

Title	調剤用蒸留水に関する研究：微量金属による汚染に就いて
Sub Title	Studies on distilled water for compounding. : contamination of water by microamount of metals.
Author	久保, 文苗(Kubo, Fuminae) 金久保, 好男(Kanakubo, Yoshio)
Publisher	共立薬科大学
Publication year	1955
Jtitle	共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.1 (1955.) ,p.13- 16
JaLC DOI	
Abstract	
Notes	
Genre	Technical Report
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000001-0013

慶應義塾大学学術情報リポジトリ(KOARA)に掲載されているコンテンツの著作権は、それぞれの著作者、学会または出版社/発行者に帰属し、その権利は著作権法によって保護されています。引用にあたっては、著作権法を遵守してご利用ください。

The copyrights of content available on the Keio Associated Repository of Academic resources (KOARA) belong to the respective authors, academic societies, or publishers/issuers, and these rights are protected by the Japanese Copyright Act. When quoting the content, please follow the Japanese copyright act.

their specific heat is taken into the consideration. However, the time difference became larger than in the case of water when the steaming kettle was used. This was assumed to be due to the absence of counter-current motion by the slow heating and the desired result was obtained by effecting agitation.

調剤用蒸留水に関する研究*

微量金属による汚染に就いて

久保文苗, 金久保好男

Fuminae KUBO and Yoshio KANAKUBO: Studies on Distilled Water
for Compounding.

Contamination of Water by Microamount of Metals.

緒言

常用蒸留水につきフェノールフタリン反応(以下 ph 反応と略)を行つてみたところ強陽性を示したので, これは Cu 製蒸留器よりの Cu イオンの汚染によるのではないかという予想の許に, ph 反応による Cu の定量に関しては後藤等¹⁾の報告があるが, 市販の薬局方蒸留水, 滅菌蒸留水, 注射用蒸留水都内数カ所の病院薬局等の常用蒸留水について ph 反応を行い, 陽性を示すことを見出したので, これと平行してジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム法(以下 D.D.C. 法と略)による比色定量を行い, 併せて pH 及び電気伝導度を測定してその間の関係を考察した。

使用器具, 試薬とその調製法及び実施法

a ガラス電極 pH メーター (東亜電波製 HM-3 型)

b 電気水質計 (日本オルガノ商会製 一般用)

c ph 反応: 服部等²⁾の報告に従つた。機構その他については石館, 岡野等³⁾の報告がある。

ph 試液の調製: フェノールフタレイン 2g を水 100 cc に溶解し, 水酸化カリウム 20g, 亜鉛末 10g を加えて加熱脱色せしめ, 冷後蒸発した水を補つて原容に復し, Zn 末を加え密栓して着色瓶に貯える。

実施法: 検液 10 cc を 10 cc の標線付比色試験管にとり, ph 試液 5 滴, 30% 酢酸 2 滴及び 3% 過酸化水素水 3 滴を加えて, 10^{-6} mol 硫酸銅溶液を標準として比色し, 同一発色をする迄の稀釈倍率を求め, Cu 量に換算する。

実施上の注意事項

1 蒸留水は必ず硝子製蒸留器で再蒸留した新鮮なものを用いる。

* 日本薬剤師協会雑誌 7, 増 No. 2, 19(1955) に発表。

1) 後藤秀弘, 武者宗一郎: 日本化学会誌 66, 37(1945)。

2) 服部安蔵, 秋葉朝一郎: 薬学雑誌 72, 572(1947); 服部安蔵, 岩永仁子: 栄養と食糧 7, No. 2, 5(1954)。

3) 石館守三, 岡野定輔: 薬学雑誌 63, 220(1943)。

14 (1955)

2 室温 15~25° に於いて 10 分後に検する。

3 ph 試液は空気酸化を受けて着色し易いから常に亜鉛末を加え着色瓶に入れて保護し、なるべく空気との接触を避けるようにし、ピペットは使用の都度水洗し試液滴下の際は管壁流下を避けて液面の中央に静かに滴下し静置して輪帯をつくらせる。

d イオン交換樹脂

陽イオン交換樹脂： **ダイヤイオン BK**

陰イオン交換樹脂： **アンバーライト IRA 400**

脱著液： 5% 硫酸ナトリウム溶液

実施法： イオン交換樹脂塔（各 4 cc 宛充填）に ph 反応陽性蒸留水 50 cc を 1 cc/分 の割合で流下させ、流下液について ph 反応を行う。

e Cu 定量法 (D.D.C. 法)

