

ÄRATRÜKK. „PHARMACIA“ NR. 9, 1938

ALLÜÜLISOTIOTSÜANAADI  
KVANTITATIIVNE  
M Ä Ä R A M I N E

TÖÖ TEHTUD TALLINNA ÜHISE HAIGEKASSA APTEEGI  
ANALÜÜTILISES LABORATOORIUMIS

DR. PHARM. VOLD. MADIS

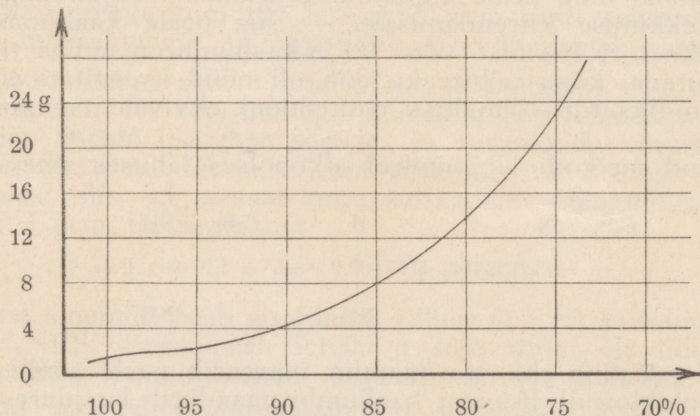






soojendada natukene kauem, kuid mitte rohkem kui kümme minutit. Teise küsimuse lahendamisel selgus, et tiitrida tuleb umbes 2 n-soolhappelises keskkonnas, kuna siis reaktsiooni kiirus on optimaalne. Kaaliumbromiidist on otsustatav kohane tarvitada 2 g 50 ccm tiitritavas lahuses.

Huvitav on märkida, et kaaliumbromiidi hulgest on lõppreaktsiooni tähelepanemine. Tuleb oletada, et kaaliumbromiid avaldab antikatalüütilist või puhverdavat mõju, mida tõendab ja selgitab alljärgnev diagramm. Diagrammi kordinaadiks on valitud kaaliumbromiidi hulk 50 ccm katsetavas lahuses, kuna abstsissil on märgitud allüülsotiotsüanaadi protsent.



Nagu diagrammist näeme, 2 g kaaliumbromiidi ümbruses on peaaegu sirge joon, mille piirkonnas saame õigeid tagajärgi. 0,5 g KBr juures tuleb kõrgem protsendi sisaldus, kuna suurema hulga kaaliumbromiidi lisamisel saame kõvera, millel sinepiõli allüülsotiotsüanaadi sisaldavuse protsent tugevasti langeb.

Kolmanda küsimuse lahendamisel selgus, et analüüsivat lahust on tarvis enne tiitrimist soojendada umbes 45° C, kuna selle temperatuuri juures allüülsotiotsüanaadi resp. tiosinamiidi ja bromaadi vahel toimuv reaktsioon omab optimaalse kiiruse.

Arvestades eeltoodutega, leidsin, et allüülsotiotsüanaadi määramisel 0,1 n-kaaliumbromaadi mõõtlahusega on kõige kohasem talitada järgmiselt: umbes 0,12 g õile (täpselt kaalutud)<sup>1)</sup> lisame 100 ccm mõõtkolvis 5 ccm alkoholi ja 5 ccm 10% ammoniaaki. Mõõtkolvi kaelasse asetame lehtri ning soojendame esialgu nõrgemalt, pärast tugevamini 10 minuti jooksul. Peale jahtumist lahjendame veega kuni 100 ccm. Saadud lahusest võtame 10–20 ccm ning lahjendame destillitud veega 40 ccm-ni. Selle järele lahustame katsetatavas lahuses 2,0 g kaaliumbromiidi, lisame 1 ccm 1% kuldkloriidi ja hapustame konts. (25%) soolhappega. Nii ettevalmistatud ja täiesti värvitut lahust soojendame umbes 45° C, ja tiitrimise 0,1 n-kaaliumbromaadiga seni, kuni lahus omab püsivalt tumekollase värvuse.

