



衛生試験所彙報

第三十二號

內務省衛生試験所

昭和三年三月

緒 言

本號は特に衛生事項に關する研究及調査成績を収録
せるものなり

昭和三年三月

目 次

| | | | |
|-----|---|------------------|--------|
| 1. | 米糠中の抗神経炎ビタミン及びビオス性成分に に関する研究..... | 衣 笠 豊 | 頁 1 |
| 2. | リヒト(樹脂酸蒼鉛)の毒力に関する調査報告..... | 久保田 實 外 三 名 | 105 |
| 3. | 牛乳中の脂肪含量検定法比較試験成績報告..... | 衣 笠 豊 外 三 名 | 117 |
| 4. | チタノックスの毒性に関する調査報告..... | 久保田 實 野 添 英 夫 | 133 |
| 5. | デリス石鹼の毒力調査報告..... | 久保田 實 外 三 名 | 135 |
| 6. | フルアクリル酸並バラアミドアツォベンツォール外數 種藥物の醬油に對する防腐効力試験成績報告..... | 衣 笠 豊 服 部 安 藏 | 147 |
| 7. | フルアクリル酸並桂皮酸の毒力に関する調査報告..... | 久保田 實 一ノ倉 英二郎 | 161 |
| 8. | 水の鹽素消毒と菌量の問題に就て..... | 佐 藤 徠 作 | 165 |
| 9. | 市販乳酸菌製劑の細菌學的試験報告..... | 佐 藤 徠 作 外 四 名 | 173 |
| 10. | クレゾール石鹼液の消毒力に就て..... | 佐 藤 徠 作 外 三 名 | 233 |
| 11. | クレゾール石鹼液の品質に就て..... | 今 野 運 治 大 竹 德 | 259 |
| 12. | 酒精性飲料並藥局方製劑中メチールアルコールの試 驗法に就て..... | 衣 笠 豊 外 二 名 | 267 |
| 13. | 歐文抄録 | | |

衛生試験所彙報

第三十二號

米糠中の抗神經炎ビタミン及びビオス 性成分に関する研究 (ビタミン研究第四報)

技 師 衣 笠 豊

目

- 第一編 緒 論
- 第二編 米糠中のビタミンB性物質の鉛化合物
に関する研究
 - 第一章 米糠中の有効成分を酸性白土に吸着せしめたるものを以てせる研究
 - 第一節 有効成分吸着酸性白土の製出に就て
 - 第二節 酸性白土吸着成分の弱酸性に於ける鉛沈澱除去後其母液より得たる有効成分の燐ウォルフラム酸沈澱のアセトンに對する溶解度に就て
 - 第三節 酸性白土吸着成分の弱アルカリ性に於けるバリット鉛沈澱の母液に就て
 - 第四節 酸性白土吸着成分の弱アルカリ性に於けるバリット鉛沈澱に就て
 - 第五節 有効成分の酒精に對する溶解度に就て
 - 第二章 米糠の水浸エキスを酒精にて精製せるものを以てせる研究(其の一)
 - 第一節 米糠の酒精精製エキスより得たるバリット鉛沈澱の母液に就て
 - 第二節 バリット鉛沈澱の乾燥保存による有効成分の變質に就て
 - 第三章 米糠の水浸エキスを酒精にて精製せるものを以てせる研究(其の二)
 - 第一節 有効成分のバリット鉛沈澱の製出及其處理に就て

次

- 第二節 バリット鉛沈澱の濾液に就て
- 第三節 バリット鉛沈澱分解液より燐ウォルフラム酸沈澱を分別せる濾液に就て
- 第四節 各フラクチオンに於ける製品の動物試験
- 第四章 總 括
- 第三編 硫酸水銀應用に據る米糠中の抗神經炎ビタミン及其他の附隨成分の研究
 - 第一章 米糠の水浸エキスを酒精にて精製したるものより得たる硫酸水銀沈澱の研究
 - 第一節 硫酸水銀沈澱法に就て
 - 第二節 鉛糖沈澱物の處理に就て
 - 第三節 鉛醋沈澱物の處理に就て
 - 第四節 鉛醋沈澱の濾液に就て
 - ビタミンフラクチオン製品のピクラート及ピクロ、ナートに関する研究
 - 一、ピクラートの研究 其の一
 - 二、ピクラートの研究 其の二
 - 三、ピクラートの研究 其の三
 - 四、ピクロ、ナートの研究 其の一
 - 五、ピクロ、ナートの研究 其の二
 - 第二章 硫酸水銀沈澱の濾液の研究
 - 第一節 硫酸水銀沈澱の母液の處理に就て
 - 第二節 無水酒精可溶燐ウォルフラム酸沈澱の處理に就て
 - 第三節 アセトン可溶燐ウォルフラム酸沈澱

の處理に就て
 ビオスフラクチオン製品に関する研究

第四節 アセトン不溶燐ウオルフラム酸沈澱の處理に就て

一、アセトン水可溶沈澱
 二、アセトン水不溶沈澱

第五節 燐ウオルフラム酸沈澱の母液の處理に就て

第三章 總括

第四編 米糠中に於ける各成分の沈澱並に呈色反應に関する研究

第一章 緒言
 第二章 試験方法
 第三章 試験成績

第一節 バリット鉛法を應用して各フラクチオンに分別せるもの
 第二節 硫酸水銀を應用して各フラクチオンに分別せるもの

第四章 總括

第五編 米糠中に於ける各成分の酵母の醱酵作用促進性に関する研究

第一章 緒言

第二章 硫酸水銀應用による各フラクチオン製品の醱酵促進作用に就て

第一節 各フラクチオン製品の 50,000 分 1 含有溶液を以てせる試験
 第二節 ヴィタミンフラクチオン及びビオスフラクチオンに於ける製品の 100,000 分 1 乃至 2,000,000 分 1 含有溶液を以てせる試験
 第三節 ヴィタミンフラクチオン製品のピクラーを以てせる試験
 第四節 ヴィタミンフラクチオン製品のピクロ、ナートを以てせる試験
 第五節 ビオス性成分の加熱による影響試験
 第六節 ビオス性成分の強アルカリ性に於ける加熱による影響試験

第三章 バリット鉛法を應用して分別せる各フラクチオンに於ける製品の醱酵促進作用に就て

第四章 總括

第六編 研究成績の要項
 文獻

第一編 緒論

1911年フンク氏によりてヴィタミン發見せられてより以來既に 10 數年を閲みし此間東西幾多の學者により研鑽發表せられたる業績は實に汗牛充棟も當ならず其種類も亦 A. B. C. D. E 等數種を算するに至れりと雖も各種ヴィタミン共に未だ其本體究明せらるゝに至らず今尙ほ朦朧として捕捉し難く只僅に其生理的作用によりて之れが存在を確認し得るに過ぎざるの狀況なるは斯界の爲め遺憾の極みならず共に又一面此等物質の研究たる如何に至難なるかを想像せしむるに足るべし而して抗神經炎ヴィタミン或は水溶性ヴィタミンBに就きて從來の文獻を按ずるに之れが抽出方法としては大體に於て次の數種に類別し得べし

1. 燐ウオルフラム酸沈澱法 フンク¹⁾, 鈴木博士²⁾を始め諸多の學者によりて採用せられたる方法にして即ち酵母, 米糠等の原料物質を其儘或は脱脂後酒精又は木精にて冷浸又は温浸し浸出エキスの水溶液をエーテルと共に振盪しエーテル可溶分を除き直に或は尙ほ鉛糖又は鉛醋を以て不純物を除きたる後硫酸酸性に於て燐ウオルフラム

酸を以て有効成分を沈澱せしめ次に之をバリット等にて分解し抽出す

2. 銀分割沈澱法 前記燐ウールフラム酸沈澱より有効成分を分離せしめたる後更に銀分割沈澱法を施しヒスタマンフラクチオンに移行するものを收得する方法にしてフンク氏¹⁾を始め多くの學者の採用せられたるものなり、フンク氏等は更に之れが精製法として昇汞、硫酸水銀、ピクリン酸等を應用し鈴木博士²⁾は銀沈澱法に代はるにタンニン酸沈澱法を以てし次に之をピクラートとして精製せり尙ほエディー氏等³⁾は燐ウールフラム酸を用ひず直ちに銀分割沈澱法を採用せり

