Identification des éthers de l'acide salicylique et dosage bromométrique de ces éthers

Autor(en): Valencien, Charles / Deshusses, Jean

Objekttyp: Article

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und

Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Band (Jahr): 30 (1939)

Heft 3

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: https://doi.org/10.5169/seals-982508

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

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE A BERNE

ABONNEMENT:

Schweiz Fr. 10.—; für Mitglieder des Schweiz Vereins analytischer Chemiker Fr. 5.— per Jahrgang Suisse fr. 10.—; pour les membres de la Société suisse des Chimistes analystes fr. 5.— par année Preis einzelner Hefte Fr. 1. 80. — Prix des fascicules fr. 1. 80.

BAND XXX

1939

HEFT 3

Identification des éthers de l'acide salicylique et dosage bromométrique de ces éthers

par Dr. CHARLES VALENCIEN, chimiste cantonal, et Dr. JEAN DESHUSSES, chimiste au Laboratoire cantonal de Genève.

La pharmacopée helvétique (5^{me} édition) mentionne quelques réactions qui permettent d'identifier les éthers de l'acide salicylique et de s'assurer de leur pureté. Elle prescrit en particulier de doser le salicylate de méthyle par saponification au moyen d'une lessive de potasse alcoolique 0,5 N. $Lucc^{1}$) a appliqué la bromométrie au dosage du phénol, du naphtol, du thymol et du salol. Le salol n'est dosé par cette méthode qu'après avoir été saponifié par une lessive de soude.

La méthode de dosage des éthers de l'acide p. oxybenzoïque que nous avons décrite dans le mémoire précédent peut être utilisée pour doser certains éthers de l'acide salicylique. Nous avons obtenu de bons résultats avec le salicylate de méthyle et d'éthyle. Le salol, par contre, est trop facilement saponifié par la soude pour pouvoir être dosé par cette méthode.

Identification des éthers de l'acide salicylique par bromuration.

On dissout dans de l'acide acétique glacial un peu de l'éther à identifier puis on ajoute un léger excès de brome. On laisse reposer 20—30 minutes puis on verse le produit de bromuration dans de l'eau. Le dérivé bromé précipite. On le recueille par filtration. Si le dérivé bromé précipite à l'état huileux, il suffit de placer le récipient dans de l'eau glacée et d'attendre que l'huile se solidifie. On recristallise le dérivé bromé dans de l'alcool à 95°.

¹⁾ Luce, Répertoire de pharmacie 1924, p. 42. Dosage du phénol dans les gazes au phénol et au salol et dosage de quelques composés phénoliques.

Le point de fusion du dérivé bromé caractérise l'éther:

Point de fusion du dibromosalol 128º

Point de fusion du 3,5 dibromosalicylate de méthyle 1480—1490

Point de fusion du 3,5 dibromosalicylate d'éthyle 100 °-101 °

Dosage des éthers de l'acide salycilique par bromométrie.

La méthode que nous avons suivie pour doser les éthers de l'acide salicylique est identique à celle que nous avons exposée dans le mémoire précédent. Nos expériences montrent que les résultats sont meilleurs si l'on emploie de l'acide chlorhydrique 3 N à la place d'acide chlorhydrique concentré. Par contre, il ne semble pas que la durée de la bromuration influence les résultats.

Nous avons calculé le poids d'éther, à partir du brome entré en réaction, en nous servant des facteurs suivants: 0,47567 pour le salicylate de méthyle et 0,5195 pour le salicylate d'éthyle.

Nous ne détachons de nos expériences que les deux séries ci-dessous.

1. Salicylate de méthyle: 0.12 g dans 300 cm³ eau $(1 \text{ cm}^3 = 0.4 \text{ mg})$.

cm ³ solution	cm ³ bromate	cm³ HCl	titrage après	V-V1	mg brome entré en réaction	mg salicylate de méthyle
5 (= 2,0 mg)	5	5 conc.	1 heure	1,033	4,015	1,91
5 (= 2,0)	5	5 conc.	3 heures	1,033	4,015	1,91
10 (= 4,0)	5	5 conc.	3 heures	2,093	8,135	3,87
10 (= 4,0)	10	5 conc.	3 heures	2,176	8,458	4,02

2. Salicylate d'éthyle: 0.8 g dans 500 cm^3 eau $(1 \text{ cm}^3 = 1.6 \text{ mg})$.

cm ³ solution	cm ³ bromate	cm³ HCl	V-V1	mg brome entré en réaction	mg salicylate d'éthyle
3 (= 4,8 mg)	5	5 conc.	2,373	8,921	4,63
3 (= 4.8 *)	5	5 3 N	2,463	9,258	4,81
5 (= 8,0 »)	10	5 conc.	3,896	14,645	7,61
5 (= 8,0 »)	10	5 3 N	4,126	15,509	8,05
10 (=16,0 *)	10	5 3 N	8,133	30,572	15,88

Résumé:

- 1. Nous proposons d'identifier les éthers de l'acide salicylique par leurs dérivés bromés.
- 2. Nous avons appliqué avec succès la bromométrie au dosage des éthers de l'acide salicylique.