

Title	催眠薬の微量分析に関する研究(第5報) : 催眠薬および鎮静薬の沱紙電気泳動
Sub Title	Studies on microanalysis of hypnotics. V. : paper electrophoresis of hypnotics and sedatives.
Author	友田, 正司(Tomododa, Masashi) 飯泉, 宏子(Iizumi, Hiroko) 飯田, 恵美子(Iida, Emiko) 鹿内, 幸子(Shikanai, Sachiko) 寺岡, 和子(Teraoka, Kazuko)
Publisher	共立薬科大学
Publication year	1964
Jtitle	共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.8(1963)/9(1964) ,p.38- 40
Abstract	
Notes	
Genre	Technical Report
URL	http://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000008-0038

催眠薬の微量分析に関する研究 (第5報)

催眠薬および鎮静薬の沝紙電気泳動

友田正司, 飯泉宏子, 飯田恵美子
鹿内幸子, 寺岡和子

Studies on Microanalysis of Hypnotics.

V. Paper Electrophoresis of Hypnotics and Sedatives.

Masashi TOMODA, Hiroko IIZUMI, Emiko IIDA, Sachiko SHIKANAI,
and Kazuko TERAOKA

沝紙電気泳動法を催眠薬の分離確認の手段として用いた報告はあまりみられないが, バルビツール酸誘導体については, Clark-Lubs, Sørensen, Kolthoff の3種の緩衝液を使用して, pHを変えた場合の泳動距離の差を比較している報告¹⁾がある。本報では主としてピリジン-酢酸系緩衝液を用いて, 主な催眠薬および鎮静薬の沝紙電気泳動法による分離を試みた結果を述べる。

泳動は幅 12 cm, 両極面間の距離 22 cm の沝紙を用いたが, 距離を 1.5 倍にした場合の結果と比較して特に差は認められなかつた。検出は展開後の沝紙を約 50° で送風乾燥後, バルビツール酸系催眠薬および鎮静薬については前報²⁾記載と同様に行なつたが, 非バルビツール酸系催眠薬は臭素に 30 分間さらしてから風乾し直ちに紫外線照射して検出した。スポットに用いる試料の溶媒はアルカリを使用するよりも, 前報同様のエタノールまたはクロロホルム溶液の方がむしろ良好な結果が得られた。

ピリジン・酢酸緩衝液を用いて定電圧で pH をかえて泳動を行なつた結果を Table I に示す。

Table I. Relationship between the migration value (R_{BPB}) and pH
(butanol-pyridine-acetate buffer, 10 V/cm., 1 hr., center starting)

Sample \ pH	6	7	8	9	10
Barbital	—	—	-0.53	+0.54	+1.20
Phenobarbital	—	—	-0.40	+0.62	+1.03
Allobarbital	—	—	-0.45	+0.46	+1.08
Amobarbital	—	—	-0.34	+0.30	+0.89
Pentobarbital	—	—	-0.42	+0.34	+0.94
Prominal	—	—	-0.51	+0.30	+1.06
Cyclobarbital	—	—	-0.60	+0.36	+0.96
Hexobarbital	—	—	-0.65	+0.29	+0.74
Thiopental	—	—	-0.47	+0.76	+1.00
Reserpine	0	0	0	—	—
Meprobamate	-0.20	-0.73	-0.14	—	—
Promazine-HCl	-1.08	-1.80	-0.75	—	—
Chlorpromazine-HCl	-0.96	-1.87	-0.64	—	—

1) 木下, 森山: 薬誌, 75, 795 (1955).

2) 第4報. 友田, 村山, 吉良, 伊達: 本報 No. 8~9, 35 (1964).

数値は Brom phenol blue を標準物質として泳動距離の比を求めたものである。

バルビツール酸系物質は pH 6 および 7 では原点を中心に拡がり、またメプロバメート以外の鎮静薬は pH 9 および 10 では原点を中心に拡がって、いずれも不適當な溶媒と認められた。非バルビツール酸系催眠薬は pH 6 および 7 では陰極側に、pH 8 以上では陽極側に原点から拡がるかあるいは全く移動せず、いずれも良い結果が得られなかつた。これは硼酸緩衝液を使用した結果も同様であつた。

Table I の結果はこれらの条件で一応各試料の分離ができることを示しているが、数値の再現性とスポットの拡がり問題であり、バルビツール酸系薬品の場合は pH 10 の緩衝液で良い再現性が得られ、鎮静薬では各溶媒であまり差はなかつたがスポットの拡がり pH 6 が小であつた。次に電圧をかえた場合の影響を、バルビツール酸系催眠薬については Table II に、鎮静薬については Table III に示す。

Table II. Relationship between the Migration Value (R_{BPB}) and Voltage on Barbituric Acid Derivatives (Butanol-Pyridine-Acetate Buffer, pH 10, 1 hr.)