3. フーラーズ、アース吸著法 シーデル氏⁴⁾の發案せる方法にして本法は酒精其他普通施行し得べき方法によりては比較的除別し難き糖類、有機酸及其他多くの夾雜物を最も容易に除別し得るの特徴を有しビタミン濃縮精製方法として最も有力なるものなり然りと雖も吸著土よりビタミン分離に際しては其一部損失を免れざるとビタミン以外の鹽基性物質及色素等も亦共に吸著せらるゝの缺點ありシーデル氏⁵⁾は吸著土をバリット等の強鹽基を以て處理しビタミンを分離せしめたる後鉛糖にて不純物を除き銀沈澱法を施し最後にピクラート⁶⁾として精製せり

4. 酒精による分割沈澱法 オスボルン及ウエークマン氏⁷⁾の酵母に應用したる方法にして醋酸々性浸出液に酒精を加へ種々の濃度に於て分割沈澱を行ふにあり

5. エーテル又はアセトン沈降法 酒精又は木精浸出液にエーテル¹⁰⁾又はアセトン¹¹⁾を加へて有効成分を沈降せしむる方法

6. ドラゲンドルフ試薬による沈澱法 ホフマイステル氏等¹²⁾の應用せる方法にして米糠の酒精浸出エキスに弱アルカリ性に於て該試薬を加へコリンフラクチオンに屬する不純物を除きたる後鹽酸々性に於て試薬を追加し以て有効成分を沈澱せしめ鹽酸鹽又は金鹽として精製せり

7. 氷醋酸浸出法 レグティン、マッコールム及シモンズ氏等¹³⁾の施行せる方法にして同氏等は氷醋酸を以て有効なるビタミンB浸出劑となし其浸出液にエーテルを加へて不純物を沈澱せしめて精製し粉末狀のものを得たり

8. 鉛醋、バリット沈澱法並にシリカ吸著法 レグティン及ホーヴエン兩氏¹⁴⁾の方法にして先づオスボルン、ウエークマン兩氏に従ひ酒精による分割沈澱法を施したる

後有効成分を水に溶かし之に鉛醋を加へて沈澱せしめ之を硫酸にて分解し鉛を除き濾液に飽和バリットを加へて沈澱せしむるにあり、シリカ吸着法は前記有効成分の酒精沈澱の水溶液に PH5 に於てシリカゲルを加へ之に吸着せしむ

9. ノリット吸着法 エッヂー氏等¹⁵⁾はビタミンをノリットの如き植物炭に吸着せしめ次に之を氷醋酸を以て分解せしめ又ペーターズ氏¹⁶⁾は醋酸々性にてノリットに吸着せしめ次に之を鹽酸々性 50% 酒精にて温浸し遊離せしめたり

フンク氏¹⁷⁾は前記の方法により米糠中より融點 233° を有する針狀晶の有効成分(鳩の白米病に對し 20-40 mg にて有効)を抽出し其組成を $C_{17}H_{20}O_9N_2$ となしピリミチン型に屬する物質即ち $\begin{matrix} \text{NH-CO-NH} \\ | \\ \text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_6 \end{matrix}$ とせられ次に¹⁸⁾米糠の酒精エキスを硫酸にて加水分解を施したる後前記と同様に處理したるに等しく融點 233° の針狀物質を得たるも本品は $C_{26}H_{26}N_4O_9$ の組成を有し殆どニコチン酸の夫れと一致せるを認め本物質單獨にては殆ど効果なかりき、同氏¹⁷⁾は酵母の酒精エキスを硫酸にて加水分解を施したる後前記と同様に處理し以てヒスチンフラクチオンより融點 233° を有する針狀晶の有効物質(鳩に對し 20-40 mg にて有効)を抽出し更に多量の原料を處理し融點 210° を有する粗ビタミン(4-8 mg にて有効)を得之を精製し (1) $C_{24}H_{19}O_9N_5$ (融點 229°) (2) $C_{26}H_{21}O_9N_5$ (融點 223°) (3) $C_{20}H_{23}O_9N_5$ (融點 222-223°) 及ニコチン酸 $C_6H_5O_2N$ (融點 235°) を分離し之等の成分は何れも單獨にて殆ど效力なく(2)なる物質 3-5mg 及ニコチン酸 2mg を與ふれば有効なることを驗知せり^{18) 19)} 尙ほフンク氏¹⁷⁾は酵母の酒精エキスを加水分解を施さるときは有効成分はヒスチンフラクチオンに移行せざるを認め従つて酵母中のビタミンは遊離せず結合状態に於て存在するものと推定せり

エッヂー氏等⁴⁾は酵母を原料としヒスチンフラクチオンより有効成分として $C_7H_{17}N_2O_5$ 或は $C_7H_{16}NO_2(HNO_3)$ なる羽毛狀晶をなす物質を分離しトリメチールアミン圈を有するを以て其化學式は $(CH_3)_3N \cdot C_4H_7O_2 \cdot HNO_3$ なるべきを想像せり

ホフマイステル氏等¹²⁾は有効成分の鹽酸鹽 $C_5H_{11}O_2N \cdot HCl$ (柱狀晶, 融點 240°) 及金屬鹽 $C_5H_{11}NO_2 \cdot HCl \cdot AuCl_3$ (柱狀晶, 融點 277°) を抽出し其性状に鑑みピリヂン及ビペリヂン屬に關係するものゝ如く或はデヒドロキシビペリヂンならんと想定せり然れども之を精製するに従ひ終に其効力を消失せり

シーデル氏⁸⁾は麥酒酵母より有効成分の結晶性ピクラートとして融點 160° 及 202° を有し共に $C_6H_{13}O_2N_3$ 、 $C_6H_5O_7N_3$ なる集成を有する物質を分離し前者は効力最も顯著にして鳩の白米病豫防に對し日々2mgにて有効なりとせらる

ボウマン及キー兩氏²¹⁾は最近マング豆 (Mung bean)を前記第一法に於けると同様の方法に従ひて處理し融點 320° を有する針狀晶の有効物質 (鳩の白米病に對し3mgにて有効)を抽出せりと言ふ

佐橋佳一氏²²⁾は米糠より得たる粗オリザニンの加水分解成績體 β 酸の昇華生成物たる2,6デオキシヒノリン $C_9H_7NO_2$ の鳩の多發神経炎に効果あるを認め之より米糠の有効成分中少くとも神経炎性物質に屬すべきものゝ1母體は2,6,デオキシヒノリン或は其分子内互變異性體が中核たるべきを推定せり

ヂャンセン及ドナト兩氏²³⁾は極めて最近に1日0.01mgの量に於て鳩の白米病を豫防し得べき結晶性有効物質の抽出に成功せりと云ふ

ウィリアムス氏^{24) 25) 26)}は從來諸多の學者によりて抽出せられたる有効物質中ピリヂン様物質及ベンツォール核中水酸基を有する物質の存在を想像せしめたるを以て人工的に種々のヒドロキシピリヂン化合物を製出し之に就き鳩に對する効力を試験したるにベタオキシピリヂン, ベタメチールピリドン及4, フェニールイソチトシンは稍効果あることを認めたり

以上は抗神経炎ビタミン及水溶性ビタミンBの本質に関する文獻中主要のものを摘録せるものなり

著者も亦數年以前より米糠中ビタミンB性成分の研究に志し先づ之れが浸出法として酒精, 木精及水を用ひ比較試験の結果水浸法の最も適當せるを驗知せり蓋し米糠中のビタミン含量は比較的僅微にして之れが研究には極めて多量の原料を要するを以て本品の如き容積膨大なる物質に對しては先づ水浸法を行ひ其水浸エキスを更に酒精又は木精を以て浸出するを以て最も合理的なるを認めたり次に更に精製抽出方法としては可及的酸, アルカリ等の化學的刺戟劑を避け前記酒精性浸液よりアセトン又はエーテル沈降法を施し更にピクラートを形成せしめ之を分解遊離せしめたるものは0.01gを以て鳩の白米病に對し有効なることを確證し得たり又米糠の水浸液に本邦産酸

