

DATE REFERITOARE
LA DEVELOPAREA CROMATOGRAMELOR DERIVAȚILOR
IZOPIRAZOLONICI ÎN STRAT SUBȚIRE

(Notă preliminară)

L. Fülöp, I. Formanek, I. Veréph

Pentru dezvoltarea cromatogramelor derivaților izopirazolonici (antipirină și derivații aminoantipirinei) în literatura de specialitate se recomandă pe lângă brom, iod, reactivul Dragendorf, p-dimetilaminobenzaldehidă și reactivul Kieffer modificat.

Acesta din urmă este caracterizat ca foarte sensibil (sensibilitate 1 microgram de substanță).

Reactivul Kieffer modificat este compus pe de o parte dintr-o soluție acetonică de clorură ferică 5% (I) și pe de altă parte dintr-o soluție de ferocianură de potasiu 0,5% obținută prin dizolvarea substanței în apă acidulată cu acid azotic (II). Pentru dezvoltarea spoturilor izopirazolonice reactivul Kieffer se folosește în ordinea numărării.

Efectuind o serie de probe pentru controlul reproductibilității metodelor menționate în literatura de specialitate, am constatat că proba cu reactivul Kieffer modificat este foarte sensibilă, dar totodată ea prezintă inconveniente, deoarece spoturile astfel obținute sînt instabile. Am observat că după tratarea cromatogramelor cu soluțiile sus-amintite apar imediat spoturile substanțelor (colorate în albastru și albastru-violet), dar după cîteva minute intensitatea culorii scade și în același timp fondul cromatogramei primește o colorație albastră din cauza alterării reactivului.

Pornind de la faptul că principiul dezvoltării spoturilor izopirazolonice cu reactivul Kieffer modificat constă în primul rînd în decelarea fierului bivalent format, am încercat să înlocuim ferocianura de potasiu cu un alt reactiv sensibil pentru ionul feros.

În urma cercetărilor preliminare am constatat că o-fenantrolina se poate întrebuiți cu rezultate bune pentru înlocuirea ferocianurii de potasiu. Am constatat că spoturile derivaților izopirazonici se pot dezvolta prin pulverizarea succesivă a cromatogramelor în strat subțire cu soluție acetonică de clorura ferică 5% și cu soluție alcoolică de o-fenantrolină 1%. Orto-fenantrolina formează cu ionul feros un complex colorat în roșu (sensibilitatea reacției 0.38 micrograme F^{++}), iar în condițiile asigurate de noi ionul feric dă o colorație galbenă. Spoturile dezvoltate au colorație roșie (roșie-violetă) pe fond galben.

În cursul cercetărilor am constatat că în cazul derivaților izopirazonici cantitățile minime optime sînt în jur de 10 micrograme.

Partea experimentală

Pe un strat subțire de silicogel s-au aplicat cantități de 10—50 micrograme de antipirină, piramidon, novalgină și melubrină. Stratul a fost pulverizat cu soluție acetonică de clorură ferică 5% și după evaporarea solventului s-a tratat cu soluție alcoolică de o-fenantrolină 1%. După acest procedeu spoturile antipirinei și derivaților aminoantipirinei au dat o colorație de un roz intens respectiv roșu intens în funcție de cantitatea luată în lucru. Am constatat că spoturile dezvoltate sînt stabile și cromatogramele astfel preparate pot fi evaluate și după 15 zile, chiar după o păstrare neprielnică (la lumină și aer).

Cu metoda sus-amintită am cercetat dezvoltarea spoturilor de butazolidină, procedînd în mod asemănător cu cele prescrise la identificarea derivaților izopirazonici. Am constatat că în cazul butazolidinei se obțin spoturi bine colorate în violet-cenușiu, numai dacă s-au aplicat cantități peste 40 micrograme. Stabilitatea spoturilor a fost identică cu cea a celorlalți derivați.

Sosit la redacție: 10 iunie 1966.

Bibliografie

1. LÜDY-TENGER F.: Pharm. Acta Helvetica (1962), 12, 770; 2. * * * Pharm. Z. Halle (1963), 520, 8. referat; 3. VÉGH A., SZÁSZ GY.: Acta Pharm. Hung. (1958), 5—6, 196; 4. ZERNACK I., PFEIFER S.: Die Pharmazie (1964), 3, 216; 5. JANDER WENDT: Lehrbuch der analytischen und präparativen anorganischen Chemie (1950); 6. GH. CILOLEA și colab.: Analiza medicamentelor. Ed. Med. (1961), 7. STENSMA: Pharm. Weekbl. (1907), 37; 8. SARSUNOVA M., SCHWARTZ V.: Die Pharmazie (1963), 1, 34.