

UM MICRO-METHODO PARA PESQUISA DE VARIOS SAES DE ESTRYCHNINA

POR

D. VON KLOBUSITZKY

No decorrer de certas experiencias de laboratorio, haviamos observado que o sal sodico do acido glycerophosphorico (glycerophosphato de Na, $\text{Na-PO}_4\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$) dá um precipitado quando aquecido com sulfato de estrychnina, pelo que nos lembramos de pesquisar este phenomeno sob um ponto de vista mais geral. Novas experiencias mostraram-nos que a mencionada reacção de precipitação é característica de alguns saes de estrychnina, de que se presta mesmo para a pesquisa de pequenas quantidades.

Nossas investigações giraram em torno dos seguintes compostos de estrychnina e alcaloides:

a) sulfato, chlorhydrato, nitrato, phosphato, hypophosphito, arseniato, cacodylato e glycerophosphato de estrychnina;

b) atropina e sulfato de atropina, chlorhydrato de morphina, veratrina, cafeina, digitoxina, chlorhydrato de pilocarpina, aconitina.

Como reagente usámos o glycerophosphato de sodio em solutos aquosos a 2, 4, 20 e 50 % e em quantidades variaveis, tendo logo verificado que os melhores resultados eram obtidos quando usavamos soluto a 4 % em quantidades iguaes; com solutos mais concentrados separava-se, sob a influencia dos saes de estrychnina e ás vezes mesmo a frio, tanto glycerophosphato de Na, que se tornava muito difficil o reconhecimento dos crystaes caracteristicos dos saes de estrychnina.

Achamos preferivel a seguinte technica:

Juntar 0,5 cc. do soluto com estrychnina num pequeno tubo centrifugo conico; adicionar o mesmo volume de um sol. a 4 % de glycerophosphato de Na, agitar e aquecer até a ebulição. Após curta ebulição (meio minuto é sufficiente), resfriar o conteudo do tubo centrifugo e centrifugar, quando os saes de estrychnina estiverem presentes em quantidades muito pequenas. Com uma pipeta capillar (pipeta de Pasteur) separar a parte fluida e com uma alça

de platina retirar um pouco do sedimento que é collocado numa lamina e, antes de seccar, examinado ao microscopio.

Dos compostos de estrychnina examinados deram resultado positivo os seguintes:

| | |
|---------------------------------|-------------------|
| sulfato de estrychnina | até 10 γ |
| chlorhydrato de estrychnina | } até 50 γ |
| nittrato de estrychnina | |
| phosphato de estrychnina | |
| glycerophosphato de estrychnina | |

Pelas formas crystallinas pode-se reconhecer com certeza de que sal de estrychnina se trata, conforme se pode verificar nas annexas microphotographias (*), sendo que as formas crystallinas ou o tamanho dos crystaes não dependem da quantidade do composto de estrychnina.

Embora, baseado na forma crystallina, nada se possa dizer em relação ás reacções chimicas que se passam entre os mencionados saes de estrychnina e o glycerophosphato de Na, todavia podem-se tirar da observação algumas suggestões:

1.^a) é bem provavel que o glycerophosphato de Na forme com os saes de estrychnina combinações complexas (segundo a theoria de Werner), as quaes dariam formas crystallinas variaveis de accordo com as uniões dos saes de estrychnina. Julgamos que essa supposição deva ser levada em consideração, porque os crystaes são muito instaveis e facilmente modificados, pois, quando, p. ex., são expostos demoradamente em temperatura do ambiente, tornam á mesma forma, o que nos leva a pensar que este composto formado seja estrychnina livre.

2.^a) pode-se tirar uma outra indicação sobre a natureza da reacção confrontando-se as figuras 1, 2 e 3: nota-se, com effeito, que estas microphotographias, apesar de differentes entre si, mostram alguns crystaes com formas identicas, (prismas curtos e grossos, triangulos, hexagonos, octagonos) ao passo que as figuras 4 e 5 não têm formas identicas, nem entre si, nem em relação ás anteriores.

Pensamos que o facto de o sulfato, o chlorhydrato e o nittrato de estrychnina formarem crystaes em parte identicos se pode explicar admittindo-se que haja uma reacção secundaria entre estes saes e o glycerophosphato de Na, de que resulta a libertação de uma parte de estrychnina (**).

(*) As photographias foram tiradas com um microscopio Leitz em luz polarizada, com objectiva 3 e ocular 8.