性白土を加へて吸著せしめ次に之をバリット等にて分解し有効成分を遊離せしめ次に之をピクラートとして精製しエーテル沈降法に於けるものと全く同一程度の有効物質を得たり然れども前記ピクラートは未だ單純物質なるを得ざりき、以上は著者が第1²⁷⁾及第2²⁸⁾回報告に於て發表せしものゝ一部なり

從來鉛糖及鉛醋はビタミンの水溶液より夾雜物除去の爲め最も多く應用せられ酸性又は中性反應に於て之を使用するときは有効成分を沈澱することなきは文獻の示す所にして著者も亦之を實證し第1回報告²⁷⁾に於て發表せり而して米糠の水浸液又は酒精等の浸出エキスを鉛糖、鉛醋を以て處理したる後更にアムモニア性鉛糖液又は過剰の鉛糖或は鉛醋を加へたる後バリット等の強鹽基を加ふるときは類黄色の沈澱を析出し其濾液は著しく淡色となるを認む此場合有効成分は鉛と共に沈澱するものなるや將た濾液中に残留するものなりや興味ある問題(當時レヴィーン氏等¹⁰⁾の報告なき以前なり)にして殊に酸性白土吸著法に於ては吸著土をバリットにて分解し有効成分を遊離せしめたるアルカリ性の溶液に鉛糖又は鉛醋を加ふるときは類黄色の沈澱を生じ其濾液は殆ど無色となるを以て若し此際不純物のみ沈降すとせば本操作によりて極めて容易に精製の目的を達し得べきを思ひ其濾液より鉛、バリット等を除き燐ウオルフラム酸を以て沈降せしめ其乾燥せるものを純アセトンで以て處理し可溶及不溶兩部分に分ち兩者に就き夫々銀分割沈澱法を施し精査したるに何れも有効ならず依て前記の鉛沈澱につき之を試験したる結果以外にも有効成分は悉く該沈澱中に移行せるを確證し得たり即ち之を硫酸にて分解したる後燐ウオルフラム酸にて沈澱せしめ之を乾燥の後純アセトンにて浸出するに有効成分は殆ど全くアセトン可溶分中に移行し之を分解し酒精に溶取しエーテルにて沈降せしむるときは鳩の白米病に對し5mg程度にて有効なる物質を得たりフンク氏²⁹⁾に従へば酵母より得たる有効成分の燐ウオルフラム酸沈澱は純アセトンには殆ど溶解せず其可溶分は全く無効物質とせられたるを以て著者も亦同氏に準據し米糠より得たるものにつきアセトンを以て處理したるに燐ウオルフラム酸沈澱中着色せるものは悉くアセトン中に溶解し殘渣は類白色となり大ひに精製の目的を達し得たるが如き外觀を呈するも事實は然らず鳩に對して殆ど無効にして有効成分はアセトン可溶分中に包含せらるゝを確證し得たりホフマイステル氏等¹²⁾が抽出せ

るビタミンB性成分も亦其燐ウオルフラム酸化合物はアセトンに可溶なることを示し著者の成績と一致せり但し前記の如く豫め鉛沈澱法又は後述の硫酸水銀沈澱法を施すことなく直ちに燐ウオルフラム酸沈澱法を行ひたるものにつきアセトンを以て処理するときは多量の夾雑物の爲めに有効成分による沈澱のアセトン浸出不完全にしてアセトン不溶分も亦有効なる場合多し而してデアミノ酸及諸多の含窒素物質の燐ウオルフラム酸化合物はドラモンド氏³⁰⁾の研究に従へばプリン鹽基の外多くはアセトンに易溶なるを以て本操作によりてプリン鹽基及カリ、アムモニア等の無機鹽基による沈澱を除別し得べきを思考せしむ

硫酸水銀はマイヤー及フォグトリン兩氏³¹⁾並にペーターズ氏¹⁶⁾其他多くの學者によりてビタミンBの抽出精製に際し不純物質除去の目的に使用せられ硫酸水銀による沈澱に屬するものは何れも無効とせられ且つヒスチバン、カルノジン及プリン鹽基等は硫酸酸性に於て硫酸水銀によりて沈澱せらるゝは既知の事實なるを以て著者は米糠の水浸エキスを更に酒精にて精製したるものにつき直ちに此硫酸水銀を應用して不純物を除却し其濾液につき順次に燐ウオルフラム酸沈澱法、該沈澱のアセトン處理法、及銀分劃沈澱法を施し以てヒスチバンフラクチオンに移行するものを精査せば純度高き有効物質を收得すべきを期待したるに事實は全く豫期に反し硫酸水銀沈澱の母液より得たる各フラクチオンに屬するものは何れも鳩に對し無効にして有効成分は悉く硫酸水銀沈澱中に移行し之より水銀を除き鉛糖、鉛醋を以て處理したる後銀分劃沈澱を行ひたるに其ヒスチバンフラクチオンに於ける成分は鳩の特異疾病に對し 5mg にて有効にして之より得たるピクラートは $C_{19}H_{32}O_7N_5 \cdot C_6H_3O_7N_3$ の組成を有し 198° に熔融し病鳩に對し 5mg にて確實に奏効す又之よりピクローナ、トとして融點 204° $C_{19}H_{40}O_7N_5 \cdot C_{10}H_3O_3N_4$ の組成を有する無晶形物質及 $C_{14}H_{20}O_{10}N_5 \cdot C_{10}H_3N_4O_5$ に該當する針狀晶の物質を得たり兩者共に 5mg にて有効なり、從來有効成分の結晶性ピクラートとして收得せるは鈴木博士³²⁾を以て嚆矢となすも同博士の得たるものは微量にして其融點組成等闡明せらるゝに至らずシーデル氏³³⁾の酵母より得たることは既に上述の如し著者は結晶性ピクラートを得んことを努めたるも終に之を得るに至らざりき然りと雖も著者の得たる無晶形ピクラートは其鳩に對する効力はシーデル氏の夫れに殆ど匹敵

し得べきものなることを思惟す、從來有効成分のピクロ、ナートを得たる報告は未だ嘗つて之を聞かずフレンケル氏等³²⁾はピクロ、ン酸を以て夾雑物除去の目的に使用せり故に著者も亦同氏に従ひ精製の目的を以て之を應用したるに其ピクロ、ナートを分別したる後殆ど純白色の物質を得たるも鳩に對して全く無効にして有効成分は全部ピクロ、ナートを形成せるを確め得たり、前記の純白色物質は鳩に對しては無効なるも酵母の醱酵促進作用極めて強力にして 4,000,000 分 1 乃至 8,000,000 分 1 の如き極めて稀薄の溶液に在りても尙ほよく促進作用を呈するを認めたり而して硫酸水銀沈澱母液より得たる 麟ウ、ルフラム酸沈澱のアセトン可溶分中ヒスチマンフラクチオンに屬する成分も亦鳩に對しては無効なるも酵母の醱酵促進作用極めて強盛にして 4,000,000 分 1 以上の稀薄溶液に於て尙ほよく促進す之に就きピクラート及ピクロ、ナートの製出を試みたるも之を形成せず寧ろ本操作によりて精製せられたるを認めたり即ち著者は最も純粹なる最も強力のプロオス性物質を分離し得たるものと確信するものにして之等プロオス性物質に關しては後章に於て詳論すべきを以て茲に之を省略す

前記有効成分の硫酸水銀沈澱の析出は長時間を要し試薬注加後直ちに析出するものは多くの場合汚褐色を呈し漸次黄褐色、類黄色の沈澱を析出するに至る故に前記の諸學者が硫酸水銀沈澱の不純物とせられたるものは蓋し極めて短時間内に析出するものなるべく其濾液は著しく淡色となり精製の目的を達し得べく之に更に試薬を追加して長時間放置し以て沈澱の析出を完結せしむるときは最も良好の結果を得べきを確信す

