実験ノート

有機微量定量に於けるアンモニアの定量法

古川俊夫, 長瀬 脩*

Determination of Ammonia in Organic Microanalysis.

by Toshio Furukawa and Osamu Nagase

アンモニアの定量法としては蒸溜してくるアンモニアを硫酸の定規液に吸収せしめ、これをアルカリの定規液で逆測するのが普通である。ところがアンモニアを硼酸溶液に吸収せしめ、これを直接酸の定規液で滴定する方法、更に酸性ヨード酸カリ液に吸収せしめてヨード法で定量する方法がある。

硼酸法は Winkler¹⁾ により見出され、氏は指示薬にメチルオレンジ、コンゴロートを用いた。その後 Wagner²⁾ はメチルロートを用いて Mikro-Kjeldahl 法に應用した。更に Cole, Parks³⁾ はブロムクレゾールグリーン (B. C. G.) の 0.1% アルコール溶液 10 cc とメチルロートの 0.1% アルコール溶液 2 cc の混合溶液を用いて変色の容易なことを認めている。更に Vignau⁴⁾ は B. C. G. の 0.1% アルコール溶液のみでよいことを発表している。

著者は B. C. G. を用いて新 Mikro-Kjeldahl 法⁵⁾ 並に Lacourt の窒素の還元容量法⁶⁾ に應用したところ好結果を得た。この方法の特徴は定規液は一種でよいこと、変色点の容易なこと等である。

試薬

1. 硼酸飽和水溶液 (約 4~4.5%)。硼酸を蒸溜水に飽和さす。
2. 0.1% ブロムクレゾールグリーン, アルコール溶液。Brom-Cresol-Green (Merck 又は東京化成製) 0.1 g をアルコール 100 cc に溶解する。滴瓶に貯藏。
3. N/100 HCl ビューレットに装置する。

操作法

硼酸溶液 5~10 cc を三角フラスコにとり、これに B. C. G. 溶液数滴加え、Kjeldahl の冷却管の下え入れる。溶液は初めに黄色であるが、蒸溜が進むにつれて緑色から青色になる。Lacourt 法の場合は吸収管に硼酸溶液を 5~10 cc とり燃焼終了後滴定用三角フラスコにあける。滴定は直接 N/100 HCl で行い、終末点は緑→黄である。

実験結果

I. Micro-Kjeldahl

Compounds	Sample, mg.	N/100 HCl cc	Found %	Calculated %	
Ammonium Sulfate	2.032	3.08	21.25	21.21	+0.04
	2.200	3.31	21.05		-0.16
	2.919	4.42	21.20		-0.01

* 東京大学医学部薬学科

1) L. W. Winkler : Z. Angew. Chem. **26**, 231 [1913].

2) E. C. Wagner : Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. **5**, 396 [1933]; **12**, 771 [1940].

3) J. O. Cole, C. R. Park : Anal. Chem. **18**, 61 [1946].

4) M. Vignau : Chem. Abstracts **42**, 3284 [1948].

5) 早津了一 : 本誌 **70**, 357 [昭25].

6) Bull. Soc. Chem. Belgique **49**, 167 [1940].

Sulfanilic acid	3.059	1.74	7.98	8.09	-0.11
	3.115	1.74	7.84		-0.25
<i>p</i> -Dimethylamino benzaldehyde	2.795	1.88	9.40	9.39	+0.01
	3.027	2.01	9.31		-0.08
<i>m</i> -Chloroaniline	2.973	1.90	8.95	8.90	+0.05
hydrochloride	3.082	1.92	8.73		-0.17
H. Lacourt-Methode					
Sulfanilic acid	3.406	1.95	8.02	8.09	-0.07
	3.812	2.75	8.35		+0.26
<i>p</i> -Dimethylamino benzaldehyde	2.175	1.42	9.15	9.39	-0.25
	3.313	2.21	9.34		-0.05
	3.926	2.60	9.27		-0.12
Azobenzene	2.013	2.21	15.37	15.38	-0.01
	3.276	3.60	15.39		+0.01
	3.287	3.60	15.34		-0.04
<i>o</i> -Nitroaniline	1.312	1.88	20.07	20.28	-0.21
	2.594	3.73	20.14		-0.14
<i>p</i> -Nitroaniline	2.087	2.99	20.06	20.28	-0.22
	2.625	3.77	20.21		-0.07
	2.882	4.17	20.31		+0.03
Theobromine	2.706	5.98	30.95	31.08	-0.13
	2.988	6.56	30.75		-0.33

薬学会 11 月例会予告

日時：昭和 25 年 11 月 18 日 (土) 午後 1 時半 会場：東京大学医学部 1 号館講堂

演 題

1. 芳香族アルデヒドと α -アミノ酸類の反応に関する研究 (第 2 報) (1,2-デフェニル・エタノール・アミン系アルカミンの一新生成反応に就て) 高木鋭一, 市川 公, 遠坂 勲
2. 高周波容量分析に就て (東大薬学科) 榊井雅一郎, 嘉村祐一
3. アチル- β -フェネチルアミド類の還元閉環 (第 1 報)
4. 1-アミノフェニルイソヒノリン誘導体の合成研究 (第 2 報) (群馬大工学部) 森本好昭
5. *p*-ニトロフェニルケトン類の合成研究 (第 1 報) *p*-ニトロアセトフェノンの合成 (東大薬学科) 菅沢重彦, (田辺製薬研究所) 杉本典夫, ○岩尾順一, 中村雄太郎
6. 二, 三の *p*-ニトロフェニルアルキルケトン類の合成 (第 2 報) (田辺製薬研究所) 岩尾順一, 掛見英夫
7. ピロール誘導体研究 (第 5 報) ピロイルピロールの合成に就て 近藤平三郎, ○大野節郎

西 部 支 部

日時：昭和 25 年 11 月 18 日 (土) 午後 1 時 会場：未定

演 題

1. VB₂ の施光度の種々条件による変化に就いて (武田研究所) 渡辺 厚, ○朝日 豊, 山本喜男, 伊藤 徳蔵
 2. 薬用としての酵母製造に関する二, 三の考察 (第 2 報) (西京大学農学部) 中浜敏雄, 岩畑嘉樹
 3. Paper partition chromatography による麦角アルカロイドの成分研究 (武田研究所) 田中邦喜, 須川利男
 4. 含硫黄ピリデン誘導体に就て (第 33 報) ピリドチアゾール類の合成について (京大薬学科) 山本 譲
 5. クロルアンフェニコールの合成研究 (第 5 報) 1-*p*-nitrophenyl-2-amino-1,3-propane-diol の合成 (武田研究所) 立岡末雄, 森本 俊, 三宅 彰, 宮本益雄, 上柳次三郎, 島田恒男, 宮崎博茂
 6. 飲食物防腐剤の研究 (第 47 報) (京都薬大) 藤川福二郎, ○中島邦雄
- 特別講演 「アメリカの製薬及び薬業事情」 京大教授 刈米達夫
(次回は 12 月 16 日京都に於て行います。演題は 11 月 10 日迄に支部迄御送り願います)。