8%, nemala vplyv na presnosť metódy. Vidľ tab. č. 3.

Napokon boli pripravené syrupy Gsd. s rôznou koncentráciou Gsd. a ich percentuálne složenie zodpovedalo hodnotám, najdeným na grafe č. 2. Vidľ tab. č. 4.

Vzťah medzi koncentráciou a optickou hustotou bol matematicky vyhodnotený z grafu č. 2 vzorcom:

$$\text{mg. Gsd.} = [(D - D_b) - 0,04] \times 3,78.$$

D a D_b sú optické hustoty vzniknutého farbiva a blank-roztoku, merané za vyššie uvedených podmienok.

Súhrn

Bola vypracovaná rýchla a dostatočne presná metóda na stanovenie gujakolsulfonanu draselného v syrupoach. Význam práce je hlavne praktický, keďže vypracovanou metódou možno uskutočniť seriové analýzy s presnosťou $\pm 2,5\%$ a tým nahradí zdĺhavé klasické metódy.

Tabuľka č. 1.

mg Gsd.	najdené	v %	relatívna chyba
0,6000	0,6018	100,3	+ 0,3%
0,9000	0,8812	97,9	- 2,1%
1,2000	1,2048	100,4	+ 0,4%
1,5000	1,5120	102,8	+ 2,8%
1,8000	1,7640	98,0	- 2,0%

Tabuľka č. 2.

% alkoholu	mg Gsd.	najdené	v %	rel. chyba
2,43	0,6012	0,5908	98,3	- 1,7%
2,78	0,6024	0,6150	102,1	+ 2,1%
2,09	0,6020	0,6128	101,8	+ 1,8%

Tabuľka č. 3.

	mg Gsd.	najdené	v %	rel. chyba
syrup s 60,8%	0,7014	0,6062	100,8	+ 0,8%
cukru	0,9007	0,8862	98,4	- 1,6%
	1,2028	1,2334	102,6	+ 2,6%
syrup 48,0%	0,6017	0,5939	98,8	- 1,2%
	0,9008	0,9186	102,0	+ 2,0%
	1,2034	1,2352	102,7	+ 2,7%

Tabuľka č. 4.

percentá Gsd.	najdené	v %	rel. chyba
6,02	6,09	101,1	+ 1,1%
5,85	5,77	98,7	- 1,3%
5,45	5,61	102,9	+ 2,9%

Выводы.

Разработан скорый и довольно точный метод для определения гвяжколсульфокислого калия в сиропах. Значение работы главным образом практическое, так как этот метод делает возможными серий-

ные анализы с точностью в 2,5% и таким образом он замещает медленные классические методы.

Гос. здравоохранительный институт, отд. исследования и контроля медикаментов.

Z u s a m m e n f a s s u n g .

Es wurde eine schnelle und hinreichend genaue Methode zur Bestimmung von Kaliumguajakolsulfonat im Syrupen ausgearbeitet. Die Methode hat hauptsächlich praktischen Wert, da sie Serienanalysen mit einer Genauigkeit von $\pm 2,5\%$ ermöglicht und damit langwierige klassische Methoden ersetzt.

IV. Fachabteilung für Forschung und Kontrolle von Medikamenten des Staatlichen Gesundheitsinstitutes in Bratislava.

L i t e r a t ú r a

1. Herzog-Hanner: Die chem. u. phys. Prüfungsmethod. DAB VI. str. 335 r. 1928.
2. Komment. z. DAB VI. sv. I. str. 842 r. 1928,
3. Hagers' Handbuch der pharm. Praxis I. sv. str. 1395 r. 1938.
4. Perelman-Brodskij: Analyz gotovych lekarstvенных form str. 245 r. 1950.
5. Arch. pharm. 256 str. 192 cit. Komm. DAB VI. I. sv. str. 843.
6. Ap. Ztg. 1926 str. 620 cit. Komm. DAB VI. I. sv. str. 846.
7. Ap. Ztg. 1931 str. 533 cit. Kedvessy: Gyógyszervizsgálat str. 95, r. 1947.
8. Trudy Len. naučno-issled. farmac. in. II. 82—88, r. 1936, cit. Perelman-Brodsky: Analyz gotovych lekarstvennych form 1950. str. 246.
9. Berl-Lunge: Chemisch-techn. Untersuchungsmethod. sv. I. str. 500.
10. Komm. DAB VI. I. sv. str. 846.

IV. odb. pre výskum a kontrolu liečiv Štátneho zdravotníckeho ústavu, Bratislava.

Polarografické stanovenie substituovaných fenylmetylketónov

I. JEŽO a K. BABOR

III. sdelenie.

V predchádzajúcich prácach (I—II) sme popísali možnosť polarografického stanovenia látok, obsahujúcich benzénové jadro, ktoré boli pripravené pôsobením acetanhydridu za varu na takéto látky. Touto reakciou, ktorú možno obecne znázorniť

