

衛生試驗所彙報

第貳拾號

內務省衛生試驗所

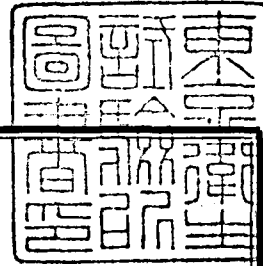
緒言

本號ハ特ニ藥品及製藥原料ノ調査成績ヲ收録シタルモノナリ

大正十二年八月

目次

一 吸入用壓搾酸素ノ化學試驗法ニ關スル調査報告	一
二 バンクレアチンノ効力檢定法ニ就テ	一五
三 デギタリス類就中現今市販デギタリス葉ノ効價ニ就テ	二九
四 市販ノ麥角及其製劑並効力試驗法ニ就テ	四七
五 チアン及其化合物ノ定量法ニ就テ	五七
六 山紫蘇精油中チモールノ定量法ニ就テ	六七
七 サントニンノ新定量法	七三
八 ブロムラールニ就テ	八九
九 アセト醋酸エステルノ新定量法	九五
十 日本産フーゼル油	一〇三
十一 キナ皮中キニーネ含量檢定ニ關スル調査報告(大正十二年四月十二日官報登載)	一〇九



一、吸入用壓搾酸素ノ化學試驗法ニ關スル調査報告

衛生試驗所技師

四方

敬

一

衛生試驗所技手

猿

橋

繁

近時醫療上ノ目的ヨリ酸素吸入ヲ行フモノ次第ニ増加シ唯ニ醫師ノミナラス廣ク一般患者ノ採用スルニ至リ從ツテ之ヲ壓縮シ或ハ發生裝置ヲ考案シテ販賣スルモノ尠ナカラス而レトモ未タ特ニ吸入用酸素トシテ製造スルモノナク一般機械工業用ノモノヲ之ニ供用スルニスキス從ツテ之ニツキ藥品トシテノ內容的證明又ハ檢定ヲ求メサルハ蓋シ氣體分析ノ施行カ通常ノ試驗管分析ノ如ク容易ナラサルニ歸スニ非サヤト雖モ甚タ當ヲ得サルモノナリ而ルニ米佛兩國ノ如キハ之ヲ藥品トシテ既ニ其ノ藥局方ニ於テ供給酸素ノ性質ニ限定ヲ與ヘ其ノ比率九十五%以上ニシテ炭酸及ヒ「ハロゲン」類ヲ含有セス「リトマス」液ヲ變色セサルコト等ヲ規定セリ

之カ製造方法ニツキテハ化學的ナルモノノ外工業的ナルモノニ水ノ電氣分解法及ヒ液體空氣ノ分別蒸餾法ノニアリ水ノ電解法ニヨルモノハ容易ニ九十七%程度ノ純良度ニ達シ窒素、水素ノ痕跡ヲ含有スルノ外「オゾン」ヲ認ムルコトアリ液體空氣ノ分別蒸餾法ニヨルモノハ窒素等ノ不活性氣體及ヒ僅カノ炭酸ヲ含有ス而シテ本法ハ全然機械的操作ニヨルノミナルヲ以テ近時著シキ進步ヲナシ我國ニテモ大部ハ之ニ依リ製造サレ千九百二十一年度ニ約

三十九工場ヲ算シ二百數十萬立方米ヲ産セリト云フ

參考ノ爲メ大氣成分ニツキ其ノ物理性ヲ掲クレハ左ノ如シ

大氣成分	窒素	酸素	アルゴン	炭酸	クリプトン	クセノン	ネオン	ヘリウム
重量比率	七五、五	二三、二	一、三	〇、〇五	〇、〇二八	〇、〇〇五	〇、〇〇〇八六	〇、〇〇〇〇五六
容積比率	七八、〇五	二二、〇	〇、九五	〇、〇三	一	一	〇、〇〇〇二二	〇、〇〇〇〇四〇
沸點	一九四、四	一八一、四	一八六、一	七八、二	一五二、七	一〇九、一	二三九、〇	二六八、八

(攝氏零度以下)

即ハチ製造ノ際沸點相近キ窒素アルゴン等ノ混入ハ幾分避ケ難キモノアリト雖モ其ノ不活性ナルコト及ヒ比率甚タ小ナルコトヨリ更ニ有害ナル結果ヲ來スモノト認メ難シ

斯クノ如ク之等工業的方法ニヨル製品ハ優ニ九十七%以上ニ達シ故意ニ不純物ヲ混入セサル限リ甚タ信頼シ得ルモノナルヲ以テ茲ニ之等ノ化學試験ヲ施行シ其ノ成績ヲ報告セン
トス

壓縮酸素化學試験法

(一)採氣方法

採氣ニ際シテハ得ヘクンハ「レデウシングバルブ Reducing Valve」ヲ使用スルヲ便トス而ル時ハ容易ニ容器内ノ氣壓ヲ知リ且ツ任意壓力ノ氣流ヲ噴出セシメ得ルヲ以テ試験ニ供セル氣體以外ニ浪費スル所ナシ(庚圖參照)其ノ用法左ノ如シ

先ツ「ロ」ヲ酸素容器ニ堅ク連結セシメ「ハ」ニ「ニ」ヲ閉シレハ容器内ノ壓力ハ壓力計「イ」ニヨリ示サルヘシ次ニ「ハ」ニ「ニ」ヲ徐ロニ除キテ「ホ」ヲ通シ適度ノ氣流ヲ出サシメ誘導管(ゴム管)内ノ空氣ヲ排

除セル後試験裝置ニ連結セシメ適度ノ氣流ヲ得ンカタメニ更ニ「ニ」ヲ調整ス

(二) 酸素ノ定量法 庚 圖

其ノ方法ニ關シ

テハ研究頗ル多キ

モ大體次ノ六種ト

スルヲ得ヘシ

「イ」アルカリ性焦

性沒食子酸ヲ

用フル方法

「ロ」磷ヲ用フル方

法

「ハ」アンモニア銅

ヲ用フル方法

「ニ」亞酸化鐵溶液

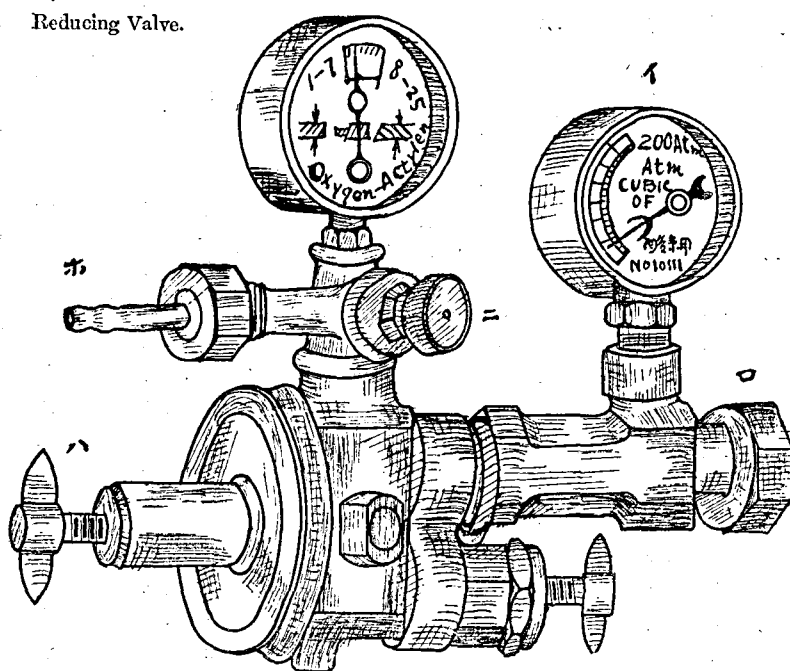
ヲ用フル方法

「ホ」第一鹽化クロ

ム溶液ヲ用フ

ニシテ反應時間ノ小ナルコトヨリ手數ヲ省略シ得ルコト大ナルヲ以テ多クノ氣體分析者ノ

Reducing Valve.



ル方法

「ヘ」ナトリウム、ヒポスルフ

イト溶液ヲ用フル方

法

之等六方法中第一ハ試験

室内操作上甚タ有利ナル

モノニシテ攝氏十五度以

上ニ於テハ多量ノ酸素ト

反應シ數分ヲ出テスシテ

完了ス唯タ材料ノ稍ヤ廉

價ナラサルコト及ヒ調製

宜シキヲ得サレハ往々一

酸化炭素ヲ成生スルノ缺

點アリ而レトモ本溶液ノ

酸素吸收能ハ二—二・二五

常用スル所ナリ

第二法ハ酸素吸收能ノ強大ナル點ヨリ推奨シ得ヘキモ共存氣體ノ及ホス障害範圍廣ク且ツ酸素ノ分壓大ナル時ハ反應完全ナラス加フルニ五十%以上ナル時ハ爆發ヲナシ易ク從ツテ本試験ニハ適當ナラス

第三法ハ材料ノ廉價ナル點ト吸收能ノ強大ナル點ヨリ(吸收能六〇)或ハ又々温度ノ影響小ナル點ヨリ遙ニ他ヲ凌クト雖モ振盪ヲ最大要件トスルコト及ヒ一酸化炭素ノ共存ニ於テ本液ハ鹽基性銅アンモニウム炭酸鹽ナルニヨリ之ヲ吸收スルヲ以テ一般分析操作ノ場合ニハ注意ヲ要スレトモ工業的製造ニヨル酸素中ノ不純物トシテハ一酸化炭素ハ存在セサルヲ以テ實用上甚タ有利ナル方法タルヲ得ヘシ

第四法ハ硫酸第一鐵ノアンモニア性溶液ヲ用フル方法ナレトモ缺點多ク實用ニ適用シ難ク之ニ反シテ第五法ハ炭酸硫化水素等ノ存在ニ於テモ有効ナレトモ純良ナル第一鹽化クロムヲ得難キニヨリ常用ノ方法トナシ難ク第六法ハ酸素分壓大ナル時ハ精確ナル結果ヲ得難シ

之ヲ要スルニ上記諸法中本試験ニ利用シ得ルモノハ第一及ヒ第三法アルノミニシテ之等二法ハ共ニ便法ト認メラレトモ何レモ酸性氣體共存ノ虞レアル際ニハ豫メ苛性加里ニヨリテ除去セル後適用シ第三法ニ於テハ精確ナル目的ニ從ハハ更ニ硫酸ニヨリテアンモニア蒸氣ヲ除去ス

今之等二法ヲ實際ニ適用セル結果ヲ舉ケ其成績ノ相一致スルヲ示スコト次ノ如シ

試驗番號		製造者	購入月日	第一法ニヨル酸素比率	第二法ニヨル酸素比率
一	宮山	大正十二年二月廿七日	九六・二	九六・二	
二	保土ヶ谷	同	九六・四	九六・六	
三	田邊	同	九五・六	九五・八	
四	電解	同	九五・二	九五・二	
五	東洋	同	九七・〇	九七・一	

前掲ノ如ク酸素定量ニハ「アルカリ性焦性沒食子酸法或ハ銅アンモニア法何レニヨルモ同シ茲ニ其等ノ調製法ヲ示ス

イ、アルカリ性焦性沒食子酸法

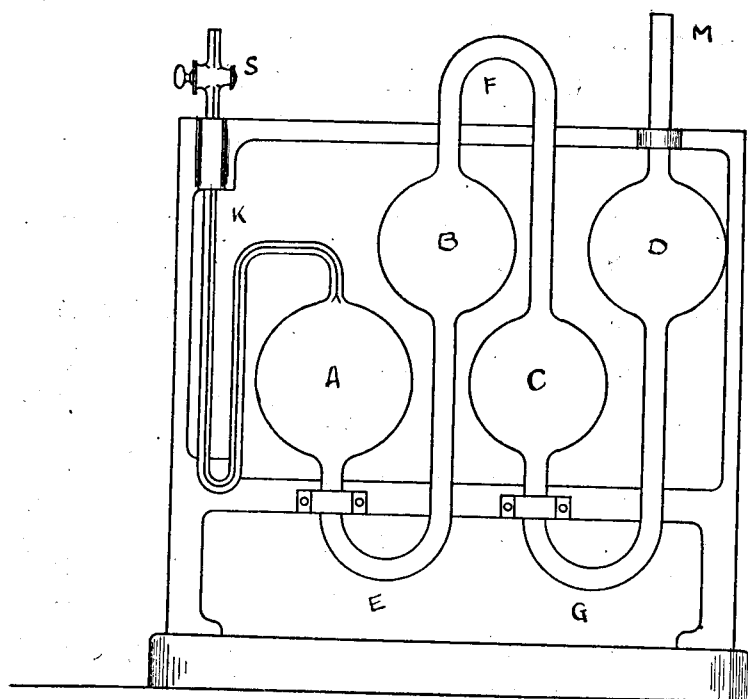
酸素吸収ニヨリ一酸化炭素ヲ發生スルコトアルヲ以テ特ニ注意シテ調製セサルヘカラス更ニ苛性加里ノ濃度ニヨリ吸收力著ルシク異ナルヲ以テ「ベネヂクト」Benedictニ從ヒ苛性加里五十%ニシテ其ノ比重一・五ナルモノ百三十五分ニ對シ焦性沒食子酸十五分ヲ溶解セシム本溶液ハ能フ限リ用ニ臨ミ調製シ直チニ甲圖吸收ビベット」ノA部ニ充填セシム甲圖ノ各球ハ約七十ccノ内容ヲ有シトハ毛細管ナリAニ充填セル後Mヨリ水ヲ注入シC・Dニ入レ次ニSヲ閉シ直接空氣トノ接觸ヲ避ケシメS(活栓)ニヨリテ後記ノ「ビウレット」トS'ニ於テ連結ス本溶液ハ酸素ニ對シ二—二・二五ノ吸收能ヲ有ス

ロ、銅アンモニア法

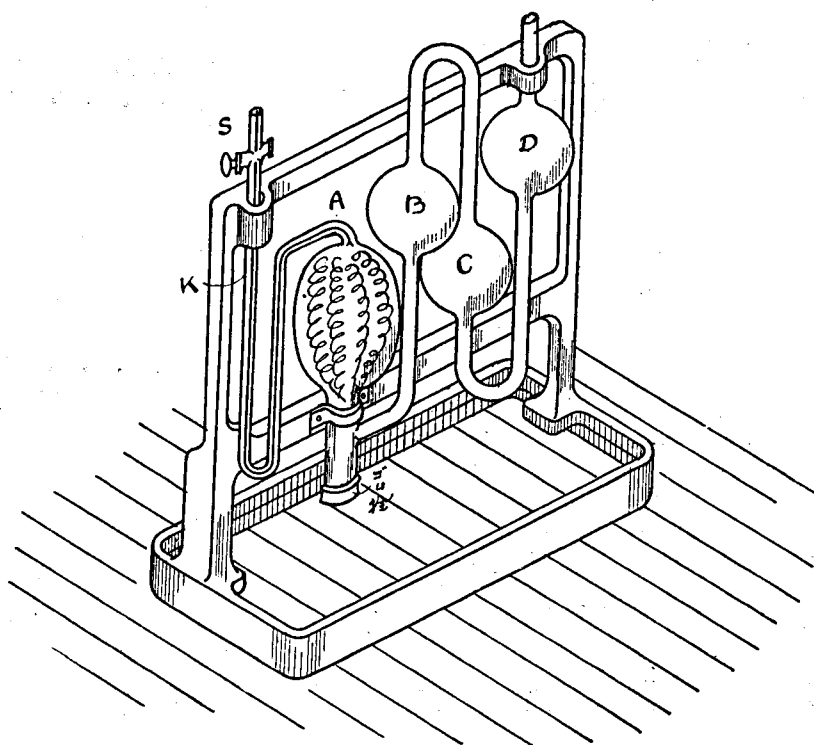
炭酸アンモニウム飽和水溶液ト比重〇・九三ノ「アンモニア」等容混合體ヲ乙圖Aニ下方ノ口ヨリ入レ同時ニ螺旋狀ヲナセル光澤アル金屬銅ヲ插入シタル後C・Dニ水ヲ注入ス本溶液ハ酸素吸收能六ヲ超エ頗ル強力ナリ銅表面ノ汚濁セシ時ハ稀硝酸ヲ以テ洗淨セハ舊ニ復ス

ヘシ「イト」同様Sヲ通シテ「ビウレット」S'ニ連結ス

甲 圖



乙 圖



(已圖)

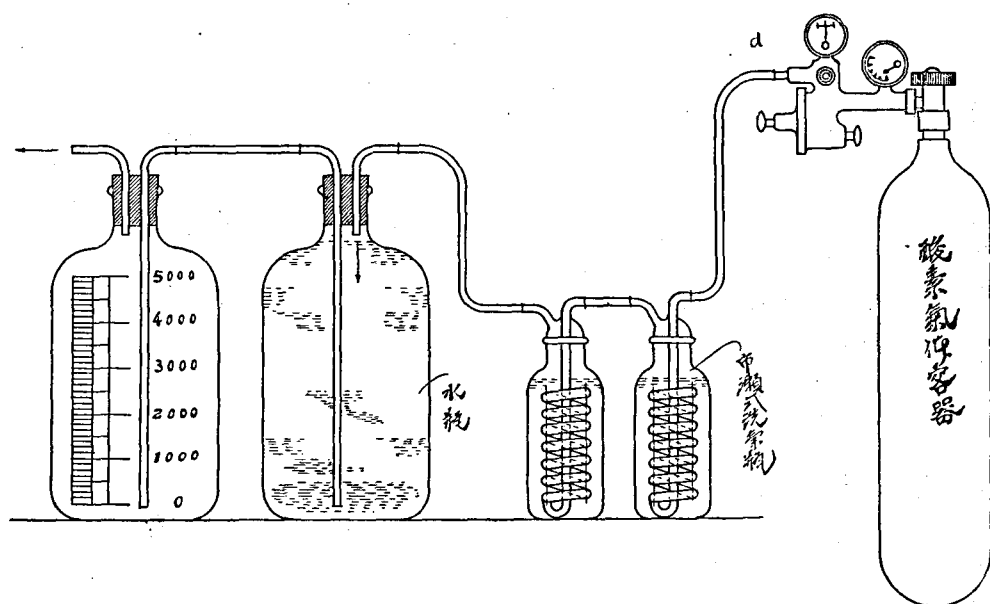
スルニアルヲ以テ
五十^{cc}ノ内上方十^{cc}
ヲ十分ノ一^{cc}ニ

目盛トセルモノヲ
使用スルヲ以テ十
分ナリトス温度變
化ニヨル容積ノ變
化ヲ防止センカ爲
ニ之ニ外包ヲ附シ
恆溫水ヲ逆流セシ
ムルカ或ハ室溫水
ヲ滿タシメ溫度變
ノ直下迄水銀ヲ滿



栓(a)ヲ開キソ

降下セシムルトトモ
ニ活栓ヲ開キ徐ロニ
氣體ヲ採取シ五十cc
以上ヲ採取セハ活栓
ヲ閉シ酸素容器トノ
連結ヲ斷チ二十分
ノ後水銀壺中ノ水銀
面トビウレット中ノ
水銀面ヲ五〇ccノ標
識bニ於テ合致セシ
ムル迄過剩氣體ヲc
ヨリ外方ニ出シ而ル
後水銀壺ヲ上ケaヲ
開キテcニ連絡セサ
ル方へsニ連結セル
吸收ビベツト甲又ハ
乙へ氣體ヲ送入シ直
下へ水銀面ノ來ルヲ



待チaヲ閉ツ斯クテ吸收
ヲ速進セシメンカタメニ
ハ本ビベツト活栓ヲ閉シ
テ充分閉塞セシ上ゴム栓
連結部ヲ解キテ輕ク振盪
シ充分吸收セシメタル後
舊ニ復シ再ヒ水銀面ヲ一
致セシメテビウレット内
ノ水銀面ヲ檢ス斯クテ減
容ノ二倍ヲ以テ酸素以外
ノ氣體ノ比率トス
(三)混在氣體中ノ水素
本試驗ニ於ケルカ如キ
供試料中ニハ水素ノ存在
ハ極メテ少量ナルカ或ヒ
ハ存在ヲ怪シムモノナレ
トモ電解法ニヨルモノハ
時ニ檢出スルコトナキニ

非ス勿論水素ノ相當多量ヲ檢スルカ如キコトナシト雖モ電解法ニヨルモノニシテ酸素比率甚タ大ナラサルモノ(九〇%以下ノ如キ場合)ニツキテハ一應水素ニ關スル試驗ヲ行フヲ要ス之ヲナスニ際シテハ先ツ定性法ヲ試ミ顯著ナルモノニツキテ定量ヲ試ムヘシ

イ、定性試驗

直徑〇五耗位ノ白金線ヲ螺旋狀ニ卷キテ白金付ケヲ行ヒ(三十分ノ一鹽化白金溶液中ニ於テ本品ヲ四ボルト電池ノ陰極ニ他ノ白金線ヲ陽極ニ結ビ電解ヲ行ハハ螺旋ハ容易ニ白金付サル)輕ク熱シタル後(瓦斯焰ニテ熱スル際ニハ煤ヲ附セサル様ニスヘシ電氣的ニ熱スルヲ可トス即チ螺旋ノ兩端ヲ四ボルト電池ノ兩極ニ結ハハ適當ニ熱サレ數分ノ後之ヲ止ム)相當ノ太サノ硝子管(徑四分位ニ挿入シ已圖ノ如キ形ノ容器中ニ入ル本容器ハ「モリブデン酸溶液ヲ容レ白金表面ニ於テ活性ヲ得タル水素分子ニヨリ還元作用ヲ起サシメ青綠色トナルヤ否ヤヲ檢スルニアリ酸素定量後ノ殘留氣體ヲ戊圖ノ左端ビベット」ノ三方活栓〇ヲ開キ一孔ヲ通シテ白金面ヲ通シテ送入シ更ニ他孔(ビベット)ノ下端迄延ヒサル孔ヲ通シテ「ビウレット」内ニ歸シ斯クスルコト數回シテ反應ヲ生スルヤ否ヤヲ檢ス此際反應速進ノタメニ本ビベット」ヲ六十度重湯煎中ニ沈メ置クコト必要ナリ

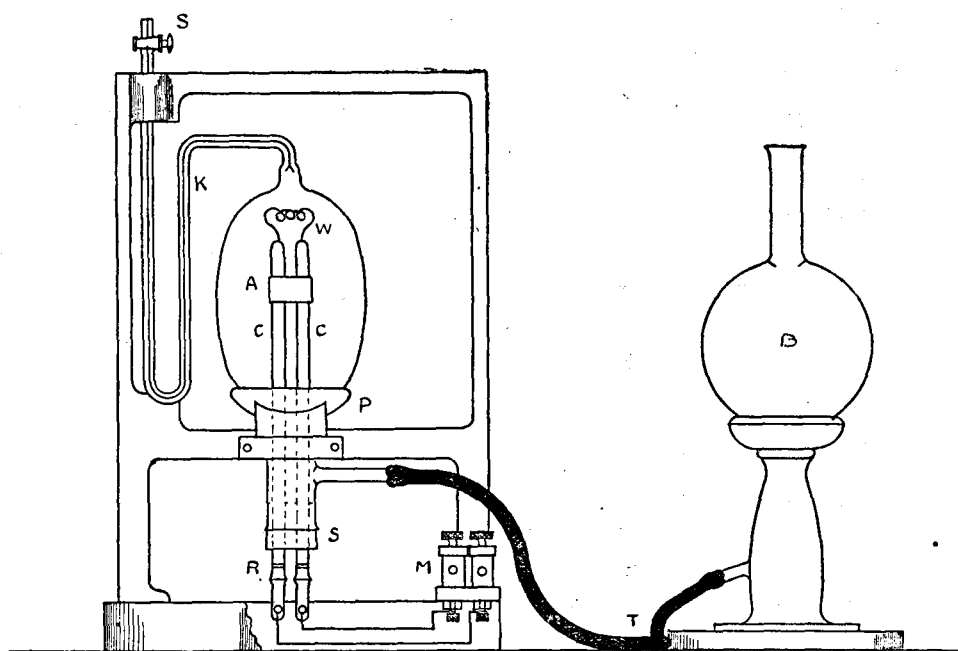
本試驗ニ供スル「モリブデン酸溶液」ノ調製法次ノ如シ

三酸化モリブデン一瓦ヲ二規定苛性曹達液ニテ溶解セシメタル上鹽酸ヲ以テ稍ヤ酸性トシ二五〇ccトセルモノヲ用フ

ロ、定量試驗

定性試験ノ成績
顯著ナル時ハ之ヲ
定量試験ニ附セサ
ル可ラス即チ酸素
除去後殘留容積ニ
對シ三倍ノ酸素(供
試料酸素ニシテ可
ナリ之ニヨル水素
ノ誤差ニ著シク少
ナルヲ以テ特ニ純
良ナル酸素ヲ用フ
ルヲ要セス)ヲ混シ
ヨク全容積ヲ溶シ
タル後チSニ連結
セル丙又ハ丁圖ノ
「ビベット」ヲ用ヒテ
減容ヲ檢ス丙ハ燃
燒ビベットニシテ

圖 丙

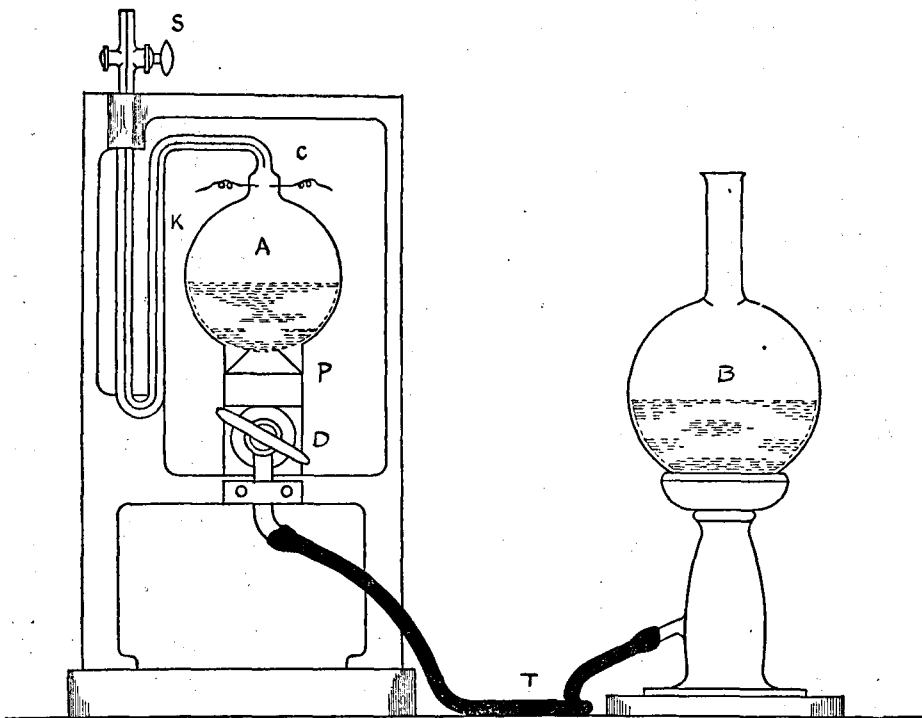


內容約五〇ccノA Bヨリ
ナリWハ白金線ノ螺旋ニ
シテ下方ノS孔ヲ通シ二
本ノ水銀ヲ充タセル硝子
管上ニ熔着セシメ約四ポ
ルトノ電池ノ連結ニヨリ
熱セラル酸素及ヒ水素ハ
熱ニヨリテ水ヲ生シ容積
ノ減少ヲ來ス初メK部ノ
活栓Sヲ開キBヲ上方ヘ
持ち來シテ水銀ヲ以テA
ヲ充タシタル上活栓ヲ閉
シ「ビウレット」ノSニ連結
ス而シテ同時ニ「ビウレツ
ト」ノ水銀壺ヲ上ケBヲ下
ケ活栓ヲ開キテ「ビウレツ
ト」内ノ氣體ヲAニ送入シ
加熱白金線ニ觸レシメテ

水ヲ成生セシム斯
クシテ兩三回氣體
ヲシテ「ビウレット」
ト「ビベツ」内トヲ
往復セシメタル後
ビウレット内へ氣
體ヲ返シ殘容ヲ檢
シ之ヲ一〇〇分ニ
換算セハ水素比率
ヲ得

丁ハ爆發ビベツ
トニシテ毛細管ノ
Aニ連ナルC部ニ
白金線ヲ封入シ兩
端ニ約二厘位ノ火
花距離ヲ有スル感
應「コイル」ノ二次電

度ニテ氣體ヲ通スレハ水ヲ充タセル大瓶中ノ水ハ通過氣體ノ容積ニ應



極ヲ結ヒ火花ヲ起サ
シム酸素、水素ノ混合
氣體ハ之ニ觸レ水ト
ナル用法ハ丙ト同シ
(四)混在氣體中ノ硝酸
銀ニ反應スヘキモノ
(ハ)ロゲン類、鹽化水素
等二—五立ヲ採リ定
性試験ヲ施行ス

二〇分ノ一規定硝
酸銀溶液微硝酸酸性
ヲ市瀬式洗氣瓶ノ如
キ有効ナル洗氣瓶ニ
一定量例ヘハ一〇〇
cc入レニケ宛戊圖ノ
如ク連結シ毎分二五
〇乃至四〇〇ccノ速
度ニテ左方ノ目盛セル

(此目盛ハ「メスチリンデル」ニテ大體ヲ目盛りセルモノニテ十分ナリ)瓶中へ流出スルカ故ニ其ノ目盛ニ依リ採氣量ヲ測定シ得此際定量ヲ試ムル要アラハ常法ノ如ク施行シ消費セル銀ノ量ヲ檢定スヘシ

(五)混在氣體ノ中水酸化バリウムニ反應スヘキモノ(炭酸、亞硫酸等)

(四)ト同様ニ處置シテ檢定ス但シ用液ハ一〇分ノ一水酸化バリウム規定液ヲ用フヘシ此際若シ沈澱ヲ生セハ之ニ鹽酸ヲ加ヘ消失スルヤ否ヤヲ檢スヘシ

試驗成績

以上ノ方法ニヨリ十一種ノ供試料ニツキ試驗ヲ遂ケタル成績次ノ如シ但シ酸素比率及ヒ水素比率以外ノ混在物ニ關スル試驗ハ供試料二〇立ヲ使用セリ

供試料供給者

試驗番號	製造者	製造方法	購入日附	製造場所	前年度製產高
第一號	日本酸素製造株式會社	液體空氣法	大正十一年十月五日	東京府龜井工場 大崎工場	二億三千萬立 七千五百六十萬立
第二號	杉山嘉一郎	同	十一月廿二日	大阪	
第三號	日本壓搾瓦斯株式會社	同	十一月卅日	同	七千八百萬立
第四號	小松川字田野宮山角五郎	同	大正十二年二月廿七日	東京府	
第五號	東洋酸素株式會社	同	二月廿二日	同	七千五百萬立
第六號	田邊酸素株式會社	同	二月廿四日	同	二億三千萬立
第七號	保土ヶ谷曹達工場	電解法	大正十一年十月廿日	神奈川縣	
第八號	電解工業所	同	十一月廿七日	東京市	
第九號	保土ヶ谷曹達工場	同	大正十二年一月廿五日	神奈川縣	二千萬立

第十號 電解工業所 同 二月廿七日 東京市
 第十一號 保土ヶ谷曹達工場 同 二月廿三日 神奈川縣

分析成績

試驗番號	製造人	酸素%	硝酸銀反應	炭酸%	リトマス液反應	窒素其他%	水素
第一號	日本酸素	九七・六〇	ナシ	〇・〇五	ナシ	二・四	
第二號	杉山	九七・六〇	同	〇・〇二	同	二・四	
第三號	日本壓搾瓦斯	九七・八〇	同	〇・〇三六	同	二・二	
第四號	宮山	九六・二〇	同	微	同	三・八	
第五號	東洋酸素	九七・〇〇	同	極微	同	三・〇	
第六號	田邊酸素	九五・七〇	同	同	同	四・三	
第七號	保土ヶ谷	九八・一五	同	〇・〇四〇	同	一・八五	檢出不能
第八號	電解	九七・〇〇	同	〇・〇一四	同	三・〇	同
第九號	保土ヶ谷	九六・四〇	同	極微	同	三・六	同
第十號	電解	九五・二〇	同	同	同	四・八	同
第十一號	保土ヶ谷	九六・五〇	同	同	同	三・五	同

右ノ成績ニ於テ見ルニ何レモ九五%以上ノ酸素ヲ有シ炭酸以外ノ氣體ヲ檢出セス而モ炭酸ノ夾雜量ハ通常空氣中ノ一〇分乃至五〇分ノ一ノ程度ニシテ醫療用トシテ之ヲ使用スルモ何等ノ支障ナク市販ノ諸種酸素發生吸入裝置ヨリ發生スル酸素ニ比シテ甚タ良好ナルヲ知ルナリ

大正一二年三月

一、パンクレアチンノ效力檢定法ニ就テ

衛生試験所技師

西崎弘太郎

衛生試験所技手

西原周平

パンクレアチンハ通常新鮮ナル豚ノ膵ヨリ製造シタル動物製劑ニシテ「トリプシン、アミラーゼ(パンクレアスデアスターゼ)ステアプシン」等各種ノ酵素ヲ含有シ醫療上ニハ主トシテ蛋白消化ノ目的ニ應用セラル

本品ハ二三ノ特殊製品ヲ除キ我國ニ於テ殆ト製造セラル、コトナク需要ノ大部分ハ專ラ米國ヨリ輸入シ同國ミシガン州デトロイド市 Frederick Stearns Co. 及 Digestive Ferments Co. ハ其主ナル製造會社ナリ而シテ之カ效力檢定ニ關シ日本藥局方ハ重キヲ蛋白消化ニ措キ糖化效力如何ニ關シテハ毫モ顧慮スル所ナク加フルニ其消化試験ノ方法ト雖モ本品ヲ多量ノ生牛乳ニ作用セシメ一定時間後其一部ヲ取り之ニ硝酸ヲ滴加シテ未消化蛋白質ノ有無ヲ檢スルモノニシテ一見簡便ナルカ如シト雖モ之ヲ實行スルニ方リテハ適否ノ判斷ニ迷フ場合尠カラス從テ局方中ニ收載セラレタル藥品ナルニ拘ラス品質一定セサルカ爲メ市販品中ニハ其效力ニ著シキ不同アルモノ、如シ

本小實驗ハ此際パンクレアチンノ性質ヲ闡明スルト共ニ適切ナル效力檢定ノ方法ヲ制定センコトヲ目的トスルモノニシテ左ニ實驗ノ成績ヲ掲ケ之ニ關スル所見ヲ陳ル所アラント

ス

一、アミラーゼノ效力檢定

パンクレアチン中ニハ糖化酵素ヲ含有シ澱粉ヲ變シテ「デキストリン」トナシ更ニ之ヲ糖分トナスコトハ公知ノ事實ニシテ之カ效力檢定ニ關シ「ヨード液」ヲ用ヒ澱粉固有ノ反應ヲ檢シテ之ヲ決定スルモノト日本藥局方「デアスターゼ」ノ試験條項中ニ規定セル如ク最終生成體タル糖分量ヲ測定シ之ニ由テ其效力ヲ決定スルモノト「二法アリ而シテ前者中最モ普通ニ行ハルハ「ウオールゲムート氏 (Wohlgemuth) 法」ニシテ其方法ハ要スルニ酵素ノ一定量ヲ澱粉溶液ニ作用セシメ後ヨード溶液ヲ用ヒ澱粉ノ「デキストリン」ニ變化シタル點ヲ檢スルモノニシテ米國藥局方モ亦之レカ試験條項中ニ類似ノ方法ヲ掲ク

今試験ニ必要ナル試藥及實施方法ヲ述レハ左ノ如シ

(一) 試験ニ必要ナル溶液

イ、食鹽水

○八五瓦ノ食鹽ヲ煮沸蒸餾水ニ溶解シテ百蚝トナス

ロ、澱粉溶液

カールバウム製可溶性澱粉○一瓦ニ蒸餾水ヲ加ヘ攪拌シツ、水浴上ニ熱シテ溶解セシメ冷後百蚝トナス

ハ、五十分定規沃度溶液

十分定規ヨード溶液一蚝ニ水四蚝ヲ加ヘタルモノ

(二)實施方法

a, b, c, d等試験管ノ一列ヲ取リ aニハ上記ノ食鹽水ヲ用ヒテ製シタル「パンクレアチン」溶液一耗 bニハ〇・五耗 cニハ〇・二五耗等順次其量ヲ減シテ加ヘ belowハ食鹽水ヲ以テ補ヒ其内容ヲ各一耗トナシ各試験管ニ澱粉溶液二耗ヲ注加シ三十八度ノ温ニ三十分時間作用セシメタル後直ニ冷却シ水約十耗ヲ加ヘテ稀釋シ沃度溶液二三滴ヲ加フルニ澱粉ニシテ全ク「デキストリン」ニ變化シタルモノハ黃色乃至黃褐色ヲ呈シ變化セサル澱粉ノ殘存セルモノハ藍色乃至藍紅色此點ヲ限界點即チ「limit」ト稱スヲ呈スルヲ以テ黃色乃至黃褐色ヲ呈スル最後ノ試験管内ニ於ケル「パンクレアチン」ノ量ヨリ其一分ニ對スル澱粉量ヲ算出シテ其效力ヲ表示スルモノトス (Vohlguth, Grundriss der Fermentmethoden, 1913, S. 43.)