(**) Foi verificado que não se trata de saes de estrychnina precipitados.

Além disso, esta supposição nos parece bastante provavel, porque as formas crystallinas identicas e acima mencionadas são muito parecidas ás que se formam secundariamente, isto é, depois de seccagem do phosphato e do glycerophosphato de estrychnina.

A presença de outros alcaloides mencionados no principio deste trabalho não atrapalha, nem lhe altera a sensibilidade. Apenas, como excepção, se verifica que, na presença de aconitina, o chlorhydrato de estrychnina só pode ser pesquisado numa quantidade de 150 γ .

A prova não pode ser usada na urina, porque ella dá com o glycerophosphato de Na um precipitado volumoso, tornando mesmo impossivel o encontro dos crystaes caracteristicos.

RESUMO

Para o conhecimento de sulfato, chlorhydrato, nitrato, phosphato e glycerophosphato de estrychnina em presença de outros alcaloides pode-se empregar um micro-methodo, baseado no facto de esses saes de estrychnina darem, com um soluto aquoso a 4% de glycerophosphato de sodio, um precipitado de crystaes caracteristicos e facilmente reconheciveis.

ZUSAMMENFASSUNG

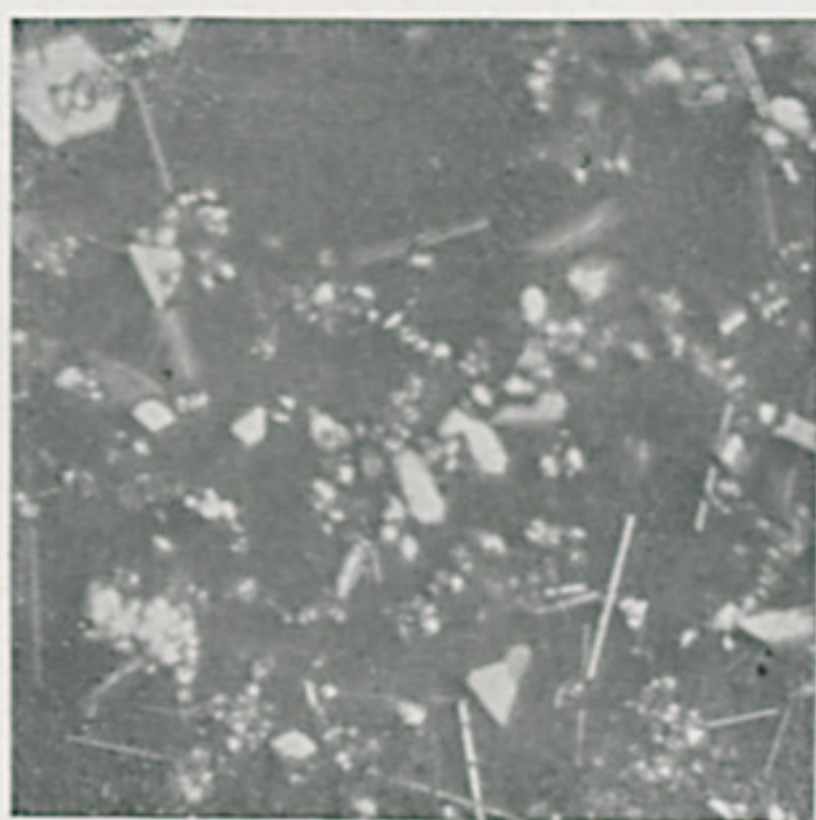
Es wird eine Mikromethode beschrieben, die es zulässt sehr kleine Mengen von Strychninsulfat, Strychninchlorid, Strychninnitrat, Strychninphosphat und Strychninglycerophosphat in Anwesenheit von anderen Alkaloiden nachzuweisen.

Das Verfahren beruht darauf, dass die erwähnten Strychninverbindungen mit einer 4 %-igen Natriumglycerophosphatlösung beim Sieden charakteristische und leicht erkennbare kristallinische Niederschläge geben.

(Trabalho da Secção de Physico-chimica do Instituto Butantan, a ser publicado em alemão *in* "Biochemische Zeitschrift" e apresentado em fevereiro de 1934. Dado á publicidade em agosto de 1934).



