

Title	次亜ヨウ素酸法による還元糖定量の検討
Sub Title	Studies on the determination of reducing sugars by hypiodite method.
Author	友田, 正司(Tomodara, Masashi)
Publisher	共立薬科大学
Publication year	1962
Jtitle	共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.6(1961)/7(1962) ,p.20- 31
JaLC DOI	
Abstract	
Notes	
Genre	Technical Report
URL	<a href="https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000006-0020">https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000006-0020</a>

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.

96~97°。

**試薬濃度と glucose による呈色度の関係** glucose を検体として各試薬の多価フェノールの量を変えた場合の極大吸収波長における吸光度の変化を Fig. 10 に示す。

**Phloroglucinol 試薬量と呈色度の関係** phloroglucinol 試薬を用いた場合に試薬と検液の量比を変えた場合の極大吸収波長における吸光度を、加熱終了後室温に放置して経時的に測定し比較した結果を Fig. 11 に示す。

実験に協力された木村正子氏に深謝致します。

### Summary

The degree of coloration, specificity and stability of pentose with various compositions in different heating period of the various polyphenol reagents in the mixed solvent of hydrochloric acid and acetic acid have been investigated. The activity of resorcinol and orcinol in diphenol group has been observed as a coloration reagent and the isomers of triphenol were found to be effective for coloration reagent. Because of the instability of hydroxyhydroquinone, its triacetate was used for the test. All of the compounds examined possess two hydroxyl groups commonly at *meta* position, which were considered to be related closely to the coloration reaction. An optimal condition of polyphenols for the colorations is: resorcinol reagent showed a low degree of coloration; phloroglucinol and hydroxyhydroquinone reagent showed unstable coloration; orcinol reagent was superior to the specificity, though the degree of coloration was low; and pyrogallol reagent had a high degree of coloration, being inferior to the specificity. It was concluded that the phenolic compounds mentioned above were available to the quantitative colorimetry of pentose.

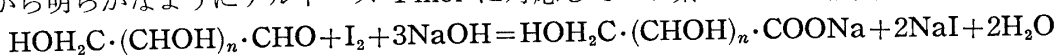
### 次亜ヨウ素酸法による還元糖定量の検討\*

友田正司

Studies on the Determination of Reducing Sugars by Hypiodite Method.

Masashi TOMODA

アルカリ性ヨウ素溶液を還元糖に作用させた場合に次亜ヨウ素酸塩の生成によりアルドースがアルドン酸に酸化されることを利用した次亜ヨウ素酸法は、ケトースがこの条件で反応しないので Willstätter 等<sup>1)</sup> がグルコース定量に用いて以来アルドースの定量法として知られている。反応式から明らかのようにアルドース 1 mol に対応してヨウ素 1 mol が消費される。

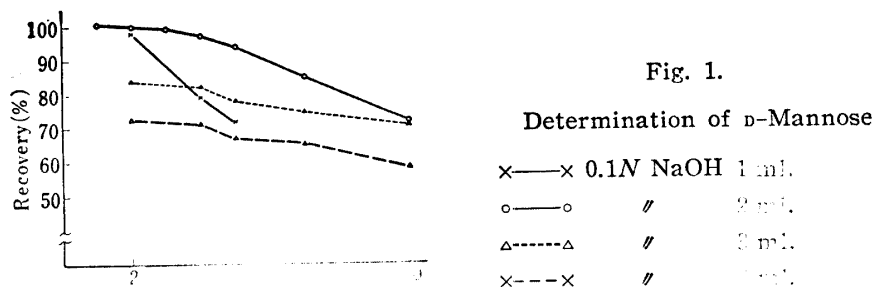


Kline 等<sup>2)</sup> は過剰酸化を防ぐためにヨウ素とアルカリを分割して交互に加える方法を発表し、検体と試薬量の関係や作用時間についてもかなり厳密に規定しているが、著者の追試結果では原法のように検体量を規定する意義は認められず、ヨウ素とアルカリを分割使用する効果も認

\* 薬学雑誌 80巻12号に発表

められなかつた。Kline 等の条件ではマンノースは定量的に反応しないが、この点について Collins<sup>3)</sup> はアルカリとして *N* 炭酸ナトリウム液を使用してマンノース定量が可能であると報告し、またすでに大槻<sup>4)</sup> はアルカリが過剰に存在するとマンノースが定量的に反応しないことを指摘している。アルカリとして硼砂、燐酸塩、炭酸ナトリウム-重炭酸ナトリウム緩衝液を用いた例<sup>5-7)</sup> もあるが、大槻は硼砂、燐酸塩は不適當であることを報告し、また炭酸塩や緩衝液は反応に長時間を要するので、著者はアルカリとして 0.1*N* 水酸化ナトリウム液を使用し、各種の糖質、並びに食品分析等で共存の可能性がある蛋白質等の影響をみるためにアルブミンおよびグリシンについて、アルカリ量、検体量、反応時間、温度について検討した。従来文献には多数の糖質について検体量を系統的にかえてアルカリの影響を比較したものは見当らず反応温度も明瞭でない。