余等ハ市販ノ「パンクレアチン」十數種ニ就キ上記ノ方法ヲ試ムルト同時ニ「パンクレアチン」〇・五瓦ヲ取リ日本藥局方「デアスターゼ」ノ條下ニ記載セル方法ニ準據シ一ハ五十五度一ハ三十八度ノ血温ニ於テ一時間作用セシメ「フェーリング」氏溶液ヲ用ヒ局方適否試験ヲ施行スルト同時ニ「ワ井」氏麥芽糖定量法ニ從フテ糖分ヲ定量シ「パンクレアチン」一分ニ對シ成生セル糖分量ヲ計算セルニ其成績左ノ如シ

第一表 アミラーゼ試験成績

種 別	ウオールゲムート 法ニ據ルモノ	日本藥局方記載ノ方法ニ據ルモノ
パンクレアチン 第壹號	四〇〇倍	温度五十五度一時間 温度三十八度一時間 五七・六七(局方不適) 六七・八九
同 上 第貳號	三〇〇倍	六一・二三 六八・三二

パンクレアチン	第參號	三〇〇倍	六一・三八	七二・〇九
同	上 第四號	三〇〇倍	六二・三五	六九・〇〇
同	上 第五號	三〇〇倍	五五・七三(局方不適)	六〇・七四
同	上 第六號	二五〇倍	五三・七八(同)	五九・三六
同	上 第七號	三〇〇倍	六一・七七	六五・一五
同	上 第八號	一〇〇倍	三二・四八(局方不適)	四三・二四(局方不適)
同	上 第九號	五〇〇倍	六五・三六	六九・九四
同	上 第十號	二〇〇倍	四八・三六(局方不適)	五六・五二(局方不適)
グアスターゼ	第壹號	八〇倍	八〇・一九	六七・八二
同	上 第貳號	八〇倍	六六・九九	五一・一六(局方不適)
同	上 第參號	一〇倍	七四・九七	六七・八二
同	上 第四號	八倍	六二・八九	四二・九一(局方不適)

以上試験成績ニ據レハ「パンクレアチン」ノ糖化效力ハ決シテ閑却シ難ク「ウォールゲムート」氏法ニ據ル其效力ハ三百倍程度ニアリテ之ヲ植物性「グアスターゼ」ノ最高八十倍ニ比スレハ遙ニ強力ナルノミナラス成生セル糖分量ニ就テ見ルモ好適温度(Temperatur Optimum)ノ關係上三十八度ニ於テハ寧ロ之ニ勝ルノ事實アルヲ知ルヘシ

日本藥局方ハ「パンクレアチン」ニ對シ重キヲ蛋白消化ニ措クト雖モ敍上ノ如ク強力ナル糖化力ヲ有スルノミナラズ製造上ニ於ケル技術ノ巧拙ニ基因シテ(後文參照)其效力ヲ異ニスル事實アルニ方テハ之カ試験條項中ニ糖化力試験法ヲ加フヘキハ言フ俟タスシテ余等ハ作用ノ温度ヲ三十八度トシ「グアスターゼ」ニ於ケルト同一ノ方法ニ依リ之ヲ檢定センコトヲ提案セントス

二、トリブシンノ效力檢定

パンクレアチン中ニハ「トリプシン」ヲ含有シ日本藥局方ハ之カ效力檢定法トシテ其〇・二八瓦ヲ取リ三十八度ノ温ニ於テ三十分間アルカリ性トナシタル新鮮牛乳四百耗ニ作用セシメタル後其少許ヲ取リ硝酸ヲ加ヘテ凝固物ヲ生スルヤ否ヤヲ檢スルモノナレトモ此方法ノ誤リヲ生シ易キハ前述ノ如シトス而シテ之ニ關スル諸多ノ方法中フルド・グロース氏(Fuld-Gros)方法ハ普通ニ行ハル、モノニシテ「パンクレアチン」ノ一定量ヲ「カゼイン」溶液ニ作用セシメタル後醋酸々性ノ酒性溶液ヲ用ヒテ未消化蛋白ノ有無ヲ檢スルモノトス今之ニ要スル試藥及其實施方法ヲ掲クレハ左ノ如シ

(一)試驗ニ必要ナル溶液

イ、カゼイン溶液

ハンマーステン法ニ依リテ製シタル「カゼイン」(Kaseinum puriss nach Hammersten) 〇・一瓦ヲ〇・一%ノ炭酸ソーダ溶液中ニ溶解シ百耗トナシタルモノ

試験ニ供シタル「カゼイン」ハ左記ノ方法ニ依リ自製シタルモノ及「メルク會社」ノ製品ヲ併セ用ヒタルニ其成績ニ差異ヲ認メス(後文成績表參照)

ハンマーステン法ニ據ル「カゼイン」ノ製法

牛乳ニ約四倍容量ノ水ヲ加ヘテ稀釋シ全量ニ對シ〇・〇七五乃至〇・一%ノ割合ニ醋酸ヲ加ヘ脂肪ト共ニ沈澱セル「カゼイン」ヲ麻布ニテ濾過シ瓷皿中ニ移シ水ト共ニ細碎シ傾斜法ニ據リ成ル可ク糖分ヲ除去シタル後アムモニア水又ハ十分定規ナトロン液ノ少量ニ溶解シ上層ニ析出シ來レル脂肪ヲ除去シ濾過シテ澄明或ハ僅カニ蛋白石濁ヲ呈スル濾液ニ少量ノ醋酸

ヲ加ヘ再ヒ「カゼイン」ヲ析出セシムヘシ更ニ之ヲ「アムモニア」水ニ溶解シ尙ホ一回此操作ヲ反覆シ最後ニ得タル「カゼイン」ヲ濾器上ニ於テ多量ノ水ヲ用ヒテ洗滌シ痕跡ノ醋酸ヲモ除去シタル後九七%ノ「アルコホル」ト共ニ能ク研磨シ上層ノ「アルコホル」ヲ傾斜シ除去スルコト數回ニシテ濾器上ニ致シ「エーテル」ヲ用ヒ洗滌シテ「アルコホル」ヲ去リ更ニ「エーテル」ト共ニ善ク細碎シ「ソックスレット」裝置内ニ於テ「エーテル」ヲ以テ浸出シ其ノ浸液中ニ殘渣ヲ留メサルニ至リ之レヲ眞空中或ハ六十度乃至七十度ノ溫度ニテ乾燥シテ製ス

ロ、醋酸性アルコホル溶液

醋酸一分ニ水四十九分及九十六%ノ「アルコホル」五分ヲ混和シタルモノ

(二) 試験ノ實施

a, b, c, d 等試験管ノ一列ヲ取り前文ウオールグムート氏方法ノ場合ニ述ヘタル如ク a ニハ一定濃度ノ「バンクレアチン」溶液一耗 b ニハ同溶液〇・五耗 c ニハ〇・二五耗等順次其量ヲ減シテ加ヘb 以下ニハ煮沸蒸餾水ヲ以テ補ヒ各試験管ノ内容ヲ一耗トナシ尋テ「カゼイン」溶液二耗宛ヲ加ヘ三十八度ノ恒温槽中ニ一時間放置シタル後直チニ冷却シ醋酸性アルコホル溶液六滴ヲ加フルニ未消化蛋白ノ殘存セルモノハ溷濁又ハ沈澱ヲ生スヘシ茲ニ於テ完全ニ澄明ナル最後ノ試験管ヲ限界トシテ其中ニ加ヘタル「バンクレアチン」ノ量ヨリ「カゼイン」ノ幾倍量ヲ消化シタルカラ決定スルモノトス (Wohlgemuth, Grundriss der Fermentmethoden 1913, S. 187.)

余等ハ上記ノ方法以外「ロング及バルトン兩氏 (Long u. Barton) ノ提案ニ係ル「ゼレンゼン」氏ノ「フォルモール」法 (Formolmethoden von Sorensen) ヲ應用シテ其效力ヲ檢定セリ (Journ. Amer. chem.

Soc. 1914, 36, 10)

本法ハフアンスライク氏(Van Slyke)法ト共ニ蛋白質分解成績體ノ研究ニ應用セラル、モノニシテ蛋白質ハ「トリブシン」ノ作用ニ依リ諸種ノ「アミノ酸」ヲ生成スルヲ以テ今之ニ中性ノ「フォルマリン」ヲ作用セシムル時ハ「フォルムアルデヒド」ハ「アミノ酸」ノ「アミド基」ト左ノ如ク作用シテ「メチレン化合物」ヲ



形成シ中性ノ「アミノ酸」ハ炭酸基ヲ遊離スルヲ以テ之ヲ「アルカリ滲液」ニテ滴定シ之ニ依リテ其效力ヲ檢定スルモノトス茲ニ試験ニ必要ナル溶液及試験ノ實施方法ヲ述レハ左ノ如シ

(一) 試験ニ必要ナル溶液

イ、カゼイン溶液

カゼイン二十瓦ニ水二百蚝ヲ加ヘテ軟化セシメ四分定規ナトロン滲液六五蚝ヲ加ヘ温メテ溶解シタル後更ニ水ヲ和シ五百蚝トナシタルモノ

ロ、中性トナシタル「フォルマリン」

日本藥局方「フォルマリン」ニ「フェノールフタレイン」溶液ヲ添加シ四分定規ナトロン滲液ヲ滴加シテ中性トナシタルモノ

但シ中和ニ際シ黄褐色ヲ呈スルモノハ使用スヘカラス

ハ、四分定規ナトロン滲液

(二) 試験ノ實施

カゼイン溶液五十蚝ヲ取り豫メ四十度ニ温メ之ニ「バンクレアチン」〇〇五ヲ四十度ノ温水十蚝ヲ以テ洗入シ同温度ニ於テ一時間作用セシメタル後之ニ中性トナシタル「フォルマリ」ン二十蚝ヲ注加シ標示藥トシテ「フェノール」フタレイン溶液一蚝ヲ添加シ其溶液微ニ紅色ノ色相ヲ呈スルニ至ル迄四分定規ナトロン滴液ヲ滴加シテ其消費量ヲ知り又別ニ「カゼイン」溶液五十蚝ヲ取り供試品及「フォルマリ」ンヲ加ヘテ對照試驗ヲ行ヒ茲ニ消費セル「ナトロン」滴液ノ量ヲ前記ノ消費量ヨリ減シタル蚝數ヲ以テ消化效力ヲ表示スルモノトス

本試驗法ハ純粹ナル「アミノ酸」例之ハ「グリコロール」ヲ定量スル場合ニアリテハ定量的ニシテ反應ノ終點明瞭ナレトモ「バンクレアチン」ニ由來スル不溶解性物存在スル場合ニハ終點稍々の確ナラサル憾アルモノトス然レトモ兩三回實驗ヲ反覆シテ其技ニ熟達セハ毎回相一致スル成績ヲ得ルニ至ルヘシ

最近ウヰルステッター氏等(R. Willstätter u. E. Waldschmidt-Leitz, Berl. Ber, 1921, Bd. II, S. 2988.)ハ蛋白分解成生體ヲ九十五%ノ酒精溶液中ニ於テ酒精製カリ液ヲ用ヒ滴定セハ「フォルモール」法ニ讓ラサル良結果ヲ舉ゲ得ヘキコトヲ證明スト雖氏自ラ承認スル如ク著量ノ無水酒精ヲ必要トスルカ故ニ此場合ニ應用シ難シ

第二表 トリブシン試驗成績

種	別	ブルド、グロス氏法	セレンゼン氏法	カゼイン溶液五十蚝ヲ中和スルニ要シタル四分定規液ノ蚝數	メルク製カゼインヲ用ヒタル場合	自製カゼインヲ用ヒタル場合
バンクレアチン	第壹號	七			三・二	三・四

同	上	第貳號	一六	九・〇	九・〇
同	上	第參號	一六	九・三	九・三
同	上	第四號	七	三・六	三・七
同	上	第五號	七	三・三	一
同	上	第六號	七	三・四	三・一
同	上	第七號	一〇 (本品ハ最初ヨリ潤濁 シテ限界明瞭ナラス)	四・八	一
同	上	第八號	一六	六・六	六・九
同	上	第九號	一六	八・三	一
同	上	第十號	一〇	四・五	四・四
同	上	第壹號	二	二・七	二・五
同	上	第貳號	二以下	一・一	一・一
同	上	第參號	微量	一	一
同	上	第四號	一	一	一

本試験ノ成績ニ就テ見レハ效力ノ順位ハ必スシモ一致セスト雖モ上記兩法ニ依リテ得タル結果ハ略相等シク一ツノ方法ニ於テ強力ナルモノハ他ノ方法ニアリテ又然リトス

又本表ノ成績ヲ取リテ之ヲ第一表糖化效力ノ成績ニ比較スルニ蛋白消化力ト糖化力トハ相互何等ノ關係ナク蛋白消化ノ力強キニ拘ラス糖化力ノ之ニ伴ハサルモノアリ就中バンクレアチン第八號ハ其顯著ナル實例ニシテ當所ニ於テ「バンクレアチン」ノ試製ニ從事セル石川靜逸氏等ノ實驗ニ據レハ此ノ如キハ全ク製造上ニ於ケル技術ノ巧拙ニ歸スヘキモノナリト云フ

然リ而シテ余等ハ上記實驗ノ結果ニ基キ「バンクレアチン」第八號ヲ基準トシテ日本藥局方バンクレアチン」ノ蛋白消化試験ヲ左ノ如ク改メンコトヲ提案セントス

藥局方改正私案

本品〇〇五瓦ヲ四十度ノ水十耗ト共ニ豫メ「カゼイン」二瓦ニ水四十三・五耗及四分定規ナト
 ロン鹵液六・五耗ヲ加ヘ水浴上ニ溫メ溶解シテ製シタル「カゼイン」溶液五十耗中ニ加ヘ四十度
 ノ溫ニ於テ一時間作用セシメタル後之ヲ冷却シ直ニ中和シタル「フォルマリン」二十耗及フエ
 ノールフタレイン溶液一耗ヲ添加シ四分定規ナトロン液ヲ滴加シテ溶液微ニ紅色ヲ呈スル
 ニ至リ茲ニ消費シタル四分定規液ノ量ヲ知リ次ニ「カイゼン」溶液五十耗ニ本品〇〇五瓦水一
 〇耗中和シタル「フォルマリン」二十耗ヲ加ヘタル後フエノールフタレイン溶液一耗ヲ添加シ
 四分定規ナトロン液ヲ滴加シテ對照試驗ヲ行ヒ之ニ要シタル量ヲ前記ノ消費量ヨリ減シタ
 ルモノハ其差六・五耗以上ナラサルヘカラス

三、ステアブシン^レノ效力檢定

之レカ效力檢定ニ關シテ「フォルハルド、スターデ氏 (Vollhard-Stade)」ノ方法ハ最モ普通ニ行
 ハル、モノニシテ其原理ハバンクレアチン^ヲ卵黃乳劑ニ作用セシメ後エーテル及少量ノ「ア
 ルコホル」ト共ニ振盪シ分解シタル脂肪酸及殘存セル脂肪ヲ之レニ移行セシメ遊離脂肪酸ノ
 量ヲ測定シ更ニ脂肪ヲ鹼化シテ總脂肪酸ノ量ヲ知リ之レニ對スル%量ヲ計算スルモノトス
 今之ニ必要ナル試藥及實施方法ヲ述レハ左ノ如シ

(一) 試驗ニ必要ナル溶液

イ、卵黃乳劑

三個ノ卵黃ニ水百耗ヲ加ヘ振盪シテ均等ノ乳劑トナシタルモノ

ロ、エーテル

ハ、九十六%ノ「アルコホル

ニ、フェノールフタレイン溶液

ホ、十分定規ナトロン鹼液

ヘ、定規ナトロン鹼液

ト、定規硫酸

(二) 試験ノ實施

内容約二百蚝ノ硬質硝子壺中ニ「バンクレアチン」ノ二%溶液五蚝卵黃乳劑十蚝及少量ノ「トルオール」ヲ加ヘ三十八度乃至四十度ノ温ニ於テ二十四時間放置シタル後之レニ「エーテル」七十五蚝及「アルコホル」二蚝ヲ加ヘ能ク密栓シテ振盪シ「エーテル」層著シク黃色ヲ呈スルニ至ルヘシ此際中性脂肪及脂肪酸ハ同一ノ比例ヲ以テ「エーテル」中ニ移行ス故ニ「エーテル」層五十蚝ヲ取り之レニ「アルコホル」五十蚝及「フェノールフタレイン」溶液二滴ヲ加ヘ十分定規ナトロン鹼液ヲ以テ滴定ス(滴定Ⅰ)

尋テ之ニ定規ナトロン鹼液十蚝ヲ加ヘ密栓シテ室温ニ於テ二十四時間放置シ中性脂肪ヲ鹼化セシメタル後定規硫酸十蚝ヲ加ヘテ「ナトロン」鹼液ヲ中和シ茲ニ遊離セル脂肪酸ヲ尙ホ一回十分定規ナトロン鹼液ヲ以テ滴定ス(滴定Ⅱ)

滴定Ⅰ及滴定Ⅱニ於テ消費シタル十分定規ナトロン鹼液ノ蚝數ヨリ左式ニ從ヒ「ステアアブシン」ニ依テ分解セラレタル脂肪酸ノ%量ヲ算出ス

I.100

I+II

今右ノ方法ニ依リ得タル成績ヲ掲クレハ左表ノ如シ

第三表 ステアブシン 試験成績

種	別	分解サレタル脂肪ノ%量 (但シ供試品ノ量ハ〇・一瓦トス)
パンクレアチン	第壹號	四五・四五
同	上 第貳號	五三・六二
同	上 第參號	五三・一〇
同	上 第肆號	五〇・〇〇
同	上 第五號	四一・八一
同	上 第六號	四八・七一
同	上 第七號	四九・三一
同	上 第八號	三六・三六
同	上 第九號	四二・四二
同	上 第十號	二四・六一
同	上 第壹號	三・九〇
同	上 第貳號	五・二九
同	上 第參號	
同	上 第四號	

以上試験ノ成績ニ就テ見ルニ日本藥局方パンクレアチンハ澱粉糖化及蛋白消化酵素ノ外
 尙ホ脂肪分解酵素ヲ含有シ其〇・一瓦ハ上記ノ方法ニ依ル場合四〇乃至五〇%ノ脂肪ヲ分解
 スル效力ヲ有ス而シテ植物性デアスターゼ中ニモ同一作用ヲ有スルモノアレトモ「パンクレ
 アチン」ニ比スレハ其力著シク劣レリ

結 論

以上ノ實驗ニ基キ結果ノ要點ヲ述フレハ左ノ如シ

(一)市販バンクレアチンノ糖化効力ハ沃度澱粉反應ヲ以テスル「ウオールゲムート氏法」ニ據レハ普通三百倍乃至四百倍ニシテ植物性デアスターゼノ最高八十倍ニ比スレハ遙カニ強力ナリ更ニ成生セル糖分ヲ定量シテ比較セルニ三十八度ニアリテハ好適溫度ノ關係上バンクレアチンノ効力ハ寧ロ植物性デアスターゼノソレニ勝ル

(二)植物性デアスターゼ中ニハ蛋白ヲ消化シ脂肪ヲ分解スル作用ヲ有スルモノアレトモ「バンクレアチン」ニ比スレハ其力甚タ弱シ

(三)バンクレアチンノ蛋白消化作用ト其糖化力トハ全く無關係ニシテ相當強力ナル蛋白消化作用アルモノニシテ糖化力ノ之ニ伴ハサルモノアリ此ノ如キハ要スルニ製造上ニ於ケル技術ノ巧拙ニ關ス

(四)日本藥局方ハ其効力試驗ニ關シ重キヲ蛋白消化ニ措クト雖糖化力ノ檢定ハ適否判決上極メテ緊要ノコトナリ而シテ之カ試驗方法トシテハ作用ノ溫度ヲ三十八度(若クハ四十度)トシデアスターゼト同一方法ニ據ルヲ可トス

(五)日本藥局方中ニ規定セル蛋白消化試驗法ハ誤リヲ生シ易シ將來改正ノ場合アラン乎ゼレンゼン氏フォルモール法ハ從來ノ方法ニ比シ推奨ニ値ス

大正一二年四月

三、デギタリス類就中現今市販デギタリス葉ノ效價ニ就テ

醫藥品製造試驗事務囑託

溝 口 龍 三

著者ハ強心藥就中デギタリス葉ノ效價ヲ論述セントシ先ツ心臟ノ生理的負擔ヲ説キ以テ強心藥ノ意義ヲ明カニシ市販デギタリス葉ノ效力不定ナルノ事實且ツ貯藏數月ニ亘リタル古葉ノ效力頗ル減少セルヲ動物實驗的ニ立證シ局方該生藥貯藏法ノ勵行ヲ切望シ又新ニ生理的效力試驗法ヲ收載シ以テ效價ヲ一定スルコトノ必要ナルニ結論セリ

第一章 序 說

デギタリス類ナル稱呼ハ心臟ニ對シ特殊ノ作用ヲ有スル植物質ヲ含有スルモノニシテ之ヲ總稱シテ心臟毒ト云ヒ治療上ニ於テハ心臟強壯藥又ハ強心藥トシテ汎用ス而シテ化學上其ノ性ハ糖原質ニ屬シ而シテ其主ナルモノハ「デギタリス葉中ニ含有セラル

デギタリス葉ハ彼ノ「モルヒネ」ノ原植物タル罂粟或ハ「キニーネ」ヲ以テ其主要成分トナス規那皮ト共ニ藥用植物中極メラ重要ナルモノ、一ニ屬ス而テシユミールデベルヒ Schmiedeberg 氏ニ據レハ「デキトキシシン Digitoxin デギタリン Digitalin 及ヒ「デギタレイン Digitalin」ノ三物質ヲ以テ有効成分トシ外ニ「デギトニン Digifonin ナル一ノ石鹼素ヲ含有スレトモコハ「デギタリス固有ノ作用ヲ缺ク而シテ有効成分ノ作用ノ本態ハ概ネ同一ニシテ唯強弱ノ度ヲ異ニスルノミ抑々デギタリス葉カ強心藥トシテ價值ヲ有シ治療上特定ノ心臟疾患例之持久的ノ心臟筋肉衰弱、動脈血壓ノ降低、靜脈血ノ鬱積等之ニ續發スル諸般ノ障礙ヲ除却センカ爲メ缺グヘカ

ラサル貴重ナル藥物トシテ用ヒラル所以ノモノハ之レカ藥用量ニ於テ心臟ニ對シ選擇的作
 用ニ由リテ心力ヲ旺盛ナラシムルニアリ即チ心臟ノ擴張及收縮共ニ強大トナリ一收縮時ニ
 大動脈系ニ壓出スルトコロノ血量増加シテ血壓ノ昇騰ヲ來ス而シテ人ニ於テハ此際多クハ
 心搏動ノ緩徐ヲ來ス通常心搏其數ヲ減少スレハ動脈系ニ壓出前送セラル血量減少シ血壓ノ
 沈降ヲ來スヲ以テ自然ノ定則トナスモ「ヂキタリス」ニ於テハ叙上心臟ノ一收縮時ニ大動脈ニ
 進入スル血量ノ増加ハ之ヲ償ヒテ尙ホ餘リアリ以テ血壓ノ下降ヲ來スコトナク而シテ心臟
 ノ全作業ヲ増進セシム、心臟ノ作業ハ $A = P \cdot h$ ナル式ヲ以テ表示ス式中心作業 A ハ大動脈ニ壓
 出スル血量 P 及ヒ末梢血管ノ抗抵即チ動脈系ノ血壓 h ノ總乘積ニ等シ詳言スレハ心室ノ一
 收縮ニ由リ動脈ニ向ヒ壓出前送セラル、血液ノ分量ハ左右共ニ各五五乃至六〇瓦ナリ而シ
 テ左室ノ收縮ハ大循環系ニ血液ヲ射出スルモノニシテ其力強大ナリ即チ起始部ニ於テハ約
 一・五米ノ水柱ニ達ス反之小循環ハ心臟右室ヨリ發シ其始部ニ於テ漸ク〇・二米ノ水柱ニ達ス
 反言スレハ左室ハ一回ノ收縮ニヨリテ平均五五瓦ノ血液ヲ一・五米ノ高處ニ移ス之ヲ理學的
 ヨリ數字ヲ以テ表示スルトキハ約 $0.055\text{kg} \times 1.5\text{m} = 0.08\text{mkg}$ ヲ以テ左室一收縮ノ作
 業トス而シテ右室ハ遙ニ小ニシテ大約五分ノ二ノ作業力ヲ有ス即チ 0.03米瓦 $\frac{0.05 \times 2}{5} = 0.03\text{米瓦}$
 0.03mkg ナリ然ルトキハ左右兩室ノ一回收縮ニ於ケル作業ハ計 0.11米瓦 0.11mkg ナリ今一分
 時間ニ於ケル心臟ノ搏擊數ヲ七〇ナリトセハ兩室一日ノ作業ハ實ニ $11,000\text{米瓦}$
 $11,000\text{mkg}$ トス亦以テ心臟ノ生理的負擔ノ輕カラサルヲ知ルニ足ルヘシ實ニ吾人生活ノ源泉ハ血
 流ニアリテ血流ノ完全ハ心臟機能ノ健實ナルニ待ツノ他ナシ是ニ於テカ強心藥ノ意義大ニ

シテ治療上亦緊要ナル思半ニ過キン

輓近強心藥トシテ製造發賣セラル、モノ頗ル多ク其名枚舉スルニ遑アラス然モ其効全ク吾人ノ期待ニ副フヘキ物ノ多カラサルハ遺憾トスル所ナリ蓋シ臨床上疾病ノ急性ナルト將タ又慢性ナルトヲ問ハス強心藥ニ望ムトコロハ唯其効力ノ迅速ニシテ確實且ツ強大ニシテ而モ蓄積作用竝ニ其他忌ムベキ副作用ヲ有セザルニアリ

デギタリス劑ニハ二種アリ一ハ「デギタリス葉ノ生藥ニシテ他ハ其一部又ハ全部ノ有効成分ヲ抽出シタル製劑ナリ例之デギタリザート Digitalisatum デギタロン Digitalon デギプラツム Digipuratum ノ如キハ「デギタリス葉ノ有効成分ヲ殆ト全部抽出シタルモノニシテ「デギタリ」ン Digitalinum 結晶デキトキシ」ン Digifoxinum crystallisatum 及ヒ「デガレーン・ロシ」 Digalen “Roche” 等ハ生藥一部ノ有効成分ヲ抽出シタルモノトス而シテ前者ニ在リテハ其成分生藥ニ近ク奏效確實ナリト雖モ徐々ニシテ且ツ強大ナラス「デギタリン」ハ蓄積作用稀レナレトモ確效疑ハシク結晶デギトキシ」ンハ蓄積シ易ク内服注射共ニ強キ刺戟作用ヲ有ス

近時デギタリス葉ヨリ新製セラレタル「デギタミン Digitalin 或ハ「アポチヌーム、カンナビウム Apocynum cannabinum ト稱スル亞米利加大麻ヨリ製出セル「チマリン Cymarlin 等ハ其効力稍見ルヘキモノアリ強心藥中一新生面ヲ開キシモノト云フヘキ乎斯ノ如ク學者ノ苦心努力以テ長ヲ取り短ヲ去ラントシテ種々ナル新製劑市場ニ出現スルニ至レリ然レトモ一長一短未タ以テ満足ナル最良無比ノ卓然トシテ頭角ヲ露ハス「デギタリス製劑アルヲ聞カス之レ「デギタリス葉カ強心藥中一大重寶トシテ今尙ホ昔日ト異ナル所ナク汎用セラル、所以ナリ蓋シ疾

病治療ニ際シ藥劑ヲ以テ起死回生ノ術ヲ行ヒ得トスレハ敢テ必ラスシモ化學的純粹ナル成分ノミヲ抽出シテ之ニ當ルノ要ナカルベシ

叙上ノ如ク藥物治療中「デギタリス」葉ガ貴重ナル強心藥トシテ用ヒラル、ハ奏效確實ニシテ且ツ其效力持續性ナルニアリ然レトモ「デギタリス」葉ハ之レカ應用上實地醫家ノ嫌忌スヘキ多クノ缺點ヲ有ス即チ本生藥ノ不利トスル所ハ(一)生藥ノ產地、採集ノ時期新古及ヒ浸潤調製ノ巧拙ニヨリ其效力ノ不定ナル事例之採集後一年ヲ經過セルモノハ其效力通常四分ノ一ニ減少スト云フ(二)使用後一乃至二晝夜ニシテ其作用ヲ呈ス即チ作用緩慢ニシテ焦眉ノ急ヲ要スル際ニ適セス且ツ連用スレハ往々所謂蓄積作用ヲ來ス事アリ(三)局所ノ細胞ヲ害スルカ故ニ食慾ヲ損シ又往々嘔吐下痢ヲ起シ且ツ皮下ニ用フ可カラス(四)有效成分ノ難溶性ナルカ故ニ吸收平等トナリ難ク又消化管内ニ於テ分解セラル、コトアルヘク從テ作用ノ均等ヲ期シ難キ等ニシテ就中使用上醫家ノ最モ不便ヲ感スルハ效力ノ不定ナルニアリ藥物ニシテ治療一定セサルモノヲ使用セハ常ニ期待セル效果ヲ齎ラサル又理ノ當然ナリ叙上列舉セル生藥「デギタリス」葉ノ不利ハ之ニ代用スルノ目的ヲ以テ幾多新製劑ノ市場ニ續出スルノ主因ニシテ然モ此間販賣セラル、所謂「デギタリス」新製劑ノ多クハ一長一短今尙ホ完全ニシテ優秀ナルノ域ニ達セス實地醫家ハ實ニ左顧右盼往々之レカ取捨撰擇ニ苦心スル所ナリ

「デギタリス」葉ハ叙上ノ如ク幾多ノ不快ナル缺點ヲ有スルモ之レカ盡クヲ無ニシ且ツ本生藥ノ全作用ヲ具備セル最良ナル新製劑ノ製出ヲ見サルニ於テハ效力一定セル或ハ少クトモ效力ヲ檢定セル「デギタリス」葉ノ必要ナルヤ論ヲ俟タス然ラハ本生藥ノ效力ヲ檢定スルノ法

如何化學的定量法ニヨリテ得タル葉中デギトキシシ^ンノ多寡ハ葉ノ效力ト常ニ一致平行スルモノニアラズ而モ他ノ有效成分ヲ確實ニ定量スルノ法ナク唯動物實驗ニ依リテ效力ヲ檢定スルノ一途アルノミ

デギタリス葉ノ效力不定ナルハ既ニ諸家ノ均シク認ムル所ニシテ其效差往々四〇〇%以上ニ達スト云フ余又屢々臨床醫家ヨリ仄聞スルニ「デギタリス療法ニ際シ葉浸ノ治效淺弱ニシテ毫モ豫期ノ效果ヲ齎ラサ、リシコトヲ或ハ偶々效驗強大ニシテ優良ナルモノヲ在來ノ效力減弱セル葉浸ト同一視シテ過量ニ用ヒ危險ナル中毒症狀ヲ發シタリト玆ニ於テカ余ハ現今販賣セラル、デギタリス葉ノ效力如何ヲ測定スルノ緊要ニシテ切實ナルヲ思ヒ市販ノ「デギタリス葉並其製劑十數種ヲ聚集シ之レカ動物實驗ヲ施シタル所以ナリ

第二章 デギタリス藥效力測定法ノ文献大要

抑々デギタリス葉ノ效力ヲ動物試驗ニ依テ測定スルノ法ニハ曾テチーゲンバイン *Ziegenheim* ハ「デギタリス葉ノ水製越幾斯ヲ製シ之ヲ赤蛙 *Rana temporaria* ノ大腿淋巴囊ニ注射シ二時間以内ニ心臟ノ收縮期ニ於テ靜止スル最小ノ用量ヲ檢索シ之ヲ一〇%ノ「デギタリス浸液ニ換算シタル蚝或ハ乾燥デギタリス葉末ノ瓦數ヲ以テ毒價ノ強弱大小ヲ表示セリ而シテ余ハフオツケ *Focke* ノ與ヘタル原理ニ基キ之ヲ行ヘリ其方法ノ基ク所ハ葉浸ヲ二分シテ赤蛙ノ左右兩側ノ大腿淋巴囊ニ注射シ而テ七分乃至一四分時以内ニ心鼓動ヲ靜止スルニ足ルヘキ最小量ヲ檢索シ而シテ心搏休止ニ至ル時間ト用量及試蛙ノ體量トノ三要因ヨリ力價ヲ算出スルニアリ而シテ其因數ノ基クトコロハ「デギタリス葉ノ力價ハ固ト試蛙ノ體量ニ正比例スレト

モ用量及ヒ心搏動靜止ノ時間ニ反比スルカ故ニ用量ト時間トヲ乘シタル數ヲ以テ體量ヲ除
スルトキハ理論上力價ヲ代表シ得ヘク從テ之ヲ以テ「デギタリス葉ノ效價(毒價)ト見做シ得ヘ
シト云フニアリ

第三章 フオツケ氏「デギタリス葉效力檢定法」ノ

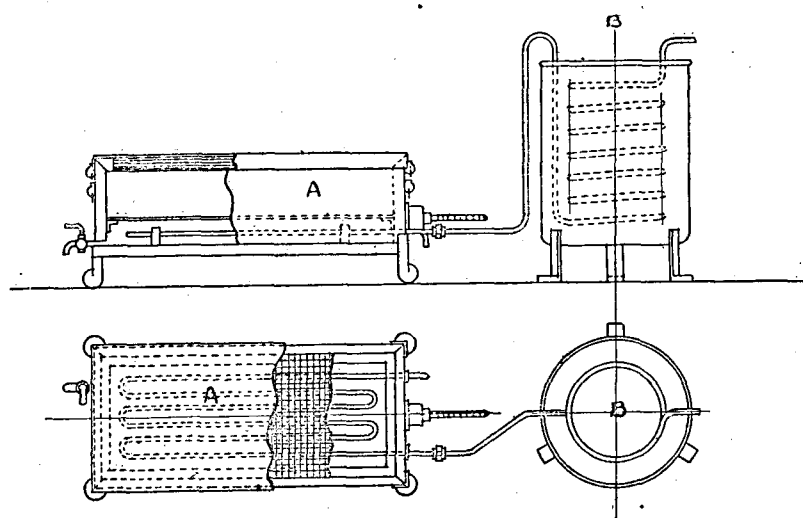
原則ヲ應用セル著者ノ方法

試驗動物トシテハ「トノサマカヘル *Rana nigromaculata*」ノ雄ニシテ體量二五乃至三〇瓦ヲ有ス
ル榮養可良ナルモノヲ用フ蛙ハ攝氏一二乃至二〇度ノ氣温中ニ永ク飼養セルモノニシテ試
驗前數時間攝氏一七度内外ノ室温ニ放置シタル後之ヲ蛙板ニ背位固定シ出血ヲ避ケ心臟ヲ
露出シ心搏動ノ健全ニシテ正規ナルヲ確メタル後葉浸一〇倍浸出液ノ一定量ヲ二分シテ注
射器ヲ用ヒ左右兩側上腿ノ皮下淋巴囊内ニ注射シ夫ヨリ心室ノ收縮性靜止ニ終ル迄ノ時間
ヲ測リ次ノ式ニ據リ「デギタリス葉ノ效力ヲ算出セリ但シ心室休止ニ至ル時間ハ一〇分以上
三〇分時以内トス

$$\text{效力} = \frac{\text{試蛙體量 (瓦單位)}}{\text{用量 (O.C.單位)} \times \text{時間 (分單位)}}$$

動物實驗上動物體質ノ不同種類ノ相異殊ニ蛙ノ如キ變温動物ニ在リテハ外界ノ温度ノ高
低ハ生理的反應ヲ不定ナラシムルノ要因ナルカ故ニ叙上ノ試驗ヲ行フニ當リテ之ヲ忘却ス
可カラスフオツケハ試蛙トシテ赤蛙ヲ用フルモ本動物ハ本邦ニ於テハ比較的得難キノミナ
ラス其新鮮ニシテ體量亦均等ナルモノヲ多數ニ得ンニハ一層困難ヲ覺フ之レ余カ「トノサマ

