Dosage colorimétrique du p-nitro-benzaldéhyde (PNB)

Autor(en): **Saba, R. / Monnier, D. / Khalil, F.E.**

Objekttyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **57 (1966)**

Heft 5

PDF erstellt am: **25.05.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-983124

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.
Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.
Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Ein Dienst der *ETH-Bibliothek*
ETH Zürich, Rämistrasse 101, 8092 Zürich, Schweiz, www.library.ethz.ch

http://www.e-periodica.ch

Literature

1. *Rzewniś K., Więcławek B.:* Med. Wet. **19**, 7 (1963).
2. *Rzewniś K., Więcławek B.:* Med. Wet. **19**, 4 (1963).
3. *Broquist H. P., Kohler A. R.:* Antibiot. Ann. 1953—1954, Medical Encyclopedia I. N. C. New York 1953.
4. *Durbin C. G., Di Lorenzo J. J., Randall W. A., Wilner J.:* Antibiot. Ann. 1953—1954, Medical Encyclopedia, I. N. C. New York 1953.
5. *Raica N., Heywang B. W., Kemmerer A. R.:* Poultry Sci. **35**, 4 (1956).
6. *Brüggemann J., Merkenschlager M.:* Arch. Lebensmittelhyg. **9**, 9 (1958).
7. *Meredith W. E., Weiser H. H., Winter A. R.:* Appl. Microb. **13**, 1 (1965).
8. *Frye G. R., Weiser H. H., Winter A. R.:* Poultry Sci. **37**, 3 (1958).
9. *Rutczyńska-Skonieczna M.:* Roczniki PZH, **17**, 2 (1966).

Dosage colorimétrique du p-nitro-benzaldéhyde (PNB)

Par *R. Saba, D. Monnier* et *F. E. Khalil*
Laboratoire de chimie analytique de l'Université de Genève

Il existe peu de méthodes de dosage colorimétrique du PNB. La plus utilisée est celle de *Puga* (1), qui consiste à faire réagir la solution hydroalcoolique de faible quantité de PNB avec une solution d'hydrosulfite de sodium et une solution de 2—4-dinitrophénylhydrazine à 100 °. La coloration rouge-orange se développe après addition d'une solution de pyridine et de NaOH.

La méthode que nous avons mise au point a été inspirée par les considérations suivantes: on peut identifier et doser l'indol par le p-diméthylbenzaldéhyde (2, 3). C'est une réaction de condensation de ces deux molécules avec élimination d'eau. Si on opère en milieu HCl concentré, on obtient une coloration rouge intense stable en présence d'un grand excès de réactif. *J. M. Turner* (4) le remplace par le p-diméthylaminocinamaldéhyde et augmente ainsi la sensibilité de 2,2.

Nous avons donc examiné le comportement du PNB en présence d'indol en excès (Fig. 1). En milieu sulfurique on obtient une coloration rouge très sensible, proportionelle à la concentration de PNB, qui permet donc le dosage de ce dernier.