著者は前記硫酸水銀沈澱法の應用と同時に別に米糠の水浸エキスを酒精にて精製せるものを以て前記酸性白土吸著製品に於けると同様にバリット鉛沈澱法を應用し麟ウ、ルフラム酸沈澱のアセトン可溶分よりエーテル沈降法を施し精製せるものを更に硫酸水銀を用ひて精製を試みたるに前記と全く同様に有効成分は硫酸水銀沈澱中に移行せるを認めたり尙ほ著者は其バリット鉛沈澱に屬するもの、内麟ウ、ルフラム酸沈澱のアセトン可溶分中より融點 320° の板狀結晶 ($C_{10}H_8NO_4$) を分離し得たり本物質は鈴木博士の β 酸の性状に酷似し鳩に對しては無効なるも酵母に對しては著しく有力なり更にバリット鉛沈澱の母液より麟ウ、ルフラム酸沈澱を濾別したる殘液よりも黄色無晶

形の物質（融點 320° ）を抽出し之を2%鹽酸を以て加水分解を施すときは美麗なる黄色の針狀晶を析出し其濾液は銅溶液を還元するも之れより糖類を確證する能はざりき

叙上の如くフンク氏を始め東西幾多の學者が從來施行し來れるビタミンBの抽出方法は有効成分を燐ウオルフラム酸化合物として沈澱せしめ次に銀分劃沈澱法を施しプリンフラクチオンを除きたる後ヒスチンフラクチオンに屬する者を收得するを以て普通とし殊に銀分劃沈澱法を行ふを以て最も優秀の效果ある精製方法とせらるゝが如しと雖も著者の研究によれば必しも然らず即ち前記硫酸水銀沈澱法の應用に際しては該沈澱に移行する成分中鉛糖及鉛醋沈澱並に硫酸水銀沈澱の母液より得たる燐ウオルフラム酸沈澱の無水アセトン及含水アセトン可溶分並其不溶殘渣につきても悉く銀分劃沈澱法を施し其ヒスチンフラクチオンに於けるものを精査したるに何れも鳩に對し無効にして不純物なることを確證し得たり故に銀フラクチオン法を行ふに當りては前述の白土吸著法及バリット鉛沈澱法並に硫酸水銀沈澱法の如き合理的豫備操作を施すにあらざれば多量の不純物隨伴移行し到底其目的を遂行し得ざるべし况んや燐ウオルフラム酸を使用することなく直ちに銀フラクチオン法のみを應用せんとする場合に於ては益々然りとなすべし

以上の如く著者は専ら米糠中の抗神経炎ビタミンに就きて研究を施したるものにして各フラクチオン於て分離せる各物質の鳩の白米病に對する治療的効果の判定に對しては大體に於てフンク氏の方法に準據し鳩の白米飼養に際し其體重約3分1を減し體温著しく下降し羽毛麻痺狀を呈し或は脚部に障礙を來たして床上に自立不能となり或は全身痙攣を生じ又は頸部強直苦悶狀態に陥りたるものに可檢物質を筋肉注射により又は經口的に之を給與したる場合此等の特異症狀治癒し其體温急速に著しく上昇して元氣を恢復し其外觀殆ど健康狀態の時と異なる處なきに至り一日一回又は隔日一回の給與によりて約一週間之を経續するに體温を維持し且つ其體重も漸次増加を來たし或は少くとも之を維持せしむる場合始めて可檢物を有効物質となし斯くして鳩の體温及體重維持に必要な最少量を以て該物質の有効量と見做せり、偶々鳩の特異症狀を治癒せしむるが如きも數日經過後斃死するが如き場合に於ては著者は之を以て有効確實

なるものと認めざりき而して鳩の白米病の試験に際しては細谷、黒屋兩氏³⁵⁾の施行せる如く體重と共に其體温を検することは最も緊要の事項なりと信ず

ヴィタミンB性成分の沈澱及呈色反應に關しては諸學者によりて多少見解を異にして未だ精確なる特異反應と認むべきものなし之れ其本體の闡明せられざる今日に於ては寧ろ當然の事と謂ふべし著者は硫酸水銀應用による研究に於て約 60 箇のフラクチオンに分別せるものにつき約 20 種の各反應を試験し多少興味ある成績を得たるを以て後章に於て之を詳述すべし

著者は叙上の如く専ら米糠を原料とし研究せるものにして其資料は玄米精白によりて得たる米糠類より碎米及メンザイ（主として胚子より成るもの）を篩別せるものゝ如し而して米粒中のヴィタミンBは初め主として所謂銀皮中に包含するものとせられたるもマッコラム氏等³⁴⁾は専ら其胚子中に含有することを發見しチック及ヒューム兩氏³⁵⁾も亦同一成績を得たり然れども米粒中抗神經炎ヴィタミン或は水溶性ヴィタミンBの分布状態に就きては今尙ほ研究の餘地充分存すべきを信ず、著者は最近純米胚子及胚子を含有せざる4種の米糠（精白の行程中順次に得たるもの）を入手し得たるを以て目下之れが研究中に屬す尙ほ著者は叙上の研究成績に鑑み米糠のヴィタミンを酸性白土に吸著せしめたるもの並に水浸エキスを酒精にて精製せるものを原料とし先づ鉛糖を以て不純物を除きたる後バリット鉛沈澱法次に硫酸水銀沈澱法を施し更に燐ウォルフラム酸を用ひ其沈澱の純アセトン可溶分を取り次で銀フラクチオン法を施し其ヒスチランフラクチオンに屬する成分をピクラート或はピクロ、ナートとして精製するときは化學的最も純粹の有効物質を抽出し得べきを確信するものにして之等に對しても亦目下繼續研究中に屬するを以て不日之れが成績を報告し得んことを期す

著者は本研究に於ては専ら抗神經炎ヴィタミン及びビオス性成分を主眼とせるを以て爾他の附隨成分に對しては深く之を追究せず従つて未だ盡さざる所極めて多かるべく是等に關しては他日補足せんことを期す

以上は本研究に關する要點を摘録せるものにして以下各章に分ち順次之れが成績を報告すべし

本研究に際し常に激勵せられ多大の便宜を與へられたる内務省東京衛生試験所長西

崎博士に謹んで感謝の意を表す又専ら實驗を擔當し終始献身的努力を以て研究の達成に盡碎せられたる服部安藏君に對し著者は衷心より深謝する所にして尙ほ山崎悟郎、川島祐一、宇津木剛男、堤清雄、花岡慎吉、早津清二、丸田省三郎及秋山勝治君等の實驗上助力を得たるを謝す

第二編 米糠中のビタミン B 性物質の鉛化合物に関する研究

第一章 米糠中の有効成分を酸性白土に吸著せしめたるものを以てせる研究

第一節 有効成分吸著酸性白土の製出に就て

混砂米糠 100 kg を取り 10 kg 宛を 10 箇の甕に容れ夫々 2 % 硫酸水 35 L を加へ數日間冷浸の後其上澄液を汲取し麻袋を以て漉過し透明の漉液を集め其 10 L に對し酸性白土 500 g を加へよく混攪し暫時靜置の後上澄液を分取し沈定せる白土を吸引濾過し水洗の後更に酒精にて洗滌し乾燥す（之を第 1 回吸著白土とす）次に其濾液 30 L に對し 700 g の白土を加へ同様に處理す（之を第 2 回吸著白土とす）

前記吸著白土を以て以下の各試験を施行す

第二節 酸性白土吸著成分の弱酸性に於ける鉛沈澱除去後其母

液より得たる有効成分の磷ウオルフラム酸沈澱のアセトンに對する溶解度に就て

前記第 1 回吸著白土 1.8 kg を取り其 300 g に對し飽和バリット水 2.7 L を加へ 30 分間強く振盪したる後吸引濾過し其濾液に鉛糖溶液を加へ弱酸性に於て析出する灰白色の沈澱を濾別し黄色の濾液を 5 % 硫酸にて中和し過剰の鉛を濾去し濾液を減壓濃縮して適度の濃厚液となし稀硫酸を加へて 5 % の濃度となし 5 % 硫酸に溶解せる 50 % 磷ウオルフラム酸溶液を加へ析出せる沈澱を吸引濾過し 5 % 硫酸水にてよく洗滌したる後之を陶土板上に乾燥し粉末となし純アセトンにて反復冷浸し以て可溶部分と不溶部分とに分ち可溶分は之よりアセトンを低温にて餾去したる後常法に従ひバリット水にて分解し炭酸鹽として濃縮し微弱酸性の褐色エキス 5 g を得たり、アセトン不溶分も亦同様に處理し全く中性の褐色エキス 2 g を得たり、兩製品共に乾燥の後粉末となし難し