Sample	Voltage	220 (10 V/cm.)	330 (15 V/cm.)	440 (20 V/cm.)
Barbital		+1.20	+1.20	+0.42
Phenobarbital		+1.03	+1.06	+0.50
Allobarbital		+1.08	+1.10	+0.54
Cyclobarbital		+0.96	+0.83	+0.67
Hexobarbital		+0.74	+0.67	+0.37
Thiopental		+1.00	+1.28	+1.37

Table III. Relationship between the Migration Value (R_{BPB}) and Voltage on Sedatives (Butanol-Pyridine-Acetate Buffer, 1 hr.)

Sample	pH	6			7			8		
		10	15	20	10	15	20	10	15	20
Reserpine		0	0	0	0	0	0	0	0	0
Meprobamate		-0.20	-0.30	-0.10	-0.73	-0.55	-0.62	-0.14	-0.53	-0.73
Promazine-HCl		-1.08	-1.37	-0.91	-1.87	-1.95	-1.93	-0.75	-2.05	-2.32
Chlorpromazine-HCl		-0.96	-1.30	-0.84	-1.80	-1.82	-1.75	-0.64	-1.79	-2.00

移動距離の絶対値は表示してないが、全体を通じて 10~15 v/cm の方が 20 v/cm よりも高い数値を示した。以上の結果から、バルビツール酸系催眠薬の分離条件は、pH 10, 15 v/cm がよく、鎮静薬の分離条件は、pH 8, 15 v/cm が適當であると結論できる。

実験の部

検液 前報²⁾と同様のものを使用。

装置および操作 東洋沓紙 No. 51, を 12×26 cm に切り、長さ 16 cm の枠を用いて両極面間の距離が

22 cm となるように水平に固定。緩衝液で処理後約 10 分間通電し、中央線上に検液をスポットして 1 時間泳動を密閉器中定電圧で行なつた。温度約 12°, 220 V で電流 5 mA 前後。

緩衝液 *n*-Butanol 10 ml + Pyridine 10 ml + Glacial Acetic Acid 2 ml + 28% NH₄OH + H₂O → 500 ml. 28% NH₄OH の量は次のとおり。pH 6…1.0 ml, pH 7…2.2 ml, pH 8…2.5 ml, pH 9…3.2 ml, pH 10…11 ml.

Summary

Paper electrophoresis of several hypnotics and sedatives was studied by the use of buffer solutions consisting of *n*-butanol, pyridine, acetic acid and aqueous solution of NH₄OH. In this experiment, it was found that a appropriate condition for isolation of barbiturates is pH 10 and 15 v/cm. For sedatives, it is pH 8 and 15 v/cm. Optimal conditions for isolation of non-barbiturates were not determinable in this manner. Barbiturates were identified by ultraviolet radiation after spraying with NaOH and sedatives by spraying with Ehrlich reagent.

フェナンスレンキノンのアミン類との反応

(第 2 報) ベンジルアミンとの反応 その 1

多田 敬三, 横川 浩子, 島津 和子,
田中 紀子, 秦 万里子

The Reaction of Phenanthrenequinone with Amins. Part II.

The Reaction of Phenanthrenequinone with Benzylamine. Part I.

Keizo TADA, Hiroko YOKOKAWA, Kazuko SHIMAZU,
Noriko TANAKA, Mariko HATA.

われわれは先にフェナンスレキノン (以下キノンと称す) の酸化生成物であるジフェン酸とベンジルアミン (以下アミンと称す) との反応を行なつたが¹⁾, 今回はキノン自体との反応を行なつた。G. H. Joffe 等は²⁾, キノンとアミン (1:2 モル) を加圧下ベンゼン溶媒中 100°C 6 時間加熱して 2-phenylphenanthroxazole [I], C₂₈H₁₇NO (高融点有機溶媒難溶物質, phenanthroxazine [II] と推定, ただし元素分析 N のみ), キンヒドロ型化合物 (C₂₈H₁₉NO₃, III), およびベンツアルデヒドを得ている。

われわれは, キノンに対して大過剰のアミン (1:10 モル比) を, 常圧, 無溶媒で 1) 煮沸 5 時間と 2) 常温 48 時間と二つの場合について反応させたところ A~D の 4 種の物質を得た。そのうちの A 物質は融点, 元素分析値より [I] に一致することがわかつた。また B 物質は [II] の性状に類似するが, 微量のため精製が不完全で元素分析に到らず, 従つて II であると同定できていない。他の 2 物質 C, D は精製可能で Joffe の得た何れのものとも異なり, それらの構造については討論の部にゆずる。なお III およびベンツアルデヒドは得られなかつた。

1) 本誌: No. 6~7, 73 (1961~2).

2) G. M. Joffe, A. R. Day.: J. Org. Chem., 8, 43(1943).