

Zeitschrift: Saussurea : journal de la Société botanique de Genève
Herausgeber: Société botanique de Genève
Band: 3 (1972)

Artikel: Dosage spécifique du (+)-catéchol dans certaines drogues à l'aide de la spectrophotométrie par réflexion diffuse
Autor: Waldren, A. / Meyer, Ch. / Kapétanidis, I.
DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-1099327>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. [Mehr erfahren](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. [En savoir plus](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. [Find out more](#)

Download PDF: 17.04.2026

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Dosage spécifique du (+)-catéchol dans certaines drogues à l'aide de la spectrophotométrie par réflexion diffuse

A. WALDREN, CH. MEYER, I. KAPÉTANIDIS & A. MIRIMANOFF

RÉSUMÉ

Nous avons élaboré une méthode fondée sur la chromatographie sur couche mince de cellulose et permettant de doser électivement le (+)-catéchol dans des drogues du type "gambir" ou "cachou". L'exactitude et la fidélité des résultats sont très satisfaisantes. Les autres dérivés polyphénoliques de poids moléculaire plus faible, ou les produits de condensation des catéchines n'interfèrent pas.

SUMMARY

We established a method based on cellulose thin-layer chromatography, allowing the specific determination of (+)-catechol in drugs such as "gambir" or "cachou". The accuracy and precision of the results are very satisfactory. The other polyphenic compounds of lower molecular weight, as well as condensation products of catechins do not interfere.

ZUSAMMENFASSUNG

Eine chromatographische Methode (Zellulose-Dünnschicht) wurde ausgearbeitet, welche zur spezifischen Bestimmung des (+)-Catechols in den Drogen des Typs Gambir und Cachou dient. Die Genauigkeit und die Reproduzierbarkeit der Resultate sind sehr befriedigend. Die weiteren Polyphenolderivate von niedrigerem Molekulargewicht und die Kondensationsprodukte der Catechine interferieren nicht.

Introduction

Le dédoublement d'un système racémique ou, plus généralement, la séparation quantitative de deux antipodes optiques mélangés en quantités non équimoléculaires en vue de leur dosage individuel, constitue un problème qui n'a pas

encore été résolu de manière satisfaisante, malgré la mise à contribution exhaustive de diverses méthodes chromatographiques, et l'emploi de phases stationnaires optiquement actives (Losse & Kuntze 1970).

La complexité de ce problème s'accroît davantage lorsqu'on se trouve en présence d'un mélange de deux paires d'antipodes optiques et que les formes énantiomorphiques de la première sont simultanément des diastéréomères des deux formes de la seconde paire. Tel est le cas des catéchols et épicatechols.

S'il est reconnu que les végétaux ne produisent généralement que le (+)-catéchol et le (-)-épicatechol, il n'est pas rare de rencontrer des énantiomères de ces corps dans les drogues riches en catéchines *sensu lato*, telles que le "gambir" ou le "cachou". En effet, la facilité d'épimérisation des flavanols et la préparation, pour le moins artisanale, de ces drogues, conduisent invariablement à l'obtention de mélanges binaires ou ternaires (plus rarement quaternaires) des quatre isomères possibles du pentahydroxy-3,5,7,3',4' flavane.

Dans une vaste étude consacrée à l'analyse qualitative et quantitative de ces drogues, nous avons exploré les possibilités offertes par la chromatographie en phase gazeuse et sur couche mince. Nous consignerons dans une publication ultérieure l'ensemble de nos observations à ce sujet.

Nous nous limiterons, dans le présent mémoire, au dosage spécifique du (+)-catéchol dans les drogues citées plus haut.

Partie expérimentale

Extraction et purification de la drogue

Placer 100 à 500 mg de drogue, finement pulvérisée et pesée à 0.5 mg près, dans un creuset à fond filtrant G2 (par ex. du type G20 Schoot und Gen.). Recouvrir la drogue avec un peu de laine de verre préalablement lavée avec le solvant d'extraction. Suspendre le creuset sous un petit réfrigérant à reflux et adapter celui-ci à un ballon rond de 25 ml contenant un mélange de 1 ml d'acétone p.a. et de 9 ml de diéthyléther exempt de peroxydes (solvant d'extraction). Chauffer à ébullition et extraire ainsi durant 3 h. Evaporer à sec l'extrait ("Rotavapor"), et reprendre le résidu par 100.0 ml de méthanol p.a. Conserver cette solution (S) à environ 0° et à l'obscurité jusqu'au moment de l'analyse.