本製品に就き鳩並に南京鼠を以てせる動物試験成績次の如し

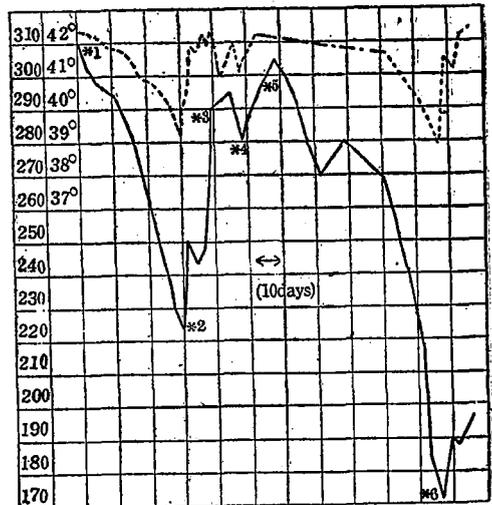
(1) 鳩を以てせる試験

A. 磷ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分

第 1 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 310 | 42.4 | *1 | 49 | 287 | 41.6 | ” | 111 | 188 | 41.3 | ” |
| 4 | 300 | 42.3 | ” | 50 | 290 | 41.8 | ” | 112 | 198 | 41.5 | ” |
| 7 | 298 | 42.0 | ” | 51 | 290 | 41.8 | ” | 113 | 207 | 42.3 | ” |
| 11 | 297 | 43.0 | ” | 52 | 287 | 41.8 | ” | 114 | 207 | 42.3 | ” |
| 14 | 283 | 41.9 | ” | 53 | 297 | 41.8 | ” | 115 | 205 | 42.4 | ” |
| 17 | 275 | 41.0 | ” | 54 | 300 | 41.8 | ” | 116 | 205 | 42.4 | ” |
| 20 | 263 | 41.0 | ” | 55 | 300 | 42.3 | *5 | | | | |
| 22 | 250 | 41.9 | ” | 56 | 300 | — | ” | | | | |
| 24 | 243 | 40.5 | ” | 59 | 305 | — | ” | | | | |
| 26 | 240 | 40.2 | ” | 62 | 300 | — | ” | | | | |
| 29 | 225 | 39.4 | *2 | 65 | 290 | — | ” | | | | |
| 30 | 250 | 41.0 | ” | 68 | 285 | — | ” | | | | |
| 31 | 247 | 41.9 | ” | 71 | 271 | — | ” | | | | |
| 32 | 245 | 41.7 | ” | 74 | 282 | — | ” | | | | |
| 33 | 245 | 41.7 | ” | 77 | 280 | — | ” | | | | |
| 34 | 245 | 41.7 | ” | 80 | 280 | — | ” | | | | |
| 35 | 245 | 41.7 | ” | 83 | 283 | — | ” | | | | |
| 36 | 275 | 42.0 | ” | 86 | 280 | — | ” | | | | |
| 37 | 265 | 41.5 | ” | 89 | 270 | — | ” | | | | |
| 38 | 260 | 42.0 | ” | 92 | 260 | 41.5 | ” | | | | |
| 39 | 290 | 42.3 | *3 | 95 | 243 | 41.0 | ” | | | | |
| 40 | 272 | 41.0 | ” | 98 | 220 | 40.9 | ” | | | | |
| 41 | 300 | 41.9 | ” | 101 | 198 | 40.1 | ” | | | | |
| 42 | 300 | 42.0 | ” | 104 | 183 | 39.0 | ” | | | | |
| 43 | 290 | 42.0 | ” | 105 | 175 | 39.0 | ” | | | | |
| 44 | 285 | 42.0 | ” | 106 | 172 | 38.8 | *6 | | | | |
| 45 | 295 | 42.0 | ” | 107 | 190 | 41.6 | ” | | | | |
| 46 | 295 | 41.5 | ” | 108 | 185 | 41.7 | ” | | | | |
| 47 | 280 | 41.0 | *4 | 109 | 188 | 40.7 | ” | | | | |
| 48 | 285 | 41.5 | ” | 110 | 180 | 41.2 | ” | | | | |

第 1 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 此期間に於ては連日前記磷ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分より製せるもの50mg宛注射す
- *3 前記注射を中止す
- *4 再び前記製品 25.0mg 宛連日注射す
- *5 前記中射を中止す
- *6 再び前記製品 12.5mg 宛連日注射す

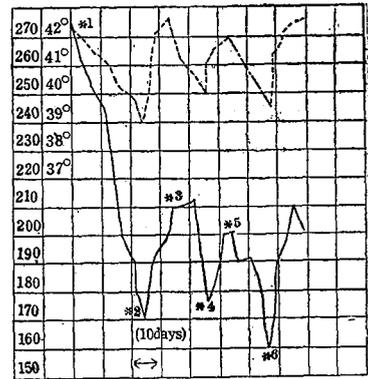
B. 磷ウォルフラム酸沈澱アセトン不溶分

第 2 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 275 | 42.3 | *1 | 14 | 220 | 40.9 | ” | 24 | 170 | 39.0 | *2 |
| 4 | 260 | 41.8 | ” | 17 | 215 | 40.3 | ” | 25 | 190 | 40.0 | ” |
| 7 | 252 | 41.6 | ” | 20 | 195 | 40.0 | ” | 26 | 195 | 41.0 | ” |
| 11 | 247 | 41.4 | ” | 22 | 175 | 39.1 | ” | 27 | 195 | 41.4 | ” |

| 日数 | 體重 | 體溫 | 摘要 | 日数 | 體重 | 體溫 | 摘要 |
|----|-----|------|----|----|-----|------|----|
| 29 | 196 | 42.1 | ” | 50 | 193 | 41.8 | ” |
| 30 | 196 | 42.1 | ” | 51 | 200 | 41.8 | ” |
| 31 | 196 | 42.2 | ” | 52 | 195 | 41.8 | ” |
| 32 | 200 | 42.3 | ” | 53 | 195 | 42.0 | ” |
| 33 | 200 | 42.5 | ” | 54 | 200 | 42.0 | ” |
| 34 | 210 | 42.5 | *3 | 55 | 200 | 42.0 | ” |
| 35 | 210 | 42.0 | ” | 56 | 200 | 42.0 | *5 |
| 36 | 210 | 41.9 | ” | 57 | 191 | — | ” |
| 37 | 205 | 41.6 | ” | 60 | 193 | — | ” |
| 38 | 210 | 42.0 | ” | 63 | 193 | — | ” |
| 39 | 210 | 41.2 | ” | 66 | 190 | — | ” |
| 40 | 205 | 41.2 | ” | 69 | 160 | 39.5 | *6 |
| 41 | 212 | 41.2 | ” | 70 | 189 | 41.3 | ” |
| 42 | 210 | 41.0 | ” | 71 | 192 | 41.3 | ” |
| 43 | 198 | 40.9 | ” | 72 | 184 | 41.9 | ” |
| 44 | 190 | 40.4 | ” | 73 | 185 | 42.1 | ” |
| 45 | 190 | 40.3 | ” | 74 | 191 | 42.4 | ” |
| 46 | 190 | 40.1 | ” | 75 | 218 | 42.4 | ” |
| 47 | 175 | 40.0 | *4 | 76 | 210 | 42.4 | ” |
| 48 | 190 | 41.7 | ” | 77 | 210 | 42.4 | ” |
| 49 | 191 | 41.8 | ” | 78 | 205 | 42.4 | ” |

