

# 〔続〕ヨウ素化けい卵中のヨウ素定量法について

Über die Bestimmung des Jodgehaltes in Jod-Eiern

稲垣 清二郎

Seijirō Inagaki

山口 恭子

Kyōko Yamaguchi

## 緒 言

本問題については本誌前号において著者らの一人稲垣は本研究の動機、有機化合物中のヨウ素定量法、ヨウ素化けい卵中のヨウ素定量法の変遷およびヨウ素のとり込み推定など詳細に発表した<sup>1)</sup>が、定量法の実験成績はなお吟味する点があるとして省略したので今回はその実験成績について報告する。

著者らは第八改正日本薬局方の乾燥甲状腺<sup>1)</sup>を使用して、乾燥甲状腺中のヨウ素含有量を測定して0.32%~0.31%なる結果を得、局方規定の0.30%~0.35%範囲内であり、しかもその製品メーカーの試験報告書の0.31%と全く一致し、もって著者らの実験操作の正確を期した。しかしこのような成績を得るまでにはかなりの時間を費したことは前報に述べた通である。

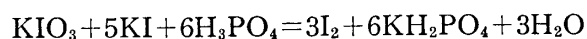
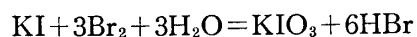
まず温度の点であるが、以前は食品の灰分定量は初め小火焰で熱し漸次強く熱灼<sup>2)</sup>、また漸次火を強めてるつぼが赤色を呈する程度に加熱<sup>3)</sup>、あるいは次第に火を強めて微赤熱で加熱化<sup>4)</sup> するとして温度の規定がないので、著者らも始めは温度計を用いず実験を行っていたが含有量が極めて不同であった。そこで第七改正日本薬局方の乾燥甲状腺末のヨウ素定量法には加熱温度を675~700°Cで25分と規定してあることを重視し、新しくヤマト科学(株)製の **Pyrometer** を用い、この温度にて加熱灰化し満足なる結果を得たが、675~700°Cにて25分間持続することは相当苦心を要する問題であった。幸い第八改正日本薬局方では加熱温度が600~700°Cに改正されたのでその点やや緩和された。実際著者らは720°Cあるいは650°C温度においても成績には影響のないことを実験で確認している。

## 実 験 の 部

試料の調製：ヨウ素化けい卵を熱湯中にて約15分間加熱して茹卵となし、流水中にて冷却後卵黄と卵白に分け、卵黄を細切して冷蔵庫に入れ約6日間放置すると水分が蒸発して約半量となる。これをさらに $\frac{1}{2}$ あるいは $\frac{1}{3}$ に分割して試料とした。卵白にはヨウ素の含量を認めないので卵黄のみを使用した。

定量操作：第八改正日本薬局方の乾燥甲状腺末定量法を準用した。有機性ヨウ素を無水炭酸カリウ

ムと600~700°Cに強熱してヨウ化カリウムとしこれを熱湯で全部抽出し、臭素で酸化してヨウ素酸カリウムとし、リン酸を加えて煮沸し過剰の臭素を追い出し、さらにフェノールを加えて遊離臭素と化合させて除いたのちヨウ化カリウムを加え、ヨウ素酸カリウムとリン酸々性で反応させ、ヨウ素を0.01 N-Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> でデンプン試液を指示薬として滴定する。同様の方法で空試験を行い補正する。



本品中のヨウ素1原子に対しヨウ素6原子を遊離する。したがって0.01N チオ硫酸ナトリウム液1 ml =  $(126.9/100) \times \frac{1}{6} = 0.2115\text{mg I}$  となる。

試料のヨウ素化けい卵はヨウ化カリウム1日30 mg, 10 mg, あるいは6 mg を飼料に混和して与え産卵を始めてから5日後のものをを用いた。

試料たる卵黄は乾燥甲状腺末とは異なり固形脂肪状の形態をなすので、径7.5cmの磁製乳鉢中にて炭酸カリウム（無水）7g とよく混合し粉末状としてるつぼ中に入れ、台上でるつぼを静かにたたいて密にする。さらに3gの炭酸カリウムを乳鉢に入れよくかきまぜてるつぼに入れ乳鉢、さらに乳棒、パラフィン紙に附着せる試料を悉くるつぼに加え、つぎに7gの炭酸カリウムをその上加えるつぼを静かにたたいて、これをマッフル中に入れて加熱し600~700°Cで25分間強熱するわけであるが、著者らは690°Cの温度で25分間持続するよう調節し実験を行った。

