

第 5 図

この結果より反応温度は 30°C~35°C が適当と思われる。

(6) 比色計のフィルタについて

呈色々素の吸収曲線を求めれば比色のとき使用するフィルタが決定するがここでは一応簡単に EPO-A 型比色計付属のフィルタを用い、H. M. F. を今まで述べた最適の反応条件で呈色させその透光度を求めた結果を第 6 図に示す。吸収セルは 10mm の厚さのものを使用し空試験を対照にした。H. M. F. 濃度は 1 mg per-cc のも使用した。これにより主波長 460m μ の B フィルタが最適と考えられた。

以上で反応条件の検討は一応終った。H. M. F. 水溶液のベンジジン試薬による比色定量を目的とした実験方法を要約すると次のようになる。

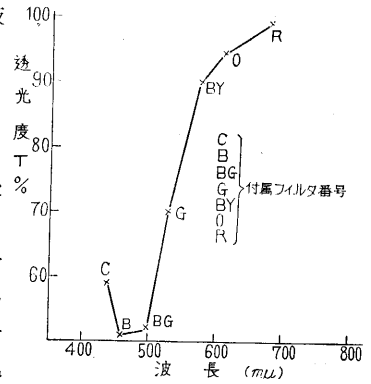
H. M. F. 水溶液

1 cc をとり 4 cc の *n*-ブタノールを加えよく振盪後、5cc のベンジジン試薬 (0.5g のベンジジンを 50cc の氷醋酸に溶解する) を加え 30°C で 15 分間反応させた後、直ちに比色計で主波長 460m μ

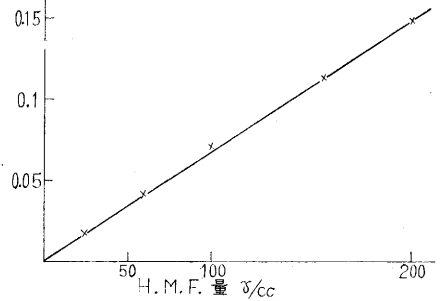
のフィルタを用い空試験を対照に吸光度を測定する。

この方法で H. M. F. の標準溶液

について実験した結果 H. M. F. 量 200 γ per cc 以下の場合には吸光度と H. M. F. の濃度でグラフを求めると第 7 図に示すように原点を通る直線が得られる。これは逆にいえばこの検量線を用いて 200 γ per cc 以下の濃度の H. M. F. の水溶液を正確に比色定量できることになる。この結果をブドウ糖水溶液中に含まれた微量の H. M. F. の定量に応用した結果を続報する。(1957. 12. 4)



第 6 図



第 7 図

(そ の 2)

—ヒドロキシメチルフルフラールの抽出と定量—

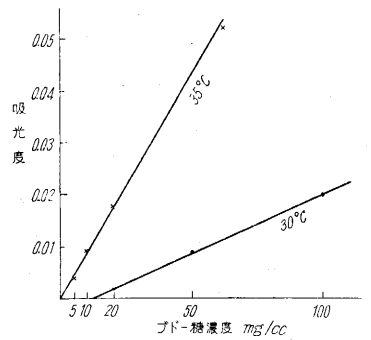
Extraction and estimation of 5-hydroxymethylfurfural (Part 2)

吉 弘 芳 郎・中 村 亦 夫

前報でヒドロキシメチルフルフラール(以下H. M. F. と略す)の比色定量を目的としたベンジジン-醋酸試薬による H. M. F. 水溶液の反応条件の検討を行い、反応温度として 30°C~35°C がよい結果を示すことを報告した。ブドウ糖水溶液中に含まれる H. M. F. をこの試薬で呈色させる場合には共存しているブドウ糖の影響をまぬがれ得ない。反応温度を前記の 30°C~35°C とした場合に呈色反応試薬のブドウ糖による発色を検討するため、ブドウ糖の標準溶液を作り H. M. F. 水溶液の場合と全く同じ条件で反応を行わせその着色量を調べた結果を第 1 図に示す。

この結果、反応温度 35°C ではブドウ糖の影響が強く

あらわれてくる事が判り、30°C で反応を行かせた方がよいことになる。しかも 30°C においてもブドウ糖濃度 10mg/cc 以下にならないと着色する。しかし実際上問題になるブドウ糖水溶液濃度は 100mg/cc 以上であるか