第 2 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 此期間に於ては連日前記燐ウォルフラム酸沈澱アセトン不溶分より製せるもの 50mg 宛注射す
- *3 前記注射を中止す
- *4 再び前記製品 25.0mg 宛連日注射す
- *5 前記注射を中止す
- *6 再び前記製品 12.5mg 宛連日注射す

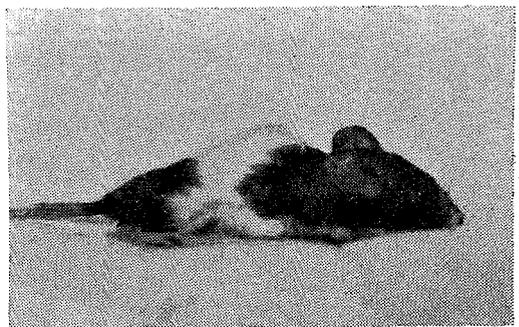
(2) 南京鼠を以てせる試験

南京鼠は之を白米粉 79 分, 精製カゼイン 10 分, バタ 5 分, アガル 2 分及マッコーラム, シーモンズ氏鹽 315 號 4 分より成れる基礎食料を以て飼養するときは何れも 2 乃至 3 週日に於て特異苦悶症状を發して斃死す即ち其成績次の如し

第 3 表

| 日数 | ♀ 體重 | ♀ 體重 | ♂ 體重 | ♂ 體重 | ↑ 體重 | 備考 |
|----|------|------|------|------|------|----|
| 1 | 5.5 | 7.0 | 7.9 | 13.3 | 7.0 | |
| 4 | 5.2 | 7.8 | 7.2 | 10.5 | 8.2 | * |
| 7 | 4.8 | 8.2 | 7.5 | 10.6 | 8.6 | 血 |
| 10 | 4.5 | 8.2 | 7.8 | 11.8 | 8.5 | 便 |
| 11 | | 8.4 | 6.1 | 11.0 | 8.6 | 排 |
| 14 | | 8.0 | 5.7 | 9.2* | 8.2 | 泄 |
| 15 | | 7.8 | | 8.7 | 8.0 | |
| 16 | | 7.6 | | | 7.8 | |
| 17 | | 7.3 | | | 7.4 | |

第 1 圖



上記の試験に於て 17 日目に斃死せる雌鼠の特異苦悶症状を發せる際(斃死前 2 時間

に於て撮影せる寫眞(第1圖)を示せば上の如し

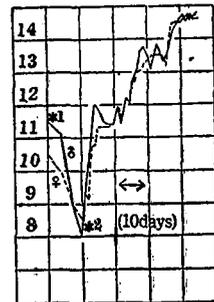
前記基礎食料に可検品を 0.1% の割合に混和せる者を以てせる試験成績次の如し

A. 燐ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分

第 4 表 (甲)

| 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 | 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 | 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 |
|-----|----------|----------|-----|-----|----------|----------|-----|-----|----------|----------|-----|
| 1 | 11.5 | 10.5 | *1 | 25 | 12.0 | 12.0 | ” | 41 | 14.7 | 14.6 | ” |
| 4 | 11.1 | 10.0 | ” | 26 | 12.8 | 12.7 | ” | 42 | 14.5 | 14.7 | ” |
| 7 | 9.0 | 9.0 | ” | 27 | 13.0 | 13.0 | ” | 43 | 14.7 | 14.6 | ” |
| 10 | 8.0 | 8.5 | *2 | 28 | 13.6 | 13.0 | ” | 44 | 14.6 | 14.7 | ” |
| 11 | 9.3 | 9.3 | ” | 29 | 13.7 | 13.2 | ” | 45 | 14.6 | 14.8 | ” |
| 12 | 9.8 | 9.1 | ” | 30 | 13.5 | 13.2 | ” | | | | |
| 13 | 11.2 | 10.7 | ” | 31 | 13.1 | 13.4 | ” | | | | |
| 14 | 12.0 | 10.8 | ” | 32 | 13.5 | 13.5 | ” | | | | |
| 15 | 11.9 | 11.3 | ” | 33 | 13.8 | 13.5 | ” | | | | |
| 17 | 11.5 | 11.3 | ” | 34 | 13.5 | 13.5 | ” | | | | |
| 18 | 11.4 | 11.3 | ” | 35 | 13.3 | 13.4 | ” | | | | |
| 19 | 11.4 | 11.3 | ” | 36 | 13.5 | 13.2 | ” | | | | |
| 20 | 11.4 | 11.5 | ” | 37 | 13.8 | 13.9 | ” | | | | |
| 21 | 11.9 | 11.9 | ” | 38 | 14.2 | 14.4 | ” | | | | |
| 22 | 11.4 | 11.5 | ” | 39 | 14.4 | 14.5 | ” | | | | |
| 24 | 12.2 | 12.2 | ” | 40 | 14.5 | 14.5 | ” | | | | |

第 4 表 (乙)

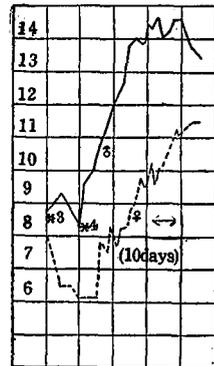


B. 燐ウォルフラム酸沈澱アセトン不溶分

第 5 表 (甲)

| 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 | 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 |
|-----|----------|----------|-----|-----|----------|----------|-----|
| 1 | 8.7 | 8.0 | *3 | 28 | 13.9 | 9.7 | ” |
| 4 | 9.3 | 6.5 | ” | 29 | 13.9 | 9.5 | ” |
| 7 | 8.9 | 6.5 | ” | 30 | 14.4 | 9.6 | ” |
| 10 | 8.3 | 6.1 | *4 | 31 | 14.3 | 10.2 | ” |
| 11 | 9.6 | 6.1 | ” | 32 | 14.5 | 9.6 | ” |
| 12 | 9.7 | 6.1 | ” | 33 | 14.6 | 10.0 | ” |
| 14 | 10.1 | 6.1 | ” | 34 | 14.0 | 10.1 | ” |
| 15 | 10.5 | 6.2 | ” | 35 | 14.1 | 10.3 | ” |
| 16 | 10.8 | 7.8 | ” | 36 | 14.2 | 10.5 | ” |
| 17 | 11.0 | 1.7 | ” | 37 | 14.5 | 10.9 | ” |
| 18 | 11.4 | 7.5 | ” | 38 | 14.6 | 11.2 | ” |
| 19 | 11.8 | 8.2 | ” | 39 | 14.6 | 11.1 | ” |
| 21 | 12.2 | 7.7 | ” | 40 | 14.6 | 11.2 | ” |
| 22 | 12.5 | 8.2 | ” | 42 | 13.8 | 11.3 | ” |
| 23 | 12.8 | 8.2 | ” | 43 | 13.7 | 11.4 | ” |
| 24 | 13.7 | 8.3 | ” | 44 | 13.6 | 11.4 | ” |
| 25 | 13.9 | 8.9 | ” | 45 | 13.4 | 11.4 | ” |
| 26 | 14.0 | 9.0 | ” | | | | |

第 5 表 (乙)



*1 基礎食料のみ給與す
 *2 此期間に於ては基礎食料に前記燐ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分より製せるもの 0.1% の割合に添加せるものを給與す
 *3 基礎食料のみ給與す
 *4 此期間に於ては基礎食料に前記燐ウォルフラム酸沈澱アセトン不溶分より製せるもの 0.1% の割合に添加せるものを給與す

・前記鳩並に南京鼠に於ける動物試験成績を看るに酸性白土に吸著せる有効成分を分離せしめたる溶液中弱酸性に於ける鉛沈澱除去後に於て得たる燐ウオルフラム酸沈澱のアセトンに對する溶解性を利用して分別せる兩製品は鳩の試験に於てはアセトン可溶分より製せるものは不溶分より製せるものに比し幾分優れるやの感あるも南京鼠につき施行せる成績に在りては兩者殆ど優劣を認めず