1. **四塩化炭素**： 市販品（試薬 1 級）約 1 kg を 1 l 分液漏斗にとり、濃硫酸数 cc を加えて振盪し、硫酸層は除去し、硫酸層が着色しなくなる迄この操作をくり返し、水約 100 cc を加えて振盪後分液する洗滌操作を 2 回くり返す。次に水酸化ナトリウム溶液（20~30%）約 50 cc を加えて前と同様にして振盪分液を 2 回行い、更に水を加えて同様に 2~3 回洗滌してから脱水した塩化カルシウムを加えて脱水し蒸留する。

2. **水**： C 項 1 の再蒸留水を使用する。

3. **アンモニア水**： アンモニア水（特級）を加温し生成したアンモニアガスを再蒸留水に吸収飽和さす。

4. **稀アンモニア水**： (1:200)

5. **4% ヒドロキシラミン溶液**： 4 g の塩酸ヒドロキシラミンに再蒸留水を加えて 100 cc とする。

6. **1% D.D.C. 溶液**： 1 g の D.D.C. に再蒸留水を加えて 100 cc とし着色瓶に入れ氷室に貯える。

7. **Cu 標準溶液**： 結晶硫酸銅（特級）2.4969 g をとり水を加えて 1 l とする。これを更に稀釈して 10^{-5} 、 10^{-6} mol 溶液として使用する。

実施法： 微量の Cu の定量にはジチゾン法もあるが、ジチゾン法では場合により色調が異なり、正確な定量を期待出来なかつたので、村上⁴⁾の方法に従い D.D.C. 法を実施した。

検液 10 cc を 50 cc 分液漏斗にとり、稀アンモニア水を加えてリトマスアルカリ性とし、更に 0.2 cc 過剰に加え、次に 4% ヒドロキシラミン溶液 2 cc 及び 1% D.D.C. 溶液 1 cc を加える。この際 Cu があれば黄褐色を呈する。これに四塩化炭素約 7 cc を加え烈しく振盪し、四塩化炭素層に転溶させ、これを 10 cc のメスフラスコにとり、分液漏斗内の残液は少量の四塩化炭素で再び抽出し、抽出液及び分液

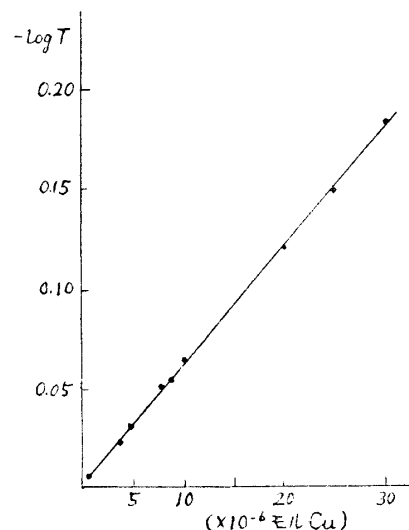


Fig. 1

4) Yukio Murakami: Bulletin of the Chemical Society of Japan 23, No. 1, 3(1950).

漏斗の脚部の洗液を集め、四塩化炭素を加えて 10 cc とし、混濁した場合は定量用濾紙で濾過し、430 m μ のフィルターを用い、光電比色計（東京光電研究所製）により比色を行う。この際の標準曲線は Fig. 1 のようである。

実 験 の 部

a イオン交換樹脂の使用

1. 陽イオン交換樹脂塔流下液は pH 反応 (-)
 2. 陰イオン交換樹脂塔流下液は pH 反応 (+) であり、流下前液と呈色度の差は殆んど認められない。
1. を 5% 硫酸ナトリウム溶液で脱着させた液は pH 反応 (+) となり、流下前液と呈色度の差は殆んど認められない。