著者は検液 4 ml に 0.1*N* ヨウ素液 2 ml および 0.1*N* 水酸化ナトリウム液 2 ml を加えて混合し、15° に 20 分間放置後塩酸を加えて酸性とし、0.01*N* チオ硫酸ナトリウム液で滴定する方法を標準条件とした。Fig. 1 はマンノースを検体としてこの条件で定量した場合およびアルカ



リ量をかえて 1, 3, および 4 ml 使用した場合の結果を示す。また Table I はマンノースを検体として標準条件で定量した場合および放置時間を 10, 20 および 30 分とした場合の比較であり、10 分では反応時間は充分でないが 20 および 30 分では殆んど差が認められず、検体少量のときは 30 分では過剰酸化のおそれがある。Table II はグルコースを検体とした場合で 20 および 30 分で殆んど差はなく、またこの場合は 10 分でもかなり定量的に反応することが認められる。

Fig. 2 は検体としてグルコースおよびガラクトースを用いた場合の標準条件およびアルカリ量を 3 および 4 ml とした条件による定量結果を示す。Fig. 3 はアラビノースおよびキシロースを検体として同様に行なつた定量結果であり、Fig. 4 はリボースおよびラムノースを検体として標準条件およびアルカリ量を 1, 3, 4 ml にかえてそれぞれ反応させた結果である。リボースおよびラムノースに対してマンノースと同様なアルカリの影響が認められる。Fig. 5 はマルトースおよびラクトースを検体とした場合、Fig. 6 はグルクロン酸およびアスコルビン酸を検体とし

- 1) R. Willstätter, G. Schudel: Ber. 51, 780(1918).
- 2) G. M. Kline, S. F. Acree: Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 2, 413(1930).
- 3) J. R. Collins: Anal. Chim. Acta 9, 500(1953) (C.A. 48, 5738a(1954)).
- 4) 大槻: 日化 55, 538(1934).
- 5) F. Auerbach, E. Bodläuder: Z. angew. Chem. 36, 602(1923).
- 6) M. Lüdtkke: Ann. 456, 219(1927).
- 7) E. L. Hirst, L. Hough, J. K. N. Jones: J. Chem. Soc. 1949, 928.

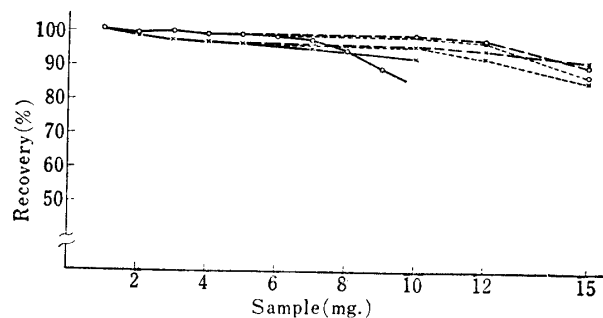


Fig. 2. Determination of D-Glucose and D-Galactose

○—○ Glucose (NaOH 2 ml.)  
 ○- - -○ " ( " 3 ml.)  
 ○· · ··○ " ( " 4 ml.)  
 ×—× Galactose (NaOH 2 ml.)  
 ×- - -× " ( " 3 ml.)  
 ×· · ··× " ( " 4 ml.)

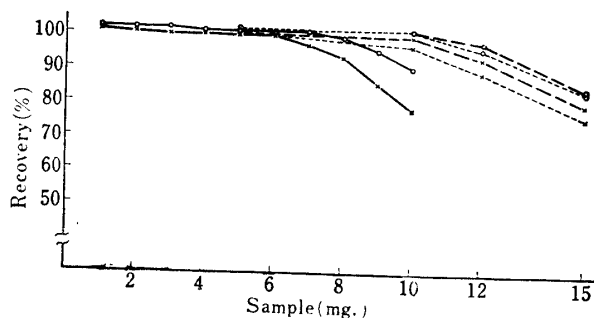


Fig. 3. Determination of L-Arabinose and D-Xylose

○—○ Arabinose (NaOH 2 ml.)  
 ○- - -○ " ( " 3 ml.)  
 ○· · ··○ " ( " 4 ml.)  
 ×—× Xylose (NaOH 2 ml.)  
 ×- - -× " ( " 3 ml.)  
 ×· · ··× " ( " 4 ml.)