また冷後るつぼの内容物を径10cmの磁製の蒸発皿に入れ、るつぼには水20 ml を入れて加熱沸騰させ蒸発皿に入れる操作を3回行ない、蒸発皿を直火で加熱沸騰せしめ、内容500mlのフラスコにろ過し、ろ紙上に残った炭素分はろ紙を破かないようにしてとり蒸発皿に入れ水50mlを加えて加熱沸騰ろ過する操作を4回行ってろ液の全量約300 ml とする。

この液に新製の臭素試液7 ml および希リン酸(1→2) 40 ml を徐々に加えて煮沸し約200 ml となるまで加熱をつづけ、フラスコの内壁を水で洗い、さらに5分間煮沸をつづける。冷後フェノール溶液(1→20) 5 ml を加え再びフラスコの内壁を水で洗い込み、5分間放置したのちこれに希リン酸2 ml およびヨウ化カリウム試液5 ml を加え直ちに遊離したヨウ素をデンプン試液3 ml を指示薬として0.01 Nチオ硫酸ナトリウム液で滴定する。同時に空試験を行い補正する。

$$0.01\text{Nチオ硫酸ナトリウム液 } 1\text{ ml} = 0.2115\text{mg I}$$

よ

## 実 験 成 績

試料は毎日ヨウ化カリウム30 mg をニワトリの飼料に混合して与えた卵黄を冷蔵庫に入れ約1週間放置し正確に2分して測定したものを第1表とした。第2表はヨウ化カリウム10 mg を1日量とし、第3表はヨウ化カリウム6 mg を1日量としたものの結果である。

## 考 察

卵黄中のヨウ素含有量は第1~第3表のように卵黄1個としてはほぼ同量であるが、これを半量ず

第1表 KI 30 mg 投与せる卵黄中の I 含量

	卵黄の重量 (g)	冷蔵庫内の日数	乾燥重量 (g)	供試量 (g)	I の含量 (r)	合計量 (r)
A	15.5	20	8.0	a 4.0	a 719	1882
				b 4.0	b 1163	
B	15.5	20	8.4	a 4.2	a 1163	1819
				b 4.2	b 656	

第2表 KI 10 mg 投与せる卵黄中の I 含量

	卵黄の重量 (g)	冷蔵庫内の日数	乾燥重量 (g)	供試量 (g)	I の含量 (r)	合計量 (r)
A	17.5	6	8.8	a 4	a 423	1206
				b 4	b 783	
B	19.5	6	10.6	a 5.3	a 592	1290
				b 5.3	b 698	

第3表 KI 6 mg 投与せる卵黄中の I 含量

	卵黄の重量 (g)	冷蔵庫内の日数	乾燥重量 (g)	供試量 (g)	I の含量 (r)	合計量 (r)
A	16.3	6	9.0	a 4.5	a 402	793
				b 4.5	b 391	
B	15.7	6	8.8	a 4.4	a 106	762
				b 4.4	b 656	
C	19.2	6	10.5	a 5.25	a 85	741
				b 5.25	b 656	

第4表(a) 卵黄における I 分布状況

B、Cは乾燥物を乳鉢内でよくかきまぜ試料とした

	卵黄の重量 (g)	乾燥重量 (g)	供試量 (g)	0.01N-Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> の消費量 (ml)	I 含 量 (r)	合計量 (r)
A	19.2	10.5	a 5.25	a 0.4	a 85	741
			b 5.25	b 3.1	b 656	
B	19.5	10.7	a 5.35	a 2.8	a 592	1290
			b 5.35	b 3.3	b 698	
C	17.5	9.4	a 4.7	a 2.0	a 423	1206
			b 4.7	b 3.7	b 783	