b 各種蒸留水についての測定

結果は下表の如し。

検 体	(i) pH	(ii) 電気伝導度 (25°C)($\mu\sigma$)	(iii) pH 反応 (Cu mol)	(iv) D.D.C. 法 (Cu mol)
A社薬局方蒸留水	5.6	2.3	(-)	0
B社薬局方蒸留水	5.7	2.6	(-)	0
C社注射用蒸留水 (20 cc 入)	6.1	3.1	(\pm)	0
同 上 (5 cc 入)	6.4	6.2	(\pm)	0
D社注射用蒸留水(ペニシリン溶解用 5 cc 入)	6.1	9.8	(\pm)	0
E社注射用蒸留水 (5 cc 入)	5.8	6.0	(\pm)	0
F社薬局方蒸留水	5.8	4.8	10.0×10^{-6}	4.0×10^{-6}
同上 滅菌蒸留水 (5 cc 入)	6.1	8.8	10.0×10^{-6}	3.0×10^{-6}
同 上 (20 cc 入)	5.8	3.2	10.0×10^{-6}	3.0×10^{-6}
常用蒸留水	5.2	4.3	3.3×10^{-6}	1.0×10^{-6}
A病院蒸留水	5.5	1.6	1.0×10^{-6}	0.5×10^{-6}
同上 再蒸留水	6.0	4.6	17.5×10^{-6}	18.0×10^{-6}
B病院蒸留水	6.2	7.2	3.3×10^{-6}	1.0×10^{-6}
同上 再蒸留水	6.2	1.7	1.7×10^{-6}	1.5×10^{-6}
C病院蒸留水	6.3	14.5	10.0×10^{-6}	6.0×10^{-6}
同上 再蒸留水	6.2	3.1		
10^{-6} mol 硫酸銅溶液	5.6	2.0		
再蒸留水	5.4	1.4		

c 加熱の pH 反応呈色に及ぼす影響

加熱によつて pH 反応の呈色は減弱する。そこで次のような実験を行つた。

- i) 常用蒸留水を 10 倍に希釈
 - ii) 10^{-6} mol 硫酸銅溶液
1. (i), (ii) 各 100 cc を 200 cc 三角フラスコにとり直火 30 分加熱し、冷後再蒸留水で原容に復した液について pH 反応を行つたところ (i) は (-) (ii) は (\pm)、何れもこの呈色は長時間放置によつて強くなる傾向がある。
 2. (i), (ii) 各 100 cc を同様三角フラスコにとり、水浴中 1 時間加熱し、冷後再蒸留水で原容に復し、pH 反応を行つたところ、(i), (ii) 共原液より呈色度は減少しているが、(-) にはならない。
 3. (i), (ii) 各 100 cc をアンプルに充填し、流通蒸気中で 1 時間加熱（流通蒸気滅菌法）冷後 pH 反応を

行つたところ, (i), (ii) 共呈色度は原液より減少しているが, (一) にはならず, 2 の場合とほぼ等しい呈色度を示した.

考 察

a 実験の部の a より ph 反応陽性物質は陽イオンであることが分る. 更にこれはジチゾン四塩化炭素溶液と振る場合, 四塩化炭素層に移行する.

b 実験の部の b の表より (iii) と (iv) の値は蒸留水の場合略々平行関係にあるが, 通常 (iii) > (iv) である. これは蒸留水中の ph 反応陽性物質は Cu イオンが主体であるが, そればかりではないことを示すものと考えられる. 因に常用蒸留水の分光分析による結果は次の如くである.

Ag	Al	As	Bi	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	K	Mg	Mn	Na	Ni	Pb	Sb	Si	Sn	Ti	V	Zn
+	M	-	M	+	+	-	M	S	M	?	+	W	W	-	M	-	S	-	+	-	W

註: S=強, M=中等度, W=弱, +=痕跡, ?=未確認

Fe 塩のカタラーゼ作用に Cu が助触媒として作用することは既に報告されている.⁵⁾ 従つて ph 反応による銅の換算値が D.D.C. 法によるより一般に高いのもこの辺に原因があるように思われる.

c 注射用蒸留水は一般に電気伝導度が大である. これは滅菌操作中にアンプルから電解質が溶出するためと考えられる. しかしそれはこの場合 ph に影響する程ではない.

d 加熱によつて ph 反応の呈色度が減ずるならば, 注射用蒸留水, 滅菌蒸留水等は加熱前の原液より呈色度が減じており, 場合によつては (一) になつていゝこともあると一応考えたが, 実験により流通蒸気滅菌法による位では大して減少しないことが分つたので, ph 反応はそれらの蒸留水にも適用することが出来る.

Summary

Phthalin reaction was carried out on distilled water and those given positive reaction were colorimetrically compared with the copper sulfate standard solution. This permitted approximation of the amount of copper contained, though not to the extent of quantitative determination. This is a simple reaction and could be carried out in hospital pharmacies. When distilled water giving positive phthalin reaction is used as a solvent, matter of storage must be taken into considerations if the solute is as stable a compound as phthalin.

5) 坂口武一, 田口清水: 薬学雑誌 73, 558(1953).