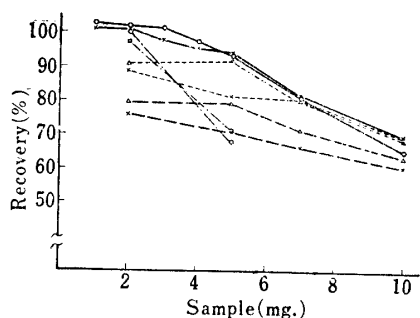


Fig. 4. Determination of D-Ribose and L-Rhamnose

○· · ··○ Ribose (NaOH 1 ml.)  
 ○—○ " ( " 2 ml.)  
 △- - -△ " ( " 3 ml.)  
 △· · ··△ " ( " 4 ml.)  
 ×· · ··× Rhamnose (NaOH 1 ml.)  
 ×—× " ( " 2 ml.)  
 ×- - -× " ( " 3 ml.)  
 ×· · ··× " ( " 4 ml.)

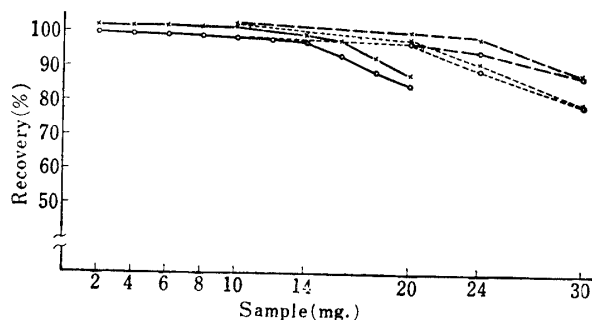


Fig. 5. Determination of Maltose and Lactose

○—○ Maltose (NaOH 2 ml.)  
 ○- - -○ " ( " 3 ml.)  
 ○· · ··○ " ( " 4 ml.)  
 ×—× Lactose (NaOH 2 ml.)  
 ×- - -× " ( " 3 ml.)  
 ×· · ··× " ( " 4 ml.)

Table I. Determination of D-Mannose

Weighed amount (mg.)	Reaction time (min.)	0.1N I <sub>2</sub> consumed (ml.)	Found by titration (mg.)	Recovery (%)
1	10	0.105	0.945	94.5
	20	0.112	1.008	100.8
	30	0.114	1.026	102.6
2	10	0.213	1.917	95.9
	20	0.222	1.998	99.9
	30	0.224	2.016	100.8
3	10	0.314	2.826	94.2
	20	0.332	2.988	99.2
	30	0.333	2.997	99.9

4	{	10	0.415	3.735	93.4
		20	0.434	3.906	97.7
		30	0.435	3.915	97.9
5	{	10	0.494	4.446	88.9
		20	0.522	4.698	94.0
		30	0.522	4.698	94.0
7	{	10	0.622	5.598	79.9
		20	0.662	5.958	85.1
		30	0.662	5.958	85.1
10	{	10	0.760	6.840	68.4
		20	0.800	7.200	72.0
		30	0.803	7.227	72.3

Table II. Determination of D-Glucose

1	{	10	0.110	0.990	99.0
		20	0.112	1.008	100.8
		30	0.112	1.008	100.8
2	{	10	0.200	1.980	99.0
		20	0.221	1.989	99.4
		30	0.222	1.998	99.9
3	{	10	0.324	2.916	97.2
		20	0.334	3.006	100.2
		30	0.336	3.024	100.8
4	{	10	0.434	3.906	97.6
		20	0.442	3.978	99.4
		30	0.443	3.987	99.7
5	{	10	0.544	4.896	97.9
		20	0.553	4.977	99.5
		30	0.554	4.986	99.7
7	{	10	0.757	6.813	97.3
		20	0.762	6.858	98.0
		30	0.764	6.876	98.2
10	{	10	0.923	8.307	83.1
		20	0.948	8.532	85.3
		30	0.952	8.568	85.7

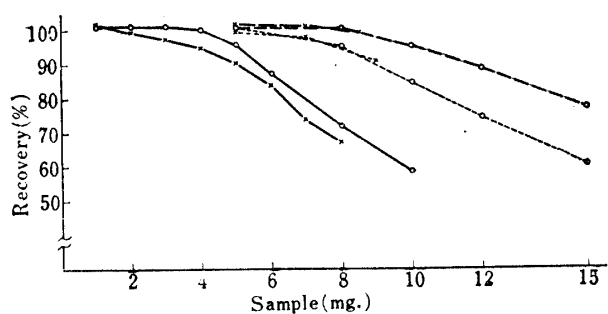


Fig. 6. Determination of D-Glucuronolactone and L-Ascorbic Acid

○—○ Glucuronolactone (NaOH 2 ml.)  
 ○- - -○ " ( " 3 ml.)  
 ○- - -○ " ( " 4 ml.)  
 ×—× Ascorbic acid (NaOH 2 ml.)  
 ×- - -× " ( " 3 ml.)  
 ×- - -× " ( " 4 ml.)