Séparation chromatographique du (+)-catéchol

Phase fixe

Mélanger, pendant 1 min, 20 g de cellulose MN300 et 126 ml d'eau à l'aide d'un appareil du type "Bamix". Etaler la pâte sur 5 plaques de 20 x 20 cm; épaisseur de la couche humide: 0.5 mm. Sécher 30-40 min à l'air, puis 40 min dans une étuve à 115°.

Phases mobiles I et II (PM-I et PM-II)

PM-I: eau distillée d'octanone-2 (méthyl-n-hexyl-cétone).

PM-II: acide formique à 100%: 2 ml; eau distillée: q.s.p. 100 ml.

Révéléateur

Sel de bleu solide B, solution aqueuse à 0.5% (p/v). Ne l'utiliser que 1½-2 h après préparation.

Solutions de référence

Préparer 4 solutions méthanoliques de (+)-catéchol à la concentration de 0.2(S₂)-0.3(S₃)-0.4(S₄) et 0.5(S₅) µg/µl. Les conserver à 0° et à l'obscurité et les renouveler chaque semaine.

Mode opératoire

Ligne de départ à 2 cm du bord inférieur. Enlever soigneusement 1 cm de couche mince sur les deux bords latéraux, parallèlement au sens de la migration. Distance entre 2 taches successives: 2 cm.

Porter sur la chromatoplaque 1 µl de chacune des solutions de référence et de la solution à analyser selon le schéma ci-après:



Introduire alors la chromatoplaque dans une cuve de 20 x 20 x 10 cm non revêtue de papier filtre, et garnie de 80 ml de la PM-I. Laisser migrer la phase mobile jusqu'au front tracé 16 cm au-dessus de la ligne de départ. Sécher ensuite pendant 10 min dans une étuve à 115° et refroidir rapidement dans un courant d'air.

Introduire la chromatoplaque dans une autre cuve identique à la première, mais garnie de 80 ml de la PM-II. Laisser migrer celle-ci comme la première, puis sécher le chromatogramme 15 min à 115°. Refroidir rapidement dans un courant d'air froid, puis vaporiser uniformément sur la couche mince, d'une distance de 50-70 cm, environ 20 ml de révélateur. Sécher dans un courant d'air tiède et laisser à l'obscurité pendant 20-30 min.

Le (+)-catéchol migre le plus haut, ($R_f \approx 0.52$) et donne une tache suffisamment séparée de celles de ses 3 isomères pour qu'il puisse être dosé. Le R_f du mélange (-)-catéchol et (-)-épicatechol est de 0.44 environ, alors que celui du (+)-épicatechol est de l'ordre de 0.38 (comète).

Dosage

Procéder aux mesures de la réflexion diffuse des 8 taches, par balayage au moyen d'un faisceau lumineux de forme rectangulaire (10 x 0.01 mm) à 530 nm.

Vitesse de balayage: 3 cm/min; vitesse d'enregistrement 12 cm/min; sensibilité 10/10/I; spectrophotomètre pour chromatoplaques Zeiss; enregistreur Hitachi-Perkin-Elmer 165.

Mesurer les aires délimitées par la ligne de base et la courbe correspondant à chaque tache, et lever ces valeurs au carré. Etablir alors la courbe d'étalonnage (dont la pente varie de manière significative d'une chromatoplaque à l'autre).

Pour les quantités choisies, le carré de la surface du pic (A^2) est relié à la quantité de la substance ($x \mu\text{g}$) par la relation $(A^2) = bx+a$, où b représente la pente et a un facteur variable dépendant du bruit de fond du chromatogramme examiné.

Calculs et analyse statistique des résultats

Soient A_2^2 , A_3^2 , A_4^2 et A_5^2 les carrés des surfaces des 5 pics de référence et A_m^2 la moyenne des carrés des pics dus au (+)-catéchol de la solution à analyser S , dont on dépose 3 fois $1 \mu\text{l}$ sur la chromatoplaque.