Etude analytique

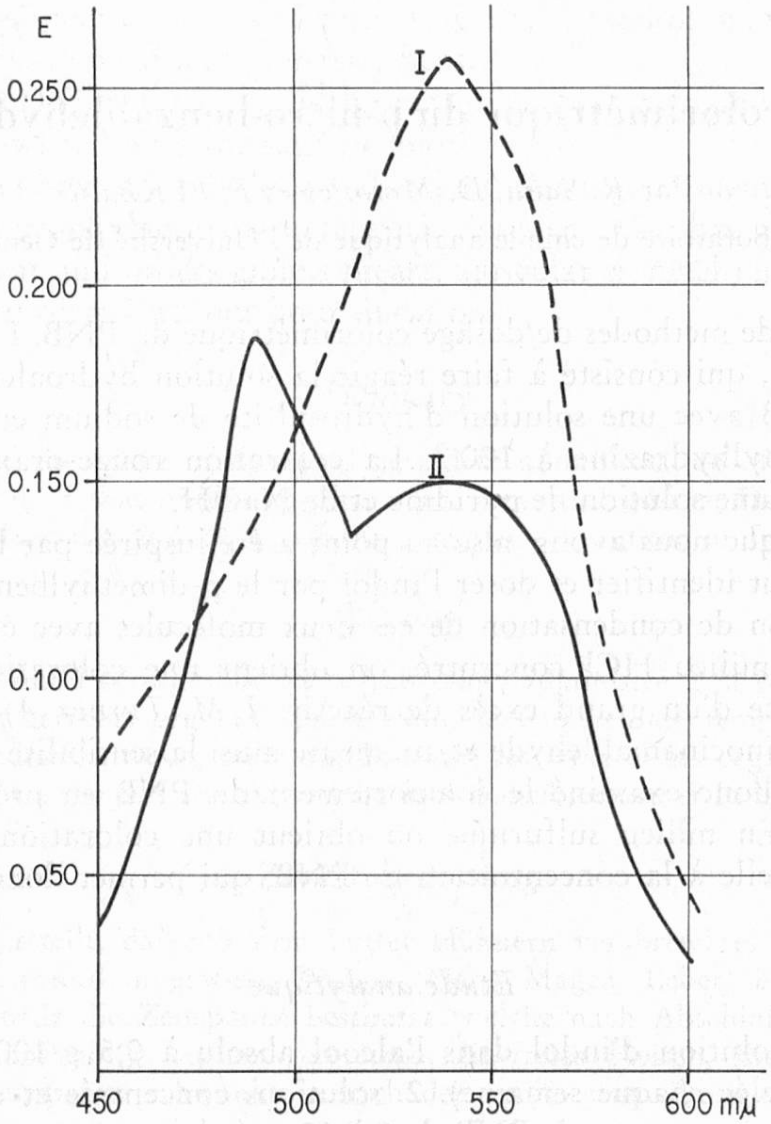
Réactifs. 1. solution d'indol dans l'alcool absolu à 0,5 g/100 ml (peu stable, doit être renouvelée chaque semaine). 2. solutions concentrée et diluée à 50 % de H_2SO_4. 3. solutions aqueuses de PNB de 1 à 10 μg/ml.

Appareillage. Spectrophotomètre Beckmann DU, lampe tungstène, cuve de verre 1 cm.

Rôle de la concentration de H_2SO_4 sur la coloration

Dans un ballon jaugé de 10 ml on introduit 1 ml de la solution PNB, 0,1 ml de la solution d'indol et 3 ml d'acide sulfurique (concentrée ou à 50 %). Après homogénéisation la coloration apparait immédiatement avec H_2SO_4, on chauffe au bain-marie en agitant constamment. La coloration rouge apparait, on refroidit le ballon dans l'eau et laisse reposer 10 minutes. On complète au trait de jauge. Parallèlement on prépare un blanc (même opération que précédemment, sauf qu'on n'ajoute pas la solution de PNB). Après 20 minutes on mesure la densité optique de la solution de l'échantillon par rapport au blanc. Nous avons donc fait varier la concentration de H_2SO_4. On constate qu'avec H_2SO_4 il y a une destruction partielle de l'indol qui donne naissance à des composés colorés ainsi qu'en témoignent de tableau 1 et la figure 1 (courbe II).

Figure 1. Spectre d'absorption du PNB



Courbe I — en présence de H_2SO_4 dilué Courbe II — en présence de H_2SO_4 conc.

Tableau 1

Densité optique D en fonction du volume de H_2SO_4 concentré ajouté

Volume H_2SO_4 concentre	Densité optique D	E_{moyen}
2	0,102 0,098 0,104	0,101
2,5	0,135 0,139 0,132	0,136
3	0,120 0,121 0,124	0,122
3,5	0,102 0,101 0,104	0,102
4,0	0,101 0,103 0,100	0,101

On observe une variation importante de D avec la variation de la concentration de H_2SO_4. A partir de 2,5 ml (qui donne la plus forte densité optique), D diminue lorsque la concentration H_2SO_4 augmente. Pour éviter cette réaction de H_2SO_4 sur l'indol, nous sommes partis de solution H_2SO_4 50 %.

Tableau 2

Densité optique en fonction de la concentration de H_2SO_4; concentration PNB constante et égale à 1 µg/ml

ml H_2SO_4 50 %	2	4	4,5	5,0	5,5	6,0	7,0	8,0
D	0,052	0,108	0,128	0,134	0,137	0,134	0,134	0,132

Comme le montre la courbe I de la figure 1 le spectre est pur et dans ces conditions il ne se forme pas de composés gênants. Entre 4,5 et 8 ml de H_2SO_4 à 50 % la densité optique reste constante. Pour le dosage, nous ajouterons, selon

le mode opératoire de la p (conditions de dosage: H_2SO_4 50 % — $\lambda = 540$ nm), 5 à 8 ml d'H_2SO_4 à 50 %.