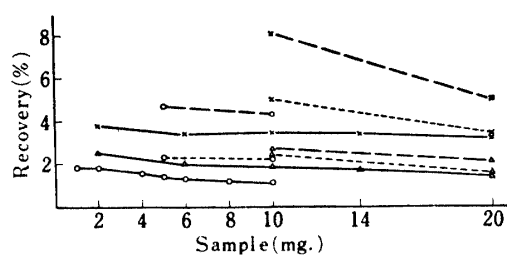


Fig. 7. Reaction of D-Fructose, Sucrose, and Raffinose

○—○ Fructose (NaOH 2 ml.)  
 ○- - -○ " ( " 3 ml.)  
 ○- - -○ " ( " 4 ml.)  
 △—△ Sucrose (NaOH 2 ml.)  
 △- - -△ " ( " 3 ml.)  
 △- - -△ " ( " 4 ml.)  
 ×—× Raffinose (NaOH 2 ml.)  
 ×- - -× " ( " 3 ml.)  
 ×- - -× " ( " 4 ml.)

た場合の結果で、アスコルビン酸は 1 mol 当たりヨウ素 2 mol を消費して定量的に反応する。検体量に対してアルカリが少ないときは定量的に反応しない。Fig. 7 はケトースであるフラクトースおよび非還元糖である蔗糖およびラフィノースについてヨウ素の消費量を求めた結果である。蔗糖およびラフィノースの recovery はこれ等の糖自体についてのものであるから、これ等がアルド単糖類と共存した場合にアルドース定量値に影響する値は図示された数値よりはかなり小となる。Fig. 8 はグルコサミン塩酸塩、アルブミン、およびグリシンを検体とした場合のヨウ素消費量を求めた結果で、アルブミンおよびグリシンの recovery は同量のヘキソースに換算した値である。

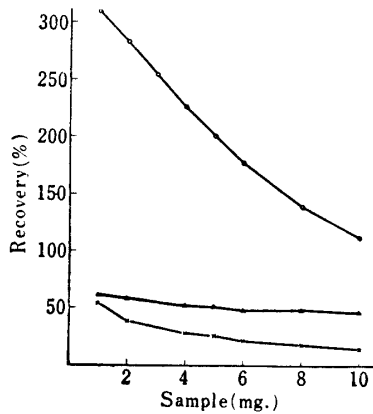


Fig. 8.  
Reaction of D-Glucosamine·HCl, Albumin,  
and Glycine  
○—○ Glucosamine·HCl (NaOH 2 ml.)  
△—△ Albumin (NaOH 2 ml.)  
×—× Glycine (NaOH 2 ml.)  
(The recovery of albumin and glycine  
converted into that of hexose)

以上の結果から 2% 前後の誤差を許容した場合、それぞれの条件による各糖質の定量可能な検体量は Table III に示す通りである。

Table III. Determinable Limit of Samples

Reaction conditions		Substance	Range (mg.)		
0.1 N NaOH (ml.)	Temp. (°C)				
2	15	D-Glucose	1~7		
		D-Galactose	1~4		
		D-Mannose	1~4		
		L-Arabinose	1~8		
		D-Xylose	1~6		
		D-Ribose	2~4		
		L-Rhamnose	1~3		
		Maltose	2~12		
		Lactose	2~16		
		D-Glucuronolactone	1~4		
		L-Ascorbic acid	1~3		
		3	15	D-Glucose	1~12
				D-Galactose	1~4
L-Arabinose	1~11				
D-Xylose	1~8				
Maltose	2~20				
Lactose	10~20				
D-Glucuronolactone	1~7				
L-Ascorbic acid	1~7				
4	15	D-Glucose	1~12		
		D-Galactose	1~4		
		L-Arabinose	1~12		
		D-Xylose	1~10		
		Maltose	2~20		
		Lactose	12~24		
		D-Glucuronolactone	1~9		
L-Ascorbic acid	1~8.5				

0.1N 水酸化ナトリウム液が3および4 ml の場合はマンノース, リボース, ラムノースは定量不可能であり, しかも他の糖とは逆にアルカリが増すと recovery が低下している. これ等の糖と他のアルドースを比較すると, この3種の糖は2, 3位の水酸基が *cis* 型であり, 他のアルドースは *trans* 型である点を構造上の差異として指摘できる. 著者は以上記載した以外の糖質については実験できなかつたが, Hirst 等<sup>7)</sup>の結果では (アルカリとして炭酸ナトリウム重炭酸ナトリウム緩衝液を用いるが) D-lyxose および D-talose も定量的に反応していないが, この2種の糖も2, 3位の水酸基は *cis* 型である点一致している.

