

Title	温度滴定法によるサルファ剤の定量
Sub Title	
Author	小川, 真知子(Ogawa, Machiko) 藤江, 忠雄(Fujie, Tadao) 鹿島, 哲(Kashima, Tetsu)
Publisher	共立薬科大学
Publication year	1971
Jtitle	共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.16 (1971.) ,p.51- 52
JaLC DOI	
Abstract	
Notes	学会講演要旨
Genre	Technical Report
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000016-0052

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.

カルシウムおよび二価陽イオン選択性電極を用いる
マグネシウムとカルシウムイオン混合物の分別定量

鹿島 哲, 河村倫子

(日本薬学会 第91年会 (1971. 4) で発表)

〔目的, 方法〕 Ca^{++} と Mg^{++} の混合物中の各イオンを定量するため, Ca^{++} のみに応答するカルシウムイオン選択性電極と, Ca^{++} および Mg^{++} に応答する二価陽イオン選択性電極を使って試料溶液の起電力を測定してみた. 電極および測定装置は Orion 社製である.

〔実験結果〕 まず pH 6~10 範囲内で, カルシウムイオン選択性電極は Ca^{++} の濃度 10^{-1} ~ 10^{-5}M 範囲で 25mV/pC で測定でき, Mg^{++} の感度は Ca^{++} の 1/70 であり, 二価陽イオン選択性電極は Ca^{++} および Mg^{++} の濃度 10^{-1} ~ 10^{-5}M 範囲で, Ca^{++} は 25mV/pC, Mg^{++} は 26mV/pC で測定できることを確かめた.

10^{-2} ~ 10^{-5}M の Ca^{++} と 10^{-1} ~ 10^{-4}M の Mg^{++} との混合物に一定量のアンモニウム塩緩衝溶液またはトリエタノールアミン水溶液を加えて pH 8.0~9.5 とし, まずカルシウムイオン選択性電極で測定したところ, Ca^{++} 単独試料の場合と比較して濃度による起電力変化は同じで, その起電力も $\pm 2\text{mV}$ で一致したので, 混合試料中の Ca^{++} が定量できた. また, Ca^{++} と Mg^{++} の濃度の和は二価陽イオン選択性電極で 24mV/pC で, その起電力は $\pm 3\text{mV}$ で一致した値がえられたので, 混合試料中の Mg^{++} の濃度が計算できた. 測定をイオン標準溶液と比較しながら行なえば, 10^{-2} ~ 10^{-4}M の混合溶液中の Ca^{++} の濃度は $\pm 5\%$ 以内, Mg^{++} の濃度は $\pm 20\%$ 以内の精度で測定できることがわかった. なお, 溶液のイオン強度および緩衝溶液の違いによる影響, およびカルシウムイオン選択性電極と二価陽イオン選択性電極を直接組合わせたときの起電力から Mg^{++} を測定する方法についても報告した.

温度滴定法によるサルファ剤の定量

小川真知子, 藤江忠雄, 鹿島 哲

(日本薬学会 第91年会 (1971. 4) で発表)

〔目的〕 簡便な装置で短時間にしかも指示薬を用いずに行なえる温度滴定法を, 局方医薬品の定量に活用しようと試みた. 前回の脂肪族, 芳香族アミンの酸塩基滴定に続いて, 今回は芳香族第一級アミンの定量に用いられるジアゾ化法を, 室温条件のもとで一連のサルファ剤について検討した.

〔実験〕 装置はコブル自動熱分析器 201 型ブリッジを使用. 付属のデュワービンに塩酸酸性とした試料液 30ml を入れ, スタラーで十分攪拌し, Metrohm 製 Dosimat E 412 (全量 1ml) から亜硝酸ナトリウムを定速で滴下させ, 温度検出にはサーミスターを使用, 日立製 QPD 54 形記録計 (full scale 1°C) で記録した.

〔結果〕 8% 塩酸酸性としたスルファミンで測定を行なった. ジアゾ化法は反応の進行が遅い

No. 16 (1971)

ので滴下速度が早い場合は大きな誤差を生じたが、遅くすると (0.228ml/min) $\pm 3\%$ の誤差範囲であった。なお反応促進剤として臭化カリウム (6g/100ml) を加えると速度が早くても同様に良い結果が得られた。反応開始点、終点も非常に明確である。スルファイソミジン、スルファグアニジン、スルファチアゾール、スルファメトミジン、スルファメトキシピリダジン、スルファメチルチアジアゾールは 8%、スルファジアジンは 12% 塩酸酸性溶液から同様に滴定できる。塩酸酸性としても水に難溶なスルファジメトキシンは一定量のアセトンを、スルファイソメゾール、スルファフェナゾール、キシロイルスルファミンはエタノールを添加し溶解させた混合溶媒で試みた。各々 $\pm 3\%$ 前後の誤差で測定可能であることが判明した。

示差滴定装置を用いた温度滴定法による定量分析の検討

森下裕世, 藤江忠雄

(日本薬学会 第91年会 (1971. 4) で発表)

〔目的〕 温度滴定を示差法で行なうことにより、溶媒等による誤差因子を除き、かつ温度差検出感度を上昇させた際の定量の精度および反応熱の再現性について、脂肪族アミンの中和反応、芳香族アミンのジアゾ化反応によって検討した。

〔実験〕 宝工業製温度差電圧変換器を用いて反応セルとブランクセルとの温度差を検出し、北辰電機製卓上記録計 (full scale 0.5°C) によってこれを記録させた。反応セル、ブランクセルはともにコブル社製デュアーびんを用い、十分に攪拌を行ない、反応セル中には検体、ブランクセル中には検体と同量の溶媒を入れ、それぞれ Metrohm 社製 Dosimat E 412 の自動ビュレットから試薬を定速で滴下させた。

〔結果〕 プロピルアミン、ブチルアミン各種の中和反応熱の測定および定量を行なった結果、始点、終点とも非常に明確で、示差法の特徴であるブランク曲線と過剰曲線との平行性がよく、濃度 0.0075~0.0025M において誤差 1.5% 以内であった。また反応熱は濃度に比例し、示差法でない温度滴定法とくらべて良好な結果を得た。さらにサルファ剤のジアゾ化反応については 10% 塩酸溶媒で反応させたにもかかわらず過剰曲線はブランク曲線に対して平行で、反応熱は濃度に比例した。スルファメチゾールでは 0.01~0.03M の濃度範囲で誤差 2% 以内で反応熱の再現性も良好であった。

植物粘質物 (第2報)

アマドコロ根茎の粘質多糖類の単離と性質

友田正司, 吉田淑子, 田中ひろみ

(日本薬学会 第91年会 (1971. 4) で発表)

〔目的〕 アマドコロの根茎は生薬の萎蕤として用いられ、粘質物を含むことが知られているが、本報では生薬の水溶性成分研究の一環として、粘質多糖類を単離し性質を検討した結果を述べる。