カヘル」ヲ撰用シタル所以ノ一ナリ本動物ハ水田沼澤何レノ地方ニ於テモ隨意ニ得ラル、ノ
便アルノミナラス體量均等ナルモノ多數ヲ捕フルコト亦頗ル容易ナリ且赤蛙ニ在リテハ「ト
ノサマカヘル」ニ比シ
デギタリス」ニ對スル
反應鋭敏ナリト雖心
鼓動靜止スルヤ往々
暫時ニシテ再ヒ不整
波動狀ノ所謂心蠕動
ヲ發シ其間隔短カキ
モノニアリテハ正確
ナル結果ヲ認識シ能
ハス從テ大ナル錯誤
ヲ招ク虞ナシトセス
之ニ反シテ「トノサマ
カヘル」ハ心室ノ收縮
性靜止タル毒價測定
ノ終末反應概シテ明
ルニ便ナラシメンカ爲メ二重張硝子蓋ヲ以テス器底ニハ迂回曲折セル薄壁金屬銅管ヲ設置



リ
カヘル」ヲ用ヒタル所以ノ二ナ
断ナリ之レ余カ常ニ「トノサマ
リ
恒温下ニ試蛙ヲ蓄養スルニ
ハ地下室或ハ低温孵卵器ヲ利
用シテ一定時之ニ放置セリ而
シテ心臟實驗ヲ行フニハ余ハ
上圖ノ如キ余ノ考案ニ成ル一
ノ金屬製窖室Aヲ以テセリ即
チ長サニ二尺幅一尺而シテ深
サ約六寸ヨリ成ル一ノ長方形
ヲ有スル箱ニシテ外界温度ノ
影響ヲ蒙ムルコト少ナカラシ
メンカ爲メ悉ク二重壁トセリ
上方ニハ心搏ノ狀態ヲ透視ス

シ管ノ兩端ハ側壁ヲ通シテ外部ニ達ス而シテ其一端ハ蛇管裝置ヲ通シテ給水管ニ他端ハ排水管ニ通ス今ヤ管ヲ通シテ水ヲ流出セシムレハ須臾ニシテ窖室内ノ溫度ハ殆ト流水ノ溫度ニ一致スルニ至ルヘシ溫度高キニ過クルトキハ附屬セル卷曲蛇管裝置ヲ有スル圓筒B内ニ投加スルニ氷水ヲ以テス流水ハ蛇管内ニ於テ強ク冷却セラレ窖室ノ溫度之ニ追從シテ低下スヘシ反之冬期常水ノ溫度寒冷ニ過クルトキハ圓筒Bニ溫湯ヲ充タス而シテ試驗長時ニ互リ溫ノ放散ヲ防クニハ適宜火力ヲ與ヘテ加熱シ窖室ノ不變溫度ヲ保タシムルヲ得斯ノ如クシテ窖室内ヲ一定ノ溫度ニ保持セシメタルトキハ試蛙心臟露出ノ術ヲ施シ直ニ窖室ニ收メ靜カニ心搏ノ正常ナルヤヲ凝視セハ叙上ノ方法ニヨリテ葉浸ヲ左右大腿淋巴囊ニ注射シ直ニ再ヒ窖室ニ納メ心鼓動靜止ニ至ル時間ヲ檢索ス

チギタリスノ葉浸ヲ調製スルニハ豫メ煨製石灰上ニ乾燥粉碎セル生藥ノ粉末一瓦ヲ秤取シ純酒精一〇蚝ヲ加ヘテ一五分鐘間溫浸シタル後漉過シ殘渣ニハ更ニ同量ノ純酒精ヲ加ヘ前後三回反覆溫浸シテ全漉液ヲ合シ注意シテ蒸發シツ、酒精分ヲ去リ其殘渣ヲ溫湯ニ溶解シ全量一〇蚝ノ漉液ヲ得ルニ至ラシム反言スレハ一〇%ノ葉浸ヲ以テ數種チギタリス葉ノ效價ヲ檢索測定スルコト即チ左ノ如シ

遂次ノ試驗ハ頗ル多繁ニ互リ詳細ナル試驗成績表ヲ掲クルハ徒ニ紙數ヲ尨大タラシムルノ嫌アルカ故ニ實驗例第一表ヲ除ク他ハ主要ノ事項ヲ摘録シテ綜合表ヲ掲クコト、セリ

第四章 實驗成績ノ記載

實驗例 第一表

實驗例 第二表

番號	性	體重(瓦)	注射前ノ 心搏數	用量(瓦)	心室靜止ニ至ル迄ノ 時間(分)	毒	價	製	劑	備	考
一	雄	二九	七二	〇・五	一二	四・七	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
二	同	二九	七四	〇・五	一五	三・七	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
三	同	三二	六五	〇・五	一一	五・八	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
四	同	二七	六〇	〇・五	一〇	五・四	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
五	同	二三	七八	〇・五	一四	三・二	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
六	同	二六	五八	〇・五	一八	二・八	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
七	同	二五	六三	〇・五	二三	三・八	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
八	雌	二三	七〇	〇・五	一〇	四・六	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
九	雄	二六	六一	〇・五	二〇	二・六	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
一〇	同	二九	五七	〇・五	一六	三・六	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日

實驗例 第三表

番號	體重(瓦)	用量(瓦)	心室靜止ニ至ル迄ノ 時間(分)	毒	價	製	劑	備	考
一	二三・三二	〇・五	一二	三・七	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
二	一七・二三	〇・五	一一	三・九	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
三	一八・二五	〇・五	一三	四・二	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
四	二一・二九	〇・五	一三	四・三	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
五	二〇・二七	〇・五	一三	三・九	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
六	一八・二五	〇・五	一三	四・〇	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
七	二〇・二六	〇・五	一五	三・五	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日
八	二二・二九	〇・五	一二	五・八	平均	販賣品	鐵	大正八年	〇日

實驗例 第四表

番號	體量(瓦)	用量(庇)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒	價	製劑	備考
一	一九一三〇	〇・四	一九・〇	各一〇匹ノ平均	三・五	製本販賣局日	大正八年四月八日
二	一八一二五	〇・四	一七・五	各一〇匹ノ平均	三・五	製本販賣局日	大正八年四月八日
三	二〇一二七	〇・四	一八・八	各一〇匹ノ平均	三・四	製本販賣局日	大正八年四月八日
四	一九一二六	〇・四	一八・〇	各一〇匹ノ平均	三・三	製本販賣局日	大正八年四月八日
五	一九一二三	〇・四	一六・〇	各一〇匹ノ平均	三・三	製本販賣局日	大正八年四月八日
六	一九一二一	〇・四	一三・五	各一〇匹ノ平均	三・八	製本販賣局日	大正八年四月八日
七	一八一二三	〇・四	一四・四	各一〇匹ノ平均	三・八	製本販賣局日	大正八年四月八日
八	二一二二五	〇・四	一六・五	各一〇匹ノ平均	三・七	製本販賣局日	大正八年四月八日

實驗例 第五表

番號	體量(瓦)	用量(庇)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒	價	製劑	備考
一	一六一一九	〇・二	一二・六	各一〇匹ノ平均	六・九	製本販賣局日	大正八年四月八日
二	一七一二四	〇・二	一七・〇	各一〇匹ノ平均	六・六	製本販賣局日	大正八年四月八日
三	一七一一九	〇・二	一三・〇	各一〇匹ノ平均	七・七	製本販賣局日	大正八年四月八日
四	一七一一一	〇・二	一四・〇	各一〇匹ノ平均	七・三	製本販賣局日	大正八年四月八日
五	一七一一一	〇・二	一三・〇	各一〇匹ノ平均	七・六	製本販賣局日	大正八年四月八日
六	一九一二一	〇・二	一七・〇	各一〇匹ノ平均	七・二	製本販賣局日	大正八年四月八日
七	一八一二一	〇・二	一四・〇	各一〇匹ノ平均	七・五	製本販賣局日	大正八年四月八日

製劑
○賣同テ石製ス本販
○元封生灰テ鐵藥賣
○會大ス藥末約製ニ藥局日
社販販トシ○製ニ藥局日

備考
大正八年四月八日
攝氏二〇度
於テ
フニ

製劑
○賣同テ石製ス本販
○元封生灰テ鐵藥賣
○會大ス藥末約製ニ藥局日
社販販トシ○製ニ藥局日

備考
大正八年四月八日
攝氏二〇度
於テ
フニ

實驗例 第六表

番號	體量(瓦)	用量(匹)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒價	製劑	備考
一	一五・一九	〇・三	一八	各一〇匹 平均 一〇〇匹	デギタリス葉 大阪府下	大正八年八月六日
二	一五・一八	〇・三	一五	各一〇匹 平均 一〇〇匹	スガヤタリ 三島郡下	攝氏二〇度
三	二二・三〇	〇・三	一九・二	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質普通 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
四	二二・三〇	〇・三	一六	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質普通 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
五	一五・一八	〇・三	一五	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質普通 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
六	二〇・三〇	〇・三	一五	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質普通 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
七	一四・一八	〇・三	一〇	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質普通 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
八	二〇・二六	〇・三	一五	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質普通 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
九	二二・三〇	〇・三	一三	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質普通 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
一〇	二二・三〇	〇・三	一三	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質普通 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
一	一七・二三	〇・二〇	一一・一	各一〇匹 平均 一〇〇匹	デギタリス葉 大阪府下	大正八年八月七日
二	二八・三五	〇・二〇	一三・〇	各一〇匹 平均 一〇〇匹	スガヤタリ 三島郡下	攝氏二〇度
三	二二・一八	〇・一五	一九・〇	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質優美 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
四	二〇・二七	〇・二〇	一三・〇	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質優美 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
五	一八・二二	〇・二五	一六・〇	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質優美 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
六	二〇・二六	〇・一五	一五・〇	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質優美 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
七	一八・二四	〇・一五	一五・〇	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質優美 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
八	一八・二〇	〇・一五	一三・二	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質優美 三島郡下	度ノ密ニ於テ行
九	二二・二六	〇・二〇	一一・二	各一〇匹 平均 一〇〇匹	品質優美 三島郡下	度ノ密ニ於テ行

實驗例 第九表

番號	體量(瓦)	用量(耗)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒價	製劑	備考
一	二〇一三〇	〇・三	二六	各々一〇五〇匹ノ平均	大阪地方產ダギタリ	大正八年八月十日
二	二三一二六	〇・三	二〇	三・七三	リヌギタリ	攝氏二〇度
三	一九一二七	〇・三	一九	四・一〇	大坂衛生試驗所ニ於テ購入	攝氏二〇度
四	二二一二八	〇・三	二一	四・六〇		攝氏二〇度
五	二三一三〇	〇・三	二〇	四・〇七		攝氏二〇度
				同・九〇		

實驗例 第一〇表

番號	體量(瓦)	用量(耗)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒價	製劑	備考
一	二〇一三〇	〇・二	一九	各々一〇五〇匹ノ平均	スダギタリ	大正八年七月二日
二	一八一二四	〇・二	一六	四・四	東京府產下	攝氏二〇度
三	二二一二九	〇・二	一五	四・六	板橋區內植務	攝氏二〇度
四	二二一二五	〇・二	一六	四・五	省藥橋內植務	攝氏二〇度
五	一九一二四	〇・二	一六	五・〇	刈米試驗地贈	攝氏二〇度
				四・〇	技師寄贈	攝氏二〇度

實驗例 第一一表

番號	體量(瓦)	用量(耗)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒價	製劑	備考
一	二三一二九	〇・五	一一	各々一〇五〇匹ノ平均		
				四・四		

二	二七・三二	〇・五	一二	五・〇
三	二〇・二六	〇・五	一一	四・七
四	二六・三〇	〇・五	一一	五・一
五	二四・三〇	〇・五	一二	四・六

日本藥局方
大正八年
八月一日
日攝氏二
度ノ於テ
行室ニ於テ
於テ入所

實驗例 第一二表

番號	體量(瓦)	用量(蛇)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒價
一	二一・二九	〇・三	一六	五・九
二	二一・二四	〇・三	一五	五・三
三	二一・二四	〇・三	一九	四・五
四	二一・二六	〇・三	一四	五・六

日本藥局方
大正八年
八月一日
日攝氏二
度ノ於テ
行室ニ於テ
於テ入所

實驗例 第一三表

番號	體量(瓦)	用量(蛇)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	價
一	二〇・二六	〇・三	二二	三・六
二	一八・二〇	〇・三	一九	三・七
三	二七・二〇	〇・三	一六	三・八
四	一九・二三	〇・三	一八	三・六

日本藥局方
大正八年
八月一日
日攝氏二
度ノ於テ
行室ニ於テ
於テ入所

實驗例 第一四表

實驗例 第一五表

番號	體量(瓦)	用量(庇)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒價	製劑	備考
一	二〇一二四	〇・三	一四	五・九	日本藥局方	大正八年八月一日
二	二一一二五	〇・三	一六	四・六	ギタリス株式會社	大正八年八月一日
三	二二一二六	〇・三	一五	五・二	藥封株式會社	大正八年八月一日
四	二〇一二五	〇・三	一五	五・七	試驗所ニ於テ	大正八年八月一日

番號	體量(瓦)	用量(庇)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒價	製劑	備考
一	二二一二八	〇・五	一七	三・三	日本藥局	大正八年八月一日
二	二四一二八	〇・四	二二	三・五	方ダギタリス	大正八年八月一日
三	二四一二八	〇・五	一六	三・四	大阪藥局	大正八年八月一日
四	二四一二六	〇・五	一七	三・〇	會社製私	大正八年八月一日
五	二〇一二八	〇・四	二〇	三・三	封製私	大正八年八月一日
六	二四一二八	〇・四	一五	四・二	大阪衛生	大正八年八月一日
七	二二一二六	〇・五	一八	三・〇	試驗所ニ於テ	大正八年八月一日

第五章 結論

ヂギタリス葉ノ最小標準效價ハ「四」ナリ由之觀是余ガ測定セル數種ノ「ヂギタリス葉並ニ同丁幾ハ效價最小三四最大九八ニ達シ二、三ヲ除クノ外ハ標準效價ヲ下ラス然レトモ余ガ聚集セル時期ハ恰モ新藥ノ發賣セラル、ノ季節ニシテ直チニ自ラ煨製石灰上ニ乾燥セルモノナリ蓋シ「ヂギタリス葉中ノ水分ハ其效力ヲ減弱セシムル最大原因ナルヲ以テナリ而シテ余ハ

デギタリス葉ノ効價ヲ測定スルニ當リ何レモ之レカ水分ヲ檢スルニ最小一三・五%ニシテ多キハ二六・四%ニ達スルヲ知レリ

販賣品デギタリス葉ノ容器ハ種々ナレトモ多クハ鐵葉製罐ニ密封シ或ハ之ニ煨製石灰末ヲ紙包同封シテ生藥ノ引濕ヲ防クニ努メタルモノアリ其法宜シキヲ得タルモノト云フヘシ反之極メテ濕潤セル生藥ヲ厚紙箱ニ填充シ然モ開閉自在ニシテ何等封紙ヲモ施サ、ルモノアリ斯ノ如キハ外氣連日乾燥ノ季節ニハ生藥ノ水分亦多少減少スヘシト雖モ一面ニ於テハ濕潤セル外氣ノ影響ヲ蒙ムルコト前者ニ比スレハ却テ効價保全ニ對スル害毒大ナリトス要之標準効價ヲ下サル生藥ト雖其水分含量叙上ノ如キニ於テハ惜ムラクハ貯藏中著シク効力ノ減殺ヲ來スヘシ即チ市販デギタリス葉ノ効價甚タ不定ニシテ且生藥中含有セラル水分ノ多寡ニヨリ其効力ノ減弱ヲ來シ貯藏ト共ニ効價愈々減殺不定ヲ誘起スルニ至ル之レ本邦市場ニ販賣セラレツ、アルデギタリス葉ニ於テ効力ノ正確ナルモノニ乏シキヲ立證スルニ足ルベキ事實ナリトス即チ左記實驗例第十六表ニ掲グル所ノモノハ日本藥局方デギタリス葉ニシテ鐵葉製罐入貯藏約十ヶ月ヲ經過セルモノ、効價ヲ測定セルモノナリ

實驗例 第一六表

番號	體量(瓦)	用量(匙)	心室靜止ニ至ル迄ノ時間(分)	毒	價	製	劑	備	考
一	一四・一六	〇・四	各々一〇ノ平均	各々一〇ノ平均	二〇匹	日本藥局方デギタリス		大正八年四月二五	
二	一五・一七	〇・四	各々一〇ノ平均	各々一〇ノ平均	二〇匹	藥販賣元橫濱市藥劑師		日攝氏二〇度ノ室ニ於テ行フ	
			二七	一・三四	一・三	貯藏約十ヶ月			
			二五	一・二八		サ經過セルモノ			

上記實驗例第一六表ニ示シタル陣舊ナル古生藥ノ效價ヲ叙上第一表ヨリ第一〇表ニ至ル新藥全部ノ綜合平均效價五三ニ對比スレハ實ニ其効價ハ四分ノ一ニアリトス斯ノ如キハ願フニ生藥水分ノ含有並ニ貯藏不完全ノ爲メ日月ノ推移スルト共ニ效力次第ニ減弱シテ此ニ至リタルノ明瞭ナル事實ナルベシ

我國市販デギタリス葉ノ水分ハ管ニ生藥ノ重量ヲ増加スル意味ノミニ止マラズ一定量ノ水分ハ葉體ノ破壞ヲ防キ且ツ葉綠自然ノ外觀ヲ善美ナラシムルノ効アルカ故ニ之ヲ以テ實地醫家ヲシテ一見品質優良ナルコトヲ首肯セシムルノ一方便トナシ徒ラニ本生藥ノ效力保全上必要ナル乾燥法ヲ施サ、ルモノト認メサル可カラス之ヲ以テ余ハ「デギタリス葉販賣品現時ノ狀況ニ鑑ミ本邦藥局方ニ於テ曩ニ改正發布セラレタル貯藏法」局方貯藏方摘録「本品ヲ貯藏スルニハ煨製石灰上若クハ九〇度ヲ超ヘサル温ニ於テ乾燥スヘシ又本品ノ粉末ヲ貯藏スルニハ同上ノ方法ニ由テ乾燥シ小壘中ニ全滿スヘシ本品及其粉末ハ濕氣及光ヲ遮リ注意シテ貯フヘシ但一年以上ニ過クヘカラス」ノ勵行ニ一層ノ制裁ヲ與フルト共ニ新ニ之カ生理的效力試驗法ヲ採用シ其効價ヲ一定スルコトノ必要ニシテ焦眉ノ急ナルコトヲ痛切ニ感スルモノナリ之ニ由テ生藥學及化學的反應等ニヨリテ其ノ眞贋純否ヲ檢スルト共ニ效力一定セル生藥ノ販賣品ヲ見ルニ至ラン果シテ然ラハ醫家ハ心臟疾患ノ如キ最大危急ノ刹那ニ於テ「デギタリス葉」ノ效力ノ強弱有無ヲ憂慮スルノ要ナク安ンシテ起死再生ノ途ヲ講スルコトヲ得ベシ

(大正八年一〇月)

四、市販ノ麥角及其製劑並效力試驗法ニ就テ (附一六圖版)

醫藥品製造試驗事務囑託

溝 口 龍 三

麥角及其製劑ハ子宮ヲ收縮シ陣痛ヲ促スノ作用アルヲ以テ陣痛催進劑トシ汎用セラル殊ニ後産期ニ於テ胎盤ノ剝離ヲ促シ或ハ分娩後ノ子宮アトニ一竝ニ子宮ノ復故不全ニ因スル出血其他子宮ノ病的出血ニ際シテ藥治上ニハ麥角或ハ其製劑ヲ用ユルノ外他ニ良藥ナシ偶々一二ノ代用藥アリト雖モ未タ廣ク用ヒラルルニ至ラス蓋シ麥角及其製劑ハ上記諸症ニ用ヒテハ子宮ノ收縮ヲ催進シ子宮實質内ニ存スル血管ハ他動的ニ壓縮セラレテ子宮筋自體ノ貧血ヲ來タシ之カ爲ニ其出血ハ歇止シ或ハ減少ス其他子宮ニ於ル病的組織ノ增殖殊ニ腫瘍等ノ存スルガ如キ子宮諸疾患ニ對シテ貴重ナルハ臨床醫家ノ等シク之ヲ認ムル所ナリトス抑々麥角ハ先輩學者ノ研究ニ依テ多クノ有効成分抽出セラレ各々以テ麥角ノ代表的有効成分ナリトサヘ稱スレトモ藥物學的試驗ノ結果ニ徴スレハ寧ロ綜合的の有効成分ト見做スヘキ乎然ルニ各成分ヲ定量シ之ニ依テ品質ノ絶對良否ヲ判斷スルコト能ハス偶々ケラー(Keller) フロムメ(Frome) 兩氏ノ「コルスチン定量法」アリト雖モ品質ノ良否ヲ判斷スル一ノ參考資料タルニ過キス即チ生藥實効ノ有無強弱ハ上記化學的反應ノ濃淡ニ併行セス加之本生藥ハ發生時期ニ於ケル氣温乾濕ノ如何ニ依テ効力一定セサルノミナラス其陳舊ナルモノ、効力弱キハ諸家ノ認ムルトコロナリ本邦藥局方ニ於テ一年以上ノ貯藏ヲ許サルハ蓋シ右ノ理由ニ其根據ヲ有スルモノナルヘシ然レトモ本生藥ノ如ク專ラ露西亞、西班牙等ニ産シ輸出ヲ

仰キテ漸ク市販店頭ノ品タルヘキ者ニ於テ採集ノ年月ヲ明記セルモノナシ之ヲ要スルニ貯藏一ケ年ニ滿チタル生藥ノ出沒運命ハ果シテ如何ナルベキヤ之ヲ探究スルハ論外ニシテ茲ニ問フ所ニアラス余ハ識者ト共ニ麥角ノ陳舊ナルモノハ効力ノ減弱ヲ來スヲ知リ眞ニ市販生藥ノ確効ノ有無ヲ憂慮スルノ念切實ナルモノナリ

總ヘテ治療上藥物ヲ適用スルニハ用法ノ如何ヲ問ハス藥効ノ迅速ニシテ確實ヲ期ス一念アルノミ況ンヤ上述ノ如ク分娩後子宮ノ復故不全子宮アトニ「」ノ場合ニ於テ往々見ルトコロノ子宮大出血ニ當リ救急起死回生ノ途ヲ講スル途上汎用セラル麥角及其製劑ニ於テオヤ余ハ巷間仄聞スルニ近時麥角及其製劑ニハ確効信賴シ難キモノ多シト惟フニ藥治上救急時ヲ爭フノ期ニ際シ顧慮スヘキハ殊ニ不純ナル生藥ヲ處方スルニ當リテ該生藥ハ常ニ一定ノ毒性ヲ有スルヤ換言スレハ一定ノ効力ヲ有スルヤ否ヤト云フ一義ニアラサルヘカラス

余ハ曩日來子宮緊縮劑ニ關スル研究ノ續行中偶々一二ノ麥角ニ就テ効力ヲ檢スルニ極メテ大量ヲ以テ行フモ尙注目スヘキ効力ノ存在ヲ認メズ然モ試驗ニ供シタル麥角ハ日本藥局方適合ノ某藥劑師私封ニ係ルモノナリ余ハ翻然意ヲ決シテ封緘者ノ相異ル市販品十數種ノ麥角及其製劑ヲ聚集シ之レカ生理的効力ヲ精檢セルニ遂ニ優良ナルモノヲ發見シ能ハス次ニ余カ行ヒタル方法ヲ縷述シ其實驗成績ヲ表示シテ讀者一瞥ノ資料ニ供セント欲ス

夫子宮ノ運動生理ハ神經ノ主宰スル所複雜ニシテ之ニ對スル藥物作用ノ論及モ愈々細ヨリ密ニ亘ラサルヘカラス然レトモ素ト子宮ハ子宮頸部ノ附近ニ存在スル子宮神經節フランケンホイゼル神經節(Frankenhäuser Ganglion)ノ他子宮實質中ニ所謂子宮ノ末梢性自動中樞アリ

テ中樞意識ノ支配ヲ俟タス腸、心臟等ト同シク自動的ニ機能ヲ營ミ得ル性質ヲ有スル一ノ臟器ナリ從テ體外ニ摘出シ或ル要約ノ下ニ臟器生存ニ適好セル方法ヲ以テ行フトキハ整然タル自己ノ運動ヲ營ムヘシ蓋シ子宮ノ運動ヲ主宰スルニハ固ヨリ中樞神經系ニヨリテモ調節セラル略言スレハ副交感神經ノ刺戟ハ子宮ノ收縮運動ヲ促シ交感神經ハ之ヲ靜止セシム但シ「アドレナリン」ノ如ク顯著ナル交感神經毒ニ依テ子宮收縮ヲ起スハ素ト「アドレナリン」ハ交感神經末梢ヲ刺戟シテ子宮ヲ弛緩セシムヘキ筈ナルモ「アドレナリン」ノ爲メニ發シタル強度ノ血管收縮ハ子宮ノ貧血ヲ來ス子宮ノ貧血ハ一ノ刺戟トナリテ子宮ノ收縮ヲ喚起スルニ至ル從テ余カ左ニ縷述セント欲ス方法ヲ以テ行ヒタル試驗ノ結果ヲ以テ子宮緊縮作用ノ有無ヲ概括シテ一律ニ批判スルコト困難ナル場合アリト雖モ固ト麥角及其製劑ニ在リテハ其作用末梢性ニシテ只タ副交感神經ノ末梢ニ働クヤ或ハ子宮實體ノ自動中樞ニ働クヤ或ハ直接ニ子宮筋質ニ働クヤ今尙ホ未決ノ問題タルノミ之ヲ要スルニ本生藥或ハ其製劑ノ効力ヲ生理的方法ニ依テ實驗スルニハ生體ヨリ摘出シタル臟器ヲ適好セル要約ノ下ニ常態ヲ觀察シ而シテ可檢體ヲ加エ之ニ依テ誘發スル子宮ノ收縮或ハ弛緩ノ狀態又ハ蠕動運動ノ變化ヲ以テ本生藥並ニ其製劑ニ於ケル効力ノ有無強弱ヲ定メテ過誤ナカルヘシト信ス

効力試驗方法

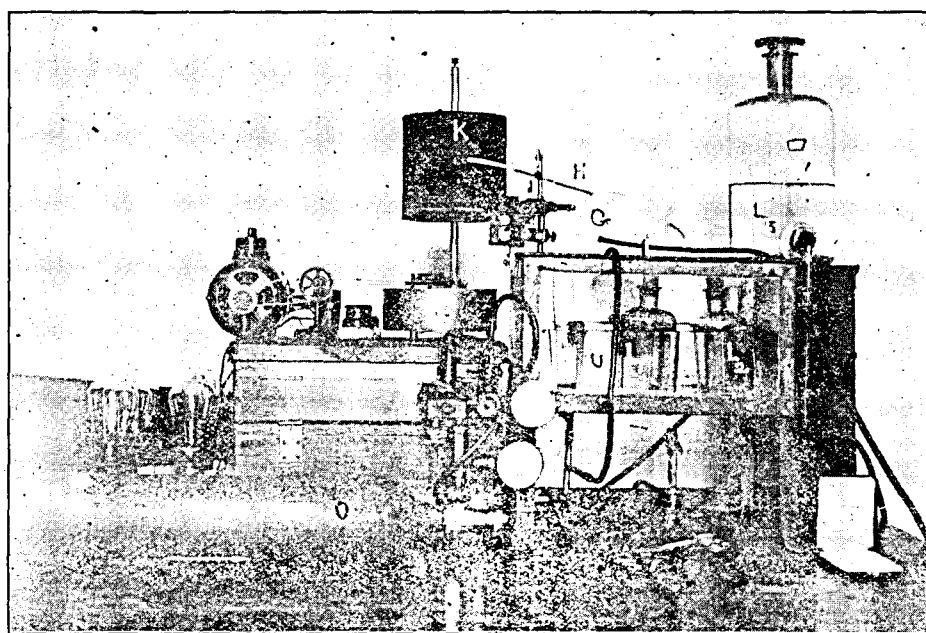
余ハ上述ノ如ク麥角及其製劑ノ子宮ニ對スル作用ノ本態ニ基キ主トシテ大黑鼠^{ラット}或ハ廿日鼠^{マウス}ヨリ摘出シタル子宮ヲ用ヒタリ即チ動物ノ項椎ヲ毆打シテ昏倒スルヲ待チ下腹部ヲ正中線ニ沿フテ切開スルトキハ子宮頸管ハ膀胱ノ下方ニ在リ兩角ニ分岐シテ各々腎臟ニ近ク卵

巢ニ終ル子宮ノ兩角ニハ脂肪組織纏綿シ且ツ近接シテ大血管併行セルヲ以テ之ヲ傷ケサル様子宮ト共ニ分離ス而シテ上端卵巢部位ニ於テ細絲ヲ以テ一ノ結紮ヲ施シ細絲ノ一端ハ描寫書櫃ノ一臂ニ懸垂ス次テ子宮頸管ノ分岐スル部位ニ於テ一角ヲ切斷シ之ニ小鉤ヲ挿入シ以テ下方ニ適當ニ緊張ス斯クシテ攝氏三九乃至四〇度ノ恆溫ヲ保テルロツク氏液中ニ在ラシメ之ニ酸素瓦斯ヲ絶ヘス誘導シテ正常ナル子宮ノ運動ヲ營ムニ至ルヲ待チ試験セント欲ス物質ヲ加フ固ヨリ其物質ハ豫メ液狀タラシメ速ニロツク液中均等ニ分散セシメサル可ラス子宮ヲ懸垂セル書櫃ハ子宮運動ニ追從シテ上下ニ運動スルカ故ニ之ヲ「キモグラフイオン」ノ燐煤紙面ニ描寫スルヲ得即其ノ上行線ハ子宮ノ收縮ニシテ下行線ハ弛緩セルノ狀ヲ示ス余ハ上記ノ方法ニ依テ市販十數種ノ麥角及其製劑ニ就テ行ヒタル成績ニ徴スレハ認ムヘキ作用ヲ有スル藥物ヲ發見シ能ハス然モ藥物包裝ノ封緘月日ハ尙ホ一ケ年ニ充タス換言スレハ藥物包裝ノ封緘月日ヲ以テ貯藏期間ヲ起算セラル、モノトセバ未ダ局方ノ制定スル期間ヲ經過セルモノニ非ズ而シテ生藥ノ外觀亦注目スヘキ點ナシ顧フニ生藥實際ノ採集ハ時日ヲ遡ルコト尙遙ニ遠ク其間斯クノ如ク効力ヲ失ヒタルモノナラン乎敢テ起死再生ノ途ヲ講スル諸賢ノ資料ニ供ス

附 記

麥角ハ一〇%浸劑ヲ調製シ其一珽ヲロツク液五〇珽ニ注加ス然ルトキハ子宮ハ麥角中水ニ可溶性ノ全有効成分〇二%ヲ含有スル榮養液中ニアリトス今マ本邦婦人ノ平均體重ヲ假ニ四〇珽ナリトセハ血液ノ全量ハ體重ノ大約一三分ノ一即チ三立ナリ今麥角ノ一回極量一

瓦ヲ與ヘ血管内注入ト同シク一時ニ吸收サレ盡スト假定スルトキハ諸臟器ハ麥角ノ全有効
 成分〇・〇三三%ヲ
 含有スル血液ノ影
 響ヲ受クヘシ然レ
 トモ余カ遂行セル
 試験ニ於テハ臟器
 ハ大約六五倍(0.033
 × 65 = 0.21) 濃稠ナ
 ル麥角ノ成分ヲ含
 有スル一ノ硝子製
 榮養圓筒中ニ在リ
 而シテ新鮮ナルロ
 ツク液ニ轉換セサ
 ル限リ排泄等ハ問
 フ所ニアラスシテ
 子宮ハ常ニ一定稠
 度ノ液中ニ浸漬セ
 ラル、モノトス



圖解

子宮ノ運動ヲ描寫スル裝
 置
 U 抽出シタル子宮
 L₁ 乃至 L₃ ロツク豫備液
 O 酸素壘
 H 書 櫃
 K キモグラフィオン
 體外ニ摘出シタル子宮
 ニ就テ藥物作用ノ試験ヲ
 行フニ最モ必要ナルハ臟
 器ヲ攝氏三九乃至四〇度
 ノ恆溫ヲ保ツ榮養液中ニ
 在ラシメ且ツ絶ヘス酸素
 瓦斯ヲ誘導スルニアリ余
 ハ上圖ノ如ク極メテ簡單
 ナル裝置ヲ用ヒ遺憾ナク
 實驗ヲ遂行セリ即チ圖中
 Uハ摘出セル子宮ニシテ

書槓Hノ一臂ニ懸垂シ下方硝子管ヲ以テ適度ニ緊張ス硝子管上部ノ開口端ハ護謨管ヲ用ヒテ酸素壘Oニ連結シロツク液ヲ充タシ子宮ヲ懸垂セル圓筒ニ瓦斯ヲ誘導セシム硝子瓶L₁L₂及ヒL₃ニハ豫備トシテ榮養液ヲ充盈シ各々護謨管ノ媒介ニ依テ接續ス即チ括栓ヲ開ケハ硝子瓶L₃ヨリ順次L₄ニ至リ遂ニハ臟器ヲ懸垂セル圓筒内ノロツク液ヲ轉換スルノ用ニ供ス而シテ硝子瓶L₃ヲ除クノ他ハ總テ溫湯ヲ半ハ充タシタル外槽F内ニ在リ外槽前後ノ兩面ハ之ヲ耐熱硝子板ヲ以テシ内部ノ狀態ヲ透視スルノ便ニ供フ手術ノ直後ハ大ナル「シヨツク」ノ影響ヲ受ケ臟器ノ機能不良ナルヲ以テ暫時常態ニ復スルヲ待チテ行フ然ル時ハ書槓ハ子宮ノ收縮或ハ弛緩ニ追從シ「キモグラフィオン」圓筒Kナル媒紙上ニ其狀態ヲ描寫スルヲ得

本實驗ニ用ヒタル麥角ハ敍上ノ如ク一〇%ノ水製浸出液ニシテ之ヲ注加スルトキハ分量ノ多寡ニ準シテロツク液ニハ必スヤ組成ニ差ヲ來スヘシ然リ榮養液組成ノ變化ハ子宮運動ニ影響ヲ及ホスコトナキヤ即チ第一圖ニ於テ掲ケタル實驗成績ハロツク液中加フルニ藥液ト同容量ノ水ハ子宮機能上ニ影響ヲ與ヘサルノ資料トナシ併テ後時藥物作用ヲ批判スルノ對照ニ供センカ爲メナリ而シテ第二圖乃至第一五圖ヲ一瞥スルニ子宮ノ正規ナル蠕動運動ハ藥物注加ニヨリ漸次其機能減衰セルモノアリ或ハ注目ニ値スヘキ作用ヲ認メス

上記實驗結果ノ總括竝ニ其批判

一、余ハ試驗動物トシテ多クハ大黑鼠或ハ廿日鼠ヲ用ヒタリ即チ麻醉劑ヲ用フルコトナク項椎ヲ毆打シ動物ノ迷朦スルヲ待チテ剔出セル子宮實體ニ就テ本文ノ方法ニ據リ坊間販賣品ヨリ蒐集シタル十四種ノ麥角並ニ其製劑ニ付キ子宮ノ運動ニ及ホス影響ヲ知ラント欲

シ幾多ノ實驗ヲ行ヒタリ之ニ依テ得タル成績ニ徴スレハ子宮ノ運動ヲ旺盛ナラシムルモノ
ナク又緊張性ノ亢進ヲ來スガ如キ作用ナキノミナラス或種ノ製劑ニ在リテハ寧ロ正規ナル
子宮ノ運動ヲ減弱セシメ遂ニハ全ク弛緩狀態ニ至ラシム作用アルコトヲ認メタリ而シテ斯
ノ如キ現象ハ家兎ヨリ摘出シタル子宮ニ對シテモ均シク之ヲ見ル

二、藥液注加ニヨリ上記ノ如ク正規ナル運動ヲ減弱シ或ハ全ク弛緩狀態ニ陷リタル子宮
ハ新鮮ナルロック液ヲ以テ轉換榮養スルトキハ漸次恢復シテ遂ニハ常態ノ如ク機能ヲ營ム
ニ至ル由之觀是藥液注加ノ後ニ於テ發シタル子宮運動如上ノ變化ハ偶發的ニ機能ノ衰憊セ
シタメニアラスシテ畢竟藥物ノ影響ヲ受ケタル直接ノ結果ナリト認ムルヲ得ヘシ