以上の試験成績により弱酸性に於ける鉛沈澱を濾去せる濾液中には多量の有効成分を存し之れが燐ウオルフラム酸沈澱のアセトンによる溶解性によりては不純物と完全に分別し難きを知り得たり

既に緒論に於て述べし如くフンク氏²⁸⁾に従へば酵母より得たる燐ウオルフラム酸化合物は其大部分純アセトンに可溶性なるも鳩に對し全く無効にして有効成分は不溶分中に残留すとせらるゝを以て著者も亦アセトン處理法により大ひに精製し得べきを想ひ之を應用したるに全く豫期に反しアセトン可溶分も亦著しく有効にして而かも其得量は不溶分の2倍以上に及べり而して本試験のみによりて直ちにフンク氏の説を否定するは速斷に失する嫌あるべきを思ひ以下各種の試験に於て之を確證せんことを期せり

第三節 酸性白土吸著成分の弱アルカリ性に於けるバリット

鉛沈澱の母液に就て

第1回吸著白土 6.4 kg を取り 2% のアムモニア水 10 倍量を加へ振盪器を用ひ 30 分間振盪したる後吸引濾過し分解液を集め稀硫酸にて中和し減壓濃縮し茲に得たるエキス狀物質を 80% 酒精にて浸出し硫酸アムモニウム等の不純物を除去し酒精浸液を減壓蒸餾に附して酒精分を餾去し残留液をエーテルにて處理し其可溶分を分別し次に鉛醋を加へ酸性に於て析出する沈澱を分ち更に微弱アルカリ性に於て析出する成分を分離したる後鉛糖溶液及バリット水を交互に加へ弱アルカリ性となすときは多量の黄白色絮狀の沈澱を析出す、之を濾別しバリット含有の水にて洗ひ濾液及洗液を集め稀硫酸にて鉛、バリット等を除き減壓濃縮し弱硫酸々性に於て純酒精を加へて其の濃度を 90% 乃至 95% となし析出する白色不溶性物質を濾別し之を更に 95 酒精にて數回反復温浸し茲に得たる黄金色透明の浸液を減壓濃縮し舍利別稠度の残留物に稀硫酸

を加へて5%の濃度となし之に5%硫酸に溶解せる50%燐ウヰルフラム酸溶液を加へ析出せる沈澱を濾集し尙ほ其濾液より更に燐ウヰルフラム酸及硫酸を除き減壓濃縮し再び燐ウヰルフラム酸を加へて沈澱を完結せしめ之を乾燥するに合計320gを得たり次に之を粉末となし純アセトンにて反復浸出し浸液徹に黄色を呈するに至りて止む、不溶性燐ウヰルフラム酸沈澱は220gを有し之を水中に混攪しバリット水にて分解し稀硫酸にて中和し純黄色透明の溶液を得之を低温にて濃縮し硝酸々性となし20%硝酸銀溶液を加へ以下常法に従ひ銀分割沈澱法を施す即ちプリンフラクチオンを分離せる濾液にバリット水を加へ弱アルカリ性にて析出するヒスタマンフラクチオンに屬する沈澱を濾集しバリット含有の水にて洗ひたる後稀硫酸水中に混攪し硫化水素にて分解し硫化銀を温湯にて充分よく洗ひ分解液より硫化水素を驅逐したる後バリット水にて過剰の硫酸を除き炭酸瓦斯を通じつゝ低温にて適度に減壓濃縮し更に5%の硫酸々性となし同濃度の稀硫酸に飽和せしめたる硫酸水銀を加へ析出せる沈澱を硫化水素にて分解し硫化水銀を濾去し之を温湯にてよく洗ひ濾液中過剰の硫酸をバリット水にて除去し炭酸瓦斯を通じつゝ減壓濃縮し殘渣を80%酒精にて溶出し酒精溶液にエーテルを加へて沈降せしめ之を遠心分離し乾燥するに微量の黒褐色の粉末を得たり、硫酸水銀沈澱の濾液も亦硫化水素にて水銀を除去し前記と同様に處理するに灰褐色の粉末僅量を得たり

アセトン可溶性の燐ウヰルフラム酸沈澱は低温に於てアセトンを餾去し濃赤褐色粘稠性の殘留物をバリット水と共に研和分解するときは黄色透明の分解液を得べし之を前記アセトン不溶燐ウヰルフラム酸沈澱と全く同一方法に従ひ處理しヒスタマンフラクチオンに移行する成分中硫酸水銀沈澱の部分より少量の褐色粉末狀の物質を、其濾液より極めて微量の褐色粉末狀の物質を得たり

前記製品中鳩の試験に供し得べき量を有するアセトン可溶燐ウヰルフラム酸沈澱のヒスタマンフラクチオンに於ける成分中硫酸水銀沈澱に屬する製品及アセトン不溶燐ウヰルフラム酸沈澱のヒスタマンフラクチオンに於ける硫酸水銀沈澱の濾液に屬する製品の兩種に就き試験せるに鳩の白米病に對し殆ど無効なりき

前上の試験に於て酸性白土に吸著せる成分中弱アルカリ性に於てバリット鉛による

沈澱を除去せる母液より得たる燐ウオルフラム酸沈澱中アセトン可溶分のヒスチバンフラクチオンに於ける硫酸水銀沈澱の濾液並にアセトン不溶分のヒンチバンフラクチオンに於ける硫酸水銀沈澱に屬する成分の動物試験を缺くを以て直ちに前記バリット鉛沈澱の母液中に溶存する成分は全然無効物質のみなりとの速斷を許し難きも少くとも有効成分の大部分は本母液中に含有せざるべきを思惟せしむるに足るべし依つて著者はバリット鉛沈澱中に移行せる成分の精研の必要を認め之を遂行せるに果して有効成分は該沈澱中に包含せることを確證し得たり而して著者は後章に於ける試験によりバリット鉛沈澱の母液は全然無効なることを確證し得たり

第四節 酸性白土吸著成分の弱アルカリ性に於けるバリット鉛沈澱に就て

前項の試験に於て得たる弱アルカリ性にてバリット鉛による沈澱 272 g を 5% 稀硫酸にて分解し吸引濾過し殘渣を温湯にて反復丁寧洗滌し茲に得たる濃褐色の濾液を適度に濃縮し稀硫酸を以て其濃度を 5% となし燐ウオルフラム酸を加へ一晝夜放置の後析出せる沈澱を濾過するに濾液は尙ほ著しく着色しバリット鉛と共に沈降せる色素性物質は其大部分燐ウオルフラム酸によりて沈降せられずして母液中に殘留す、燐ウオルフラム酸沈澱は 5% 硫酸にてよく洗ひ陶土板上にて乾燥するに總量 42g にして之を粉末となし純アセトンにて浸出するに其不溶性部分は 13g なり

アセトン不溶性燐ウオルフラム酸沈澱は常法によりバリット水にて分解し分解液に炭酸瓦斯を通じて過剰のバリットを除き低温にて濃縮し 80% 酒精を以て温浸し浸液を冷後透明に濾過し之に多量のエーテルを注加するときは灰白色絮狀の沈澱を析出す之を遠心分離し除濕器内にて乾燥す、本品は引濕性を有せざる帶黄白色の粉末にして 95% 酒精には難溶にして 80% 酒精にはよく溶解す

アセトン可溶性の燐ウオルフラム酸沈澱は前記アセトン不溶分と全く同一方法に従ひ分解濃縮し 80% 酒精溶液よりエーテルにて沈降精製し乾燥の後黄褐色にして芳香性を有する引濕性の粉末を得たり