1 ccm 0,1 n-KBrO<sub>3</sub> vastab 0,001277 g allüülsotiotsüanaadile.

Antud eeskirja nõudeid peab võimalikult täpselt täitma, sest eelpool kirjeldatud põhjustel võivad tekkida tiitrimise juures segavad nähtused.

Tabel nr. 1 näitab tagajärgi, mis on saavutatud kirjeldatud meetodi järele töötades:

<sup>1)</sup> Kui kaaluda täpselt 0,1277 g ja saadud lahusest võtta määramiseks 10,00 ccm, siis tiitrimisel kulunud ccm arv, korrutatud 10-ga, annab kohe allüülsotiotsüanaadi protsendi.

Tabel nr. 1.

Uuritava, umbes 0,1 n-C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> NCS lahuse hulk		
10,00 ccm	15,00 ccm	20,00 ccm
Arvutatud 0,1 n-KBrO <sub>3</sub> mõõtlahuse hulk		
9,52 ccm	14,30 ccm	19,06 ccm
Tiitrimisel kulunud 0,1 n-KBrO <sub>3</sub> mõõtlahuse hulk		
9,50 ccm	14,31 ccm	19,06 ccm
9,48 „	14,30 „	19,08 „
9,51 „	14,28 „	19,07 „
9,52 „	14,31 „	19,09 „
9,49 „	14,32 „	19,06 „
9,52 „	14,29 „	19,09 „
K. = 9,50 „	K. = 14,30 „	K. = 19,08 „
Arvutatud ja tiitrimisel kulunud 0,1 n-KBrO <sub>3</sub> vahe		
- 0,02 ccm	± 0,00 ccm	+ 0,02 ccm

Tabelis antud arvutatud hulk on saadud järgmiselt: aluseks on võetud 15,00 ccm sinepiõli lahusele kulunud 0,1 n-kaaliumbromaadi ccm arv, mille järgi on arvutatud 10,00 ccm ja 20,00 ccm sinepiõli lahusele teoreetiliselt kuluva mõõtlahuse hulk.

Nagu katsete tagajärgedest näha, on kõikumised minimaalsed, mis tõendab, et reaktsioon toimub põhireaktsiooni (võrrand nr. 5) alusel. Mitmesuguste sinepiõli hulkade tiitrimiseks kulunud 0,1 n-kaaliumbromaadi ccm arv ja arvestatud hulkade vahe kõigub tehniliste vigade piirkonnas, mis tõendab, et kuld-kloriid, kui indikaator õiges kohas, näitab ekvivalentset punkti.

Eespool kirjeldatud meetodi kontrollimiseks määrasin sinepiõli allüülsotiotsüanaadi protsendi sisaldavust paralleelselt Eesti farmakopöa ja bromatomeetrilise meetodi järgi. Saavutatud tagajärjed on koondatud tabelisse nr. 2.

Tabel nr. 2.

Määramiseks tarvitatud sinepiõli hulk	
à 0,04955	à 0,01277
Jodomeetrilise meetodiga saadud protsent	Bromatomeetrilise meetodiga saadud protsent
95,15 %	95,21 %
95,17 „	95,23 „
95,15 „	95,20 „
K. = 95,16 „	95,24 „
	95,22 „
	95,20 „
	K. = 95,22 „

Nagu saadud tulemustest näeme, on mõlema meetodiga saavutatud tagajärjed identsed, mis tõendab, et eelpool kirjeldatud meetod on sama täpne kui jodomeetriline, sealjuures omab meetod suure paremus, et on kiiresti läbi viidav, mis tunduvalt vähendab analüüsi kulu. Peale reaktiivide kokkuhoiu on ka aja kokkuhoid väga suur, kuna määrates sinepiõli allüülsotiotsüanaadi sisaldavust jodomeetriliselt, kulub 3 tundi, bromatomeetriliselt on selleks tarvis kõige rohkem 30 minutit.