ナセチン標準品 1000 mg. を正確に量り, 25 ml. メスフラスコに入れ, アセトンを加えて正確に 25 ml. とし補償液とする. 試料溶液につき, 補償液を対照液とし, 層長 0.5 mm. で $730\sim 670\text{ cm}^{-1}$ 間の IR スペクトルを測定し, 702 cm^{-1} における吸光度を 720 cm^{-1} および 680 cm^{-1} 付近の吸収点に接してひいたベースラインを 100% 透過率線として求め, 別にイソプロバミド, アミノピリン, フェナセチンの各標準品を用い試料溶液に準じて測定を行ない, 吸光度を求めて作成した検量線に照らしてイソプロバミドの含量を求める.

終わりに本研究の発表を許可された当社の上司のかたがたに感謝します.

住友化学中央研究所

[薬学雑誌
YAKUGAKU ZASSHI
87 (6) 741 ~ 743 (1967)]

UDC 543.422.4 : 547.556.3

大井尚文,*¹ 稲葉栄司*² : 赤外線吸収スペクトルによる医薬品の分析研究
(第12報*³) 高分子量アミンを用いる水溶性食用アゾ色素の分析*⁴

Naobumi Ōi*¹ and Eiji Inaba*² : Analyses of Drugs and Chemicals by
Infrared Absorption Spectroscopy. XII.*³ Analyses of
Water Soluble Azo Food Dyes by Use of
High Molecular Weight Amine.*⁴

(Central Research Laboratory,*¹ and Ōsaka Works,*² Sumitomo Chemical Co., Ltd.)

Solubilization technique by the use of a high molecular weight amine was applied for qualitative and quantitative infrared spectrophotometric analyses of some water-soluble azo food dyes (Amaranth, Ponceau SX, New Coccine, Orange I, Sunset Yellow). These dyes in aqueous solutions are extracted with a 5% solution of Amberlite LA-2 in carbon disulfide. Each of these dyes was identified easily by their characteristic bands (Table I). The results obtained in the analyses of synthetic mixed samples of Amaranth and Ponceau SX indicated that this method would be useful for quantitative determination (Table II).

(Received August 23, 1966)

食用色素類の分析に赤外吸収スペクトル法が有用なことはいうまでもないが, 水溶性食用アゾ色素の場合には適当な溶媒がなく, 油ペースト法やアルカリハライド錠剤法によって測定するのが普通で, たとえば Harrow 等,¹⁾ 鈴木等²⁾の KBr 錠剤法による分析の報告がある. しかし固相のスペクトルは結晶形の相違や結晶の配向などによる影響を受けやすく, また定量の再現性に問題があるので日常分析には不向きであり溶液における測定が望まれる. 最近 Dolinsky 等³⁾は高分子量アミンの1種である Amberlite LA-2 を用いるとスルホン酸類を水溶液から有機溶媒中へ抽出することが可能で色素類にも利用できることを報告している. 著者等はこの手法による水溶性食用アゾ色素の分析を検討したところ好結果を得た.

水溶性食用アゾ色素としては赤色2号, 赤色4号, 赤色102号, だいだい色1号, 黄色5号を用い, Dolinskyの方法³⁾に準じて水溶液から二硫化炭素相への抽出を試みたところ, いずれも抽出可能で, 得られた赤外吸収スペクトルは Table I に示すようにそれぞれ特性吸収を有して定性分析が可能であり, さきに食用色素としての指定を取り消されたボンソー 3R, ボンソー R のような化学構造のきわめて類似した色素とも容易に識別できることが認められた.

*¹ Tsukahara, Takatsuki-shi, Ōsaka.

*² Kasugada-cho, Konohana-ku, Ōsaka.

*³ 第11報: 本誌, 87, 640 (1967).

*⁴ 日本薬学会第85年年会にて発表 (1965年4月).

1) L. S. Harrow, J. O. Millham: J. Assoc. Offic. Agr. Chemists, 38, 172 (1955).

2) 鈴木, 中村, 長瀬: 本誌, 79, 1116 (1959); 80, 916 (1960).

3) M. Dolinsky, C. Stein: Anal. Chem., 34, 127 (1962).

TABLE I.

		Characteristic bands (cm ⁻¹)			
食 用 赤 色 2 号	Amaranth	837	753	678	634
食 用 赤 色 4 号	Ponceau SX	764	661	649	102
食 用 赤 色 102 号	New Coccine	824	755	680	651
食用だいたい色 1 号	Orange I	803	763	696	631
食 用 黄 色 5 号	Sunset yellow	745	703	665	596
	Ponceau 3R	705	670	633	
	Ponceau R	816	694	670	633

定量分析については赤色 2 号と赤色 4 号の混合物を対象に検討したが、Fig. 1 に示すように赤色 2 号は 837 cm⁻¹、赤色 4 号は 764 cm⁻¹ に互いに重なり合わない特性吸収を有するので、これらを key band に選び、定量法に記すベースライン法によって吸光度を求めることとし各標準品について検量線を作成したところ、いずれも原点を通る直線となり層長 1.0 mm. のとき濃度 3 mg./ml. までベールの法則を満足した。そこで両色素の標準品を秤量調製した混合試料について定量したところ Table II に示すとおり良好な結果を得、本法が定量分析にも有用であることを認めた。

なお本研究は食用色素原体を対象としたので食品中の微量の色素の分析については検討していないが、高分子量アミンを用いて水溶液から有機溶媒に抽出する方法は微量の場合にも有効と考えられるので今後の利用が期待される。

Fig. 1. Infrared Absorption Spectra

— 赤色 2 号 (Amaranth)
 ---- 赤色 4 号 (Ponceau SX)
 (in 5% Amberlite LA-2-CS₂)

