

ARS PHARMACEUTICA

REVISTA DE LA FACULTAD DE FARMACIA
UNIVERSIDAD DE GRANADA

Tomo XXVIII

Núm. 3

1987

Director:

Prof. Dr. D. Jesús Cabo Torres

Director Ejecutivo:

Prof. Dr. D. José Jiménez Valverde

Secretario General:

Prof. Dr. D. José Jiménez Martín

Consejo de Redacción:

D. Manuel Casares Porcel

D.^a M.^a Teresa Correa Sánchez

D.^a M.^a José Faus Dader

D. Jesús González López

D.^a M.^a del Mar Herrador del Pino

D. Eduardo Ortega Bernaldo de Quirós.

Secretario de Redacción:

D. Antonio Pérez Collado

Redacción y Administración:

Facultad de Farmacia
Granada - España

Dep. Legal: GR. núm. 17-1960

ISSN 0004-2927

Imprime:

Servicio de Publicaciones
Colegio Máximo de Cartuja
Universidad de Granada
Granada 1987

Sumario

PAG.

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

- Determinación de Hidroxifeniletanolaminas mediante formación de Ditiocarbamatos de Cobre (II), por G. Crovetto, R.M. González, M.I. Gómez, L. Crovetto y J. Thomas..... 279
- Efectos nutricionales sobre los flujos glucolítico y gluconeogénico en túbulos renales de rata, por L. García-Salguero, M. Martínez-López y J.A. Lupiáñez..... 283
- Algunas consideraciones sobre la medida de la actividad colinesterasa eritrocitaria humana por la técnica del pH-STAT, por J.A. García-López y M. Monteoliva..... 291
- Influencia de ciclos alternativos alimentación-ayuno sobre los principales enzimas del metabolismo renal de carbohidratos, por L. García-Salguero, J. Corpas, J.B. Barroso y J.A. Lupiáñez..... 299
- Estudio detallado de los efectos del acetato de hidrocortisona durante la gestación sobre el número de fetos y abortos en la rata, por M. López-Jurado, P. Aranda, J. Llopis, F.J. Matix, M.A. Montellano y G. Urbano..... 309
- Estudio de conservantes para suspensiones de nitrofurantoína, por M.^a A. Ruiz Martínez, V. Gallardo Lara, A. Parera Vialard y A. Delgado Mora..... 315

TRABAJOS DE COLABORACION

- Caracterización de la capacidad agrológica de los suelos del sector noroeste de Sierra Nevada (Granada), por G. Delgado Calvo-Flores, M. Sánchez Marañón, C. Oyonarte Gutiérrez y R. Delgado Calvo-Flores..... 327
- Caracterización de suspensiones de hidróxido magnésico y estudio de diversos coadyuvantes en su formulación, por M.^a A. Ruiz, A. A. Ce-rezo y C. Avilés..... 335

- Degradación física de los suelos del sector comprendido entre la Sierra de las Guájaras y el río Albuñuelas, por F.J. Martínez, F.J. Lozano, I. García, C. Sierra y E. Ortega 345
- Influencia de la calidad de la grasa dietaria sobre la utilización digestiva y metabólica de la proteína en ratas oesecadas, por F. Coves, F. Lisbona y M.S. Campos 355
- Métodos térmicos aplicados al estudio de la Litiasis Fosfática, por C. López López, T. Rodríguez Rebollo, A. Pedrajas, M. Tallada Buñuel y J. Aguilar Ruiz 363
- Algunos aspectos de las relaciones fitoedáficas de los ecosistemas de Sierra Elvira (Granada). I: Zonales: Encinares, Coscojares, Piornales y Pastizales Vivaces, por F. Pérez Raya, J. Párraga Martínez, M. Miró Jodral, G. Delgado Calvo-Flores, J. Jiménez Martín y R. Delgado Calvo-Flores 371
- Algunos aspectos de las relaciones fitoedáficas de los ecosistemas de Sierra Elvira (Granada). II. Zonales: Matorrales, Tomillares y Pastizales Terófiticos. Intrazonales y Azonales: Rupícolas, Higrófilos y Ruderales-Nitrófilos, por F. Pérez Raya, J. Párraga Martínez, M. Miró Jodral, G. Delgado Calvo-Flores, J. Jiménez Martín y R. Delgado Calvo-Flores 387
- Informaciones sobre drogas americanas en textos de autores dominicos del siglo XVI, por G. Poveda Albadalejo, J.A. Pérez Romero y J.L. Valverde 407
- Estudio de la fracción de esteroides del insaponificable de mantequillas y margarinas de uso frecuente en Granada, por L. Molina García, C. Gallego Moreno y R. García-Villanova 417
- Estudio analítico de mantequillas, margarinas y minarinas de uso frecuente en Granada, por F. González Gutiérrez, C. Gallego Moreno y R. García-Villanova 423

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

DEPARTAMENTO DE FISICOQUIMICA FARMACEUTICA.
FACULTAD DE FARMACIA. UNIVERSIDAD DE GRANADA.