La teneur en (+)-catéchol peut être facilement calculée par construction de la courbe d'étalonnage à l'aide des valeurs A_2^2 à A_5^2 . Toutefois, il est préférable de tracer la droite de régression, dont les différents paramètres renseignent de manière précise sur la réussite du dosage.

Nous avons calculé 24 droites de régression et procédé aux examens statistiques ci-dessous:

1. Test de linéarité: très significatif pour les 4 isomères pris isolément; idem pour le (+)-catéchol mélangé à ses 3 isomères.
2. Test de parallélisme: la pente varie de manière très significative d'une chromatoplaque à l'autre, d'où nécessité d'établir une nouvelle droite de régression pour chaque chromatoplaque.
3. Homogénéité des y_{ij} autour des moyennes correspondant aux abscisses x_i à x_j et ceci pour l'ensemble des mesures et sur toute l'étendue des quantités utilisées ($0.2-0.5 \mu\text{g}$) pour ces expériences.
4. Test de Bartlett. Homogénéité des dispersions des y ($s_{y,x}^2$), propres à chacune des 24 droites de régression.

Le tableau 1 résume un exemple de calcul. Lorsque l'indice de détermination (r_2) est égal ou supérieur à 0.99, les limites de confiance ($P = 0.05$) sont beaucoup plus serrées.

Nous remercions vivement Monsieur P. Vuagnat, chargé de cours, qui a bien voulu superviser l'élaboration statistique de nos résultats. Nos remerciements vont également à Monsieur E. Doelker, Dr ès sc. pharm., qui a aimablement établi les programmes en langage "Fortran" pour les nombreux calculs qu'a exigé la partie statistique de la présente étude.

Exemple de droite de régression pour le (+)-catéchol

Données expérimentales	x_i	0.20	0.30	0.30	0.30	0.40	0.50	0.50	(μg de catéchol)
	y_i	0.003300	0.004914	0.009193	0.008699	0.013090	0.016840	0.017857	(pics en g^2 *)

$N = 7$ $F_{0.05} = 6.607$ $n_1 = 1$ $n_2 = 5$

$Sx_i = 2.400000$ $x = 0.342857$ $Sy_i = 0.0738937$ $y = 0.0105562$ $Sx_i^2 = 5.76000$ $Sy_i^2 = 0.00546027$

$Sx_i^2 = 0.92000$ $Sy_i^2 = 0.000969034$ $Sx_i y_i = 0.0295951$ $Sxx = 0.0071429$ $Syy = 0.000188995$ $Sxy = 0.00426009$

$b_{yx} = 0.0438539$ $a = -0.00447937$ $r = 0.994233$ $r^2 = 0.988499$ $s_{y \cdot x} = 659.345 \times 10^{-6}$ $s_{x \cdot y}^2 = 0.437735 \times 10^{-6}$

$Y = b_{yx} X + a$

Valeurs calculées		Limites de confiance ($P = 0.05$)			
Y	X	min. abs.	max. abs.	min. rel. (%)	max. rel. (%)
4×10^{-3}	0.193	0.167	0.215	-13.6	+11.2
6×10^{-3}	0.239	0.218	0.257	- 8.9	+ 7.6
8×10^{-3}	0.285	0.267	0.300	- 6.1	+ 5.5
10×10^{-3}	0.330	0.315	0.345	- 4.5	+ 4.4
12×10^{-3}	0.376	0.361	0.392	- 3.9	+ 4.2
14×10^{-3}	0.421	0.405	0.440	- 3.9	+ 4.5
16×10^{-3}	0.467	0.447	0.490	- 4.2	+ 5.0
18×10^{-3}	0.513	0.489	0.541	- 4.5	+ 5.6

* Intégration par photocopie et pesée des pics découpés; 5.0000 g de papier = 623.7 cm^2 .

Tableau 1

BIBLIOGRAPHIE

Losse, G. & K. Kuntze (1970) Chromatographische Spaltung von Racematen. *Zeitschrift für Chemie* 10: 22-29.