TABLE II. Analyses of Mixed Samples

	赤色 2 号 (Amaranth)		赤色 4 号 (Ponceau SX)	
	Taken (%)	Found (%)	Taken (%)	Found (%)
1	25	24	75	74
2	50	50	50	48
3	75	76	25	25

実 験 の 部

装 置 測定装置としてはパーキンエルマー 125 型赤外分光光度計を使用し、試料セルには NaCl の窓をもつ層長 1.0 mm. のものを用いた。

標準品、溶媒 赤色 2 号、赤色 4 号、赤色 102 号、だいたい色 1 号、黄色 5 号は各市販食用色素を、またポンソー R、ポンソー 3R は市販試薬を用い、いずれも薄紙クロマトグラフィーにより色素として 1 つのはん点のみを認めること、また無機物質として混在の考えられる Na₂SO₄、Na₂CO₃ について IR 的に純粋であることを確かめて使用した。

溶媒の二硫化炭素は特級試薬を用いた。

抽出法 試料約 100 mg. を水 50 ml. に溶かし、濃塩酸 1 ml. を加えたのち 5% (v/v) アンバーライト LA-2 二硫化炭素溶液 10, 10, 5 ml. で抽出し、少量の二硫化炭素で水相を洗浄し、洗液を抽出液に合わせ、蒸気浴上で溶媒を少し留去して全量を 25 ml. 以下として 25 ml. メスフラスコに移し、二硫化炭素を加えて正確に 25 ml. とし試料溶液とする。

赤色 2 号、赤色 4 号混合物の定量法 試料約 100 mg. を精密に量り、上記の抽出法にしたがい試料溶液を作成する。水 50 ml. をとり濃塩酸 1 ml. を加え以下試料と同様に操作して得た液を対照液とし、試料溶液につ

き、層長 1.0 mm. で $900\sim 700\text{ cm}^{-1}$ の IR スペクトルを測定し、 837 および 764 cm^{-1} における吸光度を、それぞれ 820 および 790 cm^{-1} における吸収点から 0% 透過率線に平行にひいたベースラインを 100% 透過率線として求め、別に両標準品を用い試料に準じて測定を行ない各 key band において作成した検量線を用いて定量する。

終わりに本研究の発表を許可された当社の上司のかたがたに、また実験に協力された白神昇氏に感謝します。

住友化学中央研究所，大阪製造所

薬学雑誌
YAKUGAKU ZASSHI
87 (6) 743 ~ 745 (1967)

UDC 543.422.4 : 615.75

大井尚文,^{*1} 稲葉栄司^{*2} : 赤外線吸収スペクトルによる医薬品の分析研究 (第13報^{*3})
 $650\sim 400\text{ cm}^{-1}$ (KBr 領域) におけるアミノピリン，フェナセチン，
カフェイン混合製剤中のフェナセチンおよび
カフェインの迅速同時定量

Naobumi Ōi^{*1} and Eiji Inaba^{*2} : Analyses of Drugs and Chemicals by
Infrared Absorption Spectroscopy. XIII.^{*3} Rapid Simultaneous
Determination of Phenacetin and Caffeine in Pharmaceutical
Preparation containing Aminopyrine, Phenacetin and
Caffeine in $650\sim 400\text{ cm}^{-1}$ (KBr Region).

(Central Research Laboratory,^{*1} and Ōsaka Works,^{*2} Sumitomo, Chemical Co., Ltd.)

A new and simple infrared spectrophotometric method using $650\sim 400\text{ cm}^{-1}$ (KBr) region offered for rapid simultaneous determination of phenacetin and caffeine in their pharmaceutical preparations containing aminopyrine. The separation of absorption bands of these components is better than in ordinary NaCl region. The key bands used for phenacetin and caffeine are 543 and 483 cm^{-1} , respectively, in CHCl_3 solution, and these two components are easily determined without interferences of other components by the use of suitable base lines. This method gave good results in standard mixed samples and unknown samples.

(Received August 23, 1966)

赤外線吸収スペクトルによるアミノピリン，フェナセチン，カフェイン混合製剤の定量に関し，さきに著者の1人¹⁾はアミノピリンのみを二硫化炭素で抽出することにより1成分系として迅速に定量する方法を報告し，また大場等²⁾はクロロホルムを溶媒とし，連立方程式を解く標準法により3成分を定量する方法を報告している。著者等は今回これら3成分の混合製剤中のフェナセチンおよびカフェインを簡単迅速に定量する方法の確立を必要として検討したが， $4000\sim 650\text{ cm}^{-1}$ (NaCl 領域) においては各成分の吸収の分離が十分でなく従来法の改良は困難であった。そこで最近装置の進歩によって測定が容易になってきた $650\sim 400\text{ cm}^{-1}$ (KBr 領域) における吸収を利用する定量を試みたところ好結果を得たので報告する。

溶媒としては各成分の溶解度の大きいことならびに溶媒自身の $650\sim 400\text{ cm}^{-1}$ における吸収の少ないことを考慮してクロロホルムを用いた。そしてアミノピリン，フェナセチン，カフェインの各標準品のクロロホルム溶液について $650\sim 400\text{ cm}^{-1}$ の赤外吸収スペクトルを測定したところ Fig. 1 のようになり，フェナセチンは 543 ，

^{*1} Tsukahara, Takatsuki-shi, Ōsaka.

^{*2} Kasugade-cho, Konohana-ku, Ōsaka.

^{*3} 第12報：本誌，87，741 (1967).

1) 大井，蔭山，宮崎：本誌，77，439 (1957).

2) 大場，小川，佐子，小林，中島，吉川：衛生試験，77，67 (1959).