“DETERMINACION DE HIDROXIFENILETANOLAMINAS MEDIANTE FORMACION DE DITIOCARBAMATOS DE COBRE (II)”.

Crovetto, G., González, R.M., Gómez, M.I., Crovetto, L. y Thomas, J.

RESUMEN

Se ha estudiado, por método espectrofotométrico, la posibilidad de valorar hidroxifeniletaminas haciendo uso de la reacción coloreada que tiene lugar al tratarlas con S_2C , para formar el ácido ditiocarbámico, y su posterior complejación con $Cu(II)$.

SUMMARY

A colorimetric method for the assay of hydroxyphenylethanolamines is proposed. The reaction of amines with carbon disulfide is utilized as a basis for their analysis.

INTRODUCCION

La determinación selectiva de distintos tipos de aminas en mezclas, ha sido un problema abordado por un gran número de investigadores. Zinkov y Pylaeva (1) estudian las reacciones del ácido nitroso con aminas primarias, secundarias y terciarias para caracterizar cada una de ellas y Smales (2) y English (3) utilizan esta reacción en la determinación específica de aminas secundarias. Critchfield y Johnson (4) investigan la reacción de los diferentes tipos de aminas con disulfuro de carbono: las aminas primarias pueden ser enmascaradas mediante la formación de imina con 2-etilaldehído; las secundarias producen el correspondiente ácido ditiocarbámico, que puede titularse con una base, y las aminas terciarias no reaccionan. Resulta así un método válido

para determinar aminas secundarias. Katcher y Voroshilova (5) determinan dimetilamina en presencia de amoníaco por conversión en la sal de amonio del ácido dimetilditiocarbámico. El ditiocarbamato es precipitado cuantitativamente como sal insoluble de cobre mediante valoración con una disolución de sulfato de cobre. Dowden (6) trata una disolución de S_2C en alcohol isoamílico con una disolución acuosa alcalina de dimetilamina y una sal de cobre, tomando la capa superior un color ámbar. Este efecto puede incrementarse adicionando C_6H_6 .

Stanley, Baum y Gove (7) estudian la interferencia de metanol, monometilamina y trimetilamina, así como el efecto del tiempo y la temperatura, en la estabilidad del dimetilditiocarbamato de cobre, proponiendo un método para eliminar la interferencia de monometilamina. Umbreit (8) describe un método espectrofotométrico para la determinación de aminas secundarias por formación del ditiocarbamato de cobre, aplicándolo a la dietilamina, N-metilnilina y a mezclas de ambas. En el presente trabajo aplicamos este último método a cuatro derivados de hidroxifenilaminoetanol, estudiando el espectro visible en la región comprendida entre los 600 y 350 nm, determinando la longitud de onda a la que se produce el máximo de absorción de los correspondientes ditiocarbamatos de cobre y su utilidad en la determinación cuantitativa de aminas simpatomiméticas.

METODOLOGIA

Reactivos.-

Los derivados de hidroxifenilaminoetanol estudiados han sido los siguientes: clorhidrato de 1-(3-hidroxifenil)-2-metilaminoetanol; clorhidrato de 1-(3-hidroxifenil)-2-etilaminoetano; sulfato de 2-n-butilamino-1-(p-hidroxifenil)-etanol; tartrato de 1-(4-hidroxifenil)-2-metilaminoetanol; todos ellos de C.H. Boehringer Sohn Ingelheim; piridina Carlo Erba; ácido acético glacial y cloruro de cobre Merck; alcohol isopropílico, benceno y sulfuro de carbono Probus.

Disolución de S_2C —piridina— alcohol isopropílico en la siguiente proporción: 35 ml de S_2C , 25 ml de piridina y 65 ml de alcohol isopropílico. Esta disolución presenta estabilidad durante un período aproximado de dos meses.

Disolución de cloruro de cobre, 0,0013 M, preparada disolviendo 0,12 g de $Cl_2Cu \cdot 2H_2O$ en 250 ml de agua y diluyendo a 500 ml con piridina.

Disolución de ácido acético glacial al 10 % en volumen.