三、重ネテ要言スレハ大黑鼠、廿日鼠、家兎ヨリ摘出シタル子宮ニ對シテ曩ニ本文中附記シ
タル假想的分量ニ在テハ余カ遂行シタル上記ノ麥角並ニ其製劑ニハ所謂麥角固有ノ作用ア
ルヲ發見シ能ハス願フニ効力ノ實現スルニハ尙ホ遙ニ大量ヲ要スヘシ然レドモ上記ノ如ク
反作用性ノ製劑ニ在テハ大量ヲ用ユルトキハ益々其力増大スルコト疑ヒアルベカラズ

四、上記動物ニ對スル實驗成績ヲ以テ直チニ臨床上人體ニ對スル効力ノ有無強弱ヲ批判
シ又ハ論斷スルハ困難ナリト雖モ既ニ本文ニ於テ縷述シタルカ如ク必ラスシモ中樞神經系
ノ主宰ヲ受クルコトナク自ラ運動ヲ營ムトコロノ機能ヲ備ヘタル子宮ニ對シ麥角並ニ其製
劑ノ如ク作用ノ本態末梢性ニシテ子宮ノ蠕動運動ヲ旺盛ナラシメ或ハ緊張ノ度ヲ増シ收縮
力ヲ強大ナラシムヘキモノニ於テハ余カ行ヒタル實驗ノ成績ト相俟チテ病牀其藥物ノ子宮
ニ對スル効力ヲ推斷スルモ敢テ大過ナカルヘク寧ロ生藥實際ノ効力ハ動物試驗ノ結果ニ一

致併行スヘキモノタルヘシ

試驗ニ供シタル麥角及其製劑ヲ列舉シ挿入セル附圖ノ説明ヲナスコト次ノ如シ

番 號	品 別	封 緘 者
第一 圖	蒸 餾 水 (對照試驗)	
附圖說明	圖中記標十字形(X)ニ於テ蒸餾水二匹ヲ注加シ重十字形(X)ハ新ナル通常ロツク液ニ轉換セルノ時刻ヲ示ス	
第二 圖	麥 角	東京市神田區 某 合名會社藥品部
附圖說明	圖表中記標(X)ニ於テ麥角浸二匹ヲ附與シ後チ(X)ニ於テ通常ロツク液ニ轉換榮養ス即チ藥液注加ノ前後ニ於ケル孤線ニ大差ナシ以テコ、ニ用ヒタル麥角ハ子宮ノ蠕動運動並ニ緊張性ニ感作ヲ與ヘザルモノト知ルベシ	
第三 圖	麥 角	大坂市 某 製藥株式會社
附圖說明	圖中記標(X)ハ麥角浸二匹ヲ附與セルノ時刻ニシテ(X)ハ藥液ヲ洗去シ通常ロツク液ニ換ヘタルノ時ナリ即チ藥液ノ注加ニヨリ筋ノ緊張力ヲ減弱シ且蠕動衰微セルノ狀顯著ナリ又以テ本物質ノ効力ナキヲ知ルニ足ルベシ	
第四 圖	麥 角	東京市日本橋區 某 藥品試驗株式會社
附圖說明	圖中記標十字形(X)ニ於テ麥角浸二匹ヲ附與シ後チ(X)ニ於テ通常ロツク液ニ轉換ス藥液注加ニ依テ子宮ノ運動狀態ニ變化ナキヲ知ル	
第五 圖	麥 角	東京市日本橋區 某 製藥合名會社
附圖說明	圖中記標(X)ニ於テ麥角浸二〇%五匹ヲ附與スルニ筋ノ緊張力ハ漸次衰微ス即チ生藥固有ノ作用ナキヲ知ル	
第六 圖	麥 角	大坂市北濱 某 製藥株式會社
附圖說明	圖中記標(X)ハ麥角浸二匹ヲ注加セルノ時刻ニシテ重十字形(X)ハ洗滌シテ新ナルロツク液ニ轉換セルノ時ヲ示ス	
第七 圖	麥 角 越 幾 斯	大坂市 某 衛生試驗所
附圖說明	圖表中記標(X)ニ於テ麥角越幾斯二匹ヲ注加シ(X)ハ新ナル通常ロツク液ニ換ヘタルノ時ヲ示ス即チ藥液ノ附與ニヨリ少シク蠕動運動ヲ増シ生藥固有ノ作用アルヲ思ハシ	

△ルモ顯著ナラズ

第八圖

麥角越幾斯

東京市日本橋區

某藥種商店

附圖說明 圖中記標(X)ハ麥角越幾斯ヲ注加セルノ時刻ニシテ重十字形(X)ハ洗滌シテ新ナルロツク液ニ轉換セルノ時ヲ示ス藥液ノ附與ニヨリ少シク蠕動運動旺盛トナル以テ生藥固有ノ作用ヲ有スルモノトナスモ其力甚ダ微弱ナリ

第九圖

麥角流動越幾斯

大阪市

某衛生試驗所

附圖說明 圖中記標(X)ニ於テ麥角流動越幾斯一匹ヲ附與スルニ蠕動及緊張性ニ認ムベキ變化ヲ呈セズ

第一〇圖

麥角製劑

大阪市東區

某藥種商店

附圖說明 圖表中記標(X)ハ麥角製劑〇五匹ヲ附與セルノ時刻ヲ示ス本製劑上記ノ分量ニ於テハ子宮ニ何等ノ影響ヲ與ヘサルコトヲ知ルベシ

第一一圖

麥角製劑

瑞西國

某製藥會社

附圖說明 圖中記標(X)ニ於テ麥角製劑一〇匹ヲ附與スルニ子宮ノ蠕動運動全ク休止スルト共ニ緊張性ハ消滅シテ筋ハ極度ニ弛緩ス次テ記標(X)ニ於テ藥液ヲ洗去シ新ナルロツク液ニ換フルニ速時ニ殆ンド常態ニ復シ蠕動運動ヲ營ムニ至ル更ニ記標(X)ニ於テ同製劑一匹ヲ附與スルニ瞬時ニ緊張力著シク減退シ蠕動運動亦殆ンド休止セルノ狀ヲ呈ス即チ知ルスノ如キハ生藥固有ノ作用ニ全然相反スルモノナルコトヲ

第一二圖

麥角製劑

大阪市東區

某藥種商店

附圖說明 記標(X)ハ麥角製劑二匹ヲ附與セルノ時ニシテ(X)ハ洗滌シテ新ナルロツク液ニ轉換セルノ時刻ヲ示ス

第一三圖

麥角

橫濱

某製藥合名會社

附圖說明 圖表中記標(X)ニ於テ麥角浸二匹ヲ注加シ(X)ニ於テ之ヲ洗去シ新ナルロツク液ニ轉換榮養ス

第一四圖

麥角

東京市

某藥品試驗株式會社

附圖說明 記標(X)ハ麥角浸二匹ヲ注加セルノ時ニシテ重十字形(X)ハ無毒ロツク液ニ換ヘタルノ時刻ヲ示ス蠕動運動著シク其數ヲ減ス以テ麥角固有ノ作用ナキモノトセラ

第一五圖

麥角越幾斯

大阪市

某製藥株式會社

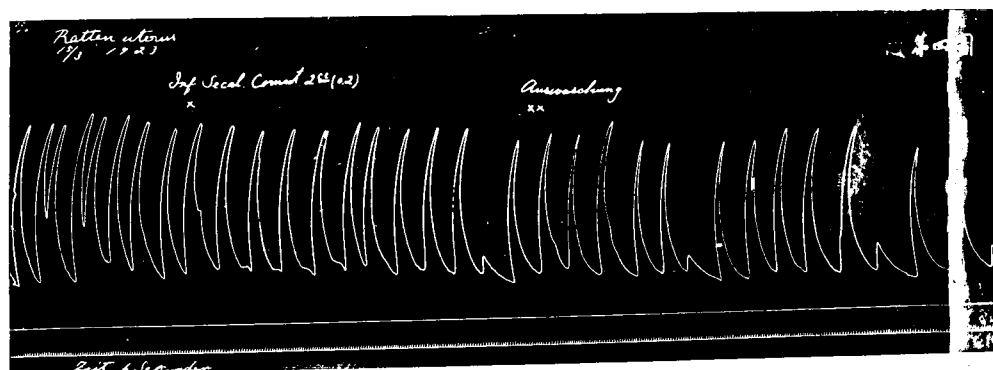
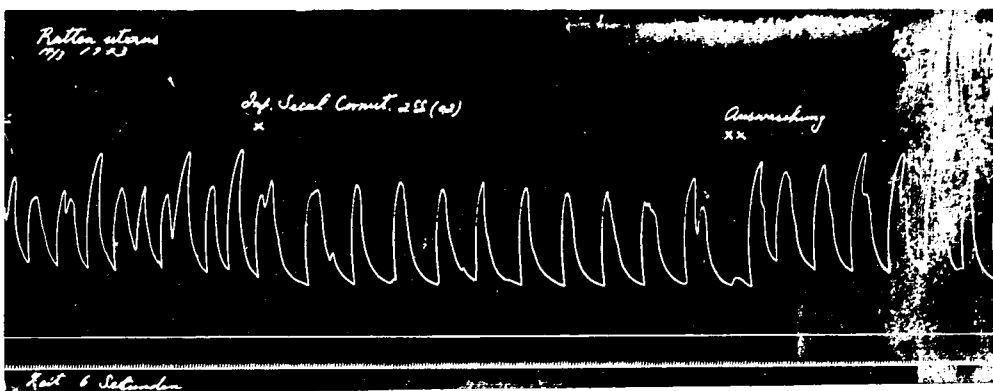
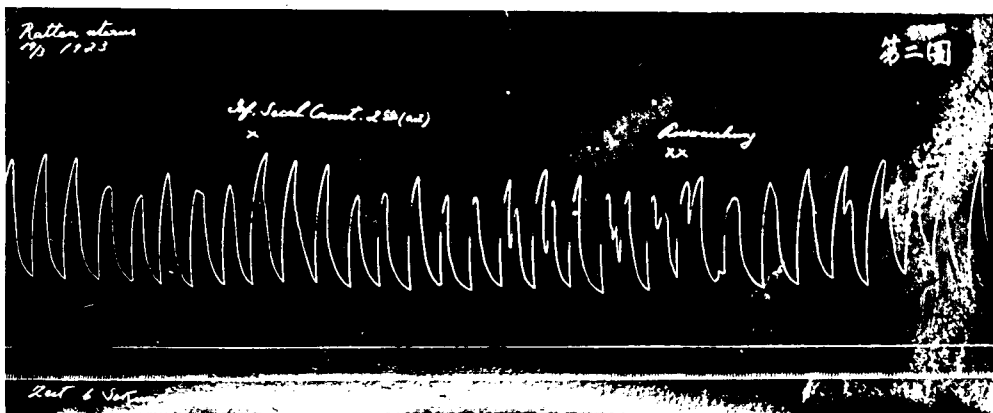
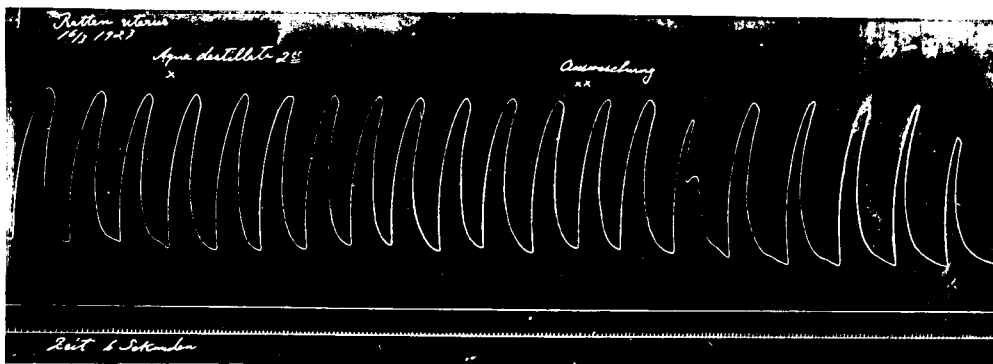
附圖說明 圖中記標(X)ニ於テ麥角越幾斯一〇瓦ヲ附與スルニ漸次緊張力ヲ減退シ遂ニハ弛

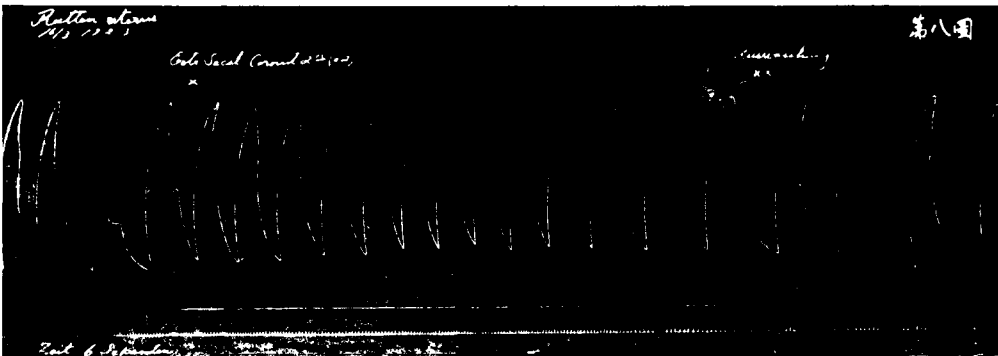
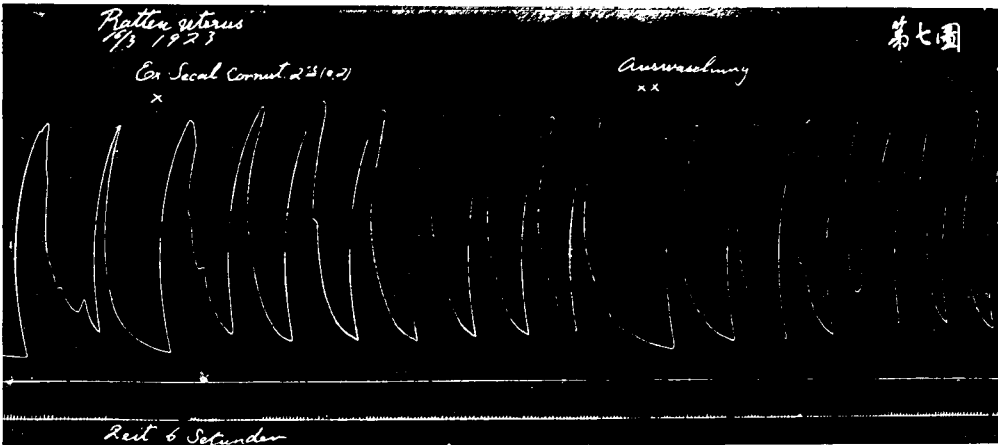
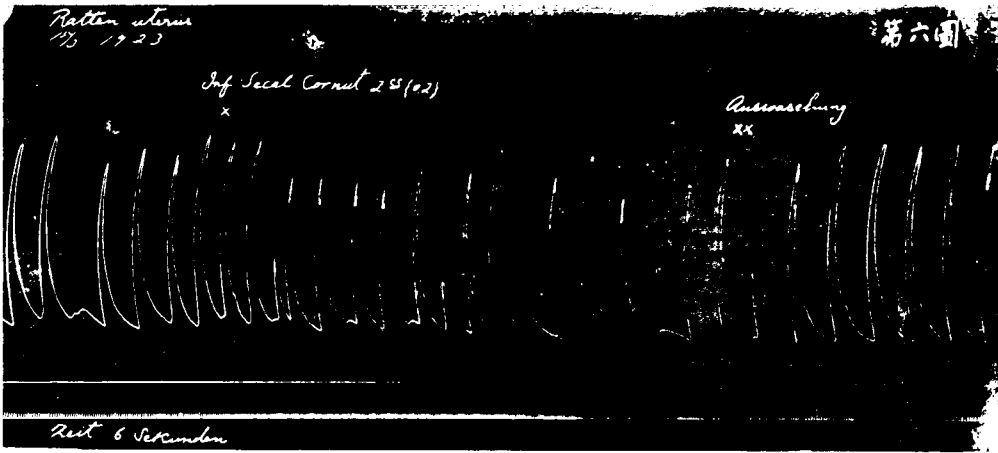
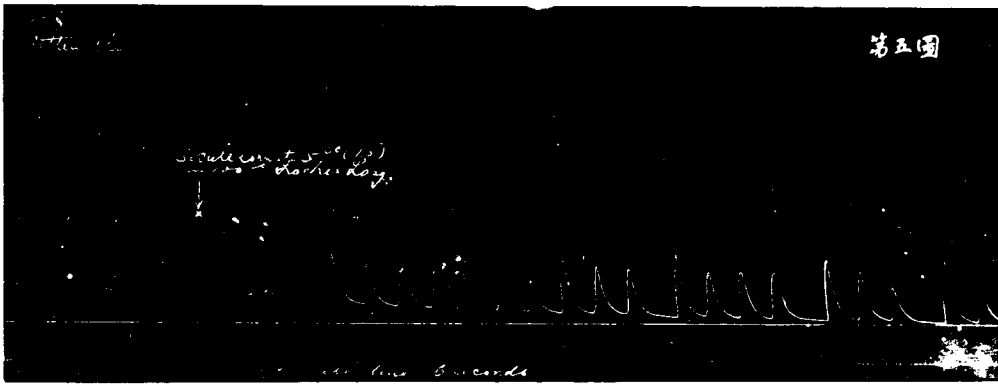
緩ノ頂點ニ達シ又蠕動運動著シク衰微セルノ狀ヲ呈ス即チ麥角ニ反作用ノ性質ヲ有スルモノトセラルベシ

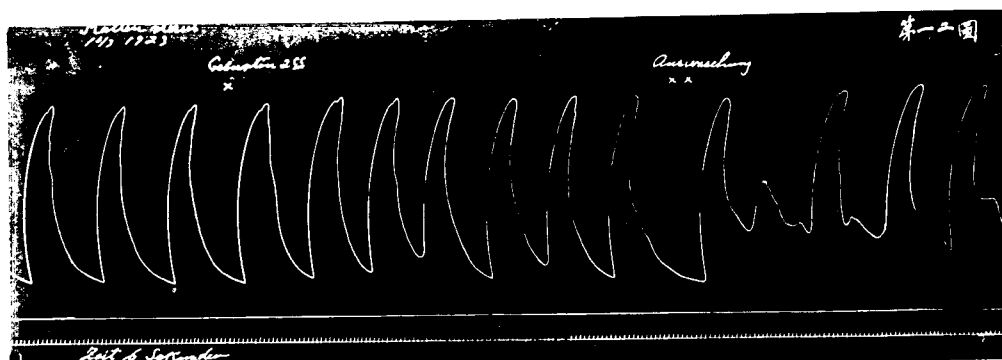
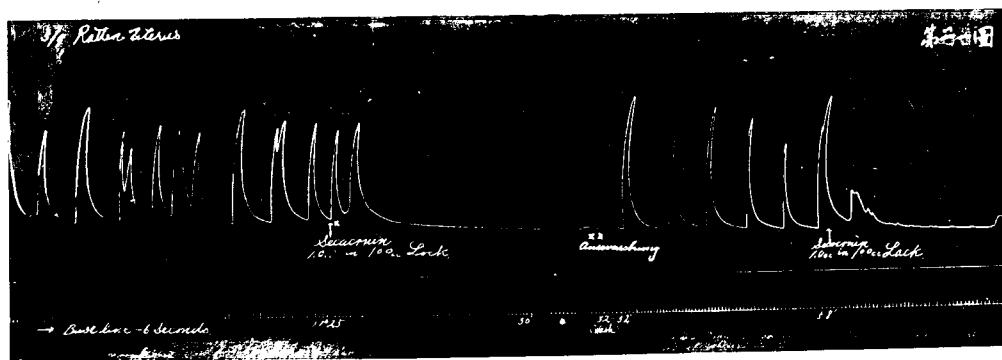
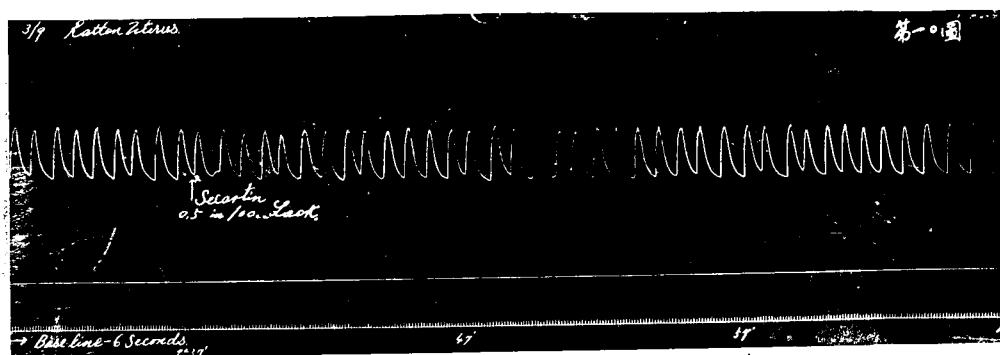
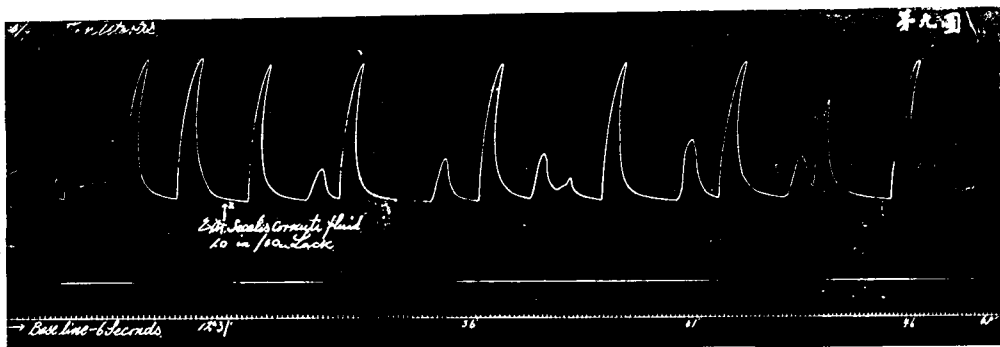
圖版第一六圖ハ他日公表セント欲スルモノナルヲ錯斬ニ從事セルモノ之ヲ忘却混同シテ悉ク刪修潤色ヲ終ヘタリ即チ事既ニ事後ニ屬シテ改修ヲ難シズルノ事情アルヲ諒トシテ訂正刪修スルヲ省ケリ從テ本稿ニハ何等ノ關係ヲ有セザルモノトス爰ニ此言ヲ特記シ以テ深ク自ラ憾ミトスルト共ニ看者諸彦ニ對シテ謝辭ナキヲ得ザルナリ

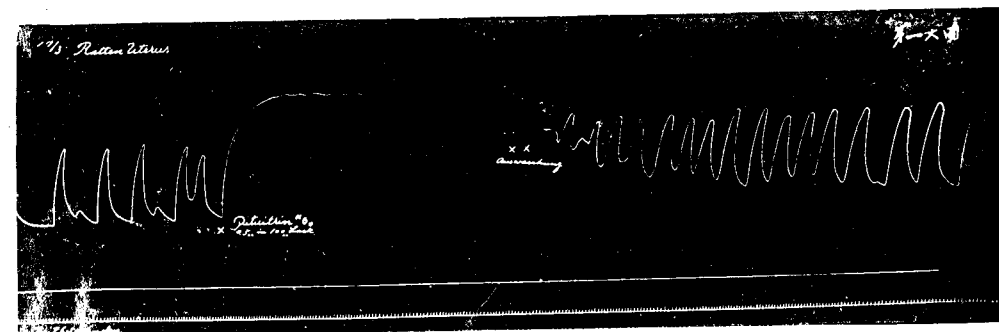
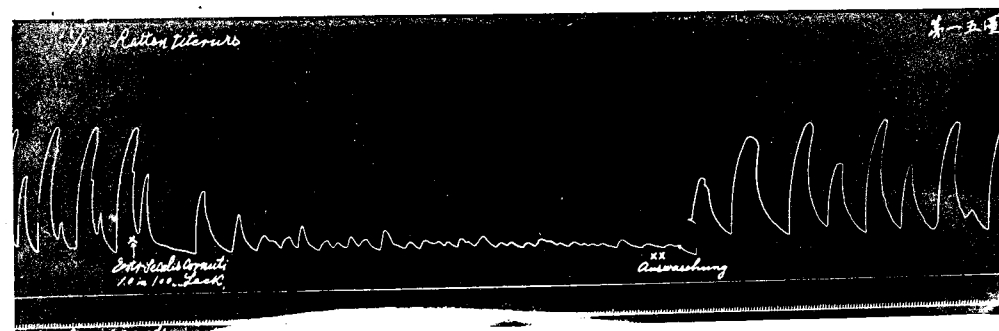
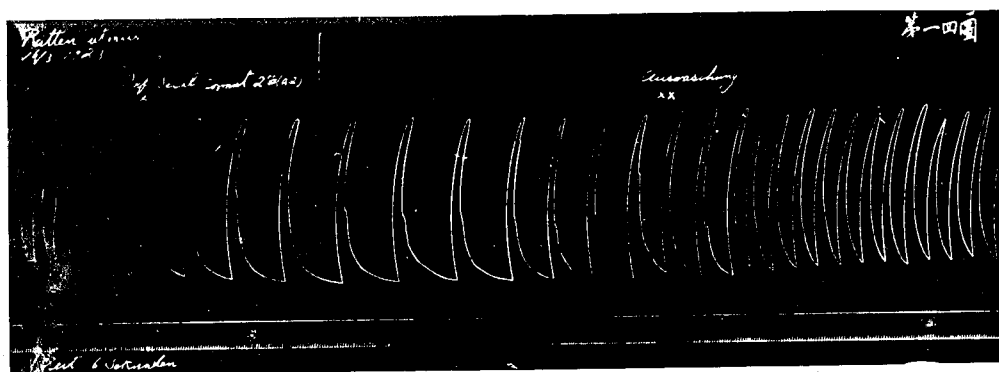
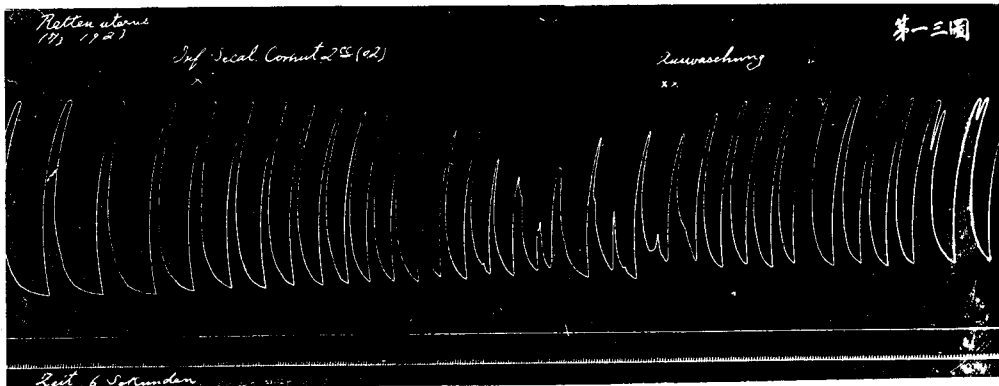
以上掲クル所ノ曲線ハ余カ聚集セル麥角及其製劑ニ就テ行ヒタル摘出子宮ニ對スル作用ノ強弱ヲ示スモノニシテ左ヨリ右方ニ向ヒ上行線ハ子宮ノ收縮ニシテ下行線ハ其弛緩ヲ示ス圖ノ中段ニ位スル水平線ハ標準線ニシテ收縮及弛緩ノ高低ヲ測定スルノ用ニ供ス從テ波形上行線ノ頂點ガ標準線ヨリ距離愈々増大スルトキハ緊張性ノ愈々亢進セルヲ示シ之ニ反シテ距離短縮スルトキハ緊張性ノ衰微セルモノト知ルベシ又上行ノ兩脚其數ヲ減少スルトキハ蠕動運動ノ減退セルモノト認ムルヲ得而シテ次ニ挿入セル附圖曲線ハ交流電氣モ―トルノ幫助ニ依テ始終殆ンド均等ナル速度ヲ以テ回轉セル媒紙上ニ描寫セルモノナルヲ以テ一瞥ノ下ニ緊張力ノ變化ヲ知ルト共ニ蠕動運動ノ増減ヲ目算スルモ大ナル過誤ナキモノトス而シテ鋸齒狀ヲナセル橫線ハジャケー氏クロノグラフヲ用ヒテ描寫シタル時標ニシテ各間隔ハ毎六秒ナリ之ニ依テ實驗ノ時間的經過ヲ知ルト共ニ子宮運動ノ頻度ヲ定ムルヲ得圖中記標(×)ハ實驗ノ經過中藥液ヲ注加セルノ時刻ヲ示シ(×)ハ新鮮ナルロツク液ヲ以テ轉換セルノ時ヲ示ス

大正一二年四月









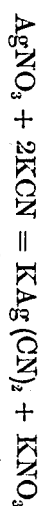
五、チアン及其化合物ノ定量ニ就テ

衛生試験所技師 柳 澤 秀 吉

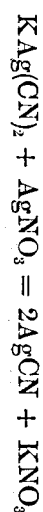
窒化炭素ハ單獨ニ存スルコトナク「チアン、チアン或ハ錯鹽トナリ尙其他酸素若クハ硫黃ト結合シテ「チアナート若クハ硫チアン酸鹽ノ如キ化合物トナリテ無機及有機ノ兩界ニ介在シ、各化合物ノ集成ハ殆ント同一ナルニ拘ラス化學的ノ性質ニ著シキ差異アルヲ認ム、從ツテ窒化炭素化合物ヲ定量スル場合ニ諸種ノ反應ヲ利用シ得ルカ故ニ極メテ便利ナレトモ定量ノ安全ヲ期スルニハ元素分析ニヨルノ外ナキカ如シト雖モ從來窒化炭素化合物ノ定量分析ハ大概容量法ニシテ現今チアンカリ」ノ定量法ニテモ既ニ九種アリ嘗テ社家間學士ニ依テ紹介セラレタルルンデル及ブリジマン兩氏ノ說ヲ拔抄スルハ聊カ冗慢ノ嫌アルモ著者ノ新方法ト比較スルニ便ナラシムル爲メノ一助トナサム。

(A) 重量法ハ青酸鹽類ヲ稀薄ナル硝酸溶液中ニ於テ青酸銀トシテ沈澱セシメ乾燥シ秤量スルカ或ハ燃燒シテ銀トシテ秤ル但シ本法ノ主ナル缺點ハ定量ノ結果多量ヲ示ス其原因ハ青酸鹽中ニ夾雜セル鹽化物硫青酸鹽ヲ含有スルカ故ナリ。

(B) リービヒ氏法 青酸鹽類ノ水溶液ヲ硝酸銀溶液ニテ扱ヒ溶解性青化銀カリヲ生成セシメ。



過剰ニ附加サレタル硝酸銀ハ其青化銀カリヲ分解シテ不溶解性ノ青化銀ヲ析出シ爲メニ溶液ハ濁ヲ生ス。



此ノ反應ヲ利用シ定規硝酸銀ヲ用ヒ溶液ヲ蛋濁セシムル定量ノ結果主ナル缺點ハ普通多量ヲ檢出ス是炭酸アルカリ硫酸鹽フエロチアン鹽等カ其終末點ヲ延引スルカ故ナリ

(C) Hanney 氏法 青酸鹽ノ「アムモニア」溶液ヲ昇汞ニテ處理シ次ノ反應カ完結スル迄沈澱ヲ生セス。

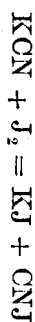


青酸カリヲ用ヒタル際昇汞ノ過剰ハ右記ノ反應完結後蛋濁ヲ起ス。



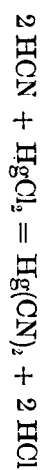
依テ定規昇汞液ヲ以テ滴定シ蛋濁ヲ呈スルヲ終末トス此ノ方法ノ缺點トスル所フエロチアン鹽カ終末點ヲ延ハシ其不純物ノ爲メニ成績上多量ニ檢出ス。

(D) Fordos 及 Gelis 氏法 此ノ法ハ青酸カリニ「ヨード」ヲ作用セシム。



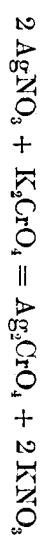
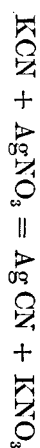
定規ヨード溶液ヲ以テ消失セサル黃色ヲ呈スル迄檢液ヲ滴定ス但シ本法ハ實際ニ弘ク用ヒラルレトモ往々ニシテ正確ヲ失シ且關涉多シ。

(E) Andrew 氏法 氏法ニ據レハ凡テ稀薄溶液ニ於テ青酸ノ形ニシテ昇汞ヲ以テ取扱フニアリ。



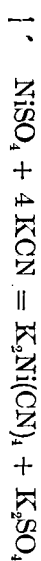
右ノ遊離鹽酸ヲ一〇分一定規アルカリニテ滴定ス此ノ法モ餘リニ感心シタル法ニアラス殊ニ其缺點トスル所時間ノ消費ニアリト。

(F) Viehner 氏法 氏法ハ青酸鹽ノ水溶液ニ水酸化マグネシアヲ加ヘ「アルカリ性ニ於テ「クローム酸カリ」ヲ標示藥トシテ一〇分一定規硝酸銀ニテ消失セサル赤色ヲ呈スル迄滴定スルニアリ。



但シ此ノ法固有ノ誤謬ノ外ニ鹽化物硫青酸及フエロチアン鹽ノ爲メニ定量ノ結果多量ヲ檢出ス。

(G) Lundell 及 Bridgman 氏法 此ノ法ハ「アムモニア性青酸鹽ノ溶液ニ就キ少量ノ「ヂメチールグリオキシーム」ヲ現存ノ下ニ定規硫酸ニッケル溶液ヲ以テ赤色ノ沈澱ヲ生スル迄滴定スルニアリ。

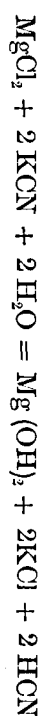


ニッケルヂメチールグリオキシームヲ持久性沈澱ヲ生スルニハ第一式ニテ示ス反應ニ用ヒ盡サレサル間ハ形成セス次ニ第三式ノ反應ハ最初溶液ヲ「アムモニア性トナス所以ヲ示スニ

過キス。

但シ本法ハ前記諸種ノ缺點ヲ補フニ足ルヘク推舉セラレタレトモ其本來ハモール氏ノ「ニッケル定量法」ヲ逆用シタルモノニシテ市販青化カリ中ニ夾雜スル物質ノ混在ハ勿論青酸亞鉛複鹽等ノ場合多少ノ誤差ヲ生スルコト避ケ難シ(本誌大正四年四月發行第三百九十八號雜錄四二四頁)。

(H) Feld 氏法 此法ハルンデル氏等カ注意セサリシモノニシテ其原理ハ先ツ「チアンカヨリ」ヲ「クロールマグネシウム」ト共ニ蒸餾シ茲ニ餾出スル「チアン水素」ヲアルカリ液中ニ捕集シ「ドカリウム」ヲ標示藥ニ用ヒ滴定スルニアリ。

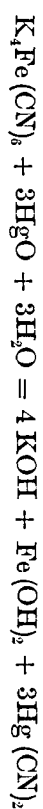


但シ「チアン化合物」ノ定量ニ適セス。

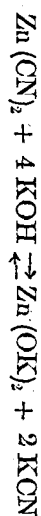
チアン及其錯鹽定量ノ大要

チアン水銀ノ定量 Fordos 及 Gélis 氏ノ原理ニ從ヒ稍々完全ニ定量シ得ト(チアンカリ定量参照)

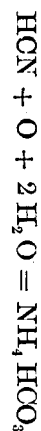
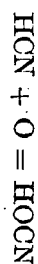
難分解性錯鹽ノ定量 ローゼ氏ハ過剰ノ酸化汞及水ト共ニ煮沸シ「チアン水銀」トシテ抽出シ且ツ之ヲ適宜定量セリ。



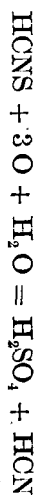
分解性錯鹽ノ定量 カリウム亞鉛チアニード」ヲ過剰ノ苛性カリ」ト共ニ扱ヒ全チアン」ヲ滴定ス。



チアナトノ定量 チアン水素ハ Péan de St-Giles 氏ニヨリ硫酸液ニテ酸化シ難キモ「アルカリ性ニ於テ過マンガン酸ニテ容易ニ酸化セラル」(Chem-Ztg. 1890. s. 1227)



但シ硫青酸鹽ハ酸性ニテ次ノ如ク「チアン水素ヲ生成シ

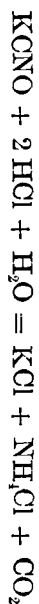


反對ニ「アルカリ性ニテハ硫酸及チアナート」ヲ生成シ更ニ分解シテ炭酸及アムモニアヲ化成ス。

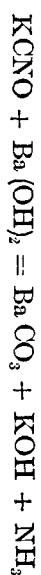


(H. Beckurts : Massanalyse 1913. s. 625 参照)

