解し、水洗分液後稀塩酸で抽出し、抽出液に苛性ソーダ水溶液を加えてアルカリ性とし析出する油状物をベンゼンに抽出し、炭酸カリを以て乾燥後蒸留。bp_{5.5} 172~176°, 収量 12.9g (57.3%) succinate は mp 120~121.5° の白色結晶。

同様の方法により (VII)~(IX) を合成したが、その結果は Table I に示す。

Table I

		Base		Salt						Antihistamine activity		
	X	b.p. °C (mmHg)	Yield %		m.p. °C	mol. formula	Calcd.		Found		PD ₅₀ mg./kg.	ratio
							C	N	C	N		
VI	<i>p</i> -Br	172~176 (5.5)	57.3	succinate	120~121.5	C ₁₆ H ₁₉ N ₂ Br•C ₄ H ₆ O ₄	54.92	6.41	54.89	6.43	0.0116	20.9
VII	<i>p</i> -Cl	155~159 (4.0)	62.0	succinate	120~121.5	C ₁₆ H ₁₉ N ₂ Cl•C ₄ H ₆ O ₄	61.15	7.13	61.44	7.10	0.0400	6.1
				maleate	131~133					0.0275	8.9	
VIII	<i>p</i> -F	166~169 (7.0)	72.5	succinate	98~99	C ₁₆ H ₁₉ N ₂ F•C ₄ H ₆ O ₄	63.87	7.45	63.80	7.39	0.088	2.7
IX	<i>o</i> -Cl	179~181 (8.0)	83.8	succinate	104~105							
				maleate	149~150	C ₁₆ H ₁₉ N ₂ Cl•C ₄ H ₄ O ₄	61.46	7.17	61.81	7.09	>1.00	<0.24
Control												
Diphenhydramine (dimethylaminoethyl benzhydryl ether hydrochloride)											0.242	1.0
3015 R. P. (10-dimethylaminoethylphenothiazine hydrochloride)											0.071	3.4

住友化学工業株式会社大阪製造所研究部

(Received July 8, 1952)

三橋 靖, 辰巳雅子: 飲料水中の塩素イオンの水銀滴定法*

Yasushi Mihashi and Masako Tatsumi: Mercurimetric Method for Determination of Chloride in Drinking Water.

(Women's Dept., Tokyo College of Pharmacy**)

飲料水中の塩素イオンの定量には主として銀滴定法が用いられているが、周知のように銀滴定法では水中の微量の塩素イオンを滴定する場合には、その終末点が甚だ不明瞭であつて、正確を期し難い。

著者等はデフェニルカルバツオンを指示薬とする水銀滴定法¹⁾が明瞭な終末点を示すのに着目し、滴定条件を検討したところ銀滴定法に比べて良好な結果を得た。

実 験 の 部

試 薬 (1) 1%デフェニルカルバツオン・アルコール溶液. (2) 4N-HNO₃, (3) N/100-Hg(NO₃)₂. (4) トルオール.

操 作 検水 20 cc を 100 cc の共栓三角フラスコに取り、1%デフェニルカルバツオン・アルコール溶液 1 cc

* 日本薬学会年会 (1950) で発表.

** Ueno, Daito-ku, Tokyo.

1) E. Bohn, O. Sturz: Angew. Chem. 55, 319 (1942).

4N-HNO₃ 1 cc, トルオール 20 cc を加え, ミクロビュレットを用いて N/100-Hg(NO₃)₂ 液を滴加し, 滴加ごとにフラスコを密栓してはげしくふりまぜ, トルオール層が紫色を呈したとき滴定の終末とする. 別に蒸留水で空試験を行う.

検討 (1) 検水は I 4N/5,000-NaCl (28.36 mg Cl'/L), II 2N/5,000-NaCl (14.1 mg Cl'/L), III N/5,000-NaCl (7.09 mg Cl'/L), IV N/10,000-NaCl (3.55 mg Cl'/L) の 4 種を作り, その各 50 cc, 20 cc, 10 cc を取り, N/10-, N/25-, N/50, N/100-Hg(NO₃)₂ の各規定液を用いて滴定した結果は検水 20 cc で N/100-Hg(NO₃)₂ 液を用いた場合が最も良好である. (Table I 参照). (2) 滴定の終末点でトルオール層の呈する紫色は過剰の Hg⁺⁺ がデフェニルカルバツオンと錯塩を作り, トルオールに移行した色であるが, E. Bohn, O. Sturz¹⁾ の方法のようにエーテルを用いるときは滴定の操作中にエーテルがフラスコの共栓から噴出して, 滴定の結果が一定しないのでトルオールに改めた. トルオールの代りにキシロールを用いてもよい. ベンゼン, リグロインは用いられない. (3) 飲料水中に存することがある陽イオン及び陰イオンの量は次の範囲では本滴定法に全く影響がない. Ca⁺⁺ (10~400 mg/L), Mg⁺⁺ (10~400 mg/L), Fe⁺⁺ (0.1~5.0 mg/L), Mn⁺⁺ (0.1~5.0 mg/L), Cu⁺⁺ (0.001~1.00 mg/L), Pb⁺⁺ (0.001~1.00 mg/L), NH₄⁺ (10~400 mg/L), PO₄^{'''} (0.1~5.0 mg/L), SO₄^{''} (10~400 mg/L). (4) 数種の井水について滴定した結果は良好であつた.

終りに本研究に御援助を賜つた秋谷先生, 村山学長及び寺阪部長に深く謝意を表する.

Table I

Sample (20 cc.)	N/100-Hg(NO ₃) ₂ cc.	Calcd. Cl' mg./L	Found Cl' mg./L	Diff. mg./L
I	1.570	28.36	28.05	+0.31
II	0.812	14.18	14.40	+0.22
III	0.402	7.09	7.13	+0.04
IV	0.202	3.55	3.59	+0.04

東京薬科大学女子部

Summary

A method of determining chlorine ion in drinking water by titration with mercury was examined and it was found to give better results than the existing method using silver.

(Received September 19, 1952)