標準条件において反応を 30° で行なつた場合の結果を Table IV に示す, アルドース中アラビノース, リボース, ラクトースの少量の場合は 30° ではやや過剰酸化が認められるが, 他の場合には殆んど影響ない. ケトースおよび非還元糖のヨウ素消費量は温度の上昇およびアルカリの増加に伴つてかなり増大する.

Table IV. Determination of Sugars at 30°

Substance (mg.)		0.1 N I <sub>2</sub> consumed (ml.)	Found (mg.)	Recovery (%)
D-Glucose	2	0.224	2.016	100.8
	5	0.555	4.995	99.9
D-Galactose	2	0.220	1.980	99.0
	5	0.541	4.869	97.4
D-Mannose	2	0.222	1.998	99.9
	5	0.522	4.698	94.0
L-Arabinose	2	0.275	2.062	103.1
	5	0.676	5.070	101.4
D-Xylose	2	0.272	2.040	102.0
	5	0.670	5.025	100.5
D-Ribose	2	0.275	2.062	103.1
	5	0.640	4.800	96.0
L-Rhamnose (C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>5</sub> + H <sub>2</sub> O)	2	0.223	2.029	101.4
	5	0.520	4.732	94.6
D-Glucuronolactone	2	0.233	2.050	102.5
	5	0.561	4.936	98.7
Maltose (C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub> + H <sub>2</sub> O)	4	0.222	3.996	99.9
	10	0.558	10.044	100.4
Lactose (C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub> + H <sub>2</sub> O)	4	0.229	4.122	103.0
	10	0.565	10.170	101.7
D-Fructose	2	0.007	0.063	3.1
	5	0.016	0.134	2.7
Sucrose	6	0.012	0.205	3.4
	10	0.018	0.308	3.1
Raffinose	6	0.024	0.605	10.1
	10	0.033	0.832	8.3

ヨウ素液と水酸化ナトリウム液を同量用いた標準条件と, アルカリを1.5~2倍用いた場合について結果を比較すると, グルコース, アラビノース, キシロース, マルトース, ラクトース, グルクロン酸, アスコルビン酸についてはアルカリ量が多い方が定量可能な検体量の範囲は広がるが, アルカリ量が多いときはマンノース, リボース, ラムノースは定量できず, ケトースおよび非還元糖によるヨウ素消費量も大になるので標準条件よる劣ると考える.

## 実験の部

**Kline 等の方法追試結果** Kline 等<sup>2)</sup> の条件で 0.05M の検液を用い, 15° で反応を行なった結果を Table V に示す. この結果から 15° では放置時間 2 min. より 5 min. の方が適当と認められるので各種の糖質について 15°, 5 min. 放置の条件で測定した結果を Table VI に示す. 0.1N I<sub>2</sub> をまず加えつぎに 0.1N NaOH を一度に加えた場合と分割して交互に作用させた場合とは差が認められない.

**各種条件による反応結果** 内容 50 ml の共栓付三角フラスコを使用, 密栓して 20 min 放置後 0.1N HCl 5 ml を加えて酸性とし, ミクロビュレットを用いて 0.5% 澱粉液を指示薬として 0.01N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> で滴定. 結果を Table VII~X に示す.

Table V.

Substance (mg.)	Reaction time (min.)	0.1 N I <sub>2</sub> consumed (ml.)	Found (mg.)	Recovery (%)	
D-Glucose	9	2	0.98	8.82	98.0
	18	2	1.97	17.73	98.3
	18	5	2.01	18.09	100.5
	18	10	2.05	18.45	102.7
	45	2	4.87	43.83	97.4
	54	2	5.90	53.10	98.4
	90	2	9.77	87.93	87.7
	90	5	9.82	88.38	98.2
	90	10	9.88	88.92	98.8
	126	2	13.64	122.76	97.6
	144	2	15.65	140.85	97.7
	162	2	17.51	157.59	97.2
	180	2	19.33	173.97	96.7
	180	5	19.48	175.32	97.5
	180	10	19.54	175.86	97.8

Table VI.

Substance (mg.)	0.1 N I <sub>2</sub> consumed (ml.)	Found (mg.)	Recovery (%)	
D-Galactose	18	2.00	18.00	100.0
	54	5.82	52.38	97.2
	90	9.60	86.40	96.0
D-Mannose	18	1.59	14.31	79.4
	54	4.09	36.81	68.2
	90	6.44	57.96	64.4
D-Xylose	15	2.07	15.52	103.2
	45	6.12	45.90	102.0
	75	10.08	75.60	100.6
Maltose (C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub> + H <sub>2</sub> O)	36	2.00	36.00	100.0
	108	5.95	107.10	99.1
	180	9.73	175.14	97.3
Lactose (C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>11</sub> + H <sub>2</sub> O)	36	2.05	36.90	102.5
	108	6.03	108.54	100.5
	180	10.12	182.16	101.2
D-Fructose	18	0.05	0.45	2.5
	54	0.23	2.07	3.8
	90	0.43	3.87	4.3