チアナート及チアンノ定量 Hering 氏ニ據レハ可檢物〇・二—〇・五瓦ヲ鹽酸若クハ硫酸ヲ含有スル水ト共ニ蒸發乾固スル場合チアナートヨリハ左記ノ反應ニ從ヒ「アムモニア」ヲ化生スルモ「チアン水素化合物」ハ然ラスト。

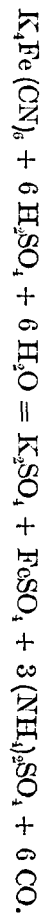


右ノ反應ハ水酸化バリウムヲ以テスルモ「アムモニア」ヲ生ス。



次ノ「チアン及其錯鹽ヲ濃硫酸ニテ處理スル場合硫酸アムモニウムヲ化生ス但シ定性反應

ニ止ル (Hering 氏説参照)



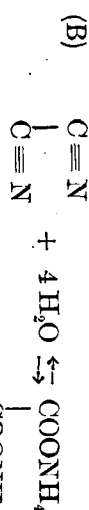
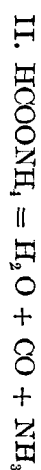
(A. Classen : Qualitative Analyse 7 Auflage, 225)

最近ニ報告セラレタル「チアン定量ニ E. Vorocck 氏ハ微弱硝酸性液ニ就キ「ニトロプルシット曹達ヲ標示薬トシテ定規硝酸々化汞ニテ滴定セリ (Chem-Ztg. 1918, 42, 257)°

上述ノ文獻ニ就キ概括的ニ批判スレハ先ツ市販ノ「チアンアルカリ鹽カ普通ニ混在スル成分中鹽化物、チアナート、硫青酸、フエロチアン、チアナミッド等アリ之カ爲メ定量ノ結果常ニ不安ヲ感スヘシ、大正三年瀬川氏ハ硝酸鹽ノ現存ニ於テ石灰窒素カキールダール氏法ニテ完全ニ定量シ得ヘキ乎ニ就キ研究報告セリ蓋シ注意スヘキコトナリ。(大正三年一一月發行本誌第三九三號一二六二頁參照)

著者カナセル研究ノ動機ハ抑々大正四、五年ノ頃チアン銅錯鹽ヲ主要成分トスル或ル可檢體中クロールイオン等ヲ共存スル複雑ナルモノ、定量分析ヲ施行スヘク餘儀ナクセラル、ニ當リ從來チアン化合物ノ定量法ニ數アリト雖トモ此ノ際全ク無意義ナルコトヲ經驗シタルニ於テ遂ニ「カルチウムチアナミット」ヨリ人造肥料トシテ用フル硫安製造方法ノ化學的機轉ニ着眼スルニ至レリ其當時チアンカリウムヲ稀硫酸ト共ニ熔閉管内ニ加熱シテ水化シ「チアシ」ノ全量ヲ「アムモニア」ニ變化セシメ常法ノ如ク行フニ始メテ定量ノ目的ヲ達スルコトヲ得タリ(大正五年八月發行東京醫學會雜誌第三〇卷第一五號參照)

サテ著者ノ新定量法ニ就キ化學的機轉ヲ案スルニ其方程式左ノ如シ。



但シ「チアナート」ニ關スル定量法上稍々右ト同様ナルモノアレトモ「チアン水素化合物」ニ就テハ然ラス唯A式ハ「チアンカリウム」ノ水溶液ヲ貯藏スル場合徐ニ分解シ蟻酸アムニウムヲ化生スルコトヲ證明セシニ過キスB及Cハ一九〇八年ウエルナ氏カ青化物ノ有機無機化合物ノ間ニ起ル轉化ヲ證明セシ場合ニ説明シタルモノヲ引用セシナリ。(J. Chem. Soc. 1918, T. 84) 之ニ由テ觀ルニ今日迄「チアン」ヨリ「アムモニア」ヲ化生スルコトヲ知リタルモ此ノ機轉ヲ「チアン定量」ノ目的ニ應用シタルモノアラス

實驗之部

本實驗ニ必要ノ各定規液ハ次ノ如シ。

- 一、一〇分一硝酸銀液 硝酸銀約一・七瓦ヲ蒸餾水一〇〇〇cc中ニ溶解シタルモノナリ
- 二、五〇分一定規クロールカリウム液 純クロールカリウム一・四九一八瓦ヲ特製蒸餾水ヲ以テ全容一〇〇〇ccニ至トナシ試ミニ其一部ニ就キブライズネル氏浸漬電導度測定器ヲ用ヒ比電導度ヲ求メタルニ攝氏一八度ニ於テ

10-4 23,99 ヲ得タリ。

右五〇分一定規クロールカリウム液ヲ以テ前記一〇分一硝酸銀ノ力價ヲ檢スルニ「フォルハ
ルド氏法並クローム酸カリウム」ヲ標示藥ニ用ヒ普通容量分析法ニ據リ一〇分一硝酸銀ハ〇・
九九五ノ「ファクトル」アルコト知レリ。

三、一〇分一チアンカリウム 自製ノ「クロール不含」チアンカリウム約七瓦ヲ蒸餾水一
〇〇〇珎中ニ溶解シ之ニ就キ前記一〇分一硝酸銀ニテ「リービヒ氏法」 $\frac{17}{160}Ag = \frac{2}{3}KCN = 13,02K$
 $CN = 5,202CN$ ニ據リ滴定シタリ其成績左ノ如シ。

一〇分一チアンカリウム 一〇分一硝酸銀

一五珎 七・三珎

二五珎 一一・一五珎

二五珎 一一・一〇珎

$$\frac{12,125}{25} \times 0,995 = 0,00253 CN = 0,00166 NH_3$$

四、其他四分一定規硫酸竝ニ四分一定規アムモニア液ハ共ニ當所ニ於テ常用シ正確ノモ
ノナリ。

新定量法ノ原理

一〇分一チアンカリウム三〇珎ヲカリウス氏ハ「ロゲン定量」ニ用フルカ如ク豫メ管ノ下端
ヲ熔閉シタル厚壁製カリ硝子管中ニ取り之ニ相當スル試験管ニ所用ノ稀硫酸少クトモ一五
珎ヲ盛リ「カリ硝子管」中間位迄深ク挿入シ置キ注意シテ其上端ヲ熔閉シ「ボンベ」爐内ニ裝置

シ爾後攝氏二〇〇度ニ四時間以上加熱シ翌日ニ至リ前記ノ熔閉管ヲ相當注意シ上端ヲ尖キ
 火焰ニテ常法ノ如ク小孔ヲ破リテ後管ヲ開キ其内容液ヲ純苛性曹達ト共ニキイールダール
 氏窒素定量法ノ如ク蒸餾シテ「チアン化合物ヨリ生成セラレタル」アムモニアヲ四分一定規硫
 酸一五蚝及適宜ノ水ヲ盛レル受器内ニ捕取シ冷後ロゾール酸ヲ標示藥ニ用ヒ四分一定規ア
 ムモニアニテ剩餘ノ硫酸ヲ中和シ計算ス。

試驗成績表

	盲檢的試驗				確定試驗	
	一〇分一チアンカリウム	三〇蚝	三〇蚝	三〇蚝	一五蚝	三〇蚝
稀 硫 酸	二蚝	二蚝	二蚝	二蚝	六蚝	一二蚝
加 壓 溫 度	一五〇度	二〇〇度	二〇〇度	二〇〇度	二〇〇度	二〇〇度
加 熱 時 間	四時間	二時間	四時間	一時間	四時間	四時間
四分一定規硫酸ノ消費量	二・二蚝	八・二蚝	九・〇五蚝	三蚝	五・八蚝	一一・六蚝
四分一定規硫酸ノ理論數	一一・六蚝	一一・六蚝	一一・六蚝	五・八蚝	五・八蚝	一一・六蚝
檢 出 量 %	一九・〇	七〇・〇	七八・〇	五一・七	一〇〇・〇	一〇〇・〇

次ニ「チアン錯鹽中黃色血滲鹽」ニ「クプロチアニード」ニ就キ盲檢的試驗ヲ施行シタルニ何
 レモ皆理論數ト同一ノ實驗數ヲ得タリ但シ「フュロチアンカリ」ニ就キ考フルニ其結晶水ニ三分
 子若クハ二分子トアリ著者ハ「メルク製黃色血滲鹽〇・二〇七四瓦ヲ稀硫酸一五蚝ト共ニ加壓
 シ之ヲ水化シタ實驗ニ徴スレハ其結晶水ハ恐ラク二分子ナリト思惟ス。

黃色血油鹽	〇・二〇七四瓦	
稀硫酸	一五銖	
加壓溫度	二〇〇度	
加熱時間	四時間	檢出量
四分一定規硫酸ノ消費量	二二・一五銖	$\left\{ \begin{array}{l} \text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 + 2\text{H}_2\text{O} (405 \text{ Mol}) \text{トシテ} \\ \text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 + 3\text{H}_2\text{O} (423 \text{ Mol}) \text{トシテ} \end{array} \right\}$
四分一定規硫酸ノ理論數	二二・二九銖	一九三%
	二二・七六銖	

尙硫酸(HSCN)、チアナート(HOCN)、チアナミッド」ニ就テ未タ試験ヲ經サレトモ前條ニ示セル
 文獻ニヨリテ見ルモ著者ノ新法ニテ定量シ得ルコト明白ナリ然ラハ本定量法ハ總テ窒化炭
 素化合物ニ應用シ得ルノ見込アリ。

終リニ臨ミ本實驗ノ動機ヲ與ヘラレタル石津博士ニ感謝ス。

大正一一年五月

六、山紫蘇精油中チモール^{チモール}ノ定量法ニ就テ

内務技師兼衛生試験所技師

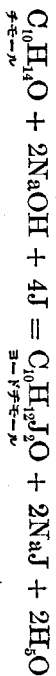
刈 米 達 夫

内務技手兼衛生試験所技手

渥 美 嶮 次 郎

山紫蘇 *Mosla japonica*, *Maxim.* ハ精油成分トシテ「チモール」Thymol $C_{10}H_{18}OH$ バラシモール $p-Cymol$ $C_{10}H_{18}$ 及ヒ未詳ノ「フェノール」性物質等ヲ含有ス本植物中カルバクロール Carvacrol $C_{10}H_{18}OH$ ヲ共存スル場合アリヤ否ヤハ未タ明ナラサルモ、本植物栽培ノ際往々オホヤマジン *Mosla Hadai*, *Nakai* 若クハ之ト山紫蘇ノ雜種ヲ混生スルコトアリ從テ山紫蘇精油中オホヤマジン^{オホヤマジン}ノ主成分タル「カルバクロール」ヲ夾雜スル場合少ナカラス依テ山紫蘇精油中フェノール性成分トシテハチモール、カルバクロール及ヒ未詳物質ノ三種ヲ舉クヘシ從テ「チモール」含量ニヨリ山紫蘇油ノ價值ヲ決定セントメニハ油分中總フェノール量ヲ知ルヲ以テ足レリトセス「チモール」ノ分別定量ヲ必要トス

從來行ハル、植物精油中ノ「チモール」定量法ハ「クレーマー、シライネル兩氏ノ方法」(Kremer und Schreiner: Pharm. Rev., 14, 222, 1896) ナリ此方法ハ精油中ノ「チモール」ヲ苛性曹達水溶液ニ溶解シ沃度定規液ヲ以テ滴定スルニアリ此際生起スル反應左ノ如シ

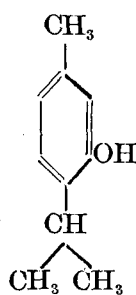


然ルニ沃度ハ「カルバクロール」及ヒ他ノフェノール^{チモール}ニモ亦作用スルヲ以テ本法ハ總フェノール

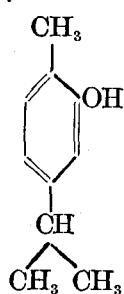
ノ定量法ニ外ナラス依テ茲ニ山紫蘇精油中チモール^ルノ分別定量方法ヲ新ニ考案スルノ必要ニ會セリ

チモール及ヒ「カルバクロール」ハ同分異性體ニシテ殆ト總テノ化學的反應ニ於テ類似セルハ其構造ニ於テ極メテ近似セルニ基ク

チモール



カルバクロール



然ルニ物理的性質ニ就テハ兩者稍相異レルヲ以テ其性質ヲ利用シテ分別定量法トナスノ他ナキヲ察シ諸種ノ方法ヲ試ミタル結果左ノ方法ハ稍々實用ニ適スルヲ認メタリ

(一) 山紫蘇油中チモール分別定量法 (刈米渥美法)

山紫蘇油一〇瓦ヲ秤取シ分液漏斗ニ入レ之ニ石油エーテル四〇蚝ヲ加ヘ次テ之ト略々同容量ノ五%ナトロン鹼液ヲ加ヘテ烈シク振盪シ下層ノ「ナトロン鹼液」ヲ磨リ合セ硝子栓ヲ有スル「エルレンマイヤー」コルベン中ニ流入セシメ、殘レル油分ヲ更ニ逐次三回各五%ノ「ナトロン鹼液」一〇蚝ニテ振盪シ此處ニ合併シタル「ナトロン鹼液」ニ一五%ノ鹽酸約三〇蚝ヲ加フル時ハ忽チ白濁ヲ呈シ、油滴ヲ析出ス依テ之ヲ密栓シ水ニテ冷却シツ、必要ニ應シテ「チモール」ノ一小片ヲ投シテ盛ニ振盪スレハ「チモール」ハ微細ニ結晶シ共存スル非結晶性ノ「カルバクロール」ヲ爲ニ包圍サレ粒狀ニ集合シテ水面ニ浮遊ス(此際共存スル「カルバクロール」ノ量比較的

大ナル時ハ「チモール」ハ「カルバクロール」ト共ニ泥狀ヲ呈シテ浮遊ス之ヲ暫時放置シタル後目皿漏斗ヲ以テ吸引濾過スレハ「チモール」ノ結晶ノミ殘留ス、依テ此結晶ニ附着セル「カルバクロール」ヲ充分ニ除去センカ爲始メ一〇%ノ酒精約二〇ㇿ次ニ冷水約三〇ㇿヲ以テ洗滌シ然ル後此結晶ヲ五%ナトロン鹵液ヲ以テ内容五〇〇ㇿノ測容壺ニ溶入セシメ、更ニ「ナトロン鹵液」ヲ加ヘテ全量ヲ精密ニ五〇〇ㇿトナス次ニ此アルカリ溶液一〇ㇿヲ内容五〇〇ㇿノ測容壺ニ入レー一〇分定規沃度溶液ノ五〇ㇿヲ加ヘ輕ク一回振盪シテ後暫時放置シ次ニ稀鹽酸ヲ以テ酸性トナシ水ヲ加ヘテ精密ニ五〇〇ㇿトス、然ル後之ヲ乾燥アスベスト、ヲ以テ濾過シ其鹵液ノ五〇ㇿヲトリ一〇分定規次亞硫酸曹達溶液ヲ以テ過剩ノ沃度ヲ還測ス此處ニ一〇分定規沃度液一ㇿハ〇〇〇三七五二八瓦ノ「チモール」ニ適應ス

計 算 法

今消費セル一〇分定規次亞硫酸曹達ノ容量ヲSㇿトスレハ山紫蘇油中チモール%ハ次ノ式ニテ求メラル

$$\text{チモール \%} = \frac{(5-s) \times 0.0037528}{0.02} \times 100$$

$$= (5-s) \times 18.764$$

右ノ方法ニヨリ昨秋埼玉縣粕壁町附近ノ農家ニ栽培シタル「ヤマジソ」ヨリ得タル精油七種ヲ分析シタルニ左ノ如キ結果ヲ得タリ

第 一 表

第 一 號	第 二 號	第 三 號	第 四 號	第 五 號	第 六 號	第 七 號
總フェノール量(%) (チモールとシテ計ス)	五七・一三	五〇・二五	五九・〇七	五一・二七	五一・二三	五九・〇七
チモール量(%)	五三・一八	五〇・二五	五三・二二	五一・二三	四九・三一	五三・二二
總フェノールニ對スル 非結晶性フェノール含量(%)	六・九一	〇・〇〇	九・九〇	〇・〇八	三・七五	九・九〇
					六・六〇	五五・一七

(二) 新定量法ノ正確度ヲ檢スル二三ノ實驗

若シ右ノ定量法カ正確ナルモノトセハ山紫蘇油ニ一定量ノ純チモールヲ溶解シタモノ、
チモール含量ヲ此定量法ニヨリ測定シタル結果ハ左ノ計算ト一致セサルヘカラス

m.....山紫蘇油秤取量 (g)	P.....山紫蘇油ノチモール含量(%) (上記定量法ニヨル)	n.....チモール添加量 (g)
-------------------	---------------------------------	-------------------

トセハ

$$\text{チモール添加後百分中チモール含量} = \frac{mp + n}{m + n} \times 100$$

其實驗ノ結果ハ次ノ如シ

第 二 表

試 驗 番 號	I	II	III	IV	V
山紫蘇油秤取量	一〇・〇〇	一〇・〇〇	一〇・〇〇	一〇・〇〇	一〇・〇〇
添加セル「チモール」量	一	〇・五〇	一・〇〇	三・〇〇	五・〇〇

總フエノールニ對スル非結晶性フエノール%	六・九一	六・六八	六・四九	五・九三	五・五九
計 算 數	一	五五・三二	五七・三〇	六三・五九	六八・二〇
チモール	五三・一八	五六・六五	五六・三三	六四・四三	七〇・二六
測定 數	一	(+) 一・三三	(-) 〇・九七	(+) 〇・八四	(-) 二・〇六
% 誤 差					

右ノ實驗ニ於テ誤差ハ二%以内ニシテ計算數ト實驗數トヨク一致スルヲ見ル

本定量法ニ於テ誤差ノ最大原因トナルヘキ點ハ非結晶性フエノール分カ「チモール」ヲ溶解スルニアリ故ニ總フエノールニ對スル非結晶性フエノール含率大ナレハ大ナル程定量ノ結果ハ理論ヨリ過小ナル「チモール」含率ヲ示スヘキコト想像ニ難カラス而テ油分中總フエノール量若クハ油分中非結晶性フエノール量ノ如キハ此定量法ニ於ケル誤差ニ影響ヲ及ホスコト少ナカルヘキコトハ明白ナリトス此豫想ハ次ノ實驗ニ於テ眞ナルコトヲ證明サレタリ

第三表

試驗番號	I	II	III	IV	V
山紫蘇油秤取量	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇
添加セル「チモール」量	一	五・〇〇	四・〇〇	三・〇〇	二・〇〇
總フエノールニ對スル非結晶性フエノール%	一〇〇・〇〇	三二・四三	三七・五〇	四四・五〇	五四・五四
計 算 數	一	五〇・〇〇	四四・四五	三七・五〇	二八・五七
チモール	一	三六・六六	三四・六六	二八・〇六	一四・六一
% 誤 差		(-) 一・三・三四	(-) 九・七九	(-) 九・四四	(-) 一・三・九六

右ノ實驗ニヨレハ總フエノールニ對スル非結晶性フエノール含率五四乃至三二%ノ範圍内ニテハ誤差一〇%前後ニシテ且不定ナルヲ以テ本定量法ハ用フヘカラサルコト明ナリ

然ラハ本定量法ハ如何ナル範圍内ニ於テ適用シ得ヘキヤヲ知ランタメ次ノ實驗ヲ行ヘリ

第四表

試驗番號	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
山紫蘇油秤取量	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇	五・〇〇
チモール添加量	五・〇〇	七・〇〇	九・六〇	一三・六〇	一六・〇六	一九・四〇	二二・六〇	二四・七〇	二七・六〇	三二・六〇
總フェノールニ對スル非結晶性フェノール%	三・〇〇	二五・〇〇	三・〇〇	一五・〇〇	一三・〇〇	一一・〇〇	一〇・〇〇	九・〇〇	八・〇〇	七・〇〇
チモール計算數	五・〇〇	九・〇〇	六五・七五	七三・二二	七六・六六	七九・五二	八二・〇〇	八三・九三	八四・六六	八四・七五
チモール實驗數	四・〇〇	五・二二	五・二七	六・六六	七・六六	七六・四三	七八・六六	八二・八八	八四・八五	八六・四一
含量誤差	(一)〇・〇〇	(一)六・九(一)	(一)七・六(一)	(一)七・六(一)	(一)八・六(一)	(一)三・〇六(一)	(一)三・四(一)	(一)七・六(一)	(一)〇・九(一)	(一)一・六

(三) 結 論

右ノ如ク數回ノ實驗ニヨレハ本定量法ハ山紫蘇油中總フェノールニ對スル非結晶性フェノール含率九%以下ノ場合ニ於テハ誤差ノ範圍二%ヲ超エス、而テ山紫蘇油中ノ總フェノールニ對スル非結晶性フェノール含量ハ第二表ニヨリテ知ラル、如ク通常五乃至一〇%ナルヲ以テ山紫蘇油ニ就テハ多クノ場合ニ於テ本定量法ヲ用フルヲ得、非結晶性フェノール一〇%以上ノ場合ニ此定量ノ結果ハ真正ノ「チモール」含量ヲ示サザルコト無論ナレドモ、然ル場合ニハ「チモール」製造ニ當リテモ含有チモールヲ全部ヲ完全ニ分離スル能ス、而テ此場合本定量ノ結果ハ實際ニ製造シ得ヘキ「チモール」ノ含率ニ近キ數ヲ示スモノナリ例ヘバ「チモール」含量五三・二二%(本定量法ニヨル)ノ山紫蘇油一盞ヨリ粗製チモール五二・一二瓦ヲ製造シ得タリ即定量數トノ差僅カニ一・一%ニ過キササルヲ見ル

依テ本定量法ハ「チモール」定量法トシテハ甚タ不完全ナルモ、山紫蘇油ノ工業的評價ニ對シテハ相當ノ標準ヲ與フヘキヲ信ス

大正九年五月

七、サントニンノ新定量法

内務技師兼衛生試験所技師

刈 米 達 夫

藥用植物試験事務囑託

木 村 雄 四 郎

余等ハ日本産蓬(ヨモギ)屬植物 (Artemisia) 中サントニン含有種ノ有無ニ就テ研究ノ際、偶々從來ノ「サントニン」定量法ニ不満足ヲ感シタルヲ以テ之ニ改良ヲ加ヘ一ノ新定量法ヲ案出セリ、其ノ實驗ノ結果ハ從來ノ方法ニ比シ簡便且正確ナルヲ認メタルヲ以テ茲ニ之ヲ報告ス。從來發表セラレタル「サントニン」ノ定量法ニ關スル文献ハ數多キモ其主ナルモノハ左ノ四種ナリ

(一) Flückiger und Ehlinger: Arch. Pharm. (1886) 65, 7

檢體(シナ花)及ヒ消石灰ノ混和物ヲ四〇%酒精ヲ以テ溫浸シテ得タル浸出液ヨリ酒精分ヲ驅出シタル後炭酸瓦斯ヲ飽和シ其濾液ヲ蒸發乾固ス、次テ此蒸發殘渣ニ獸炭ヲ混シ四〇%酒精ヲ以テ溫浸シ浸出液ヨリ冷時ニ析出スル「サントニン」ヲ秤量ス

(二) K. Thaeter : Arch. Pharm. (1897) 235, 401; (1899) 237, 626.

檢體ノ「エーテル」越幾斯ヲ石灰水ト共ニ煮沸シテ得タル濾液ニ醋酸アルミニウム及ヒ煅製マグネシア「ヲ加ヘ蒸發乾固シ次テ之ヲ細磨シ「ソクスレット」浸出器中ニ無水エーテル「ヲ以テ浸出スヘシ浸出液ヲ蒸發スレハ「サントニン」殘留スルヲ以テ之ヲ秤量ス

(三) J. Katz: Arch. Pharm. (1899) 237, 245.

檢體ノ「エーテル越幾斯ヲ」バリット水ト共ニ煮沸シ冷後炭酸瓦斯ヲ通シテ濾過シ、濾液ニ鹽酸及ヒ「クロロフォルム」ヲ加ヘテ振盪ス次テ「クロロフォルム」層ヲ分取シ其蒸發殘留物ヲ一五%酒精ニテ溫浸シ一晝夜放置後析出セル「サントニン」ヲ秤量ス、又別ニ濾液ノ量ヲ測リ之ニ「サントニン」ノ溶解度ヲ乘シテ溶存セル「サントニン」ノ量トス

(四) Görlich: Pharm. Journ. (1913) IV Reihe, Bd. 37, 462.

檢體ノ「エーテル越幾斯ヲ」稀酒精ニ溶解シ鉛糖ヲ加ヘテ樹脂、色素等ヲ沈澱セシメ濾液ノ蒸發殘留物ヲ一五%酒精ニテ溫浸シ更ニ鉛糖及ヒ獸炭ヲ以テ脫色シ、其濾液ヨリ冷時析出スル結晶ヲ集メテ秤量ス

右ノ他サントニン定量法ニ關スル二三ノ文献ヲ舉クレハ左ノ如シ

Dragendorff: Qualitative und quantitative Analyse von Pflanzen und Pflanzentheile (1882) 148.

H. Thoms: Ber. 6, Heft 8.

Fromme: Ann. Drog. H. Sale (1914) Nr. 28, 50; Chem. Ztg. (1914) 38, 509

右ノ諸法中フリュッキ―ゲル氏法及ヒ「ゲールリッヒ」氏法ニ於テハ秤量スヘキ「サントニン」甚ダ不純ニシテ樹脂ヲ多ク附著セリ「ターター」氏法ニ就テハ後ニ「カッツ」氏ノ指摘セル如ク理論上ノ缺陷ヲ有ス即本法ニ於テ「サントニン」溶液ヲ煨製マгнеシアト共ニ蒸發スル際「サントニン」ノ一部ハ分解サレテ「サントニン」酸マгнеシウムヲ生ジ從テ定量ノ結果ハ低下スヘシ「カッツ」氏法ハ他ノ方法ニ比シ完全ナルモ再結晶濾液中ニ溶存セル「サントニン」量ハ單ニ計算ニヨリテ算

出スルノ他無キヲ缺點トス即一五%酒精一瓦中ノ「サントニン」溶解量ヲ〇・〇〇〇六瓦トナシ此數ヲ濾液量ニ乗シテ「サントニン」溶存量トナセリ余等ノ實驗ニヨレハ此數ハ一五%酒精カ純粹ナル場合ニ於テ正確ナルモ、定量ノ場合ニ於ル如ク不純物例ヘハ「シナ花樹脂」ヲ含有スル場合ニハ溶解度著ク異ナルヲ發見セリ、而シテ室温ノ變化クロロフォルム痕跡ノ存在等ニヨリテモ亦溶解度ニ變化ヲ及ホスヘキコト明ナリ「カッツ氏」定量法ノ結果ノ不定ナルハ是等ノ原因ニ基クヘシ

余等ノ方法ハ「サントニン」カ「ラクトン」ノ性質アルヲ利用シ鹼化數ヲ測定シテ「サントニン」ノ量ヲ知ラントスルニアリ其反應式左ノ如シ



右ノ反應ハ既ニ「カッツ氏」ニヨリテ「サントニン」結晶中ノ純分定量ニ應用セラレタルモ未タ「シナ花」ノ定量ニ應用セラル、ニ至ラサリキ

依テ余等ハ之ヲ「シナ花中サントニン」ノ定量ニ應用スヘク十數案ヲ立テテ各々其結果ノ正否並ニ操作ノ便否ニ就キ實驗ヲ重ネタルニ左ノ方法ハ最モ好成績ヲ得タリ

シナ花中サントニン定量法

シナ花粗末一〇瓦ヲ「ソクスレット」浸出器ニ入レ「エーテル」ヲ以テ三時間浸出シタル後エーテル分ヲ全ク餾去ス其殘留物ニ五%水酸化バリウム水溶液一〇〇㏄ヲ加ヘ「ゴム栓」ヲ以テ還流

冷却器(リービヒ氏形ヲ良トス)ヲ連結シ「アスベスト板上ニ三〇分間微ニ煮沸シ、冷後乾燥セル炭酸瓦斯ヲ通シ」ラクムス試験紙ニヨリ酸性反應ヲ呈スルニ至リ直ニ吸引濾過シ濾液八〇蚝(シナ花八瓦ニ適應ス)ヲトリテ内容二〇〇蚝ノ分液漏斗ニ移入シ一五%鹽酸一蚝及ヒ「クロロフォルム二〇蚝ヲ加ヘ二分時間強ク振盪ス而シテ暫時靜置後沈下セル「クロロフォルム層ヲ豫メクロロフォルム」ニテ濕ホシタル濾紙ヲ以テ内容二〇〇蚝ノ硝子壺中ニ濾入シ逐次三回一〇蚝宛ノ「クロロフォルム」ニテ同様操作ヲ反覆シ少許ノ「クロロフォルム」ニテ濾紙ヲ洗滌シ後チ注意シテ水浴上ニ「クロロフォルム」ヲ全ク餾去ス、次ニ此殘留物ニ酒精三〇蚝ヲ加ヘ煮沸シテ其溶解スルニ至リ冷時一〇分定規加里液ヲ加ヘ「フェノール」ヲ標示藥トシテ酸性ヲ中和シ、然ル後更ニ一〇分定規加里液二〇蚝ヲ加ヘ還流冷却器ヲ附シテ三〇分間微ニ煮沸シ冷後「フェノール」ヲタレイン溶液〇・五蚝ヲ加ヘ一〇分定規鹽酸ヲ滴加シ其一滴ニヨリ溶液カ赤色ヨリ黃色ニ變化スルニ至リ終末點トス茲ニ消費セル一〇分定規鹽酸ノ容量ヲS蚝トス。又別ニ同質ノ「コルベン」ニ一〇分定規加里液二〇蚝ヲ入レ同様ノ條件ニ於テ煮沸後之ヲ中和スルニ一〇分定規鹽酸S'蚝ヲ要シタリトセハ檢體中サントニン含率Pハ左式ニヨリ算出スルヲ得ヘシ

$$P = \frac{(S' - S) \times 2.462}{8} \%$$

尙定量ニ際シテ供試品中果シテ「サントニン」ヲ含有スルヤ否ヤヲ特別ニ認知スル必要アル場合ニハ「クロロフォルム」蒸發殘留物ヲ一五%酒精ニ熱溶シ之ニ定規加里液ヲ加ヘスシテ數時間冷處ニ放置シテ「サントニン」ノ結晶ノ析出スルヤ否ヤヲ檢シ然ル後再ヒ定量ヲ續行スルヲ

得ヘシ

本定量法ニシテ果シテ正確ナラハ本法ニヨリ豫メ「サントニン」含量ヲ測定シタル「シナ花」ニ純サントニン「ノ既知量ヲ混和シ更ニ本法ニヨリ定量スルニ其前回トノ結果ノ差ハ即純サントニン添加量ニ一致セサルヘカラス之ヲ實驗スルニ二回ノ平均誤差ハ僅カニ〇・〇二九%ニ過キサリキ同様ニ「サントニン」含量(既知)ヲ異ニスル二種ノ「シナ花」同量ヲトリテ混合シ本法ニヨリ「サントニン」含量ヲ測定スルニ其實驗數ト理論數ノ差ハ〇・〇三一%ニ過キサリキ更ニ本定量法及ヒ「カッ氏法」ニヨル定量ノ結果ヲ比較センタメ市販シナ花ニ就テ兩法ヲ試ミシニ余等ノ方法ハ「カッ氏法」ヨリ常ニ平均〇・三%内外ノ高率ヲ示セリ而シテ或ル二種ノ試料ハ余等ノ方法ニヨリ夫々サントニン含量一・八八四六%(A)及ヒ一・五六四〇%(B)ヲ示セルニ拘ハラスカッ氏法ニヨル時ハ結晶析出セス依テ同法ニ規定セラレタル計算法ニ從ヒ其濾液ノ量ヨリ換算シテ約〇・六%ナル結果ヲ得タリ依テ何レノ結果ガ果シテ真ナルヤヲ決センタメ試料(A)五〇瓦ヲ取リテ之ヨリ「サントニン」ヲ製造セルニ二回ノ實驗ニ於テ融點一六五度ノ結晶平均一・三五四%ヲ得タリ此結果ニ於テ約〇・五%ヲ製造ニ際スル損失ト見做セハ余等ノ方法ノ大過無キヲ知ルヘシ

實驗ノ部

(一) 純サントニンノ定量

純サントニン(局方サントニン)ヲ酒精ヨリ再結晶セルモノ(〇・二—〇・五瓦)内容二〇〇瓦ノエルレンマイエルコルベンニ秤取シ酒精三〇瓦ニ溶解シタル後一〇分定規加里液四〇瓦ヲ

加へ還流冷却器ヲ附シ重湯煎上ニ三〇分間微ニ煮沸シ冷後フェノールフタレインヲ標示藥ト
 シ一〇分定規鹽酸ヲ以テ過剩ノ「アルカリ」ヲ還測ス又別ニ盲驗ヲ行ヒタリ一〇分定規加里液
 一蚝ハ「サントニン」〇・〇二四六二瓦ニ適應ス

回數	サントニン 秤取量(瓦)	一〇分定規加里 液消費量(瓦)	サントニン量(瓦)	誤 差(瓦)
一	〇・二〇〇五	八・二	〇・二〇一九	〇・〇〇一四
二	〇・二〇七八	八・五	〇・二〇九三	〇・〇〇一五
三	〇・二〇二九	八・三	〇・二〇四四	〇・〇〇一五

(二) シナ花中サントニンノ定量(刈米木村法)

余等ノ方法ニヨリ市販ノ「シナ花三種」ヲ定量シタル結果左ノ如シ試料ハ毎回一〇瓦ヲ用ヒ
 タリ

種類	回數	遊離酸ノ中和ニ要シタル 一〇分定規加里液(瓦)	鹼化ニ消費サレタル 一〇分定規加里液(瓦)	試料八瓦中サ ントニン量(瓦)	サントニン 含量(%)
A	第一回	三・一	九・〇二	〇・二二〇七	二・七七五九
	第二回	三・六	八・二〇	〇・二〇一八八	二・五二三五
	第三回	三・六	八・二二	〇・二〇二三七	二・五二九七
平均					二・六〇九七
B	第一回	二・八	三・八二	〇・〇九四一	一・一七六三
	第二回	三・四	三・二二	〇・〇七九三	〇・九九〇九
	平均				一・〇八三六
C	第一回	三・八	七・一〇	〇・二七四八	二・一八五〇
	第二回	三・六	七・四四	〇・二八三二	二・二八九六
	平均				二・二三七三

D	第一回	三・一	六・一五	〇・一五・四	一・八九二一
	第二回	三・三	六・一〇	〇・一五〇二	一・八七七一
	平均				一・八八四六

(三) カッツ氏法ニヨル定量

シナ花粗末一〇瓦ヲ秤取シ「ソクスレット」浸出器ニ入レ「エーテル」ニテ約二時間浸出ス、次ニ浸出液ヨリ「エーテル」分ヲ蒸餾シ去リ其殘留物ニ水酸化バリウム五瓦水一〇〇蚝ヲ加ヘ一五―三〇分時間還流冷却器ヲ附シテ煮沸シ冷後濾過スルコトナク炭酸瓦斯ヲ通シテ「ラクム」試験紙ニヨリ酸性ヲ呈スルニ至リ直ニ吸引濾過シ殘渣ハ二回各二〇蚝ノ水ニテ洗滌シ洗液ハ濾液ト共ニ陶製蒸發皿ニ入レ水浴上ニ熱シテ約二〇蚝ニ至ル迄蒸發ス然ル後一五%鹽酸一〇蚝ヲ加ヘ尙二分時間水浴上ニ放置シ冷後分液漏斗ニ注入ス此際殘留セル「サントニン」ノ結晶ハ二〇蚝ノ「クロロフォルム」ニテ洗滌シ分液漏斗ニ移入シ烈シク振盪シタル後靜置シ豫メ「クロロフォルム」ニテ濕ホシタル濾紙ニテ下層ノ「クロロフォルム」ヲ濾過シ後二回各二〇蚝ノ「クロロフォルム」ヲ以テ同操作ヲ行ヒ「クロロフォルム」ヲ合シテ蒸餾ス然ル後殘留物ハ一五%酒精五〇蚝ヲ加ヘテ一〇分時間煮沸シ豫メ秤量シタル小硝子壺(A)ニ濾入シ逐次二回一五%熱酒精ヲ以テ不溶殘渣及濾紙ヲ洗滌ス次ニ二四時間放置シタル後小硝子壺(A)ヲ内容ト共ニ秤量シ重量既知ノ直徑九糎ノ濾紙ニテ濾液ノ樹脂滴ニヨル溷濁ヲ考慮スルコトナク濾過シ後一五%酒精一〇蚝ヲ以テ濾紙ノ結晶ヲ洗滌ス然ル後濾紙及小硝子壺(A)ヲ乾燥シ秤量ス而シテ濾液中尙サントニンヲ溶存スルヲ以テ其一〇瓦ニ對シ〇〇〇六瓦ノ割合ニテ補正スルヲ要ス

