

Рекомендована д.х.н, професором С.М.Коваленком

УДК 547.976:541.24.08

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ МОЛЕКУЛЯРНОЇ МАСИ АНТРАХІНОНОВИХ ГЛІКОЗИДІВ

П.О.Безуглий, Т.М.Крючкова, В.В.Зінченко

Українська фармацевтична академія
Дослідний завод ДНЦЛЗ

Запропонований простий метод визначення молекулярної маси антрахінонових глікозидів. Взяти значення молярного коефіцієнта поглинання аглікону і знайшовши питомий показник поглинання антрахінонового глікозиду, до складу якого входить цей аглікон, можна розрахувати молекулярну масу глікозиду з відносною помилкою $\pm 4,2\%$.

Спектрофотометричний метод використовують для визначення молекулярної маси різних сполук [1, 3, 5]. Наприклад, за допомогою цього методу були знайдені молекулярні маси природних кумаринів та фурукумаринів [4].

Метод дозволяє визначити молекулярну масу невідомої сполуки на основі значення молярного коефіцієнта поглинання вже відомої сполуки, тому хромофорна система порівнюваних сполук повинна бути ідентичною. Це спостерігається в молекулах антрахінонових глікозидів, оскільки електромагнітні випромінювання в довгохвильовій області поглинають тільки аглікони [6]. Тому якщо молекулярна маса аглікону відома, завжди є можливість визначити молекулярну

масу глікозиду, до складу якого цей аглікон входить.

З отриманих даних (див. табл.) витікає, що позиція довгохвильового максимуму антрахінонових агліконів та їх глікозидів практично постійна.

Якщо взяти значення молярного коефіцієнта поглинання (ϵ) аглікону, знайти питомий показник поглинання глікозиду ($E_{1\text{см}}^{1\%}$), то за формулою $E_{1\text{см}}^{1\%} = 10\epsilon/M$ можна розрахувати молярну масу антрахінонового глікозиду з відносною помилкою, що не перевищує $\pm 4,2\%$. Основні відзнаки цього методу — його простота, доступність приладів та обладнання, дуже незначна кількість речовини, необхідної для виконання роботи [2].

Експериментальна частина

Визначення проводили в 96%-ному етанолі на спектрофотометрі СФ-46; використовували кювети товщиною 1 см. Для кожної сполуки проводили по 4-5 незалежних визначення (в таблиці наведені середні значення).

Рекомендуємо такий метод визначення молекулярної маси антрахінонових глікозидів: $1 \cdot 10^{-4}$ грам/моль аглікону (точна наважка) розчиняли в 96%-ному етанолі в мірній колбі місткістю 100 мл при нагріванні на водяній бані (розчин А). 5 мл

Таблиця

УФ-спектральні дані антрахінонових агліконів та їх глікозидів

	Сполука	λ max	ϵ max	$E_{1\text{см}}^{1\%}$ max	М обчисл.	М знайд. СФ	Помилка	
							абс.	відн. \pm
I	Рубіадин	415	6624	260	-	-	-	-
	Рубіадин-глюкозид	412	-	152	418,0	435,7	+17,7	4,2%
	Рубіадин-примверозид	412	-	117,5	548,0	563,7	+15,7	2,8%
II	Алізарин	430	5672	236	-	-	-	,
	Алізарин-глюкозид	424	-	140,7	403,4	403,1	-0,3	0,07%
	Руберитринова кислота (алізарин-примверозид)	424	-	98,5	560,3	575,8	+15,5	2,7%
III	Луцидин	415	6687	247,6	-	-	-	,
	Луцидин-глюкозид	412	-	158,0	432,4	432,2	-9,2	2,1%
	Луцидин-примверозид	412	-	116,0	572,3	576,4	+4,1	0,7%

розчину А переносили в мірну колбу місткістю 50 мл, доводили 96%-ним етанолом об'єм розчину до мітки і перемішували. Отриманий розчин спектрофотометрували в кюветі товщиною 1 см в інтервалі 400-440 нм через 2 нм, а в зоні максимуму — через 1 нм. Визначали максимум поглинання та вимірювали при зазначеній довжині хвилі точне значення оптичної щільності розчину (D).