Table VII. Determination of Aldoses

Substance	0.1 N NaOH (ml.)	Weighed amount (mg.)	0.1 N I <sub>2</sub> consumed (ml.)	Found (mg.)	Recovery (%)
D-Mannose	1	2	0.218	1.962	98.1
	1	4	0.352	3.168	79.2
	1	5	0.399	3.591	71.8
	2	1	0.112	1.008	100.8
	2	2	0.222	1.998	99.9
	2	3	0.332	2.988	99.2
	2	4	0.432	3.888	97.2
	2	5	0.522	3.698	94.0
	2	7	0.662	5.958	85.1
	2	10	0.800	7.200	72.0
	3	2	0.186	1.674	83.7
	3	4	0.366	3.294	82.3
	3	5	0.435	3.915	78.3
	3	7	0.582	5.238	74.8
	3	10	0.788	7.092	70.9
	4	2	0.161	1.449	72.4
	4	4	0.316	2.844	71.1
	4	5	0.373	3.357	67.1
	4	7	0.506	4.554	65.1
4	10	0.653	5.877	58.8	
D-Glucose	2	1	0.112	1.008	100.8
	2	2	0.221	1.989	99.4
	2	3	0.334	3.006	100.2
	2	4	0.442	3.978	99.4
	2	5	0.553	4.977	99.5
	2	6	0.661	5.949	99.1
	2	7	0.762	6.858	98.0
	2	8	0.845	7.605	95.1
	2	9	0.898	8.082	89.8
	2	10	0.948	8.532	85.3
	3	5	0.554	4.986	99.7
	3	10	1.106	9.954	99.5
	3	12	1.310	11.790	98.2
	3	15	1.482	13.338	88.9
	4	5	0.554	4.986	99.7
	4	10	1.110	9.990	99.9
	4	12	1.315	11.835	93.6
4	15	1.523	13.707	91.4	
D-Galactose	2	1	0.112	1.008	100.8
	2	2	0.220	1.980	99.0
	2	3	0.326	2.934	97.8
	2	4	0.432	3.888	97.2
	2	5	0.538	4.842	96.8
	2	7	0.746	6.714	95.9
	2	8	0.843	7.587	94.8
	2	10	1.035	9.315	93.1
	3	5	0.538	4.842	96.8
	3	10	1.076	9.684	96.8
	3	12	1.250	11.250	93.7
	3	15	1.447	13.023	86.9
	4	5	0.540	4.860	97.2
	4	10	1.076	9.684	96.8
	4	12	1.275	11.475	95.6
4	15	1.550	13.950	93.0	
	2	1	0.136	1.020	102.0
	2	2	0.272	2.040	102.0
	2	3	0.407	3.052	101.7
	2	4	0.538	4.035	100.9
	2	5	0.673	5.048	100.9
	2	7	0.941	7.057	100.8
	2	8	1.056	7.920	99.0

L-Arabinose	}	2	9	1.141*	8.558	95.1
		2	10	1.202	9.015	90.1
		3	5	0.677	5.077	101.5
		3	10	1.352	10.140	101.4
		3	12	1.543	11.572	96.4
		3	15	1.683	12.622	84.2
		4	5	0.675	5.062	101.2
		4	10	1.352	10.140	101.4
		4	12	1.570	11.775	98.1
		4	15	1.701	12.757	85.0
D-Xylose	}	2	1	0.135	1.012	101.2
		2	2	0.268	2.010	100.5
		2	3	0.400	3.000	100.0
		2	4	0.535	4.012	100.3
		2	5	0.666	4.995	99.9
		2	6	0.797	5.977	99.6
		2	7	0.906	6.795	97.1
		2	8	0.994	7.455	93.2
		2	9	1.028	7.710	85.7
		2	10	1.042	7.815	78.1
		3	5	0.669	5.017	100.3
		3	10	1.290	9.675	96.7
		3	12	1.427	10.702	89.5
		3	15	1.532	11.490	76.6
		4	5	0.669	5.017	100.3
		4	10	1.330	9.975	99.7
		4	12	1.498	11.235	93.7
4	15	1.613	12.097	80.7		
D-Ribose	}	1	2	0.267	2.002	100.1
		1	5	0.455	3.412	68.2
		2	1	0.137	1.027	102.7
		2	2	0.272	2.040	102.0
		2	3	0.405	3.037	101.2
		2	4	0.520	3.900	97.5
		2	5	0.624	4.680	93.6
		2	7	0.759	5.692	81.3
		2	10	0.880	6.600	66.0
		3	2	0.242	1.815	90.8
		3	5	0.615	4.612	92.2
		3	7	0.752	5.640	80.6
		3	10	0.923	6.922	69.2
		4	2	0.212	1.590	79.5
		4	5	0.530	3.975	79.5
4	7	0.671	5.032	71.9		
4	10	0.849	6.367	63.7		
L-Rhamnose(C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>5</sub> + H <sub>2</sub> O)	}	1	2	0.214	1.947	97.3
		1	5	0.394	3.585	71.7
		2	1	0.111	1.010	101.0
		2	2	0.223	2.029	101.4
		2	3	0.322	2.930	97.7
		2	4	0.419	3.813	95.3
		2	5	0.519	4.723	94.5
		2	7	0.633	5.760	82.3
		2	10	0.773	7.034	70.3
		3	2	0.195	1.774	88.7
		3	5	0.447	4.068	81.4
		3	7	0.623	5.669	81.0
		3	10	0.764	6.952	69.5
		4	2	0.167	1.520	76.0
		4	5	0.392	3.567	71.3
4	7	0.516	4.686	66.9		
4	10	0.673	6.124	61.2		
	}	2	2	0.111	1.998	99.9
		2	4	0.221	3.978	99.4
		2	6	0.331	5.958	99.3
		2	8	0.440	7.920	99.0