其定量成績次ノ如シ。試料ハ前項檢體ト同一品ナリ

種類	回数	供試量(瓦)	析出サントニン量		一五%酒精量	溶存サントニン量		サントニン總量	サントニン%
A.									
第一回	平均	一〇	〇・一七五八	八三・七〇三六	〇・〇五〇二二	〇・二二六〇二	二・二六〇二		
第二回		一〇	〇・一六六一	九五・〇八五六	〇・〇五七〇五	〇・二二〇一五	二・二〇一五		
第三回		一〇	〇・一〇四七	七九・四八八八	〇・〇四七六九	〇・一五二三九	一・五二三九		
平均							一・九九五二		
B.									
第一回	平均	一〇	〇・〇一八五	九四・八一一九	〇・〇五六八八	〇・〇七五三八	〇・七五三八		
第二回		一〇	〇・〇一二八	九一・五七〇五	〇・〇五五〇四	〇・〇六七八四	〇・六七八四		
平均							〇・七一六一		

其他二種ノ試料(余等ノ方法ニテ「サントニン」含量率一・八八四六%及ヒ一・五五六四〇%)ニ就テ定量ヲ試ミタルモ結晶析出セサリキ

(四) カッツ氏法ト刈米木村法ノ結果ノ差異ノ原因ニ關スル研究

第二項及ヒ第三項ヲ比較スルニ余等ノ方法ハ常ニ「カッツ氏法」ヨリモ〇・三%内外高キ結果ヲ與フルコトヲ認ムヘシ此差異ハ實際上ニ於テハ殆ト顧慮スルヲ要セサルモ兩定量法ノ比較上其原因ヲ明ニナシ置ク必要アリ、依テ第三項(A)檢體第二回及ヒ第三回ノ秤量物ニ就テ左記ノ定量ヲ試ミタリ

(A)カッツ氏法ニ於テ秤量セル「サントニン」ノ容量的定量

第三項檢體ノ第二及ヒ第三回定量ノ「コルベン」中及ヒ濾紙上ニ殘留セル「サントニン」ヲ秤量後三〇珉ノ酒精ニ溶解シ(一)ニ記述セル方法ニヨリ定量セルニ其誤差ハ僅カニ〇・〇〇三二瓦ナリキ

檢體		カッツ氏法に於る 秤量(瓦)		刈米、木村法によ る定量の結果(瓦)		差	
A	第二回	〇・一六六一	〇・一六四一	〇・〇〇二〇	〇・〇〇二〇	平	均
	第三回	〇・一〇四七	〇・一〇〇四	〇・〇〇四四	〇・〇〇三二		

(B) カッツ氏法ニ於ル最後ノ濾液中ニ溶存セル「サントニン」ノ定量

第三項 A 檢體ノ第二及ヒ第三回定量ニ於テ粗サントニンヲ一五%酒精ニテ再結晶シタル母液中ニ溶存セル「サントニン」ノ兩法ニヨル定量ノ結果ヲ比較セリ即カッツ氏法ニヨレハ母液ノ量(瓦)ニ〇・〇〇〇六ヲ乗シタル數ヲ「サントニン」溶存量トシ余等ノ方法ニヨレハ母液ニ「フェノール」フタレイン溶液〇・五耗ヲ加ヘ一〇分定規加里液ニテ冷時中和シ更ニ同定規液二〇耗ヲ追加シ三〇分間沸騰水浴上ニ加熱後一〇分定規鹽酸ニテ過剩ノ「アルカリ」ヲ還測シ「サントニン」量ヲ計算スルコト前例ニ依ル

其結果ハ左ノ如シ

檢體		母液量(瓦)		母液中サントニン溶存量(瓦)		差	
A	第二回	九五・〇八五六	〇・〇五七〇五	〇・一一一〇三	〇・〇五三九八	平	均
	第三回	七九・四八八八	〇・〇四七六九	〇・一七〇三七	〇・一二二六八		

右表ニヨレハ兩法ノ差ハ不定ニシテ且 A ニ於ルヨリモ大ナリ依テカッツ氏法カ余等ノ方法ニ比シ常ニ低キ數ヲ與ヘ且ツ結果不定ナルハ「サントニン」ノ溶解度ニ關スル誤差カ最大原因ナルヘキヲ認メ之ヲ確證スヘク左ノ實驗ヲ行ヘリ

(C) サントニン¹ノ一五%酒精ニ對スル溶解度ノ測定

純サントニン¹ヲ「エルレンマイエルコルベン」ニ秤取シ一五%酒精ヲ加ヘ熱溶セシメ密栓シテ一晝夜放置後析出セル「サントニン」ヲ秤量シ之ト供試サントニン量トノ差ヲ求ムレハ容易ニ溶解度ヲ計算スルヲ得

回 數	サントニン供試量(瓦)	一五%酒精使用量(瓦)	サントニン析出量(瓦)	一五%酒精一〇瓦中サントニン溶解量(瓦)
一	〇・二七七一	九一・四七八三	〇・二三〇〇	〇・〇〇五一五
二	〇・二七七一	九六・〇五五〇	〇・二二〇〇	〇・〇〇五九四
平均				〇・〇〇五五四

(D) 樹脂ヲ含有スル一五%酒精中サントニン溶解度ノ測定

シナ花三〇瓦ヨリ得タル「エーテル越幾斯」ヲ五%バリット水ト共ニ煮沸シ次テ炭酸瓦斯ヲ飽和シテ濾過シ濾液ヲ鹽酸々性トナシテ水浴上ニ一〇分加熱ス然ル後アムモニア水ヲ加ヘテ微ニ「アルカリ性」トナシ「クロロフォルム」ニテ「サントニン」ヲ溶出セシメタル後再ヒ酸ヲ加ヘテ酸性トナシ更ニ「クロロフォルム」ニテ振盪ス。此「クロロフォルム」ヲ蒸發殘留物ハ殆ト全ク「サントニン」ヲ含有セス

茲ニ得タル樹脂ノ全量ヲ一五%酒精一〇〇瓦ニ溶解シ其約半量宛ヲ用ヒテ前節(C)ト同一ノ實驗ヲ繰リ返シタリ其結果左ノ如シ

回 數	サントニン供試量(瓦)	一五%酒精供試量(瓦)	サントニン析出量(瓦)	一五%酒精一〇瓦中サントニン溶解量(瓦)
一	〇・一四六一	四六・四〇六八	〇・一二二二	〇・〇二六五
二	〇・一八六〇	四五・三九八六	〇・一五〇九	〇・〇三三二

平均

〇・〇二九九

(E) カッツ氏法ト余等ノ方法ノ比較ニ關スル結論

以上ノ實驗ニヨリ「カッツ氏法ニ於ル〇・〇〇六ナル補正係數ハ純サントニン」ノ純一五%酒精溶液ニ就テハ正確ナルモ「シナ花ノ樹脂ヲ含有スル該溶液ニ於テハ正確ナラサルヲ知レリ是余等ノ方法及ヒ「カッツ氏法」ノ定量結果ノ差違ノ主タル原因ナルヘシ

(五) サントニンノ製造試驗

サントニン」ノ製造試驗ニ供スヘキ「シナ花」ヲ先ツ定量分析シタル結果左ノ如シ

第一回

第二回

平均

カッツ氏法

〇・六二五三

〇・五九八一

〇・六一一七%

刈米・木村法

一・八九二一

一・八七七二

一・八八四六%

但シ「カッツ氏法」ニ於テハ結晶析出セス依ツテ同法ニ規定セラレタル計算方法ニ從ヒ濾液ノ量ヨリ「サントニン」量ヲ換算セリ

右ノ試料五〇瓦ヲ大體ニ於テカッツ氏法ノ順序ニ從ヒテ處置シ(但シ液量多クハ便宜上蒸發濃縮シ)最後ニ得タル「サントニン」ヲ更ニ一回稀酒精ヨリ再結晶シ融點一六五度ノ結晶ヲ得タリ其收得量左ノ如シ

收得量(瓦)

含率(%)

第一回

〇・六四三〇

一・二八六

第二回

〇・七一〇八

一・四二二

平均

〇・六七六九

一・三五四

(六) シナ花中サントニン添加試驗

余等ノ方法ニヨリ「シナ花ノ」サントニン含量ヲ測定シタル後同一試料ニ純サントニン既知量ヲ混和シ更ニ定量ヲ行ヒタルニ其前後定量ノ差ハ「サントニン添加量ニ一致セリ

回 數	シナ花供試量(瓦)		サントニン含量(瓦)		サントニン添加後の總量(瓦)		誤 差(%)
	理 論 數	實 驗 數	理 論 數	實 驗 數	理 論 數	實 驗 數	
一	一〇〇〇	〇・一八八四	〇・一六一九	〇・三五〇三	〇・三五三九	〇・〇三三	
二	一〇〇〇	〇・一八八四	〇・一〇四七	〇・二九三二	〇・二九五四	〇・〇二二	

(七) 二種シナ花混合試験

サントニン含量既知ノ二種ノ「シナ花ヲ混合シ更ニ定量セリ其結果亦理論的含量ト一致セ

回 數	シナ花供試量(瓦)		サントニン含量(%)		混合物ノ「サントニン含量(%)		誤 差(%)
	理 論 數	實 驗 數	理 論 數	實 驗 數	理 論 數	實 驗 數	
1	五〇	一・〇八三六	一・八八四六	一・四八四	一・五〇七九	〇・〇二三八	
2	五〇	一・〇八三六	一・八八四六	一・四八四	一・四六一八	〇・〇二三三	

(八)

余等ノ方法ニ於テハ試料(一〇瓦)ノ「エーテル越幾斯ヲ五%バリット水一〇〇」蚝ト共ニ煮沸後炭酸ヲ通導シテ中和シ其濾液八〇蚝ヲ採リテ其後ノ試験ニ供シ試料ヲ八瓦トレルモノトシテ計算セリ此方法ハ「カッ氏法ニ於ル如ク濾液全部ヲ採リ尙炭酸バリウム」ノ沈澱ヲ水ニテ洗滌スル處ノ操作ニ比シ著ク簡單ナルモ一面ニ於テ誤差ノ原因タルコト無キヤヲ疑ハシム依テ余等ノ方法ニ於テ濾液八〇蚝ヲ採取後濾液ノ殘部及沈澱ノ洗滌液ヲ合シテ別ニ定量ヲ施

行セルニ其量ト先ノ八珎中ノ「サントニン」量トノ和ハ本定量法ノ結果ト大差ナカリキ依テ
 カツ氏ニ於ル如ク濾液全部ヲ採取スル必要無シ

回 數	シナ花供試量(瓦)		炭酸バリウム濾液中サントニン量(瓦)		供試品中サントニン量(瓦)		誤 差 (瓦)
	ハ	八	炭 酸	中	炭 酸	中	
一	一〇〇〇	〇〇九四一	〇〇三三四八	〇一二七五九	〇一二七五九	〇〇九六四	〇〇〇九九五
二	一〇〇〇	〇〇七九二七	〇〇三四七一	〇一二三九八	〇一二三九八	〇〇九九一〇	〇〇一四八八

(九) 余等ノ方法ニ於ル浸出時間ノ長短ニ關スル實驗

余等ノ方法ニ於テ一ノ試料ヲ「ソクスレット」浸出器中ニ二時間エーテルヲ以テ浸出シ浸出液
 ニ就テ定量ヲ試ミタル後浸出殘渣ヲ更ニ一時間同様ニ浸出セリ兩回ニ浸出サレタル「サント
 ニン」量ノ合計ハ一方ニ於テ同一試料ヲ二〇時間繼續浸出セル場合ノ「サントニン」量ニ略々一
 致セリ依テ余等ノ定量法ニ於ル浸出時間ハ三時間ヲ以テ充分ナリトス

回 數	浸 出 時 間		合 計
	二 時 間	一 時 間	
第一 一回	〇・二一八三	〇・〇二四六	〇・二四二九
第二 一回	〇・二二一六	〇・〇二七七	〇・二四九三
平 均	〇・二二〇〇	〇・〇二六二	〇・二四六三
			〇・二五〇八

(十) 其他ノ方法

余等カ本定量ヲ得ルニ至ル迄ニ立案シタル方法若クハ本法ノ改良法トシテ其後ニ考案シ
 タル方法ノ主ナルモノ左ノ如シ何レモ結果ノ正確度ニ於テ満足スヘキモノ無カリシモ操作
 ノ點ニ於テハ何レモ簡便ナル長處ヲ有スルヲ以テ參考ノ爲メ茲ニ概要ヲ記錄ス

(1) シナ花ノ酒精(局方)浸出液ニ就テ豫メ「アルカリ」ニテ遊離酸ヲ中和シタル後(以下各法之ニ準ス)直接ニ鹼化數ヲ測定ス本法ハ操作最モ簡單ナレトモ浸出液暗色ヲ呈シ標示藥ノ色相ノ變化ヲ明確ニ認メ難シ

(2) 前法ニ於テ浸出液ニ鉛糖ヲ加ヘ色素ヲ沈澱セシメント試ミシモ充分ニ脫色スルヲ得サ
リキ

(3) 第一法ニ於テ酒精浸出ニ先ンシ石油エーテルニテ溫浸(サントニン)ハ之ニ難溶シ色素樹脂類ヲ脫除セントセシモ不成功ナリキ

(4) シナ花ヲ「クロロフォルム(A)若クハ「エーテル(B)ヲ以テ逐次三回溫浸シテ製シタル越幾斯ヲ一五%若クハ一〇%酒精ニテ溫浸シ濾液ニ就テ鹼化數ヲ測定ス此法ハ前三法ニ優ルモ尙標示藥ノ變色ヲ充分ニ認メ難シ正確ヲ要セサル場合ニハ本法ヲ用ヒ得ヘシ

(5) 前方ニ於テ「ソクスレット」浸出器ヲ用フルモ結果ニ於テ著シキ差違ナシ

(6) シナ花ヲ「バリット」水ト共ニ煮沸後濾液ヲ鹽酸々性トナシ「クロロフォルム」ニテ振盪シ以後本法(本法ト稱スルハ前記刈米、木村法ヲ指ス以下之ニ倣フ)ニヨル溶液暗色ヲ呈シ標示藥ノ色相ヲ認メ難シ

(7) 本法ニ於テ「エーテル」ニテ浸出スル代リニ「クロロフォルム」ヲ以テスルモ利益ナシ

(8) 本法ニ於テ「ソクスレット」浸出器ヲ用弗シテ「シナ花ヲ「クロロフォルム」若クハ「エーテル」ニテ溫浸ス其結果ハ多量ノ樹脂類ヲ溶出シ溶液著シク著色ス

(9) シナ花ノ酒精浸出液ニ「バリット」水ヲ加ヘ以後本法ニ從フ亦溶液著ク着色ス

(10) 本法ニ於テ「バリット水ニ代フルニ」ナトロン溶液ヲ以テス樹脂類ノ分離不完全ニシテ溶液着色ス

(11) 本法ニ於テ「バリット水ニ代フルニ」石灰水ヲ以テセント試ミシモ其結果良好ナラサリキ而シテ其原因ハ「サントニン酸カルチウム」ノ生成不完全ナルニ在ルコトヲ確メ得タリ

(12) 本法ニ於テ炭酸バリウムノ濾液ニ定規鹽酸三珪ヲ加ヘ一旦煮沸放冷後アルカリヲ以テ中和シ「クロフォルム」ニテ振盪スルコト無クシテ直チニ鹼化數ヲ測定ス溶液着色シ結果不定ナリ

右ノ諸法ハ多ク溶液ノ着色著シキタメ標示藥ノ變色ヲ認メ難ク不成功ニ終レリ其内辛ウシテ識別シ得タルモノ、結果ヲ左ニ表記ス (檢體供試料毎回一〇五)

番 號	サントニン含率(%)	番 號	サントニン含率(%)
(4) A	二・七一三	(8)	三・二七七
B	二・六八八	(10)	二・二八三
C	三・四七一	(12)	二・六二二
(6)	四・五五九		一・二七四
(7)	二・八三七		

大正九年一〇月

八、ブロムラールニ就テ

衛生試験所技師 吉 富 英 助
臨時製藥事務囑託 渡 邊 基 一

時局以來吾國ニ於テ合成藥品製造業盛ニ起リ種々ノ合成新藥類ノ市場ニ提供セラレタルモノ、内クノール會社製ブロムラールト同質ナル「アルファモノブロームイソワレリアニール」尿素ノ製造ハ最モ成功セルモノ、一ナル可シ

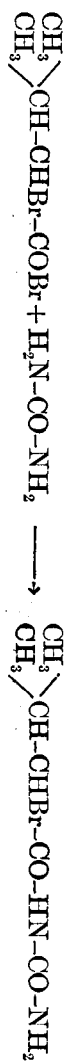
藥石新報(大正九年一月三〇日第一〇九四號)ニ横田藥學士及小山藥劑師兩氏ハ「各種ブロムラール」ノ比較研究ナル題下ニテ其研究成績ヲ發表セラレタルカ余等モ之ニ付キ多少研究ノ步ヲ進メタレハ今日迄ノ成績ヲ記述スルコト、セリ

ブロムラールノ合成法トシテハ先ニ西崎博士及西原周平兩氏(藥學雜誌四〇四號)ノ詳細ナル研究發表セラレタル如ク「イソアミールアルコホル」ヲ酸化シテ纈草酸トナシ赤燐ノ助ニヨリテ臭素ヲ作用セシメテ「アルファモノブローム纈草酸プロミッド」トナシ之ニ尿素ヲ縮合セシメテ初メテ「ブロムラール」即チ「アルファモノブロームイソワレリアニール」尿素ヲ得ルナリ



Iscanylalkohol

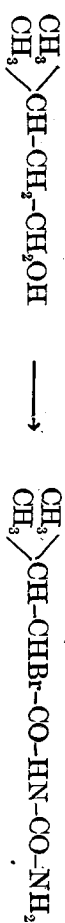
Isovaleriansäure



α -Monobromisovalerianylbromid Harnstoff α -Monobromisovalerianylharnstoff (Bromural)

Arends Rathje, Neue Arzneimittel und Specialitäten. ニハ其純粹ナルモノハ熔融點ハ一五四度ニシテ市販品ハ正確ニハ熔融セスシテ一四五乃至一五七度ノ間ニ在リト記載セラル故ニ純粹ヲ賞用セラル、内服藥ニ於テ熔融點ノ約一〇度低キ云ハ、不純物ヲ何故ニ使用スルヤノ疑問ヲ何人モ起スナル可シコノ原因ハ種々アルモ次ニ記述スル二項ハコノ原因ノ重要ナルモノナル可シ

一、ブーゼル油ヨリ蒸溜シテ得タル「アミールアルコホル中ニハ」インアミールアルコホルノ外之レト同質異性體タル旋光性アミールアルコホル即チ第二級ブチールカルビノール「アリテ混在シ從ツテ之ヲ酸化シテ得タル纈草酸中ニハ」メチルエチル醋酸ヲ混有ス可シ從ツテ之ヲ「プロミールレン」シ又尿素ト縮合セシムル時ハ「アルファモノブロームイソワレリアニール」尿素ノ外メチルエチルブロームアセチール尿素ノ混成續物ヲ得



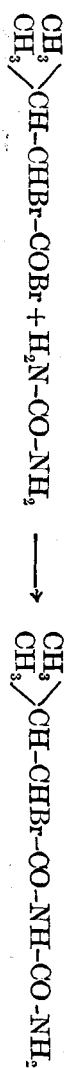
Isoamylalkohol α -Monobromisovalerianylharnstoff



Methylaethylcarbinol Methylaethylbromacetylharnstoff

ニ、純粹ナル纈草酸ヲ得タリトスルモコレヲ「プロミールレン」スル際加熱ノ程度又ハ臭素ノ添

加量等ニヨリテ「アルファ」ノ位置ノ水素一個ガ臭氣ト置換セラレザル「纈草酸」プロミッドヲ生ジ「アルファ」モノ「ブローム」纈草酸「プロミッド」ト混合シ從ツテ之ニ尿素ヲ縮合セシムル時ハ「アルファ」モノ「ブローム」イソワレリアニール尿素ノ外イソワレリアニール尿素ヲ混在ス



α-Monobromisovaleriansäurebromid + Harnstoff $\longrightarrow$ *α*-Monobromisovalerianylharnstoff (Bromural)



Isovaleriansäurebromid + Harnstoff

Isovalerianylharnstoff

元來「イソアミールアルコホル」ハ沸騰點一三一・六度ニシテ旋光性アミールアルコホルハ一二八・七度〔α〕_D²⁰ナリ

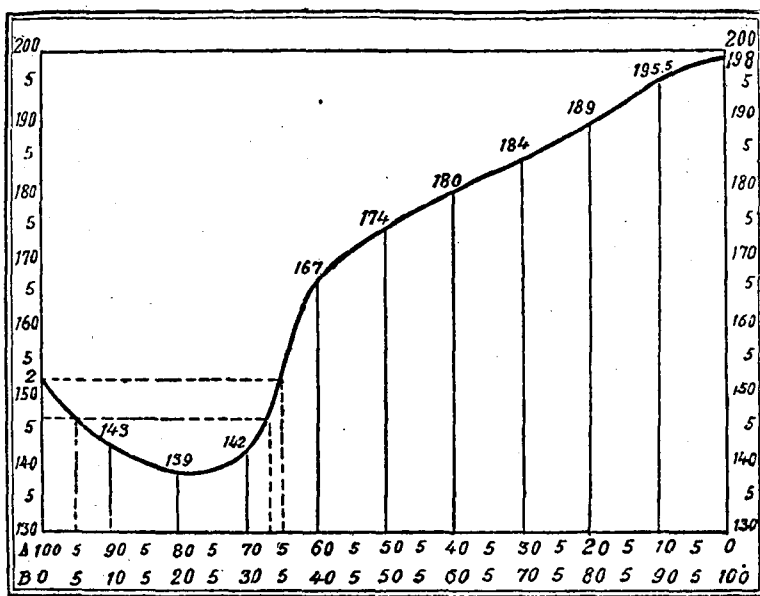
コノ兩者ノ沸騰點ノ差ハ僅カニ三度ナルカ故ニ分溜法ニテハ到底完全ニ分離スルコト能ハス種々ノ分離法アレ共未タ簡單ニシテ完全ナル方法ナシ

故ニ余等ノ實驗ニ於テハ「フリーゼ」油ヲ購入シ一三一一度ニ近キ沸騰點ノモノヲ集メ再三蒸溜シテ一三一一度ノモノヲ可及的正確ニ集メタルノミニシテヨリ以上ノ精製ノ方法ヲ講セスコレヲ純粹ナモノトシテ實驗ヲ進メタリ

次ニ集メタル「イソアミールアルコホル」ヲ硫酸及重クロム酸加里ニテ酸化シテ「纈草酸」トナシコレヲ「プロミットレン」シ其成績體ヲ一度減壓蒸溜シテ不純物ヲ去リ次ニ常壓ニテ蒸溜シテ少部分ニ分溜シタルニ一三六度附近ニテ可ナリ溜出シ一八〇度附近ニテハ殆ト全部溜出セ

弱キカ或ハ全々無効ナルモノトシテ「イソワレリアニール尿素ト」記載セラレタルガ如ク「アル
フ」ノ位置ニ臭素ノ置換セラレサルモノハ醫治効用ナキモノナリ

故ニ市販品ノ約一四
七乃至一四八度ニテ熔
融スルモノハ純プロム
ラール及イソワレリア
ニール尿素ガ如何ナル
割合ニ混合セラル、カ
ヲ知ルタメニ余等ノ合
成セル純プロムラール
ト「イソワレリアニール」
尿素トヲ百分比ニ混合
シテ各其熔融點ヲ測定
セリ
即チ一方ヲ〇〇一瓦
取ル時ハ他方ヲ〇〇九
ヲ得タリ



瓦トリ又一方ヲ〇〇二瓦
取ル時ハ他方ヲ〇〇八瓦
取リ以下之レニ準シ全量
ヲ常ニ〇一瓦トナシ兩者
ノ混合セルモノヲ一旦注
意シテ「アルコホル」ニ溶解
シ又注意シテ「アルコホル」
ヲ蒸發セシメテ其ノ混合
物ノ熔融點ヲ測定セリ
勿論ミッシュプローベノ事
ナレハ正確ニハ熔融セサ
レ共物質ノ全部熔融セル
點ヲ測定シ而シテ各熔融
點ヲ連結シテ上圖ノ曲線

而シテ、A列ハ純「プロムラール」ヲ示シ、B列ハ「イソワレリアニール」尿素ノ%ヲ示セリ
 右圖ニテ判明スル如ク一五二度以下一三九度以上ハ常ニ二ツノ同溶解點ヲ示ス混合物アルヲ知ル可シ今コ、ニ「プロムラール」ノ製品アリトシ其溶解點一四七度ナル時ハ其成品ハ純粹ノ「アルファ」モノ「プロムイソワレリアニール」尿素ノ約九五%ヲ含有スルモノカ又ハ約六七%ヲ含有スルモノカ一見不明ナリ又同様ニ一五二度ニテ熔融シタリトスルモノ一〇〇%近キモノカ又ハ七五%近キモノカ一見不明ナリ

勿論前述ノ如ク九五%ノモノハ六七%ノモノヨリ効力アリ二〇〇%ノモノハ七五%ノモノヨリモ遙ニ効力多大ナル可シ而シテ九五%又ハ一〇〇%ノ製品ヲ合成スルヨリモ六七%ノモノ又ハ七五%ノ製品ヲ合成スル方費用僅少ニシテ從テコレヲ同價格ニ販賣スルトセハ多クノ利益ヲ得可キ理ナリ

即チ「プロムラール」ニ於テハ熔融點ハ其品ノ純不純ヲ決定ス可キ條件ニハアラスシテ其内ニ含有セラル、純「プロムラール」ヲ定量スルコトハ市販品ノ玉石ヲ判別スル諸試験中ノ重要ナルモノ、一ナル可シ

尙上記曲線其他ニ就テハ後日尙報告スルコトアル可シ

本實驗ニ當リ田原藥學博士及朝比奈藥學博士ヨリ受ケタタル厚意ヲ謹謝ス

大正一〇年二月

九、アセト醋酸エステルノ新定量法

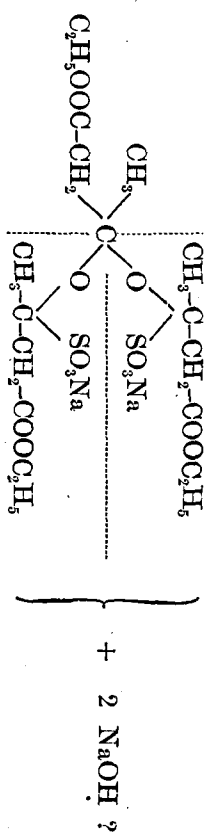
技 師 柳 澤 秀 吉
囑 託 神 尾 眞 澄

著者ハ大正七年四月ノ頃ヨリ「アンチピリン」ノ製造試験ニ着手シタリシニ其最モ高價ナル中間原料ハ先ツ此アセト醋酸エステル「ナルコトヲ認ムルト同時ニ其製造法並利用法宜シキヲ得ルト否ラサルトニ由リ製造試験成績ニ影響スル所少カラサルヲ洞察セリ、茲ニ於テ純アセト醋酸エステル」ヲ製出スルコトナク粗製ノ儘之ヲ利用セント企テタレトモ簡易ナル實用的定量法之ナキニ由リ頗ル困却シ之ガ研究ヲ施シタルニ満足スベキ成績ヲ得タレハ本紙ヲ藉リ之ヲ報告スルコト、ナレリ

余等ハ最初ストラヘ氏ノ炭酸基^{カルボニール}ノ一般定量ヲ試ミタルニ檢出セシ「エステル量ニ疑義ヲ生ゼシ結果アセト醋酸エステル」ハ此際フェニールヒドラチン「ト結合シテ」ビスフェニールメチールピラツ^{ピラツ}「オン」ヲ生成スルカ或ハ醋酸ノ如キ弱酸性ニ於テ「ヒドラチン」ガ熱ニ由テ分解セラル、ニアラザルナキヤヲ疑フモノナリ斯クテストラヘ氏法ノ未タ注意セサルニ疑點ヲ發見シ之ヲ改良スルノ策ナキニ至リ同氏ノ方法ハ豫期ノ目的ヲ達セシメサリキ

サテ「アセト醋酸ハ」アルデヒード及ケトン「ニ似テ」亞硫酸曹達ト結合スルコトハ千八百八十四年エリオン氏 (Ber. 17, Abstr. 568, 1884) ノ認メタル所ナレトモ其間ニ起ル分量的關係ガ不

明ナル點ニ注意シ「フォルムアルデヒド」ノレムメ氏定量法 (Chem. Ztg. 1903. 896 ; Z. f. ang. Chem. 1905, 906) ヲ試ミタルニ「アルカリ」ヲ遊離シ「フェノール」フタレイン標示藥ニ對シ赤色ヲ呈セリ依テ反覆試驗ヲ施行シタルニ此遊離アルカリ度ハ「アセト醋酸エチールエステル」ノ量ニ正比スルコトヲ認メ種々精密ノ試驗ヲ得タル結果アセト醋酸エステル三分子毎ニ遊離スル「アルカリ度」ハ苛性ナトロン「トシテ二分子ノ割合ヲ保ツコトヲ認定セリ此ノ如キ反應ノ起ル原因ハ恐クハ次ノ如キ關係ヲ假想シ得ルガ如シ



是ニ由テ之ヲ觀レハ特ニ「アセト醋酸エステル」ハ酸性ニ於テハ等分ノ亞硫酸曹達ト結合スルモ中性若ハ「アルカリ性」ニ於テハ「アセト醋酸エステル」三分子亞硫酸曹達二分子ト相結合スルカ或ハ「エステル」ノ一部ハ結合セスシテ殘留シ然モ其分量ハ濃度其ノ他關係ニヨリ一定ヲ保持スルモノト看做スヘキカハ別問題トシテ兎角特定ノ方法ニ據リ實用上定量可能ナルコトヲ證スヘク今左ニ實驗ヲ掲ケテ斯學諸賢ノ教ヲ乞ハシ

實驗之部

特定シタル定量分析法案

一、結晶中性亞硫酸曹達市販品ハ約八〇%ナリ(二五瓦ヲ水ニ溶解シ全容一〇〇蚝トナシタ

ルモノ五〇蚝ニ就キ「アルカリ度ヲ定規硫酸ニテ測定シ該定規液ノ消費量蚝數ヲCトナス
 二、別ニ前記ノ「アルカリ度ヲ檢定シタルト同一亞硫酸曹達液五〇蚝ヲ取り可檢體アセト醋酸エチールエステル約一〇瓦ヲメスコルベン内ニ入レ「アルコホル含有ノ水ヲ以テ全容一〇
 〇蚝トナシタルモノ五蚝ヲ注加スレハ「アルカリヲ遊離スルカ故ニ克ク振盪混和シ「フェノール
 フタレイソ溶液一滴ヲ加フ爾後遊離アルカリ度ヲ再ヒ測定シ得タル定規硫酸液ノ消費量
 蚝數ヲAトス

三、尙可檢エステル中常ニ多少ノ遊離酸ヲ混有シ本試驗成績ニ影響スルカ故ニ其酸度ヲ測
 ルヘク第二項ニ述ヘタル十倍容稀釋エステル液五蚝ニ水二〇蚝ヲ混和シ「フェノールフタレイ
 ソ一滴ヲ加ヘ定規アルカリ液ヲ以テ滴定シ此量蚝數ヲBトス

四、今右第一項ノCヲ第二項ノA及第三項Bノ成績ノ和ヨリ減シタルモノハ「アセト醋酸エ
 ステル「カ亞硫酸鹽ニ作用シタル結果ニシテ換言スレハ一定量ノ「アセト醋酸エステルニ由リ
 遊離セラレタル「アルカリ度ニ相當スヘキ定規硫酸ノ消費量蚝數ナリ今之ヲDトス依テ純ア
 セト醋酸エステルヲ算出スル算式次ノ如シ

$$D = (A + B) - C$$

$3 \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_3 : 2 \text{NaOH}$ トシタルカ故ニ (對稱不等分)

定規硫酸 1c.c = 純アセト醋酸エステル 0.2 g (或ハ精密ナルトキ 0.1952瓦)

(200 × 0.2) D = %

但シDハ可檢體アセト醋酸エチールエステル〇.五瓦即一〇瓦ヲ一〇〇蚝ニ稀釋シタル所

謂十倍容稀液五蚝ニ就キ檢定シタル場合ノ例ナリ

若シ結晶亞硫酸曹達二五瓦ヲ水ニ溶解シ全容一〇〇蚝トナシタルモノ五〇蚝ヲ取リ之ニ「フェノールフタレイン溶液一滴ヲ添加シ定規硫酸ニ代フルニ酸性亞硫酸曹達ノ飽和液ヲ加ヘ完全ニ中和シタル後直ニ可檢體アセト醋酸エステルヲ加ヘ遊離セラレシ「アルカリ度ヲ測定スル場合ニ於テハ後ノ「フェノールフタレイン液ヲ加フルニ及ハス又純エステル」ノ算法ヲ次ノ如ク省略シ得ルモノトス

$$D \parallel (A + B)$$

以上特定シタル「アセト醋酸エチールエステル」ノ定量分析法案ノ正否ハ幾多ノ參考試驗ヲ反覆施行シタル結果ニ基キ決定シタルモノニシテ此際必要缺ク可カラサル所ノモノハ勿論基本トナルヘキ純アセト醋酸エチールエステル「ナリキ然ルニ本品ヲ得ルコト及之ヲ證明スルコトノ容易ナラザルヲ知リタルヲ以テ余等ハ自カラ製出シタル標準エステル」ニ就キ凡テヲ決定シタルナリ

今其基本ニ供シタル純アセト醋酸エチールエステル「ノ製出法並諸關係ヲ調査シタル試驗ノ成績左ノ如シ

基本エステル「ノ製出

右ノ目的ヲ以テ先ツ純醋酸エチールエステル(自製品ニシテ沸點八四度乃至八七度ノモノ)ニ金屬ナトリウム「ヲ作用セシメ通常ノ如ク「アセト醋酸エステル」ヲ生成セシメ醋酸曹達ニ由リテ鹽析シタル「アセト醋酸及醋酸エステル」ヨリ成レル中性ノ混合液ヲ「クロールカルチウム」

ヲ藉リ乾燥シ爾後劃溫蒸餾ヲ行ヒ九五度以下ノ部分ヲ去リタル殘餾液即チ九五度以上ノ部分ヲ眞空蒸餾ニ附シ玆ニ得タル粗製ノ「アセト醋酸エステル」(アンチピリン製造ニ供スル目的ニ製造シタルモノ)多量ヲ取り之ニ炭酸カルチウム少量ヲ投入シ克ク振盪シテ可成遊離酸ヲ中和シタルモノ四〇〇瓦ニ就キ最初水浴上ニ於テ普通ニ蒸餾シタルモノヨリ起リ漸次氣壓ヲ減シ遂ニ眞空二九耗内ニ於ケル純エステルノ沸點即チ八八度ノ部分等十二種ノ分餾ヲ行ヒ毎回各分餾液ヲ秤量シ餾出量ヲ定メ且ツ各其一〇蚝ノ瓦量ヲ檢シ大約ノ比重ヲ知ルノ便宜ヲ與ヘ爾後稀薄アルコホルニ溶解シ全容一〇〇蚝トナシ之ヲ十倍容稀釋液ト稱ス此液五瓦ニ就キ定規ナトロン液ヲ以テ遊離酸度ヲ定メ又別ニ同十倍容稀釋液五蚝ニ就キ凡テ前條ニ示セル特定ノ分析ヲ行ヒ(A+B)一〇〇ヲ求メ例ノ不等分式算法ニヨリ純アセト醋酸エステルノ%ヲ檢出シ更ニ餾出量ニ割當テ元使用シタル粗製エステルノ夫々ト比較シ以テ全成績一覽ノ便ヲ探レリ