第 1 図

研究速報

ら H. M. F. をブドー糖水溶液より抽出しなければならない。そこでわれわれは水飽和 n-ブタノールで H. M. F. を抽出する方法を考え、まず水、n-ブタノール層の H. M. F. とブドー糖の分配係数を求めた。分配後の水層の容積を V_w 、n-ブタノール層の容積を V_B 、水層のブドー糖量、n-ブタノール層のブドー糖量をそれぞれ M_w 、 M_B とするとこの分配係数 k_1 は

$$k_1 = \frac{M_B}{V_B} = \frac{M_B}{M_w} \cdot \frac{V_w}{V_B} \dots\dots\dots (1)$$

同様にして H. M. F. 量を m_w 、 m_B とすると H. M. F. の分配係数 k_2 は

$$k_2 = \frac{m_B}{V_B} = \frac{m_B}{m_w} \cdot \frac{V_w}{V_B} \dots\dots\dots (2)$$

水に等量の水飽和 n-ブタノールをまぜて 2 層に分離させた場合の V_w/V_B を求めると第 1 表のようになる。

第 1 表

分配前の容積 (cc)		分配後の容積		V_w/V_B
水	ブタノール	水 V_w	ブタノール V_B	
5.00	5.00	5.65	4.35	1.30
5.00	5.00	5.65	4.30	1.31
3.00	3.00	3.40	2.60	1.31

av. 1.31

M_B/M_w は水層のブドー糖量を測定し、初めの濃度の差をブタノール量に分配した量として求めた (第 2 表)。

第 2 表

全糖量 mg	M_w mg	M_B mg	M_B/M_w
1255	1200	35	0.029
625	610	15	0.025

av. 0.027

m_B/m_w は水層、およびブタノール層の H. M. F. を前報の条件にしたがって別にベンジジン-氷醋酸試薬で比色定量して求めたものである (第 3 表)。

第 3 表

m_B γ	m_w γ	m_B/m_w	m_B+m_w γ	全 H. M. F. (理論) γ	誤差%
428	400	1.07	828	808	+ 2.50
322	306	1.07	628	606	+ 3.33

av. 1.07

これらの値を(1)、(2)式に入れて k_1 、 k_2 を求めると

$$k_1 = 0.035$$

$$k_2 = 1.40$$

となり H. M. F. が選択的に抽出されることがわかる。

また $\frac{m_B}{m_w} = 1.07$ より

$$m_w = \frac{m_B}{1.07}$$

$$\text{全 H. M. F.} = m_B + m_w = m_B \left(1 + \frac{1}{1.07} \right)$$

$$= m_B \times 1.93 \dots\dots\dots (3)$$

(3)式よりブタノール中の H. M. F. 量を求めると溶液中に含まれていた全 H. M. F. が算出される。

この結果を用いて局法ブドー糖に H. M. F. を混合した試料を対照にしベンジジン-氷醋酸試薬による H. M. F. の比色定量の可否を検討した結果を第 4 表に示す。

第 4 表

ブドー糖対 H. M. F.	理論量 H. M. F.	実験値 H. M. F.	誤差%
2000 : 1	435	421	- 3.22
5000 : 1	202	206	+ 1.82
10000 : 1	101 γ	101 γ	0

以上の結果、本法は H. M. F. の簡易定量として十分に利用できるものと思われる。(1958. 1. 23)

東京大学生産技術研究所報告 第7巻 第3号予告

森 政 弘 著「不規則入力信号および階段状入力信号に対するサンプル値制御系の研究」

不規則入力に対するサンプル値制御系の取扱いは重要課題であるが、従来ほとんど行われていなかった。本稿第 1 部では筆者は定常時系列の相関関数・パルススペクトル密度を用い、またこれらと拡張 z-変換法とを融合させてサンプル値系の統計的理論を樹立した。サンプル値系出力の 2 乗平均値を、サンプル値についてばかりでなく全出力波形について求めることができるのはこの理論の特徴の一つである。またこれを用いてサンプル値制御系の調整を統計的に論じた。

第 2 部では、これまでかえりみられなかったプロセスのサンプル値制御について、最良の過渡応答を得るために制御装置が備えるべき条件を、外乱および目標値の両入力に対して求めた。また筆者の創意になる任意伝達関数制御装置を用い一連のサンプル値制御実験を組織的に行い、本論文の理論の主要点を実証することができた。最後に、実験に用いた任意伝達関数制御装置と不規則信号発生器について述べた。