岩山陽治：サントニンの新比色定量法

Yoji Iwayama: Colorimetric Determination of Santonin

(Pharmacy, Osaka University Hospital*)

6

サントニンの定量法としては、普通検体を有機溶媒と処理してサントニンを抽出し、これを秤量する¹⁾、又は 2,4-Dinitrophenylhydrazone に誘導して秤量する方法²⁾ 及び二、三の容量法³⁾ が行われているが、何れも操作にやや長時間を要し、且つ検体のやや多量を要する点が実際に行う時の難点である。最も簡便な比色法としては、カリウムメチラートによる呈色法⁴⁾ も報告されているが、これは呈色が不安定である。著者はデスモトロボサントニンがジアゾベンゼンスルホン酸とカップリングして比較的安定な呈色を行う事実に着目し、呈色条件を吟味して定量的な結果を得る条件を得たので報告する。

実験の部

試薬 (1) 54% H_2SO_4 ($d=1.435$), (2) 15% NaOH , (3) ジアゾベンゼンスルホン酸液 (スルファニル酸 1 g に 37% HCl 10 cc 及び水を加えて 100 cc とし、その 1 容を氷冷し 1% NaNO_2 溶液 1 容を加え、5 分間放置後水 8 容を加えて製する。) (4) 標準サントニン液 (サントニン 100 mg をクロロホルム 200 cc に溶かして製する)。

操作 検体を適量のクロロホルムで処理して、その 1 cc 中約 0.5 mg のサントニンを含む検液を作る。その 1 cc を試験管に取り、水浴中でクロロホルムを蒸発せしめる。残液に 54% H_2SO_4 1 cc を加え、沸騰水浴中に 7 分間加熱する。室温に冷却し水 1 cc 及び 15% NaOH 5 cc を加え、発熱すれば冷却し、ジアゾベンゼンスルホン酸液 3 cc を混和して約 70° に 10 分間加熱後直ちに室温まで冷却。5~10 分の間にライフォのフォトメーター 510 (510 $\text{m}\mu$) でフィルターを用いて吸光度を求めた。Duboscq 比色計を用いる場合には、同時に操作した標準液と比色する。

考察 (1) デスモトロボ化に使用する硫酸濃度は文献記載⁵⁾ のままとした。又デスモトロボ化の温度及び時間は、温度を 100° と規定した場合 5~10 分間で呈色が最大となるので 7 分間とした。(2) 水酸化ナトリウムの濃度は、理論的には硫酸を中和する量が 13% のもの約 5 cc であるが、ジアゾベンゼンスルホン酸液を中和し、なお適度のアルカリ性を保たしめ、且つ呈色を最大ならしめる量として、その容積を 5 cc と限定した場合 14~16% のものが最もよかった。17% になると呈色はやや悪くなる。(3) ジアゾベンゼンスルホン酸液を加えて呈色が最大になるには室温では約 1.5 時間かかる。又 100° であると発色は速いが褪色も速くなる。この際の加熱時間を 10 分に限定して加熱温度を検討し、 $60\sim 80^\circ$ の間で最も良好な結果を得た。呈色度も一定である。(4) 顯色したものは室温に放置した場合、15 分後迄は変化なく、以後漸次褪色してゆく。故に測定は加熱後直ちに室温まで冷却して 10 分間以内に行うのがよい。(5) 呈色は橙赤色でライフォ・フォトメーター附属のフィルターは 510 (緑) に最大の吸収を示す。(6) この種の反應には多くの障害物が考えられる。芳香族フェノール類、或種のアミン類、フェノバリン、ピサチン等が共存する場合には障害となる。フェノールフタレインは障害とならぬ。(7) サントニン 0.05~2 mg につき本操作を行い、吸光度を求めた結果は次表の如くである。サントニン 0.2~1 mg でよく比例的な呈色を行う。

サントニン mg	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.8	0.9	1.0	1.1	1.2
吸光度	0.14	0.24	0.38	0.50	0.62	0.76	1.00	1.12	1.24	1.36	1.50

終りに本研究に当り終始御指導を賜つた本院薬局長青木大博士に深謝する。

大阪大学附属病院薬局

* Dojima, Fukushima-ku, Osaka.

J. Katz: Arch. Pharm. **237**, 245 (1899); K. Thaeter: Arch. Pharm. **235**, 401 (1897).

2) “薬学大全書”(非凡閣) 第4巻, 123 頁.

三橋: 本誌 **71**, 764 (1951).

5) Andreocci, Bertolo: Ber. **31**, 3131 (1898).

1) Flückiger, Ehlinger: Arch. Pharm. **65**, 7 (1886);

3) 刈米, 木村: 本誌 **40**, 927 (1920);

4) 不破, 木村: 薬剤部長会年報 **10**, 43 (1951).

Summary

Santonin is led to desmotroposantonin to which diazobenzenesulfonic acid is coupled to form an orange red dye. The colored solution is utilized for the colorimetric determination of santonin of which 0.2 to 1 mg. can be determined.

(Received February 27, 1952)

「衛生試験法 昭和二十七年度追加分」

日本薬剤師協会衛生化学調査委員会編

内容目次

1. 防腐剤試験法 (デハイドロ醋酸試験法)

1. 下水試験法 (BOB 試験法)

1. 飲料水試験法 (ETA による硬度測定法)

1 部 5 0 円 送 料 1 0 円

日本薬学会に御申込下さい、

SIXTH REVISION PHARMACOPOEIA OF JAPAN

Complete English translation of the latest Pharmacopoeia of Japan, to be published in May, 1952, by the Ministry of Welfare.

ca. 900 pp.

Price ¥ 1,500 per copy

Orders will be received for overseas readers by the Pharmaceutical Society of Japan.