實驗成績表ノ一

分餾 番號	氣 壓	溫 度	餾出量	大約ノ比重	(A+B)一〇〇=D	Bノ値	Bヨリ餾出量ニ換算セ シ定規ナトロン消費量	純アセト醋酸 エステル%	餾出液中如 上エステル
1	常氣壓	八〇度以下	二八瓦	〇・八九九五	〇・四四	〇・四四	二四・六四	一七・二	四・八
2	僅カニ減壓	八〇度以下	三七	〇・九二〇九	〇・三三	〇・七一	五二・五四	一二・九	四・八
3	右	同	一四	〇・九四八〇	〇・七四	一・三八	三八・六四	二八・九	四・一
4	六〇耗	八〇度以下	三一	〇・九九七一	一・三〇	二・九〇	一七九・八〇	五〇・八	一五・八
5	右	同	四〇	一・〇二二三	二・〇五	二・三五	一八八・〇〇	八〇・〇	三二・〇
6	三五耗	七五度	四八	一・〇二一六	二・三五	一・一八	一一三・三〇	九一・七	四四・〇
7	三〇耗	八〇度	二六	一・〇一七三	二・五五	〇・五九	三〇・六八	九九・六	二五・九
8	二九耗	八八度	三二	一・〇一七七	二・五五	〇・三四	二一・七六	九九・六	三一・九
9	右	同	二八	一・〇一七四	二・五六	〇・二〇	一一・二〇	九九・九	二八・〇

10	二九耗八八度	三三	一・〇〇九二	二・五一	〇・二〇	一三・二〇	九八・〇	三二・三
11	右同ナレトモ正確ナラス	三一	一・一〇〇〇	二・四八	〇・二〇	一二・四〇	九六・八	三〇・〇
12	五耗以下ニテ八〇度以下	三七	一・〇一八七	二・四五	〇・二二	一五・五四	九五・七	三五・四

計

三八五

七〇一・七

二八九・〇

粗製エステル

四〇〇

〇・九九六三

二・〇一

〇・八七

六九六・〇

七八・五

三一四・〇

差

一五

五・七

二五・〇

右表中Dノ値ハ其實際ニ於テ可檢體アセト醋酸エステルノ一〇倍容稀釋液五耗、一〇耗、一五耗及二〇耗ニ就キ試験シ各成績ヲシテ五耗ニ換算シタルモノトス其理由ハ次ノ如シ
 本定量ヲ特定スルニ際シ可檢體ノ探試量ノ多少ニ依リ其實驗上ノ精密度ヲ比較シタルニ
 可檢體アセト醋酸エステル(粗製品約八五五%)約〇・五瓦即一〇倍容稀釋液五耗ヲ以テ行フノ
 可ナルコトヲ知リタレハナリ

實驗成績表ノ二

1 2 3 4 5 合計 平均	アセト醋酸エステル ノ一〇倍容稀釋液		大藥用純粹アセトン ノ一〇倍容稀釋液		Dノ値		アセトン「」ノ檢出量 (アセトン「」モ亦特定ノ法ニテ定量 シ得ルモノトシテ實驗比較セリ)	
	一耗	〇・四耗	五耗	一〇	四・五耗	九九・五%	九三・九	八七・七
1	三	一・二	五耗	一〇	四・五	九九・五%	九三・九	八七・七
2	五	二・二	一〇	一五	一一・九	九九・五%	九三・九	八七・七
3	一〇	四・五	一〇	一五	一一・九	九九・五%	九三・九	八七・七
4	一五	六・六	一〇	一五	一一・九	九九・五%	九三・九	八七・七
5	三四	一四・九	三〇	二四・九	二四・九	九九・五%	九三・九	八七・七
合計	一〇五	二・一九	一〇五	四・一五	四・一五	九九・五%	九三・九	八七・七
平均	一〇五	四・三八	一〇五	八・三〇	八・三〇	九九・五%	九三・九	八七・七

如上ノ實驗成績一及二ニ於テ觀ル如ク分餾番號第九番ノモノハ減壓蒸餾法ニ由リ精製シ
 テ得タル「アセト醋酸エステル」ハ本特定定量分析法ニ從フトキハ九十九・六%ヲ檢出シ得タリ

次ニ日本醋酸株式會社特製火藥アセトンA號ヲ念ノ爲メ余等自カラ精製シタルニ又特定ノ法ニ由リ九九五%ノ純アセトンヲ檢出シ得ルカ如シ

然リト雖トモ尙アセト醋酸エステルニ就テハ右ノ實驗成績ノ一中分餾番號第九ニ相當スル部分即氣壓二九度ニ於テ攝氏八八度ニ沸騰スルモノ三〇〇瓦ヲ新タニ製出シ更ニ之ヲ常氣壓ニ於テ再餾シ攝氏百八十度乃至百八十一度ニ餾出スル部分約二〇瓦ヲ特ニ捕集シ之ニ就キ特定ノ定量分析並原素分析ヲ施行シタル結果本定量分析法ノ基本ニ供シ資格アル純アセト醋酸エチールエステルヲ得テ満足セシメタリ今其成績左ノ如シ

$$A = 5.8 \text{ 坵} ; B = 0.2 \text{ c.c. } C = 3.4 \text{ c.c.}$$

$$\therefore D = 2.6 ; 2.6 \times 200 \times 0.1952 = 101.504 \%$$

物質	〇・一九七六瓦ヲ燃燒シテ	炭 酸	〇・三九八九瓦水〇・一四〇一瓦
		炭 素	五五・〇五% 水素七・八七%
			五五・三八
			七・六九

C₆H₁₀O₃ ノ 理 論 數 結 論

一、アセト醋酸エチールエステルハ或ル點ニ於テアルデヒード或ハ「ケトン」ニ克ク類似スルニモ拘ラス本特定ノ定量分析法ニ據リテハ獨リ本エステル三分子ハ中性亞硫酸曹達ト相作用シ苛性曹達二分子ヲ遊離スル割合ヲ呈シ又該アルカリヲ一度中和シタル後ニ於テ過クロール鐵液ニ由テ固有ノ反應ヲ絶對ニ呈セサルカ故ニ余等ノ推測ヲ満足セシメ就中實用上ノ定量法トシテ推奨スルニ足ルモノト認ム

二、本特定分析ハ可檢體中他ノ「ケトン」或ハ「アルデヒード」ヲ混有スルトキハ適セス次ニ純エ

ステル〇五瓦内外ニ相當スル供試量ヲ以テ中性亞硫酸曹達一二瓦半ヲ水五〇蚝ニ溶解シタル液ニ就テ施行スルヲ可トスレトモ中性亞硫酸曹達ノ分量ニ多少ノ變化アルモ妨ナキコトヲ經驗セリ

三、アセトシニ關シテモ亦本特定分析法殊ニ「アルカリ」ヲ遊離スル割合ハ「アセト醋酸エステル」ト殆ト同一視シ得ルコトヲ注意ス

終リニ臨ミ當實驗ニ際シ専心補助セラレタル杉村一郎君ニ鳴謝シ尙多大ノ便宜ヲ與ヘラレタル田原博士並村山學士ニ對シ茲ニ謹謝ス

大正一〇年三月

十、日本産フーゼル油

サツマイモヲ原料トセル「フーゼル油」ニ就テ(豫報)

衛生試験所技師 吉 富 英 助

衛生試験所技手 副 島 亮 次

醫藥品製造試験事務囑託 井 本 明 治

フーゼル油トハ「アルコホル」醱酵ノ際副生スル普通微褐黄色竄透性ノ臭氣アル油狀ノ液體ナリ

一般ニ種々ノ塗料ノ溶解藥トシテ使用シ又コレヨリ「アミールアルコホル」ヲ餾取シテ「アミールアルコホル」ソノ儘トシテ使用シ又ハ「アミールアルコホル」ヲ酸化シテ纈草酸トナシ種々ノ醫藥品ノ製造又ハ「エッセンス」製造ノ原料トシテ使用セラル而シテ「アミールアルコホル」又ハ「プロピールアルコホル」ヲ蒸餾セル殘渣ハ廢物トシテ放棄セラル、モノ、如シ

現今我國ニ於テ「アルコホル」醱酵ノ原料トシテ使用セラル、モノハ糖蜜、サツマイモ、馬鈴薯、滿洲産玉蜀黍等ニシテ糖蜜ハ專ラ「アルコホル」製造ノ原料トシテ使用セラレ「サツマイモ」其他ハ專ラ燒酎製造ノ原料トシテ使用セラル

文獻ヲ案スルニ「メラッセ(糖蜜)フーゼル油、カルトツフェル(馬鈴薯)フーゼル油、コルンフーゼル油

等ニ關シテハ Windisch, Hilger, Kruis, Reymann 等ノ諸氏ノ分析報告アレ其未タ「サツマイモフーゼル油」ノ分析報告ヲ見ス

余等幸ニ大日本醸造株式會社取締役兼技師長川浪半助氏ノ厚意ニヨリ神奈川縣藤澤町ノ同社工場ニテ「サツマイモ」ノミヲ原料トシ麴ニ「フスマ」ヲ混シテ醱酵セシメ「ギヨム」式蒸餾器ニヨリテ蒸餾シテ得タル「フーゼル油」ヲ購入スル事ヲ得タル故ニコレヲ分析研究シツ、アレハ只今マテノ成績ヲ報告シテ豫報トセムト欲ス

性質

色	微褐黃色
比重	〇・八三八二(一四度)
比	二・八二八
酸數	三六・七
鹼化數	三三・八八
エステル數	左一・四六(一四度)
旋光度	

原油ヲ普通ノ蒸餾コルベンニテ蒸餾シタルニ

第一號	第二號	第三號	第四號	第五號	第六號
溫 度	一〇〇度	一二五度	一二五度	一二五度	一二五度以上
%	二二・六	一九・三	一〇・六七	二〇・〇	六・六
色	無色澄明	無色澄明	無色澄明	無色澄明	無色澄明
比重	〇・八七一七	〇・八一七四	〇・八一七	〇・八一七	〇・八一七七
酸數	ナシ	ナシ	ナシ	ナシ	四五
エステル數	ナシ	ナシ	ナシ	ナシ	ナシ

右ノ如キ成績トナレリ而シテ第五號ニ最モ酸ノ多キハ沸騰點ヨリ考フル時ハ「プロピオン

酸ノ存在ヲ豫想シ得ヘケレトモ原料僅少ノタメ證明スル事ヲ得サリキ

右表ニ見ル如ク一四五度マテノ餾分ニハ「エステル」ハ存在セサルカ故ニ原油ノ示セル「エステル」數三三八八ハ皆一四五度以上ノ餾分ニ存在スル「エステル」ノ示セル「エステル」數ナラサル可カラス

次ニ原油ヲ普通ノ蒸餾コルベン「ニテ蒸餾シ一四五度以上及以下ノ二部分ニ分チ一四五度マテノ一部ヲトリテ醋酸エステル」ヲ作り「コロンネンアバラート」ヲ附シテ注意深ク蒸餾シタルニ七七度ノ醋酸エチールエステルニ相當スル餾分ト一四二度ナル醋酸アミールエステルニ相當スル餾分最モ多シ

次ニ一〇〇度マテノ餾分ヲトリ「コロンネンアバラート」ヲ附シ「コロンネンアバラート」ノ長さ二尺注意深ク蒸餾シタルニ次ノ如キ成績ヲ得タリ

(1)	79-82°	10.8 % (145°マテノ餾分ヲ100トス)
(2)	82-85°	15.7 %
(3)	85-90°	25 %
(4)	90-100°	5.8 %

右ノ如ク一〇〇度マテ蒸餾シテ後コルベン「ノ内容ハ二液層ヲナセリ而シテ

(5)	上層液	24.8 %
(6)	下層液	17.2 %

ナリ

(1) 及ヒ(2)ハ水及ヒ「エーテル」トヨク混合シテ二液層ヲナサス(エチールアルコホル)

(3) ニ水ヲ加ヘタルニ約二〇%ノ「アミールアルコホル」ノ層ヲ得タリ(コノ餾分ハ「エチールアルコホル」水「アミールアルコホル」ノ混合物ナルヘシ)

(4) 二液層ヲナシ上層液ハ「アミールアルコホル」ニシテ下層液ハ中性ノ水ナリ而シテ上層液ハ五五%アリ下層液ハ四五%アリ

(5) 一〇〇度マテ蒸餾シタル後ノ「コルベン」ノ内容ニテ上層ヲナセルモノハ五九%ニシテ「アミールアルコホル」ナリ

(6) 一〇〇度マテ蒸餾シタル後ノ「コルベン」ノ内容ニテ下層ヲナセル部分ハ四一%ニシテ中性ノ水ナリ右ニヨリ一四五度マテニ餾出スル部分ヲ一〇〇トシテ%ヲ計算スレハ

エチールアルコホル 四六・五%
水 一九・七%
アミールアルコホル 三三・四%

トナル故ニ原油ヨリ計算スル時ハ

エチールアルコホル 約一〇・五%
水 約四・四五%
アミールアルコホル 約六四・一三%
残渣(一四五度以上) 約一〇・六%

トナル可シ

次ニ残渣(一四五度以上)ヲ八耗ノ減壓ニテ蒸餾シタルニ八〇度ヨリ餾出シ一九〇度マテ加熱シタレ共尙蒸餾セスシテ残渣ヲ殘セリ

次ニ殘渣(一四五度以上)ヲ鹼化シ鹼化成績物ヲ數回エーテルニテ振盪シ注意シテ分離シ「エーテル」ニ來ルモノト然ラサルモノトニ分離ス後エーテル分ヲ餾取シタルニ殘渣トシテ褐色ノ液體ヲ殘セリコノ重量ハ殘渣(一四五度以上)ニ對シテ $\frac{1}{3}$ ナリ

次ニ「エーテル」ニ來ラサル部分ハ鹽酸ニテ酸性トナシ「エーテル」ニテ振盪シ後エーテルヲ餾取シタルニ殘渣トシテ褐色ノ液體ヲ殘セリコノ殘渣ヲ放置シタルニ板狀結晶ヲ析出シテ全部固結セリコノ重量ハ殘渣ノ $\frac{2}{3}$ ナリコノモノヲ減壓蒸餾シタルニコノ内約 $\frac{1}{4}$ ノ常溫ニテ液狀ヲナセル物質ヲ得タリ殘リハ熔融點六一度附近ニシテ「アルコール」ヨリ再結晶セシムル時ハ六二—六三度ノ白色板狀ノ結晶ヲ得タリコノ熔融點ハ「バルミチン酸」ノ熔融點ニ相當スコノ物質ノ「アニリド」ヲ作リタルニ(藥學雜誌第四八〇號淺野藥學士ノ方法ニヨリテ作ル)其ノ熔融點九〇—九一度ニシテ「バルミチン酸」アニリドニ相當ス而シテコノ酸ハ滴定ニヨリ分子量ヲ測定セル結果「バルミチン酸」ニ近シ

物質〇・五六四〇

一〇分定規カリ液二・九cc

分子量二五七・五

「バルミチン酸」 $C_{16}H_{25}O_2$

二五六・二六

先ニ減壓ニテ餾出シ常溫ニテ液狀ヲナセル物質中ニハ「カブリン酸」「カブロン酸」「ペラルチン酸」「ラウリン酸」等存在スルモノ、如シ

故ニ余等ノ分析セル「フリーゼ」油中ニハ六七七%ノ脂肪酸ヲ含有シ内五〇%ノ「パミチン酸」ヲ含有スルコト、ナル

即チ「フリーゼ」油一封度中ニハ脂肪酸トシテ三一・八一五瓦アリソノ内「バルミチン酸」トシテ

二四九七瓦アル事トナル

而シテコノ脂肪酸ハ一回アルコホルニテ再結品セシムル時ハ「フリーゼル油獨特ノ惡臭ナシ故ニ石鹼其他高級脂肪酸ノ使用セラル、スヘテノ場合ニ使用スル事ヲ得ヘシ。

而シテ「バルミチン酸ハ「アミールエステル」トシテ存在スルモノ、如シ。

元來「フリーゼル油中ニ「バルミチン酸」カ「エステル」ノ形トシテ存在セリト云フ記載ハ少クシテヒルゲル Hilger 氏 (C. 1894, 981) ハ「ホルンフリーゼル油」ノ分析中ニ記載スレ共其ノ%ノ判明セサルヲ遺憾トスウインヂッシ Windisch 氏ハ「キルセンブラントワイン」(Kirschenbrantwein) (C. 1895, 859) 中ニ?ヲ附シテ記載セルノミニテ他ニハ見當ラス故ニ試ミニ臺灣製糖會社ヨリ購入セル「フリーゼル油」糖蜜ヲ原料トセルモノ(ヲ前ト同様ニシテ蒸餾セル残渣全フリーゼル油ノ二六%)ヲ前同様鹼化シソノ酸ヲ分離シタルニ常溫ニテ暗褐色ノ液體ヲナスコレヲ減壓ニテ分離シタルモ「バルミチン酸」ノ存在ヲ認ムル能ハサリキ

要スルニ余等ノ分析セル「サウマイモフリーゼル油」ハ他ノモノヲ原料トセル「フリーゼル油」ト異ナリ割合ニ多量ノ「バルミチン酸」ノ「エステル」ヲ含有スト云フベシ先ニ残渣ヲ鹼化シテ得タル酸ニアラサル部分ハ今尙分離研究中ナレハ追テ報告セムトス

十一、キナ皮中キニーネ含量檢定ニ關スル調査報告

衛生試驗所技師

石 川

靜 逸

衛生試驗所技手

松 葉

茂

本邦ニ於ケル「キニーネ鹽類」ノ製造工業ハ世界戰亂ノ影響ヲ受ケ始メテ勃興シタル事業ニシテ爾來堅實ノ發達ヲ遂ケ其將來亦大ニ囑望セラル斯ノ如ク事業ノ發展ニ伴ヒ「キナ樹」ノ主產地タル熱帶諸邦ヨリ本邦ニ輸入セラル、「キナ皮」ノ數量年ヲ追テ増加シ之カ賣買取引亦頻繁ニ行ハル、ニ至レリ

由來キナ樹ハ其品種多キコト藥用植物中第一位ニ居リ從テ其成分含有ノ割合甚タ區々ナルモノアリ即チ甲ノ樹種ヨリ採取シタル「キナ皮」ハ主成分トシテ「キニーネ」ヲ含有スルモ乙ノ樹種ヨリ得タルモノハ「キニーネ」ニ乏シク爾他ノ副鹽基ニ富メル等ノ關係アリ然リ而シテ單ニ生藥用トシテノ「キナ皮」ハ日本藥局方ニ處定セラレタル條文ニ據レハ *Cinchona* 屬諸種植物ノ幹枝ヨリ採取シタル皮部ニシテ一定量ノ總アルカロイド「ヲ」含有スルモノハ使用上何等ノ支障ナシト雖モ「キニーネ鹽類」製造ノ原料トシテ使用スルモノハ主成分トシテ「キニーネ」ヲ含有シ而モ其含量ノ豐富ナルヲ要スルヤ勿論ナリ故ニ製藥上ノ原料トシテ使用スル「キナ皮」ハ生藥トシテ直ニ消費セラル、モノト區別シ製造用キナ皮ナル名稱ノ下ニ取扱ハル、ヲ普通トス斯ノ如ク「キナ皮」ハ其品種及主成分含量ノ區々ナルカ爲メ之カ取引ヲナスニ際シテハ必

ス檢定セラレタル「キニーネ」含量ヲ明示シ之カ多少ニ依リ價格ノ評定ヲ行フモノトス而シテ從來キナ皮中ノ「キニーネ」含量檢定ニ關シテ種々ノ方法公示セラレタリト雖モ其何レカ正確ニシテ實用的ノモノナリヤニ至リテハ俄ニ之ヲ斷ス可ラス此故ニ此際最モ適當ナル試驗法ヲ調査撰定シテ其等ノ要求ニ應スルハ製藥原料調査上最モ必要ナル事項ナリト信シ之カ實驗ニ從事シ略完了ニ至リタルヲ以テ茲ニ其成績ヲ報告セントス

文獻ヲ按スルニ「キナ皮中キニーネ」定量分析ノ方法トシテ從來報告セラレタルモノ尠ナカラス今其主ナルモノ二三ヲ摘録スレハ左ノ如シ

甲、砒酸キニーネトシテ析出セシメテ秤量スル方法

1. Langbeck: Arch. Pharm. (1879) 214, S. 181.
2. Shimoyama: Arch. Pharm. (1885) 223, S. 228.
3. Perret: Arch. Pharm. (1903) 241, S. 70.
4. Florence: Apt. Zeitg. (1906) S. 674.

乙、硫酸キニーネトシテ析出セシメテ秤定スル方法

1. P. Carles: Fresenius Zeitschr. f. analyt. Chem. (1870) 9, S. 497.
2. W. Hille: Arch. Pharm. (1903) 241, S. 101.
3. Henry Plant Alkaloids (1913) S. 135.

丙、瓜哇キナ園ニ於テ施行スル方法

Dr. J. W. Commelin: De Analyse van Kinabast, Mededeelingen van Het Kina Proefstation, 1912.

以上ノ文獻ニ付キ其何レカ製藥原料調査上最モ適當ナリヤヲ按スルニフロレンス法ヘン
リー氏著書中ニ記載セル方法及瓜哇官憲ノ方法ハ實際ノ用ニ供シ得ヘキモノナリト認メタ
ルヲ以テ以下順次此等方法並實施セル事項ニ就キ詳細ノ記述ヲナシ然ル後實驗ニ徴シテ得
タル成績ヲ敘述スヘシ但シ本文ノ報告ハ「キナ皮中キニーネ含量ノ定量分析方法ニ就キ實驗
ヲ行フヲ目的トセルモノナルカ故ニ總アルカロイド」ニ關シテハ繁雜ヲ避ケンカ爲特ニ之カ
記載ヲ省略スルコト、ナシタリ

一、フロレンス法ニ據ル「キナ皮檢定法」Florence: Apt. Zeitg. (1906) S. 674. フロレンス法ニ據
ル「キナ皮檢定法ハ簡捷法及正確法ノ二ヨリ成ル前者ハ所含ノ總アルカロイド及キニーネ分
ニ就キ其概量ヲ檢知スルノ方法ニシテ後者ハ學術的或ハ裁判化學的ノ試驗ニ應用セラレ得
ヘキ方法ナリトス即チ次ノ如シ

甲、簡捷法

極メテ細末トナセル「キナ皮十二瓦ヲ適當ナル容器ニ取り之ニ一二〇瓦ノ純エーテル（アル
コホル」ヲ含有スヘカラス）ヲ注加シ十瓦ノ「ナトロン」溶液ヲ加ヘテ時々振盪シツ、約一時間放
置シ然ル後之ニ水一〇瓦ヲ加ヘ振盪スルトキハ粉末ハ集團シテ「エーテル」液層ヲ分離ス依テ
之ヲ採取（必要アレハ脫脂綿ヲ以テ濾過ス）スヘシ此「エーテル」ニハ二〇乃至三〇瓦ノ石灰水ヲ
注キテ振盪スヘシ然ルトキハ「エーテル」中ニ溶解シタル樹脂性物質ハ石灰水中ニ移行シ「エー
テル」層ハ爲ニ清淨セラレテ無色トナル次テ「エーテル」層ヲ分取シ其一〇〇瓦ヲ長頸有栓壺ニ
取リ三〇瓦ノ水ヲ附加シ「ビウレット」ヨリ一〇分一定規「エーテル」性「蓚酸」溶液（〇・六三瓦ノ純蓚

酸ヲ一〇〇蚝ノ「エーテル」ニ溶解スヲ注加シ本液ノ滴下ニ依リ最早濁ノ生セサルニ至ルカ又ハ點滴法ニ據リ「ラクス紙」ニ中性ナルニ至ルヲ度トス此操作ニ依リ總アルカロイドハ白色ノ「尿酸鹽」トナリテ沈澱スルモノトス而シテ之ヲ振盪スルトキハ「キニーネ」ノ「尿酸鹽」ヲ殘留シ爾他副鹽基ノ「尿酸鹽」ハ前ニ附加シ置キタル水ノ爲メニ全然溶去セラル、ニ至ル

茲ニ消費シタル一〇分一定規「尿酸」ノ蚝數ニ〇・〇三五ヲ乘スレハ「キナ皮」一〇瓦中ニ含有スル總アルカロイドノ量ヲ得ヘシ而シテ茲ニ示セル係數〇・〇三五ハ「カリサヤ種」キナ皮中ニ含有セラル、總アルカロイドノ一〇分一定規「尿酸」溶液一蚝ニ對スル平均價ナルカ故ニ「キナ皮」ノ種類ヲ異ニスルニ從ヒ差異アルヘキナリ例之カルタゲナ種ヨリ得タル「キナ皮」中ノ總アルカロイド「ニアリテ」ハ一〇分一定規「尿酸」溶液一蚝ハ〇・〇四五ニ對應スルカ如シ故ニ此方法ハ大約ノ量ヲ指示スルニ止マルモノトス而シテ「キニーネ」ノ含量ヲ檢センハ先ノ振盪法ニ據リ溶解セスシテ殘留セル「尿酸」キニーネヲ重量既明ノ濾紙上ニ集メ蒸餾水ヲ以テ之レヲ洗滌シ其洗液ニ石灰水ヲ加フルモ白濁ヲ呈セサルニ至リ乾燥ニ附シ秤量ス一瓦ノ「尿酸」キニーネハ〇・八七八瓦ノ純キニーネニ對應ス

總アルカロイドノ定量ハ次ノ如ク行ヘハ一層正確ナル數ヲ得ヘシ即チ最初ニ石灰水ト共ニ振盪シ清淨シタル「エーテル」層中ヨリ三〇瓦ヲ秤取シ蒸發ニ附シ其ノ殘渣ヲ總アルカロイドトシテ秤定スヘシ而シテ此ノ殘渣ハ更ニ之レヲ「エーテル」ニ溶解シ前ノ「エーテル」溶液中ニ合併シ前記ノ方法ニ依リ「キニーネ」分ノ定量ヲ行フヘシ

乙、正確法

本法モ亦キナ皮中ヨリ全アルカロイドノ浸出ヲ行ヒ檢定スルモノナレ共浸出用溶劑トシテ四分ノ「エーテル」及一分ノ「クロ、フォルム」ヲ混和液ヲ用ヒ其ノ浸出液ノ一小部分ニ「エーテル」性蓚酸溶液ヲ加フルモ最早沈澱ヲ生セサルニ至ル迄浸出シ茲ニ得タル浸出液ハ清淨ナラシムルノ目的ヲ以テ前後三回二〇乃至三〇蚝ノ石灰水ト共ニ分液漏斗中ニ振盪シテ之レヲ分離シ而シテ此ノ操作ニ依リ石灰水ニ附着セル「アルカロイド」ノ損失ヲ防止センカ爲メ石灰水ハ更ニ二回少許ノ「エーテル」ト共ニ振盪洗滌シ此ノ「エーテル」分ハ前ノ主分ニ合併シテ蒸發乾固シ乾燥後總アルカロイドトシテ秤量ス此ノ際若シ此ノ殘渣ノ着色セルトキハ更ニ之レヲ鹽酸含有ノ水ニ溶解シテ濾過シ然ル後アルカリ性トナシ再ヒ「エーテル、クロ、フォルム」混液ト共ニ振盪シテ之レニ轉溶セシメ蒸發シテ秤量スルヲ要ス而シテ此ノ殘留物總アルカロイドヨリ「キニーネ」ノ定量ヲ行フニハ之レヲ「エーテル」ニ溶解シ(必要ナレハ五分ノ一量ノ「アルコホル」不含ノ「クロ、フォルム」ヲ加フ)之レニ蓚酸キニーネ飽和溶液三〇蚝ヲ附加シ簡捷法ニ準シ十分一定規「エーテル」性蓚酸液ヲ滴加シテ蓚酸鹽ヲ析出セシメ豫メ重量既明ノ濾紙ヲ用意シ置キ先ツ「エーテル」層ヲ濾過シタル後沈澱物ヲ濾紙上ニ集メ蓚酸キニーネ飽和水溶液ヲ以テ良ク洗滌シ其ノ洗液ニ石灰水ヲ加ヘ試ムルニ溷濁ノ度恰モ蓚酸キニーネ飽和溶液ニ依テ生スルモノト同一ナルニ至リ之レヲ乾燥濾紙間ニ壓搾シテ過剩ノ液分ヲ去リ然ル後之ヲ秤量瓶ニ納メ濕潤セルマ、秤量シ更ニ之ヲ一〇〇度ニ乾燥シテ秤量スレハ前後二回ニ於ケル重量ノ差分ハ即チ濾紙及沈澱物ニ附着セル蓚酸キニーネノ溶解度ハ水一蚝ニ付〇・〇〇六九瓦ナルカ故ニ其ノ差分每一瓦ニ對シ前記ノ數ヲ減シ更ニ濾紙ノ量ヲ控除スルトキハ純蓚酸キ

ニ―ネノ重量ヲ得ヘキヲ以テ之ヨリ「キニ―ネ」量ヲ算出ス可シ

本法ニ於テ使用スル「修酸キニ―ネ」飽和溶液ヲ製スルニハ「硫酸キニ―ネ」ニ「ナトロン」鹼液ヲ加ヘテ「アルカリ性」トナシ「エーテル」ト共ニ振盪シテ之レヲ分離シ此ノ「エーテル」溶液ニ「エーテル」性「修酸」溶液ヲ加ヘ析出セル「修酸キニ―ネ」ヲ「エーテル」ニテ洗滌シ乾燥シタル後水ヲ加ヘテ良ク振盪シ過剰ノ「修酸キニ―ネ」ヲ濾去ス可シ

右「フロレンス」氏法ニ就キ多數ノ實驗ヲ遂行シタルニ本法ハ「ギナ皮」中「キニ―ネ」定量方法トシテ最モ實用ニ供シ得ヘキモノナルコトヲ認メタリ然レトモ之カ實施ニ當リテハ便宜上其操作ニ左ノ如ク變更ヲ行ヒタリ

「ギナ皮」粉末一二瓦ヲ乾燥セル内容二〇〇「瓦」ノ「コルベン」ニ取リ「クロ、フォルム」二五「瓦」及「エーテル」二二五「瓦」(「キニ―ネ」ノ定量ヲ目的トスルトキハ浸出溶劑トシテ檢品ノ一「瓦」ニ對シ一五「瓦」ノ「エーテル」ヲ使用セハ「クロ、フォルム」ノ併用ヲ省略スルモ妨ケナシ)ヲ加ヘテ劇シク振盪シ次テ「ナトロン」鹼液(十%)一〇「瓦」ヲ和シ屢々強ク振盪連續シテ振盪ヲ行ヘハ益々可ナリシツ、二時間ノ後水約一五「瓦」ヲ加ヘテ劇シク振盪スヘシ然ルトキハ粉末ハ集團スルヲ以テ一時間靜置シ水分ヲ沈着セシメ乾燥濾紙ヲ用ヒテ其ノ「エーテル」性液ヲ急速ニ濾過シ濾液一二五「瓦」(檢品一〇「瓦」ニ相當ス)ヲ取り之ヲ稀鹽酸(五%)一〇「瓦」及水一〇「瓦」ト共ニ分液漏斗中ニ強ク振盪シテ下層ノ酸液ヲ分取シ更ニ此ノ「エーテル」性液ハ逐次三回各一〇「瓦」ノ水ト共ニ振盪シテ洗滌シ此ノ洗液ハ先ノ酸液ニ合併シテ濾過シ濾液ハ再ヒ分液漏斗中ニ移シ之ニ「エーテル」五〇「瓦」ヲ加ヘ輕ク動搖シツ、「ナトロン」鹼液(一〇%)一〇「瓦」ヲ注加シテ「アルカリ性」トナシ強ク振

盪シテ「キナアルカロイド」ヲ「エーテル」ニ溶解セシメ靜置シタル後エーテル層ヲ分離スヘシ若シ此際乳劑狀ヲ呈スルトキハ下層ノ「アルカリ性溶液」ヲ可及的分離シタル後更ニ「エーテル」ノ少量ヲ加ヘテ振盪シ水液トノ分離ヲ促シ澄明ナル「エーテル」層ヲ分取ス而シテ「アルカリ性溶液」ハ逐次三回三〇、二〇、一〇珎ノ「エーテル」ト共ニ分液漏斗中ニ振盪シテ之ヲ洗滌シ分離シタル「エーテル」ハ前ノ「エーテル」中ニ合併スヘシ茲ニ得タル全「アルカロイド」ノ「エーテル」溶液ハ之ニ就キ必要アラハ總アルカロイドノ檢定ヲ行ヒタル後「キニーネ」ノ定量分析ヲ施行スルカ又ハ直ニ「キニーネ」定量ノ用ニ供スルモノナリ茲ニハ直ニ「キニーネ」ノ定量ヲ行フモノトシテ其ノ方法ヲ記述スヘシ即チ之ヲ内容三〇〇珎ノ「ベッヘルグラス」中ニ取り硝子棒ヲ用ヒテ攪拌シツツ新タニ製シタル一〇分一定規エーテル性「稀酸溶液」ヲ「ビュレット」ヨリ滴下スルトキハ「キナアルカロイド」ハ「稀酸鹽」トナリ白色ノ沈澱ヲ析出ス而シテ其沈澱力漸次ニ稍黃色ヲ帶フルニ至ラハ殆ト中和點ニ近ツキタルヲ證スルモノナルカ故ニ注意シツツ尙「稀酸液」ヲ滴下シ點滴法ニ依リ「ラクムス紙」上ニ中性若シクハ極微酸性反應ヲ呈スルヲ度トシ「稀酸液」ノ滴下ヲ止ムヘシ茲ニ使用シタル「エーテル」性「稀酸溶液」ノ珎數ニ〇・〇三五ヲ乘シ之レヲ一〇倍スルトキハ總アルカロイド%量ノ概略ヲ知ルノ便アリ茲ニ析出シタル總アルカロイドノ「稀酸鹽」ヨリ「稀酸」キニーネノ分離ヲ行フニハ「エーテル」液中ニ浮遊セル沈澱物ヲ重量既明ノ乾燥濾紙上ニ濾集シ「エーテル」ヲ以テ充分洗滌シ而シテ此ノ沈澱ニ附着セル「エーテル」ヲ殆ト飛散セルヲ窺ヒ更ニ新タニ製シタル「稀酸」キニーネ飽和液製法ニ就テハ前文ヲ參照スヘシヲ以テ充分濕潤セシムルノ後「稀酸」キニーネ飽和液ヲ盛リタル噴水壘ヲ用ヒテ之レヲ先ノ「ベッヘル」中ニ吹

キ落シ(蓆酸キニ一ネ飽和液ノ使用量ハ沈澱物ノ多寡ニ依リ五〇乃至一〇〇珎ヲ使用シタリ)此際沈澱ノ蓆酸キニ一ネ飽和液ニ依リ濕潤セラレスシテ浮遊スルモノアル場合ニハ硝子棒又ハ羽毛ヲ用ヒテ磨リ潰シツツ恰モ稀薄ナル糜粥狀トナルニ至リ約一〇分時間回旋狀ニ強く振盪此際上下ニ振盪スルトキハ蓆酸キニ一ネハ玆ニ生成スル氣泡ニ混シテ殆ト全部液面ニ浮上シ取扱上困難ヲ來スモノトスシテ濾過シ尙數回此ノ操作ヲ反覆シ副アルカロイドノ蓆酸鹽ヲ溶去セシムヘシ而シテ毎回其ノ濾液ノ一部ニ就キ石灰水ヲ注加スルニヨリテ生スル濁度ヲ檢シ其度恰モ蓆酸キニ一ネ飽和溶液ニ石灰水ヲ加ヘテ生スルモノト同一ナルニ至ル迄洗滌スヘシ此ノ操作ヲ終ラハ充分液分ヲ滴下セシメタル後濾紙ト共ニ漏斗ヨリ取ハヅシ他ノ乾燥セル濾紙間ニ輕ク壓搾シテ可及的水分ヲ除去シテ之ヲ秤量壺内ニ納メテ秤量シ更ニ恆量ヲ得ルニ至ル迄一〇〇度ニ乾燥シテ秤量スヘシ斯クシテ其ノ濕潤時ノ重量ヨリ乾燥後ノ重量ヲ除去シテ得タル差分ハ即チ蓆酸キニ一ネ飽和溶液中ノ水分量ヲ示スモノナリ而シテ一八度ノ水一、〇〇〇分ハ蓆液キニ一ネ〇・六九瓦ヲ溶解スヘキヲ以テ此ノ差分一瓦ニ付〇・〇〇六九ヲ控除シ更ニ濾紙ノ量ヲ減スルトキハ供試料中所含ノ「キニ一ネ」ヨリ生成シタル蓆酸鹽ノ實量ヲ得依テ之レニ〇・八七八ヲ乘シ「キニ一ネ」トシテ換算スヘシ檢品中キニ一ネノ含有率ハ左式ニヨリ算出シ得ヘシ