Material.-

Los registros gráficos se han obtenido con un espectrofotómetro Beckman DBGT. Las absorbancias en los puntos característicos se han determinado con espectrofotómetro Beckman DU modelo G2400. En todos los casos se han empleado cubetas de cuarzo de 1 cm de espesor.

PARTE EXPERIMENTAL

Se prepararon disoluciones acuosas de las diferentes aminas simpatomiméticas estudiadas en concentraciones comprendidas entre 2 y $30 \cdot 10^{-4} M$. 5 ml de la muestra se mezclan con 20 ml de reactivo constituido por S_2C -piridina-alcohol isopropílico y con 10 ml del reactivo de cloruro de cobre. El conjunto es agitado durante 1 minuto y se deja reposar a temperatura ambiente de 5 a 20 ; en este período de tiempo se desprende algo de S_2C . Se agrega a continuación 15 ml de ácido acético y 15 ml de benceno. La mezcla se agita por inversión, separándose las fases. Se extraen 12 ml de la capa orgánica y se diluye hasta 15 ml con alcohol isopropílico. Esta disolución se deja reposar durante dos horas, midiendo su absorbancia a 445 nm.

RESULTADOS Y DISCUSION

Los espectros, correspondientes a la fase orgánica, de cada uno de los ditiocarbamatos de cobre(II) de los compuestos estudiados, en el rango comprendido entre 600 y 350 nm, muestran en todos los casos un máximo bien definido a 445 nm. Los datos de absorbancia (A) en función de las concentraciones molares que presentaban las disoluciones de partida (c) mostraron, al seguir la metodología descrita, una dependencia lineal que puede expresarse por las siguientes ecuaciones:

Clorhidrato de 1-(3-hidroxifenil)-2-metilaminoetanol: $A = 551 \cdot c$

Clorhidrato de 1-(3-hidroxifenil)-2-etilaminoetanol: $A = 546 \cdot c$

Sulfato de 2-n-butilamino-1-(p-hidroxifenil)-etanol: $A = 1053 \cdot c$

Tartrato de 1-(4-hidroxifenil)-2-metilaminoetanol: $A = 1208 \cdot c$

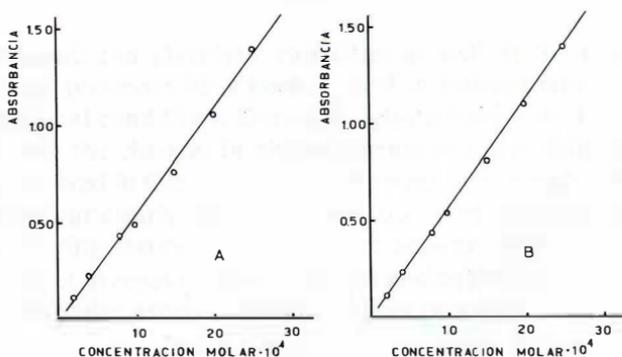


Fig. 1.- Absorbancia, a 445 nm, de los ditiocarbamatos de $Cu(II)$ obtenidos a partir de disoluciones acuosas de: A) clorhidrato de 1-(3-hidroxifenil)-2-etilaminoetanol; B) clorhidrato de 1-(3-hidroxifenil)-2-metilaminoetanol.

La buena linealidad obtenida en todos los casos, Fig. 1, con coeficientes de determinación comprendidos entre 0,99 y 1,00, asegura la exactitud del método y lo hace útil en la determinación cuantitativa de este tipo de aminas.

BIBLIOGRAFIA

- (1) ZINKOV, Z.E. y PYLAEVA, L.I. *J. Anal. Chem.*, U.S.S.R. *15*, 109-12 (1960).
- (2) SMALES, A.A. y WILSON, H.N. *Soc. Chem. Ind.*, *67*, 210-13 (1948).
- (3) ENGLISH, F.L. *Anal. Chem.*, *23*, 344-6 (1951).
- (4) CRICHFIELD, F.E. y JOHNSON, J.B. *Anal. Chem.*, *28*, 430-6 (1956).
- (5) KATCHER, E. y VOROSHILOVA, M. *Anilino Kraschnaya Prom.*, *4*, 39-41 (1934), *Chem. Abstr.*, *28*, 3689 (1934).
- (6) DOWDEN, H.C. *Biochem. J.*, *32*, 455 (1938).
- (7) STANLEY, E.L., BANM, H. y GOVE, J.L. *Anal. Chem.*, *23*, 1779 (1951).
- (8) UMBREIT, G.R., *Anal. Chem.*, *33*, 1572 (1961).