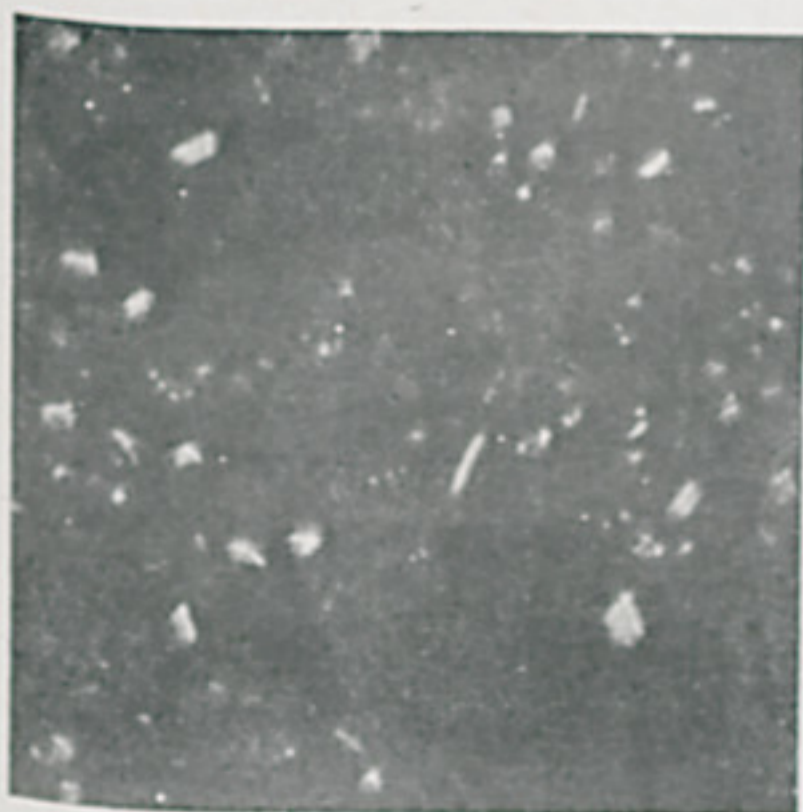
Precipitado de sulfato de estrychnina



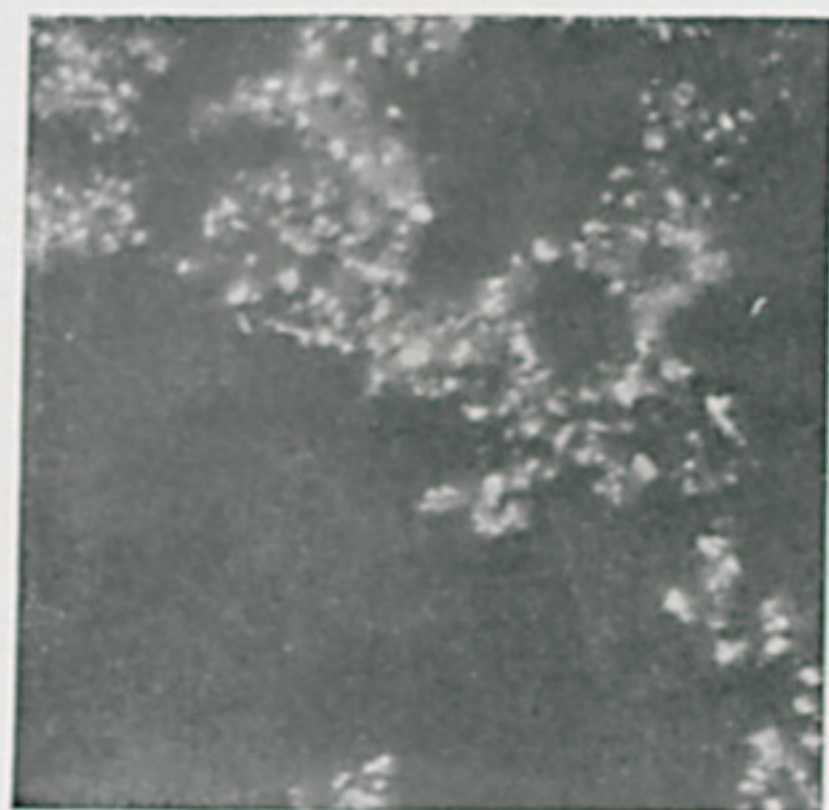
Precipitado de chlorhydrato de estrychnina



Precipitado de nitrato de estrychnina



Precipitado de phosphato de estrychnina



Precipitado de glycerophosphato de estrychnina