Maltose ( $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$ )	2	10	0.548	9.864	98.6
	2	12	0.655	11.790	98.2
	2	14	0.757	13.626	97.3
	2	16	0.837	15.066	94.0
	2	18	0.892	16.056	89.2
	2	20	0.949	17.082	85.4
	3	10	0.548	9.864	98.6
	3	20	1.085	19.530	97.7
	3	24	1.201	21.618	90.2
	3	30	1.338	24.084	80.3
	4	10	0.548	9.864	98.6
	4	20	1.085	19.530	97.7
	4	24	1.270	22.860	95.3
	4	30	1.478	26.604	88.7
Lactose ( $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$ )	2	2	0.113	2.034	101.7
	2	4	0.226	4.068	101.7
	2	6	0.340	6.120	102.0
	2	8	0.452	8.136	101.7
	2	10	0.565	10.170	101.7
	2	14	0.792	13.956	99.7
	2	16	0.872	15.696	98.1
	2	18	0.932	16.776	93.2
	2	20	0.982	17.676	88.4
	3	10	0.569	10.242	102.4
	3	20	1.100	19.800	99.0
	3	24	1.230	22.140	92.3
	3	30	1.344	24.192	80.6
	4	10	0.570	10.260	102.6
	4	20	1.120	20.160	100.8
	4	24	1.322	23.796	99.1
4	30	1.492	26.856	89.5	

Table VIII. Determination of D-Glucuronolactone and L-Ascorbic acid

Substance	0.1 N NaOH (ml.)	Weighed amount (mg.)	0.1 N I <sub>2</sub> consumed (ml.)	Found (mg.)	Recovery (%)
D-Glucuronolactone	2	1	0.115	1.012	101.2
	2	2	0.230	2.024	101.2
	2	3	0.345	3.036	101.2
	2	4	0.456	4.013	100.3
	2	5	0.546	4.805	96.1
	2	6	0.597	5.254	87.6
	2	8	0.657	5.782	72.3
	2	10	0.673	5.922	59.2
	3	5	0.575	5.060	101.2
	3	8	0.869	7.647	95.6
	3	10	0.968	8.518	85.2
	3	12	1.028	9.046	75.4
	3	15	1.055	9.284	61.9
	4	5	0.575	5.060	101.2
	4	8	0.910	8.008	101.1
	L-Ascorbic acid	4	10	1.087	9.566
4		12	1.221	10.745	89.6
4		15	1.331	11.713	78.2
2		1	0.231	1.016	101.6
2		2	0.452	1.989	99.4
2		3	0.665	2.926	97.5
2		4	0.864	3.802	95.0
2		5	1.032	4.541	90.8
2		6	1.150	5.060	84.3
2		7	1.183	5.205	74.4
2		8	1.232	5.421	67.8
3		5	1.133	4.986	99.7
3	7	1.560	6.864	98.1	
3	9	1.867	8.215	91.3	

4	5	1.160	5.104	102.1
4	7	1.617	7.115	101.6
4	8.5	1.930	8.492	99.9
4	9	1.987	8.743	97.1