第4表(b) KI 6mg 投与の卵黄についてのI分布状況

卵黄1ヶをたて、よこに4つに分け各々をa, b, c, d, とす。

	乾 燥 重 量 (g)	0.01N-Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> の消費量 (ml)	I 含 量 (r)	乾燥重量に対する mg%
A	a 2.2	0.6	127	5.77
	b 2.3	0.1	21	0.91
	c 2.2	0.8	169	7.68
	d 2.6	0	0	0
B	a 2.3	1.1	233	10.13
	b 1.6	0.8	169	10.56
	c 3.0	1.2	254	8.46
	d 2.0	0.5	106	5.20

第5表 卵黄を中央部(胚)と両側(左右)の三部に分け定量

	乾 燥 重 量 (g)	0.01N-Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> の消費量 (ml)	I の 含 量 (r)
中 央 部 (胚)	3.6	0.8	169
左	3.9	0.9	190
右	3.9	0.9	190

つ分割して測定すると著しい差を示した。かつて著者の1人稲垣は日本産茸類のマニット量を測定し、傘と軸とに分布せるマニット量が部位によって異なる含量を示したので<sup>5)</sup>、卵黄中のヨウ素有機化合物も均等に分布しないで片寄っているのではないかと考え、第4表a, bのような成績を得たのでなお一層局部的に偏在せる感を深めたのである。そこで卵黄について考えられることはまず第一に胚の部分である。よって著者らは卵黄の胚の部分とその両側面の三部に分割して冷蔵庫で乾燥しヨウ素定量を行ったが、第5表のように著しい差異は認められず却って胚の部分が若干少ないという結果であった。

## 結 論

著者らはニワトリにヨウ化カリウムの一定量を飼料に混ぜてヨウ素化けい卵を産生せしめ、そのヨウ素を測定して卵白に移行しないで卵黄のみに移行し、そのヨウ素は有機化合物となって卵黄油に最も多く含量することを知った。定量法としては第八改正日本薬局方の乾燥甲状腺末の定量法を準用して目的を達したのであるが、原料の卵黄が乾燥甲状腺末とは異なり蜂蜜様の流動性であるので茹卵として卵黄を固形脂肪状として分離し冷蔵庫中にて水分を蒸発せしめ試料となし、乳鉢内にて無水炭酸カリウムとよく混和してるつばに入れ、乳鉢内や乳棒に附着せる少量の卵黄は少量の無水炭酸カリウムと混ぜて完全に粉末状としてるつばに入れることができた。

また加熱温度は Pyrometer を用いて690~700°C に25分間強熱し、灰化物の抽出には磁製蒸発皿にて50mlの水を加えて煮沸せしめろ過する。るつばは20mlの水を加え煮沸して蒸発皿に加えること3

回くり返し洗液は蒸発皿に移す。蒸発皿にて抽出すること4回行いろ液の全量約300 ml とする。臭素試液および希リン酸を加えて煮沸し抽出液が約200 ml となるまで加熱をつづけ、もって、ヨウ化カリウムデンプン紙の試験を省略することができた。

著者らは実験の結果卵黄中のヨウ素有機化合物は均等に分布しないで局所的に偏在するものと考えているが現在のところその局所を決定するまでに至っていない。今後なお研究をつづけて検討する考えである。

**謝辞** 本研究を進めるに当り、日本薬局方乾燥甲状腺チラーヂン末を供与いただいた帝国臓器製薬株式会社取締役工場長岡部佐七博士に厚く感謝いたします。

## 文 献

- 1) 第八改正日本薬局方第一解説書：C 683 (1971)
- 2) 日本薬学会：衛生試験法註解 P 3 (1956)
- 3) 満田久輝：要説実験栄養化学 P 62 (1966) いすみ書房
- 4) 東京農工大学食糧化学教室編：食品学実験法 P 13 (昭44)
- 5) 稲垣清二郎，土岐むつみ：日本衛生化学会誌，日本産茸類成分研究マンニット，グルコース，トレハロースの含有量第3～5報 Vol. 16, No. 1, P 1～20 (昭19)  
薬学雑誌，日本産茸類のマンニット含有量第3報 P 132 (昭19)  
茸類のマンニット，トレハロース及びブドウ糖の含有量第4報 P 133 (昭19)  
茸類中糖分の消長について第5報 P 133 (昭19)