今供試量ヲPトシ乾燥後秤量シタル蓆酸キニ一ネ量ヲCトシ乾燥前後ニ於ケル重量ノ差分ヲDトスレハ

$$\% = \frac{[C - (D \times 0.00069)]}{P} \times 0.878 \times 100$$

若シ本文キニーネノ定量ニ先チ稍正確ナル總アルカロイド量ヲ測定セント欲セハ前文エーテル性蓚酸溶液ヲ加ヘテ蓚酸鹽ヲ沈澱セシムヘキ直前ノ「エーテル性アルカロイド溶液」ハ之レヲ蒸餾ニ附シ約三分ノ一量ニ減却シ之レニ一〇分一定規鹽酸五〇蚝ヲ加ヘ尙蒸餾シテエーテルノ痕跡ヲモ認メサルニ至リ標示藥トシテ〇・五%ノ「メチールロート酒精溶液」二滴ヲ加ヘ一〇分一定規ナトロン鹵液ヲ以テ過剰ノ鹽酸分ヲ測定シ茲ニ消費シタル一〇分一定規鹽酸ノ蚝數ニ〇・〇三五ヲ乘スレハ總アルカロイド量ヲ得而シテ次ノ算式ニ據リ檢品ノ量ヲ算出スヘシ即チ

檢品供試量ヲPトシ

總アルカロイドノ溶解ニ使用シタル十分一定規鹽酸ノ量ヲRトシ

還測ノ爲費シタル十分一定規ナトロン鹵液ノ量ヲNトスレハ

$$\% = \frac{R - N \times 0.035}{P} \times 100$$

而シテ茲ニ滴定法ヲ終リタル總アルカロイド溶液ハ分液漏斗中ニ於テ「アルカリ性トナシ前文記載ノ方法」ニ據リ其全アルカロイドヲ「エーテル」ニ轉溶セシメ直ニ「キニーネ」分ノ定量ニ使用スヘシ

以上ノ試驗方法ニ從ヒ先ツ「キニーネ」含量ノ異ナレル一〇種ノ標品ニ就キ二回宛同一物ヲ試料ニ供シ「キニーネ」ノ定量分析ヲ施行シタルニ其ノ成績左ノ如シ

供試キナ皮ノ番號

キニーネノ含量%

第一回分析

第二回分析

第一回分析ト第二回分析トノ間ニ生シタル差分%

第一號

五・七九

五・九九

〇・二〇

第二號	四・三四	四・四九	〇・一五
第三號	一・七五	一・六六	〇・〇九
第四號	六・二〇	六・〇三	〇・一七
第五號	四・四五	四・四三	〇・〇二
第六號	五・五〇	五・三〇	〇・二〇
第七號	三・四〇	三・六二	〇・二二
第八號	二・一〇	一・九〇	〇・二〇
第九號	三・七四	三・五九	〇・一五
第一〇號	一・六三	一・六八	〇・〇五
平均			〇・一六

右十種ノ檢品各號ニ就キ第一回ノ分析數ト第二回目ニ於ケル分析數トノ間ニ生スル誤差ヲ比較スルニ最大〇・二二%最少〇・〇二%ヲ示シ之ヲ平均ニ附スルトキハ〇・一六%トナル蓋シ完全ナル分離定量分析ノ比較的容易ナラサル之等アルカロイドノ檢定ニ於テハ茲ニ示サレタル程度ノ誤差ハ寧ロ甚少ナルモノト思考セラル

以下尙數種ノ「キナ皮」ニ就キ豫メ本法ニ據リ定量分析ヲ行ヒ其「キニ」ネ含量ヲ測定シタル檢品ニ一定量ノ「キニ」ネ(計算量ノ硫酸「キニ」ネヲ加フ)ヲ添加シタルモノニ就キ更ニ分析ヲ遂ケ茲ニ添加セラレタル丈ノ「キニ」ネヲ正確ニ證明シ得ヘキヤ否ヤニ付試驗シタルニ其ノ成績左表ノ如シ

檢品ノ番號	供試「キナ皮」中 「キニ」ネ含量 %	上段ノ供試料ニ 附加シタル「キニ」ネノ量 %	「キニ」ネヲ附加シタル「キナ皮」ニ就キ 分析シテ得タル「キニ」ネ量 %	「キニ」ネヲ附加シタル「キナ皮」ト然ラ サルモノトノ間ニ生スル分析上ノ差分
第一號	二・二七	〇・五	二・七八	〇・五一
第二號	二・一六	一・〇	三・三五	一・一九
				〇・一九

分析上ニ現ハレタル附加シタル「キニ」ネノ増加量 除シタル差分即チ試驗上ノ誤差%

第三號	二・四二	一・五	三・九四	一・五二	〇・〇二
第四號	二・三三	二・〇	四・四七	二・一四	〇・一四
第五號	二・二六	二・五	四・八〇	二・五四	〇・〇四
第六號	六・一七	三・〇	九・二〇	三・〇三	〇・〇三

前表第一號ヨリ第六號ニ至ル六種ノ供試料ニ〇・五%ヨリ三%ニ至ル「キニーネ」ヲ添加シ之ニ就キ試験ヲ施行シタル成績ハ極メテ良好ナリ即チ同一供試料ニシテ「キニーネ」ノ添加セラレタルモノト然ラサルモノトノ間ニ生スル差分「キニーネ」ノ添加ニ因ル増加量ハ實際添加シタル「キニーネ」量ヨリ幾分多キ數量ヲ示セリト雖モ此差分ヨリ實際ニ添加シタル「キニーネ」量ヲ控除シタル數即チ分析上ノ誤差ハ其最大ナルモノ〇・一九%最小ナルモノニ至リテハ僅ニ〇・〇一%ナルヲ示セリ以上ノ試験成績ニ據レハ本法ハ「キナ皮中キニーネ」定量分析法トシテ推奨シ得ヘキ正確ナル良法ト認ムルコトヲ得

以下順次前ニ記載シタル硫酸キニーネ法並瓜哇キナ園ニ於テ施行スル分析方法トニ就キ先ツ其原文ヲ掲ケ然ル後之ニ就キ實驗ヲ遂ケタル成績ヲフロレンス法ニ據レルモノト比較對照シ「キニーネ」定量分析方法撰定ノ資ニ供スル處アラントス

二、硫酸キニーネトシテ析出セシメテ定量スル方法 Henry: Plant Alkaloids (1913) S. 135.

先ツ試験スヘキ「キナ皮末一五瓦ヲ硝子壺ニ取り」エーテル二五〇珎クロロフォルム五〇珎及アムモニア水(比重一五度ニ於テ〇九五八)一〇珎ヲ加ヘ屢々振盪シツ、五時間ノ後之ニ蒸餾水一五珎ヲ加ヘ振盪スルトキハ「キナ皮粉末ハ容易ニ分離スルニ至ルヘキヲ以テ上清液ノ一定量ヲ取り先ツ溶劑ノ大部ヲ餾去セル後蒸發乾燥シテ總アルカロイド」ヲ採取シ此内ヨリ一

乃至五瓦ヲ秤取シ之ニ一〇分一定規硫酸ヲ加ヘテ中和溶解セシメ茲ニ使用シタル總アルカロイドノ一分カ七〇分ノ水液中ニ溶存スルノ割合ニ至ル迄水ヲ以テ稀釋シ然ル後五分時間九〇度ニ加熱シ次テ之ヲ一五度ニ冷却シツ、三〇分時間放置スヘシ、茲ニ使用セル總アルカロイド中キニ一ネ含量八%ヲ超ユル場合ニハ硫酸キニ一ネハ結晶トナリ析出スヘシ依テ此結晶ヲ重量既知ノ濾紙上ニ集メ冷水ヲ以テ洗滌シ濾洗兩液ノ總量總アルカロイド一瓦ニ對シ九〇瓦ニ達スルニ至ラハ洗滌ヲ中止シ之ヲ一〇〇度ノ溫ニ於テ乾燥シ秤量スヘシ而シテ一五度ノ水一〇〇瓦ハ硫酸キニ一ネノ一ニ瓦ヲ溶解スルモノナルヲ以テ濾洗兩液ノ全量ニ對シ此割合ニ相當スル硫酸キニ一ネ量ヲ算出シ先ニ秤量シタル主量ニ加算シテ補正ヲ加フルノ後之ニ〇・八六九ヲ乘スレハ「キニ一ネ」ノ量ヲ得ヘキヲ以テ之ヨリ「キニ一ネ」含量ノ一〇〇分率ヲ算定スヘシ

一〇種ノ「キナ皮」ニ就キ前記ノ方法及フロレンス法ニ據リ「キニ一ネ」ノ定量分析ヲ施行シタル成績ヲ比較スルニ左ノ如シ

檢品ノ番號		硫酸キニ一ネ法	フロレンス法	兩定量方法ノ間ニ起ル差分
第一號	第一號	〇・七八	一・二〇	〇・四二
第二號	第二號	〇・七三	二・二〇	一・四七
第三號	第三號	二・二〇	三・〇〇	〇・八〇
第四號	第四號	一・一〇	二・八二	一・七三
第五號	第五號	四・五〇	四・二四	〇・二六
第六號	第六號	五・六〇	五・〇〇	〇・六〇
第七號	第七號	四・五〇	四・八〇	〇・三〇
第八號	第八號	四・四〇	四・二三	〇・一七

右ノ結果ニ據レハ硫酸キニーネ法ニ依リ「キニーネ」ノ定量分析ヲ施行シテ得タル成績ハ之ヲフロレンス法ニ據レルモノト比較スルニ前後一〇回ノ試験ニ於テ只第八號及第一〇號ノ二種ニアリテ兩方法ノ成績殆ト相一致シタルヲ見ルノ他何レモ不同ノ結果ヲ示シ其甚タシキニ至リテハ兩方法ニ據レル成績相互ノ間ニ生スル差分一七%ニ達セルモノアリ而シテ大體ノ上ヨリ之ヲ觀察スルニ其差分ハ比較的キニーネ含量ニ富メル檢品ニ於テハ小ナルヲ示シ「キニーネ」含量乏シキモノニ至ルニ從ヒ其差益々甚タシキヲ示セリ之ニ由テ見レハ本法ハ「キニーネ」含量ノ豊富ナル「キナ皮」ニ就キ「キニーネ」ノ定量分析ヲ行ハントスル場合ニアリテハ略其目的ヲ達シ得ヘキカ如シト雖モ尙不充分ナルヲ免カレス其含量ニ乏シキ檢品ニ對シテハ殆ト實用ニ供シ難キ觀アルモノトス

三、瓜哇キナ園ニ於テ施行スル方法

Dr. J. W. Commelin De Analyse van Kinabast, Mededeelingen van Het Kina Proefstation 1912.

此方法ニ就キテハ曩ニ當所技師刈米學士カ歐洲ニ出張ノ途次親シク瓜哇官設キナ園ヲ訪問セラレ同所分析部長ニ就キ該方法ノ説明ヲ受ケ歸朝後其詳細ヲ藥學雜誌第四六〇號(大正九年六月)ニ譯載セラレタリ而シテ其譯文中分析成分算出ノ條項ニ至リテハ主トシテ定メラレタル公式ニ當嵌メ計算スルコト及其公式ノ説明トニ就キ記述セラレタレトモ實際上便宜ナル簡易計算表ノ掲載ヲ省略セラレタルヲ以テ以下稍重複ノ嫌アリト雖モ其全文及計算表

ヲ掲載シテ實際上ノ用ニ供シ易キ形式ニ改メ茲ニ再録スルコト、ナシタリ

瓜哇官設キナ園ニ於ケル「キナ皮分析法」ハ先ツ試験スヘキ「キナ皮」ヲ取リ粉末トナシ其一定量ヲソクスレット浸出器ヲ用ヒ「ベンゾール」ヲ以テ浸出シ茲ニ得タル總アルカロイドニ定規鹽酸ノ一定量ヲ加ヘテ溶解シ然ル後過剰ニ存在スル鹽酸分ヲ定規アルカリニ依リ還測スル方法ニ據リ總アルカロイド含量ヲ知り更ニ此操作ニ使用シタル溶液ハ其全量ヲ蒸發シテ濃厚トナシ之ニセニエツト鹽溶液ヲ加ヘ「キニーネ」及シンコニヂンヲ酒石酸鹽トシテ沈澱セシメ乾燥秤量シ然ル後其中ヨリ〇・五瓦ヲ精密ニ秤取シ鹽酸水ニ溶解シテ旋光度ヲ檢シ其示度ヲ定メラレタル公式ニ當嵌メ計算シ又ハ此目的ニ使用スヘク計算シテ作製セラレタル表ニ照ストキハ此酒石酸鹽混合物一瓦中ニ含有セラル、
「キニーネ」及シンコニヂンノ割合ヲ知り得ルヲ以テ之ニ據リ供試キナ皮中兩成分ノ量ヲ算定シ得ル方法ナリ其實施法ハ左ノ如シ

實 施 法

試験スヘキ「キナ皮」ハ之ヲ粉末トナシ其二〇瓦ヲ精密ニ秤取シ「ベツヘル」中ニ於テ消石灰細末六瓦ト密和シ更ニ之ニ「ナトロン」溶液一八瓩（一立中苛性ナトロン五〇瓦ヲ含有スルモノ）ヲ加ヘテ全體ヲ均等ニ混和濕潤セシムヘシ

右ノ内容物ハ之ヲ圓筒形濾紙（内容一八〇瓩）ニ移シ精製綿ニテ輕ク栓塞シソクスレット浸出器ニ納ムヘシソクスレット浸出器ハ上ニ冷却器ヲ備ヘ下部ニ木栓ヲ以テ内容二五〇瓩ノ「コルベン」ニ接續セシム裝置完成セハ浸出器ノ上部ヨリ「ベンゾール」二〇〇瓩ヲ注加シ次テ「コルベン」ヲ加熱スヘシ而シテ「ベンゾール」沸騰シテ凝縮シ檢體上ニ滴下シ一二乃至一五回浸出

ヲ繰返シタル後下部ノ「コルベン」中ナルベク少量ノ「ベンゾール」ヲ殘セル時期ヲ見計ヒ浸出ヲ中止ス

次ニ浸出器ノ下部ニ連接セル「コルベン」ヲ外シ定規鹽酸一〇蚝及蒸餾水一〇蚝ヲ加ヘ重湯煎上ニ「ベンゾール」ヲ餾去ス斯クシテ「ベンゾール」ノ最後ノ痕跡迄驅逐シタル後水ヲ以テ潤ホシタル綿ヲ用ヒテ内容一五〇蚝ノ「ベッヘル」(一〇〇及五〇蚝ノ標線ヲ附ス)ニ濾入ス「コルベン」ノ内部及漏斗ハ數回少量ノ水ニテ洗ヒ先ノ濾液ニ合併シ其全量ヲ一〇〇蚝トナシ水浴上ニ微ニ温メ過剩ニ存スル鹽酸ヲ定規ナトロン滴液ニテ滴定スヘシ(當所ノ實驗ニ據レハ四分ノ一定規ナトロンヲ用フルヲ可トス)標示藥トシテ〇五%メチールロートノ酒精溶液二滴ヲ加フレハ初メ鮮紅色ナレトモ終末點ニ達スレハ橙黃色ニ變ス

キナ皮中ニ含有セラル、「アルカロイド」ノ分子量ハ最小二九四(シンコニン)ヨリ最大三二六(ヒドロキニーネ)ノ間ニアリ計算ニ際シテハ其平均價三一〇ヲ以テ總アルカロイドノ平均分子量トス然ラハ定規鹽酸一蚝ハ「アルカロイド」ノ〇・三一瓦ヲ中和スヘシ依テ還測ニ要シタル定規アルカリ液ヲN蚝トセハ檢體二〇瓦中ニ存スル「アルカロイド」量 $(10-n) \times 0.31$ 瓦ニシテ從テ其含有率ハ $(10-n) \times 0.31 \times 5\%$ ナリ

キニーネ及シンコニヂンノ含量檢定

前條定規アルカリニテ還測後ノ液ハ其儘水浴上ニ温メ五〇蚝ニ至ル迄蒸發シ其冷却後析出セル絮狀ノ不純物ヲ濾過シ少量ノ水ニテ濾紙ヲ洗ヒ先ノ濾液ニ合併シテ全量ヲ一〇〇蚝トス

次ニ此液ヲ微ニ溫メセニエツト鹽溶液セニエツト鹽四百瓦ヲ水ニ溶解シ全量ヲ一立トナ
 シ之ニ少量ノ酒石酸ヲ加ヘラクムス紙ニ中性若シクハ微酸性トナシタルモノナリ一〇蚝ヲ
 加ヘラクムス試験紙ニテ反應ヲ檢シ中性若シクハ微ニ酸性トナシタル後水浴上ニ蒸發シテ
 五〇蚝トナルニ至リ一夜間放置スレハ「キニーネ及シンコニヂン」ハ酒石酸鹽トナリ完全ニ沈
 澱ス之ヲ重量既明ノ乾燥濾紙(直徑九厘)上ニ集メ蒸餾水ヲ以テ洗滌ス濾洗兩液ハ之ヲ合併シ
 テ正シク一〇〇トナスヘシ濾紙上ノ結晶ハ濾紙ト共ニ乾燥器中ニ於テ一一〇度ニ乾燥スル
 コト六時間ニシテ硫酸又ハ鹽化カルチウム除濕器内ニ放冷シタル後二枚ノ時計硝子ノ間ニ
 挾ミテ秤量スヘシ但シ酒石酸鹽ハ水ニ溶解スルヲ以テ濾洗兩液ノ一〇〇蚝ニ就キ七五蚝ヲ
 加算シテ補正スヘシ此量ヲMトス前項ノ酒石酸鹽混合物ヨリ其〇・五瓦ヲ精密ニ秤取シ之ヲ
 定規鹽酸三七五蚝ニ溶解セシメ二五蚝ノ「メスコルベン」ニ洗入シ標線迄全滿スヘシ而シテ之
 ヲ清澄ナラシムル爲濾過スルノ後長サ二粉ノ觀測管ニ充シ室溫ニテ「ナトリウム」光線ニ對ス
 ル旋光度ヲ觀測ス但シ茲ニ觀測シテ得ヘキ旋光度ハ觀測時ノ溫度ノ高低ニ依テ其示度多少
 増減アルモノニシテ本法ニ於テハ攝氏一七度ニ於テ觀測セル旋光度ヲ基準トセリ故ニ觀測
 時ノ溫度一七度ナル場合ノ他ハ其溫度ノ高低ニ應シ第一表ニ據リ補正スヘキ數ヲ求メ之ヲ
 加減スヘシ茲ニ補正ヲ行ヒテ得タル數ヲ第二表ニ照セハ前ニ定量シ置キタル酒石酸キニー
 ネ及酒石酸シンコニヂン混合物一瓦中ニ含有スル「キニーネ及シンコニヂン」並此キニーネヲ
 硫酸キニーネトシテ改算シタル數量ヲ得ヘキヲ以テ左ノ算式ニ據リ直ニ檢品ニ對スル%量
 ヲ算出スルヲ得ヘシ

- 一 酒石酸キニーネ及酒石酸シンコニゲン混合物ノ總量
- 一 旋光度ノ示度ヲ第二表ニ照シテ得タル酒石酸鹽混合物一瓦中ニ含有スヘキ「キニーネ」ノ量
- 一 同シンコニゲン」ノ量
- 一 同硫酸キニーネ」ノ量

$$M \times Q \times 5 = Q\%$$

$$M \times C \times 5 = C\%$$

$$M \times QS \times 5 = QS\%$$

M Q C QS

尙キナ皮ノ分析ハ其目的ニ依リ二様ニ區別セラル即チ商品トシテ「キナ皮」ノ價值ヲ定ムル
 (商用分析)ニハ「キニーネ」ノ絶對量ヲ知レハ足レリトス依テ標品中水分ノ定量ヲ要セス右ノ計
 算ニ從ヘトモ「キナ樹栽培」ニ於テ其「キナ樹」ニ就キ品質ノ優劣ヲ定ムルタメニ行フ場合(栽培
 分析)ニアリテハ此際「キナ皮」ノ實質中ニ「キニーネ」ノ幾分ヲ含ムヤヲ知ルヲ要ス故ニ「キニーネ」
 ノ定量ト同時ニ含水量ヲ定ムル必要アリ通常栽培分析ノ結果ハ檢體カ十%ノ水分ヲ含有ス
 ルモノトシテ換算スルモノトス即其含水量カW%ナレハ「キニーネ」含量ハ商用分析ニヨリテ
 得タル數ニ $\frac{90}{100-W}$ ヲ乘スヘキナリ而シテ $\frac{90}{100-W}$ ノ値ハ第三表ニ依リ容易ニ之ヲ求
 メ得ヘシ

計算ノ例

試料	
一 定規ナトロソ液消費量	二〇瓦
一 酒石酸鹽生成量	四・六 吡
一 右ニ補正ヲ加ヘタルモノ	一・六七七瓦(濾液一〇〇吡)
一 旋光度 (一五度)	一・七五二瓦
一 右示度ヨリ補正數ヲ控除ス	八度三四分
一 含水量	八度三三分
一 總アルカロイド含量	一・一九%
	(10-4.6) × 0.31 × 5 = 8.37%

キニーネ含量
 $1.752 \times 0.7194 \times 5 = 6.300\%$
 シンコニザン含量
 $1.752 \times 0.07494 \times 5 = 0.6565\%$
 硫酸キニーネ含量
 $1.752 \times 0.9681 \times 5 = 8.480\%$

栽培分析ナレハ右ノ結果ニ次ノ數ヲ乘ス

$$\frac{90}{100-11.9} = 1.0215$$

以下一〇數種ノ「キナ皮ニ就キ前記瓜哇キナ園ニ於テ施行スル方法ニ據リ」キニーネノ定量
 分析ヲ行ヒ更ニ同一物ニ就キ「フロレンス法ヲ施行シタルニ其成績左表ノ如シ

檢品ノ番號	キニーネ檢出量(%)		兩定量方法ノ間ニ生 スル差分キニーネ(%)
	瓜哇キナ園ニ於テ施 行スル方法ニ據ル	フロレンス法 ニ據ル	
第一號	六・三二	六・二八	〇・〇四
第二號	五・二五	五・一五	〇・一〇
第三號	五・二五	五・一三	〇・一二
第四號	六・一三	六・〇〇	〇・一三
第五號	三・九一	三・八〇	〇・一一
第六號	六・一八	六・〇九	〇・〇九
第七號	一・七〇	一・六九	〇・〇一
第八號	一・五八	一・四二	〇・一六
第九號	三・八〇	三・八〇	〇・〇〇
第一〇號	一・七七	一・七六	〇・〇一
第一一號	一・五九	一・六九	〇・一〇
第一二號	一・九〇	一・七〇	〇・二〇
第一三號	二・二〇	二・一〇	〇・一〇

以上第一號ヨリ第一三號ニ至ル「キナ皮ニ就キ一ハ瓜哇キナ園ニ於テ實施スル方法一ハフ
 ロレンス法ニヨル」キニーネ含量檢定ノ成績ハ極メテ善ク合致シ其定量方法ノ異レルニ依テ

起ル差分ハ最大ナルモノニアリテモ〇・二%ヲ超ユルコトナク爾他ハ僅カニ〇・一%又ハ其以
内ノ差異ヲ呈セルニ止マリ恰モ同一檢品ニ就キ同一方法ニ據リ定量分析ヲ行フテ得タル成
績ト何等撰フ處ナキカ如キ觀ヲ呈セリ

以下叙上記載シタル實驗ノ成績ヲ綜合シテ之ヲ記述スレハ左ノ如シ

一 キナ皮中ノ「キニーネ」含量ヲ決定スル方法ニシテ硫酸鹽トナシ析出セシメテ秤量スル
方法ハ其操作極メテ簡單ナリト雖モ本法ハ「キニーネ」含量ノ豐富ナル檢品ノ試験ニ應用スル
際ニ於テノミ實際含量ニ近似スル數量ヲ與フルニ止マリ其含量ノ寡少ナル檢品ニ對シテハ
到底満足ナル結果ヲ期スルコト能ハス

一 フロレンス法及瓜哇キナ園ニ於テ實施スル方法ノ兩者ハ「キニーネ」含量ノ多少又ハ品
質ノ如何ニ拘ラス毎常一定ノ成績ヲ與ヘ「キニーネ」定量分析ノ方法トシテ殆ト間然スル處ナ
キカ如シ而シテ此兩法ニ就キ操作上便否ノ比較ヲ試ムルニ繁簡各一得一失アリト雖モ同時
ニ多數ノ標品ニ就キ檢定ヲ行フ場合ニハ瓜哇キナ園ノ方法ニ據レハ快速ニ「キニーネ」定量
ヲ了シ得ルノミナラス之ニ附隨シテ「シンコニダン」及「硫酸キニーネ」トシテノ含量ヲモ即座ニ
算定シ得ルノ便益アルヲ勝レリト認ム而シテ本邦ニ於テ消費セラルル製造用キナ皮ノ大部
分ハ瓜哇ヨリ輸入セラルルモノニシテ此等商品ノ多クハ同地キナ園ノ試験ニ係ル「キニーネ」
含量ニ依リ評價取引セラルルヲ常トスルカ故ニ本邦ニ於テモ亦同一方法ニ準據シ試験ヲ行
フニ於テハ蓋萬般ノ解決上至大ノ便宜アルヘキナリ然レトモ若シ又ボラリメートルノ設備
ヲ缺ケル試験室ニ於テ此等含量ニ就キ檢定ヲ要スル場合ニ於テ本法ニ代フルニ「フロレンス

法ヲ以テセハ毎常同一成績ヲ與フルカ故ニ方法ノ相違ニ因スル紛義ヲ惹起スルカ如キコト
之レナカルヘシ

大正十一年十一月
第一表 旋光度補正表

旋光度	観測温度											
	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	
5°24'	-1	-1	0	+1	+1	+2	+2	+3	+4	+4	+5	
5°39'	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+4	-	
5°40'	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+5	-	
6°14'	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+5	
6°15'	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+6	
6°26'	-	-	-	-	-	-	-	+3	-	-	-	
6°27'	-	-	-	-	-	-	-	+4	-	-	-	
7° 5'	-	-	-	-	-	-	-	-	+4	-	-	
7° 6'	-	-	-	-	-	-	-	-	+5	-	-	
7° 8'	-	-	-	-	+1	-	-	-	-	-	-	
7° 9'	-	-	-	-	+2	-	-	-	-	-	-	
7°11'	-1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
7°12'	-2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
7°33'	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+5	-	
7°34'	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+6	-	
7°54'	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+6	
7°55'	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+7	
8°14'	-	-	-	-	-	+2	-	-	-	-	-	
8°15'	-	-	-	-	-	+3	-	-	-	-	-	
8°46'	-	-	-	-	-	-	+3	-	-	-	-	
8°47'	-	-	-	-	-	-	+4	-	-	-	-	
8°53'	-2	-1	0	+1	+2	+3	+4	+4	+5	+6	+7	

第二表 酒石酸鹽一瓦中ニ含有スル「キニーネ」シニコニデン及硫酸キニーネノ「グラム」量

旋光度	キニーネ	シニコニ	硫酸キニーネ	旋光度	キニーネ	シニコニ	硫酸キニーネ
5°29'	—	0,7968	—	6°4'	0,1376	0,6586	0,1851
.30'	0,003931	0,7927	0,005289	.5'	,1416	,6546	,1904
.31'	,007861	,7886	,01058	.6'	,1454	,6507	,1957
.32'	,01180	,7848	,01587	.7'	,1494	,6468	,2010
.33'	,01572	,7809	,02115	.8'	,1533	,6428	,2063
.34'	,01965	,7769	,02644	.9'	,1572	,6389	,2115
.35'	,02359	,7731	,03174	.10'	,1612	,6349	,2169
.36'	,02752	,7690	,03702	.11'	,1651	,6310	,2221
.37'	,03145	,7650	,04232	.12'	,1690	,6270	,2275
.38'	,03538	,7612	,04760	.13'	,1730	,6232	,2328
.39'	,03931	,7571	,05289	.14'	,1769	,6191	,2380
.40'	,04324	,7532	,05809	.15'	,1808	,6151	,2433
.41'	,04718	,7494	,06348	.16'	,1848	,6112	,2486
.42'	,05109	,7454	,06876	.17'	,1887	,6073	,2539
.43'	,05503	,7415	,07404	.18'	,1926	,6034	,2592
.44'	,05896	,7374	,07934	.19'	,1965	,5994	,2644
.45'	,06290	,7335	,08463	.20'	,2004	,5955	,2698
.46'	,06682	,7297	,08993	.21'	,2044	,5916	,2751
.47'	,07076	,7256	,09521	.22'	,2084	,5876	,2803
.48'	,07469	,7218	,1005	.23'	,2122	,5837	,2856
.49'	,07861	,7178	,1058	.24'	,2163	,5797	,2909
.50'	,08254	,7139	,1111	.25'	,2202	,5758	,2962
.51'	,08648	,7099	,1163	.26'	,2241	,5719	,3015
.52'	,09040	,7060	,1216	.27'	,2280	,5679	,3068
.53'	,09434	,7020	,1270	.28'	,2319	,5639	,3121
.54'	,09836	,6981	,1322	.29'	,2359	,5601	,3174
.55'	,1022	,6940	,1375	.30'	,2397	,5560	,3226
.56'	,1061	,6901	,1429	.31'	,2437	,5521	,3281
.57'	,1101	,6861	,1481	.32'	,2477	,5481	,3332
.58'	,1140	,6822	,1534	.33'	,2516	,5443	,3386
.59'	,1180	,6782	,1587	.34'	,2555	,5403	,3438
6° 0'	0,1219	0,6744	0,1640	.35'	,2594	,5363	,3490
.1'	,1258	,6704	,1692	.36'	,2634	,5323	,3544
.2'	,1297	,6665	,1746	.37'	,2673	,5284	,3596
.3'	,1337	,6625	,1799	.38'	,2712	,5245	,3650

旋光度	キ ニ ー ネ	シンコニゲン	硫酸キニーネ	旋光度	キ ニ ー ネ	シンコニゲン	硫酸キニーネ
6°39'	0,2752	0,5206	0,3702	7°14'	0,4128	0,3825	0,5554
.40'	,2791	,5166	,3756	.15'	,4167	,3786	,5607
.41'	,2830	,5126	,3808	.16'	,4207	,3746	,5659
.42'	,2869	,5088	,3861	.17'	,4245	,3707	,5712
.43'	,2909	,5048	,3913	.18'	,4285	,3667	,5765
.44'	,2948	,5008	,3968	.19'	,4324	,3628	,5819
.45'	,2987	,4969	,4020	.20'	,4363	,3588	,5870
.46'	,3027	,4929	,4072	.21'	,4402	,3549	,5924
.47'	,3066	,4890	,4126	.22'	,4442	,3510	,5978
.48'	,3106	,4851	,4178	.23'	,4481	,3470	,6030
.49'	,3145	,4811	,4232	.24'	,4521	,3431	,6082
.50'	,3184	,4772	,4285	.25'	,4560	,3391	,6137
.51'	,3223	,4733	,4337	.26'	,4599	,3352	,6189
.52'	,3263	,4692	,4390	.27'	,4638	,3313	,6141
.53'	,3302	,4654	,4443	.28'	,4677	,3273	,6294
.54'	,3341	,4614	,4495	.29'	,4718	,3233	,6348
.55'	,3381	,4575	,4548	.30'	,4756	,3195	,6400
.56'	,3420	,4535	,4602	.31'	,4796	,3155	,6454
.57'	,3459	,4495	,4655	.32'	,4835	,3116	,6506
.58'	,3498	,4457	,4708	.33'	,4874	,3076	,6558
.59'	,3538	,4417	,4760	.34'	,4914	,3037	,6612
7° 0'	0,3577	0,4377	0,4812	.35'	,4953	,2997	,6665
. 1'	,3616	,4338	,4866	.36'	,4992	,2958	,6717
. 2'	,3656	,4298	,4919	.37'	,5031	,2918	,6770
. 3'	,3695	,4259	,4972	.38'	,5071	,2878	,6823
. 4'	,3735	,4220	,5024	.39'	,5110	,2839	,6876
. 5'	,3774	,4180	,5078	.40'	,5150	,2800	,6929
. 6'	,3814	,4141	,5131	.41'	,5188	,2761	,6982
. 7'	,3852	,4102	,5183	.42'	,5229	,2720	,7036
. 8'	,3891	,4061	,5235	.43'	,5267	,2681	,7087
. 9'	,3931	,4023	,5289	.44'	,5307	,2642	,7141
.10'	,3970	,3983	,5342	.45'	,5346	,2602	,7193
.11'	,4010	,3944	,5395	.46'	,5386	,2564	,7246
.12'	,4049	,3904	,5448	.47'	,5425	,2524	,7300
.13'	,4088	,3865	,5500	.48'	,5464	,2484	,7352

旋光度	キニーネ	シンヨニゲン	硫酸キニーネ	旋光度	キニーネ	シンヨニゲン	硫酸キニーネ
7°49'	0,5503	0,2445	0,7404	8°21'	0,6761	0,1183	0,9097
.50'	,5543	,2405	,7457	.22'	,6800	,1144	,9149
.51'	,5582	,2367	,7511	.23'	,6839	,1104	,9202
.52'	,5620	,2327	,7563	.24'	,6879	,1065	,9255
.53'	,5661	,2288	,7617	.25'	,6918	,1025	,9309
.54'	,5701	,2248	,7670	.26'	,6958	,09858	,9363
.55'	,5740	,2209	,7723	.27'	,6997	,09464	,9414
.56'	,5779	,2169	,7775	.28'	,7037	,09069	,9469
.57'	,5819	,2129	,7829	.29'	,7076	,08676	,9521
.58'	,5857	,2090	,7881	.30'	,7115	,08281	,9574
.59'	,5893	,2050	,7937	.31'	,7155	,07886	,9627
8° 0'	0,5936	0,2011	0,7987	.32'	,7194	,07494	,9681
. 1'	,5974	,1972	,8039	.33'	,7233	,07099	,9731
. 2'	,6015	,1932	,8093	.34'	,7273	,06704	,9786
. 3'	,6053	,1892	,8145	.35'	,7311	,06310	,9837
. 4'	,6092	,1854	,8198	.36'	,7350	,05916	,9891
. 5'	,6132	,1814	,8250	.37'	,7391	,05521	,9945
. 6'	,6172	,1774	,8305	.38'	,7430	,05126	,9997
. 7'	,6212	,1736	,8358	.39'	,7469	,04733	1,005
. 8'	,6250	,1696	,8410	.40'	,7508	,04338	1,010
. 9'	,6290	,1656	,8463	.41'	,7548	,03944	1,016
.10'	,6328	,1617	,8515	.42'	,7588	,03549	1,021
.11'	,6368	,1578	,8569	.43'	,7626	,03155	1,026
.12'	,6407	,1538	,8622	.44'	,7665	,02761	1,031
.13'	,6446	,1498	,8674	.45'	,7705	,02367	1,037
.14'	,6486	,1459	,8728	.46'	,7745	,01972	1,042
.15'	,6525	,1420	,8780	.47'	,7784	,01578	1,047
.16'	,6564	,1380	,8833	.48'	,7823	,01183	1,053
.17'	,6604	,1341	,8886	.49'	,7861	,007878	1,058
.18'	,6643	,1301	,893	.50'	,7902	,003944	1,063
.19'	,6682	,1262	,8991	.51'	,7941	—	1,069
.20'	,6722	,1223	,9044				

第三表

90
100 = W
ノ 値ヲ算出スル表

水分	水分ノ十分数									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
5	0,947	0,948	0,949	0,950	0,951	0,95	0,953	0,954	0,955	0,956
6	0,957	0,958	0,959	0,961	0,961	0,962	0,964	0,964	0,966	0,967
7	0,968	0,969	0,970	0,971	0,972	0,973	0,974	0,975	0,976	0,977
8	0,978	0,979	0,980	0,981	0,982	0,983	0,985	0,986	0,987	0,988
9	0,989	0,990	0,991	0,992	0,993	0,994	0,995	0,996	0,998	0,999
10	1,000	1,001	1,002	1,003	1,004	1,006	1,007	1,008	1,009	1,010
11	1,011	1,013	1,014	1,015	1,016	1,017	1,018	1,019	1,021	1,021
12	1,023	1,023	1,025	1,026	1,028	1,028	1,030	1,030	1,032	1,033
13	1,035	1,035	1,037	1,038	1,040	1,040	1,042	1,042	1,044	1,045
14	1,047	1,047	1,049	1,050	1,052	1,052	1,054	1,055	1,056	1,058
15	1,059	1,060	1,061	1,063	1,064	1,065	1,066	1,068	1,069	1,070
16	1,071	1,073	1,074	1,075	1,076	1,077	1,079	1,080	1,081	1,082
17	1,084	1,085	1,086	1,087	1,089	1,091	1,092	1,093	1,095	1,096

大正十二年八月廿一日印刷

大正十二年八月廿五日發行

內務省衛生試驗所

印刷者

西 脇 嘉 市

東京市京橋區北槇町九番地

印刷所

一 成 社

東京市京橋區北槇町八番地
電話京橋八一三番