Table IX. Reaction of D-Fructose, Sucrose, Raffinose

Substance	0.1 N NaOH (ml.)	Weighed amount (mg.)	0.1 N I <sub>2</sub> consumed (ml.)	Found (mg.)	Recovery (%)
D-Fructose	2	1	0.002	0.018	1.8
	2	2	0.004	0.036	1.8
	2	4	0.007	0.063	1.6
	2	5	0.008	0.072	1.4
	2	6	0.009	0.081	1.3
	2	8	0.011	0.099	1.2
	2	10	0.012	0.108	1.1
	3	5	0.013	0.117	2.3
	3	10	0.024	0.216	2.2
	4	5	0.026	0.234	4.7
4	10	0.048	0.432	4.3	
Sucrose	2	2	0.003	0.051	2.5
	2	6	0.007	0.120	2.0
	2	10	0.011	0.188	1.9
	2	14	0.014	0.240	1.7
	2	20	0.017	0.290	1.4
	3	10	0.014	0.240	2.4
	3	20	0.018	0.308	1.5
	4	10	0.016	0.274	2.7
	4	20	0.025	0.427	2.1
	4	20	0.025	0.427	2.1
Raffinose	2	2	0.003	0.076	3.8
	2	6	0.008	0.202	3.4
	2	10	0.014	0.353	3.5
	2	14	0.019	0.479	3.4
	2	20	9.025	0.630	3.2
	3	10	0.020	0.504	5.0
	3	20	0.027	0.680	3.4
	4	10	0.032	0.806	8.1
	4	20	0.040	1.008	5.0

Table X. Reaction of D-Glucosamine·HCl, Albumin(bovine serum), and Glycine

Substance	0.1 N NaOH (ml.)	Weighed amount (mg.)	0.1 N I <sub>2</sub> consumed (ml.)	Found <sup>a)</sup> (mg.)	Recovery <sup>a)</sup> (%)
D-Glucosamine·HCl	2	1	0.289	3.092	309.2
	2	2	0.529	5.660	283.0
	2	3	0.714	7.640	254.7
	2	4	0.851	9.106	227.6
	2	5	0.941	10.069	201.4
	2	6	0.995	10.647	177.4
	2	8	1.056	11.299	141.2
	2	10	1.062	11.363	113.6
	3	5	1.144	12.241	244.8
	4	5	1.151	12.316	246.3
Albumin	2	1	0.067	0.603	60.3
	2	2	0.129	1.161	58.0
	2	4	0.233	2.097	52.4
	2	5	0.283	2.547	50.9
	2	6	0.332	2.888	48.1
	2	8	0.432	3.888	48.6
	2	10	0.516	4.644	46.4
	3	5	0.300	2.700	54.0
	4	5	0.300	2.700	54.0

Glycine	}	2	1	0.060	0.540	54.0
		2	2	0.084	0.756	37.9
		2	4	0.124	1.116	27.9
		2	5	0.141	1.269	25.4
		2	6	0.146	1.314	21.9
		2	8	0.155	1.395	17.4
		2	10	0.163	1.467	14.7
		3	5	0.152	1.368	27.4
		4	5	0.158	1.422	28.4

a) Converted into those of hexose.

### Summary

Determination of various saccharides, albumin, and glycine by the hypiodite method was carried out and examinations were made on the effect of the quantities of sample, alkali, reaction time, and temperature. Determination was possible for D-glucose, D-galactose, D-mannose, L-arabinose, D-xylose, D-ribose, L-rhamnose, maltose, lactose, D-glucuronolactone, and L-ascorbic acid by adding 2 ml. of 0.1N iodine and 2 ml. of 0.1N sodium hydroxide to 4 ml. of the sample solution, allowing the mixture to stand at 15~30° for 20 minutes, acidification of the mixture with hydrochloric acid, and titration of residual iodine with 0.01N sodium thiosulfate. Determinable range of the sample was clarified for each of the sugars. Examinations were also made on the iodine consumption by ketoses, non-reducing sugars, albumin, and glycine. Reaction using 3 and 4 ml. of 0.1N sodium hydroxide made it impossible to determine D-mannose, D-ribose, and L-rhamnose, and iodine consumption by ketoses and non-reducing sugars also increased considerably.

### 催眠薬の微量分析に関する研究 (第2報)

バルビツール酸誘導体の沱紙上におけるスポットテスト

友田正司, 仁科照代

### Studies on Microanalysis of Hypnotics. II.

Spot Test of Barbituric Acid Derivatives on Filter Paper.

Masashi TOMODA and Teruyo NISHINA

前報<sup>1)</sup> においてバルビツール酸誘導体の分析法として *nor*-ブチルアルコール : クロロホルム : アンモニア系, および *iso*-プロピルアルコール : クロロホルム : アンモニア系の両溶媒系によるペーパークロマトグラフィーについて検討した結果を報告し, 併せて検出試薬としては硝酸コバルト法, 硫酸銅ピリジン法, および硝酸銀法中では硝酸銀法が最も感度が優れていることを述べた. 本報ではこれらの検出試薬による方法と, その他にアルカリ噴霧後紫外線照射する方法および硝酸第2水銀試薬による方法について, 通常催眠薬として用いられるバルビツール酸誘導体の沱紙上におけるスポットテストを行ない, 各試薬の適当条件と各検体の確認限度を求めた

1) 友田, 神谷: 本年報, No. 4, 36(1958)