Молярний показник поглинання аглікону обчислювали на підставі виміряних значень оптичної щільності D для розчину з відомою молярною концентрацією за формулою:

$$\epsilon = D/C \cdot v,$$

де: D — оптична щільність розчину;

C — концентрація розчину в Моль на л;

v — товщина шару розчину в см.

Питомий показник поглинання глікозиду визначали так: 0,06 г (точна наважка) глікозиду розчиняли в 85 мл 96%-ного етанолу в круглодонній колбі місткістю 150 мл при нагріванні на водяній бані, охолоджували, кількісно переносили в мірну колбу місткістю 100 мл, доводили об'єм розчину 96%-ним етанолом до мітки і перемішували (розчин А).

5 мл розчину А вмішали в мірну колбу об'ємом 50-мл, доводили об'єм розчину 96%-ним етано-

лом до мітки і перемішували. Вимірювали оптичну щільність розчину на спектрофотометрі в кюветі товщиною 1 см в інтервалі 400-430 нм через 2 нм, а в зоні максимуму — через 1 нм. Знаходили максимум поглинання і вимірювали при цій довжині хвилі точки значення оптичної щільності розчину.

Питомий показник поглинання ($E^{1\%}_{1\text{см}}$) розраховували на основі визначеної оптичної щільності D для розчину з відомою концентрацією за формулою:

$$E^{1\%}_{1\text{см}} = D/C \cdot v,$$

де: C — концентрація розчину у %.

Знаючи молярний коефіцієнт поглинання аглікону (ϵ) та питомий показник поглинання глікозиду ($E^{1\%}_{1\text{см}}$), можна знайти молекулярну масу досліджуваного глікозиду за формулою:

$$M = 10\epsilon/E^{1\%}_{1\text{см}}.$$

ВИСНОВКИ

Запропонований спектрофотометричний метод визначення молекулярної маси антрахінонових глікозидів на основі молярного коефіцієнта поглинання (ϵ) його аглікону з відносною помилкою, що не перевищує $\pm 4,2\%$.

ЛІТЕРАТУРА

1. Гиллем А., Штерн Е. *Электронные спектры поглощения органических соединений*. — М., изд. ИИЛ, 1957. — С. 347.
2. *Государственная Фармакопея СССР: Вып. I. Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях / МЗ СССР, 11-е изд., доп.* — М.: Медицина, 1989. — С. 34.
3. Дайер Д.Р. *Приложения адсорбционной спектроскопии органических соединений*. — М., Изд. "Химия", 1970. — С. 13-31.
4. Перельсон М.Е., Баньковский А.И., Кирьянов А.А. *Спектрофотометрическое определение молекулярного веса кумаринов и фурукумаринов// Химия природн. соед.* — 1966. — С. 381-383.
5. Рао Ч.Н.Р. *Электронные спектры в химии*. — М., Изд. "Мир", 1964. — С. 132.
6. Файн В.Я. *Таблицы электронных спектров антрахинона и его производных*. — Л., Изд. "Химия", 1970. — С. 168.

УДК 547.976:541.24.08

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ АНТРАХИНОНОВЫХ ГЛИКОЗИДОВ

П.А.Безуглый, Т.Н.Крючкова, В.В.Зинченко
Предложен простой метод определения молекулярной массы антрахиноновых гликозидов. Зная молярный показатель поглощения агликона и найдя удельный показатель поглощения антрахинонового гликозида, в состав которого входит этот агликон, можно рассчитать молекулярную массу гликозида с относительной ошибкой $\pm 4,2\%$.

UDC 547.976:541.24.08

ANTHRAQUINONES GLUCOSIDES MOLECULAR MASS SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION

P.A.Bezugly, T.N.Kryuchkova, V.V.Zinchenko
Anthraquinones glucosides molecular mass determination method has been proposed. On the base of aglycone absorption molecular index and anthraquinones glucoside specific absorption the molecular mass of glucoside can be calculated within the relatively error $\pm 4,2\%$.