Remarque: en présence de HCl, H_3PO_4, $H_3PO_4 + H_2SO_4$ il ne se produit qu'une faible coloration dont la reproductibilité n'est pas bonne.

Effet de la concentration d'indol. Le tableau 3 qui donne la densité optique pour 1 µg/ml de PNB en fonction de la quantité de la solution d'indol ajoutée, montre qu'en présence d'un trop grand excès de ce réactif (plus de 0,3 ml), la coloration tend vers le jaune et D diminue à la longueur d'onde de 540 nm.

Tableau 3
Densité optique en fonction de la concentration de l'indol; concentration PDB = 1 µg/ml

Volume de la solution d'indol 0,5 % en ml	0,01	0,05	0,10	0,15	0,20	0,30	0,60
D	0,087	0,132	0,133	0,112	0,117	0,113	0,103

La coloration est stable entre 15 minutes et 180 minutes. Après ce temps elle diminue légèrement.

Courbe d'étalonnage. Elle a été établie pour des concentrations variant entre 0,1 µg/ml et 2 µg/ml (figure 2). Chaque point est la moyenne de 6 dosages.

Tableau 4 Courbe d'étalonnage

Concentration µg/ml	D	D moyenne	écart-type σ µg/ml
2	0,245—0,259 0,254—0,258 0,260—0,266	0,260	± 0,034
1	0,136—0,130 0,135—0,130 0,128—0,127	0,131	± 0,029
0,5	0,063—0,067 0,065—0,063 0,067—0,063	0,065	± 0,0154
0,1	0,013—0,015 0,014—0,012 0,011—0,013	0,013	± 0,010

Sélectivité de la méthode. La méthode n'est pas sélective pour les aldéhydes donc plusieurs d'entre elles donnent avec l'indol, dans les mêmes conditions de travail, des complexes colorés. L'aldéhyde formique forme un complexe dont l'absorption maximum se situe à 530 nm. l'aldéhyde acétique à 490 nm, l'aldéhyde propionique à 540 nm. L'intensité de la coloration dépend de la nature de l'aldéhyde. Des études ultérieures devront être effectuées pour déterminer les meilleures conditions pour le dosage de ces aldéhydes les uns en présence des autres.

Les cétones, l'acétate de méthyle, inhibent la coloration. La présence des oxydants tels que Bi, IO_4H, MnO_4K gênent considérablement le dosage.

Résumé

Une méthode simplifiée pour le dosage colorimétrique de microquantité du p-nitrobenzaldehyde (PNB), a été étudiée. Cette méthode est basée sur la formation d'un composé coloré entre l'indol et le PNB en milieu acide sulfurique 50 %. Le maximum d'absorption de cette coloration est à 540 nm.

La méthode est très sensible et on peut doser jusqu'à 0,1 μg/ml avec un écart type de ± 0,010. La présence de certains aldéhyde gène le dosage.

Zusammenfassung

Es ist eine vereinfachte Methode zur colorimetrischen Bestimmung von kleinen Mengen p-Nitrobenzaldehyd (PNB) ausgearbeitet. Diese Methode beruht auf der Bildung einer gefärbten Verbindung zwischen Indol und dem PNB in 50%iger Schwefelsäure. Das Absorptionsmaximum dieser Färbung befindet sich bei 540 nm.

Die Methode ist sehr empfindlich und man kann bis 0,1 μg/ml mit einer mittleren Abweichung von ± 0,010 bestimmen. Einige Aldehyde stören die Bestimmung.

Summary

Description of a simple method for the colorimetric determination of p-nitrobenzaldehyde (PNB). This is based on the formation of a coloured compound resulting of the reaction of PNB with indole in 50 % sulfuric acid medium. It is possible to determine down to 0,1 μg/ml with an exactitude of ± 0,010. The presence of certain aldehydes interferes.

Bibliographie

1. *Puga R.:* Rev. farm. (Buenos Aires), **93**, 290, 1951.
2. Spot tests in organic analysis, *Fritz Feigl*, 290, 1960.
3. *Knoulton M., Dohan F. C., Sprince H.:* Anal. chem. **32**, 666, 1960.
4. *Turner J. M.:* Biochem. j. **78**, 790, 1961.