Zeitschrift: Verhandlungen der Schweizerischen Naturforschenden Gesellschaft.

Wissenschaftlicher und administrativer Teil = Actes de la Société

Helvétique des Sciences Naturelles. Partie scientifique et administrative

= Atti della Società Elvetica di Scienze Naturali

Herausgeber: Schweizerische Naturforschende Gesellschaft

Band: 144 (1964)

Artikel: Komplex

Autor: Tschan, D. / Leupin, K.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-90632

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 11.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

ten Substanzen erfolgte mit Dragendorff-Reagens (modifiziert nach Munier und Machebæuf²). Das vorliegende Alkaloidgemisch bestand (Reihenfolge entsprechend der zunehmenden Polarität) aus Aposcopolamin, Scopolamin (als Hauptbestandteil), Oscin, Hyoscyamin (Atropin) und Tropin. Das Vorliegen von Scopolamin, Aposcopolamin und Hyoscyamin (Atropin) liess sich noch durch Isolierung der entsprechenden Pikrate verifizieren.

6. D. TSCHAN, K. LEUPIN (Basel) – Komplexometrische Bestimmung von Barbituraten.

Wir haben uns mit der quantitativen Bestimmung von Barbituraten durch die Bildung von Schwermetallverbindungen befasst. Wir haben zirka 20 Metallionen, vor allem die komplexometrisch gut bestimmbaren, darauf untersucht, ob sie Barbiturate quantitativ zu fällen vermögen.

Aus der Literatur ist zu entnehmen, dass dem zweiwertigen Quecksilber (1, 2) sowie dem einwertigen Silber (3, 4) eine hervorragende Bedeutung zukommt.

Kupfer-(II) allein eignet sich nicht, hingegen eine ammoniakalische Kupfersulfatlösung mit Pyridin (5).

Zink (6) gibt ebenfalls quantitative Fällungen mit verschiedenen Barbituraten, es muss aber eine Viertelstunde gekocht werden.

Wir haben gefunden, dass auch mit Cadmium sowie mit dem zwei- und dem dreiwertigen Eisen sehon mit geringer Barbituratkonzentration Fällungen erhalten werden, die aber nicht quantitativ erfolgen.

Wir haben weiter festgestellt, dass Nickel die N-methylierten Barbiturate Hexobarbital und Methylphenobarbital unter geeigneten Bedingungen quantitativ fällt. Diese Tatsache ist vor allem für Hexobarbital von Bedeutung, da dieses weder mit Quecksilber noch mit Zink noch mit dem Kupfer-Pyridin-Reagens bestimmt werden kann.

Vor der Fällung des Barbiturates muss die Lösung gepuffert werden, wozu ein Borsäure-Boraxpuffer vom pH = 6 am besten geeignet ist. Die Metallionenkonzentration haben wir mit Hilfe der Komplexometrie bestimmt. Es wird zuerst der Gehalt der zur Barbituratfällung zugesetzten Metallsalzlösung ermittelt und hernach der im Filtrat gefundene Gehalt davon abgezogen. Die Differenz ist proportional der eingewogenen Menge Barbitursäurederivat.

Als Indikator für die Nickelbestimmung scheint uns Brenzkatechinviolett am besten geeignet, welches in 0,1%iger wässriger Lösung gut haltbar ist.

Mit unserem Verfahren können auch Barbiturattabletten ohne vorheriges Ausziehen mit einem organischen Lösungsmittel direkt bestimmt werden.

² Munier R., Machebæuf M.: Bull. Soc. chim. France 19, 852 (1952); E. Merck AG: Chromatographie, Darmstadt 1961, S. 143.

Die erzielten Resultate haben wir mit den nach Pharmakopöemethoden erhaltenen verglichen und dabei eine weitgehende Übereinstimmung festgestellt.

LITERATUR

- 1. Björling C.O. et al.: Acta chem. scand. 16, 1481-92 (1962).
- 2. Pedley E.: J. Pharm. Pharmacol. 2, 39-44 (1950).
- 3. Daniellson B.: Svensk farm. T. 55, 125 (1951).
- 4. Budde H.: Dtsch. Apoth.Ztg. 19, 295 (1934).
- 5. Ciogolea Gh. et al.: Ann. pharm. franç. 21, 681-84 (1963).
- 6. Roushdi I.M. et al.: J. Pharm. Pharmacol. 13, 153T-155T (1961).
- 7. J. Schrank, K. Leupin (Basel) Chinin, Cinchonin, Chromotropsäure, Morin und Oxychinolin als komplexometrische Fluoreszenzindikatoren.

Zur Vereinfachung der komplexometrischen Titration pharmazeutisch gebrauchter Metallsalzpräparate wurden 33 Substanzen auf ihre Eignung als metallspezifische Fluoreszenzindikatoren untersucht. Die Ausarbeitung detaillierter Bestimmungsmethoden mit den 5 als tauglich befundenen Stoffen führte schliesslich zur Eliminierung eines weiteren.

Die Titration von Bi-Verbindungen erfolgt unter Ausnützung der Bildung eines Doppelsalzes mit Chinin bzw. Cinchonin und KJ. Diese Reaktion wird auch zum qualitativen Nachweis von Bi-Salzen benutzt (1). Die dem Chinin bzw. Cinchonin eigene Fluoreszenz wird dabei stark abgeschwächt. Bei der Titration mit Komplexon III (EM) wird dem Doppelsalz das Bi entzogen, wobei die dem Chinin bzw. Cinchonin eigene Fluoreszenz wieder in ihrer ursprünglichen Intensität auftritt. Cinchonin eignet sich, seiner schwächeren Fluoreszenzintensität wegen, weniger gut als Fluoreszenzindikator und wurde deshalb zu diesen Bestimmungen nicht mehr gebraucht.

Zur Bestimmung kleinster Mengen von Fe (III)-Verbindungen eignet sich Chromotropsäure als Indikator. Sie bildet mit Fe im sauren Milieu einen grüngefärbten, nichtfluoreszierenden Chelat-Komplex (2). Bei der Titration mit Komplexon III (EM) wird das Fe (III) dem Komplex entzogen, wodurch die Chromotropsäure zur Fluoreszenz freigesetzt wird. Fe (III)-Salze können nach Oxydation zu Fe (III) mit Ammoniumpersulfat wie Fe (III)-Salze bestimmt werden (3).

Der altbekannte Fluoreszenznachweis von Al mit Morin (4) liess sich zu einem gut brauchbaren Indikatorumschlag bei Titrationen von Al-Verbindungen mit Komplexon III (EM) modifizieren. Die grosse Stabilität des Al-Morin-Komplexes gestattet keine direkte Titration. Die Rücktitration mit Zinksulfatmasslösung bei der indirekten Al-Titration ergibt hingegen einen gut erkennbaren Indikatorumschlag.

Die Bildung eines fluoreszierenden Komplexes zwischen Zn und Oxychinolin (5, 6) wurde von uns als Indikatorumschlag bei der Rücktitration des Komplexon-III (EM)-Überschusses indirekter Titrationen mit