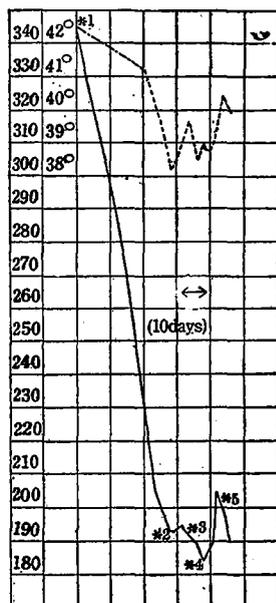
前記兩製品に就き鳩を以て行へる成績次の如し

A. 燐ウオルフラム酸沈澱アセトン不溶分

第 6 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 345 | 42.5 | *1 | 32 | 195 | 39.6 | ” |
| 4 | 325 | — | ” | 33 | 195 | 39.6 | ” |
| 8 | 315 | — | ” | 34 | 190 | 39.8 | ” |
| 12 | 280 | — | ” | 35 | 197 | 39.7 | ” |
| 16 | 270 | — | ” | 36 | 190 | 38.9 | *3 |
| 20 | 229 | 41.3 | ” | 37 | 186 | 38.4 | *4 |
| 21 | 227 | 41.5 | ” | 38 | 185 | 39.0 | ” |
| 22 | 222 | 41.5 | ” | 39 | 183 | 38.9 | ” |
| 23 | 215 | 41.5 | ” | 40 | 185 | 38.7 | ” |
| 24 | 208 | 41.5 | ” | 41 | 193 | 38.7 | ” |
| 25 | 205 | 41.3 | ” | 42 | 205 | 40.0 | ” |
| 26 | 206 | 41.0 | ” | 43 | 200 | 40.3 | *5 |
| 28 | 201 | 40.6 | ” | 44 | 200 | 40.4 | ” |
| 29 | 193 | 38.2 | *2 | 45 | 190 | 40.0 | ” |
| 30 | 195 | 38.6 | ” | 46 | 190 | 40.0 | ” |
| 31 | 200 | 39.6 | ” | | | | |

第 6 表 (乙)



*1 白米のみ給與す

*2 衰弱著明自立不能となる、前記燐ウォルフラム酸沈澱アセトン不溶分より製せる物10mg 宛連日注射す

*3 同上 20mg に増量注射す

*4 前記燐ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分より製せるもの 5 mg 宛注射す

*5 前記注射を中止す

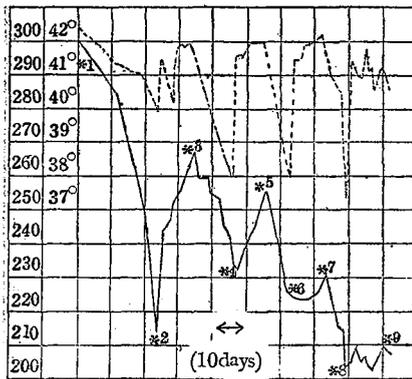
B. 燐ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分

第 7 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 300 | 42.3 | *1 | 34 | 268 | — | ” | 50 | 240 | 41.8 | ” |
| 4 | 295 | 42.0 | ” | 35 | 263 | — | ” | 51 | 238 | 42.0 | ” |
| 8 | 300 | 41.8 | ” | 36 | 259 | — | ” | 52 | 243 | 42.0 | ” |
| 12 | 285 | 41.4 | ” | 37 | 255 | — | ” | 53 | 250 | 42.0 | ” |
| 16 | 265 | 41.2 | ” | 38 | 260 | — | ” | 54 | 248 | 42.0 | ” |
| 20 | 254 | 41.1 | ” | 39 | 260 | — | ” | 55 | 245 | 42.0 | ” |
| 24 | 215 | 39.9 | *2 | 40 | 255 | — | ” | 56 | 248 | 42.0 | *5 |
| 25 | 248 | 41.5 | ” | 41 | 250 | — | ” | 57 | 245 | — | ” |
| 26 | 243 | 41.1 | ” | 42 | 250 | — | ” | 58 | 240 | — | ” |
| 27 | 240 | 40.9 | ” | 43 | 250 | — | ” | 59 | 240 | — | ” |
| 28 | 245 | 40.5 | ” | 44 | 245 | — | ” | 60 | 240 | — | ” |
| 29 | 252 | 40.1 | ” | 45 | 245 | — | ” | 61 | 236 | — | ” |
| 30 | 250 | 41.8 | ” | 46 | 235 | 38.0 | *4 | 62 | 225 | — | ” |
| 31 | 255 | 41.9 | ” | 47 | 232 | 41.6 | ” | 63 | 225 | 38.0 | *6 |
| 32 | 260 | 41.8 | ” | 48 | 232 | 41.7 | ” | 64 | 225 | 41.4 | ” |
| 33 | 275 | 42.0 | *3 | 49 | 234 | 41.5 | ” | 65 | 225 | 41.4 | ” |

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 66 | 224 | 41.9 | .. | 75 | 222 | 41.0 | .. | 84 | 205 | 40.9 | .. |
| 67 | 221 | 41.9 | .. | 76 | 218 | 40.8 | .. | 85 | 205 | 41.7 | .. |
| 68 | 220 | 42.0 | .. | 77 | 215 | 40.1 | .. | 86 | 207 | 41.0 | .. |
| 69 | 222 | 42.0 | .. | 78 | 215 | 40.7 | .. | 87 | 203 | 41.2 | .. |
| 70 | 225 | 42.1 | .. | 79 | 215 | 40.3 | .. | 88 | 203 | 40.8 | .. |
| 71 | 225 | 42.1 | .. | 80 | 203 | 37.5 | *8 | 89 | 210 | 40.6 | .. |
| 72 | 226 | 42.2 | .. | 81 | 205 | 41.3 | .. | 90 | 210 | 41.2 | .. |
| 73 | 230 | 41.8 | *7 | 82 | 210 | 41.0 | .. | 91 | 208 | 41.1 | *9 |
| 74 | 225 | 41.5 | .. | 83 | 205 | 41.0 | .. | 92 | 207 | 40.6 | .. |

第 7 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明佇立不能, 前記燐ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分より製せるもの 50 mg 宛連日注射す
- *3 同上注射を中止す
- *4 前記製品 25 mg に減量注射す
- *5 同上注射を中止す
- *6 前記製品 12.5 mg に減量注射す
- *7 同上注射を中止す
- *8 前記製品 6.25 mg に減量注射す
- *9 同上注射を中止す

前記の動物試験により酸性白土に吸著せる成分中弱アルカリ性に於てバリット鉛によりて沈澱せられ次で燐ウォルフラム酸化合物として析出せる沈澱中アセトン不溶分より得たる製品は鳩の特異疾病に對し 20 mg 程度にて殆ど其効果なし之に反してアセトン可溶分より製出せるものは著しき治療効果を有し而かも稍多量を給與するときは常に特異疾病を治癒せしむるのみならず其體重も亦増加することを認めたり

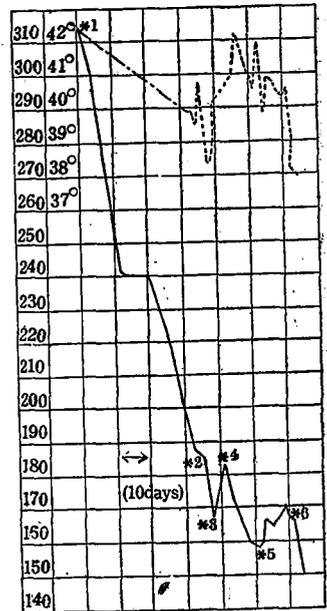
依て更にピクラート及タンニン酸化合物に就き試験を施行せり即ち該製品 0.1 g を秤取し水 5 ccm に溶解しピクリン酸 0.05 g を水 5 ccm に溶解せる溶液を滴加し析出せるピクラートを遠心分離し上澄液にピクリン酸溶液を追加するに濁濁を生ぜざるに至り其沈澱を集めエーテルにて洗ひ乾燥するに黄色の粉末 0.0192 g を得たり次に別に右製品 0.1 g を秤取し水溶液となしタンニン酸の稀薄溶液を注意して沈澱の生ずる間注加し遠心分離し沈澱及其母液を各 10 分し其一分を一回量となし使用に際し稀薄の重碳酸ソーダ溶液にて中和して試験せり

磷ウオルフラム酸沈澱アセトン可溶分製品のピクラーと及タンニン酸化化合物に就き鳩を以てせる試験成績

第 8 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 315 | 42.4 | *1 | 44 | 178 | 40.9 | ” |
| 4 | 300 | — | ” | 45 | 170 | 40.9 | ” |
| 8 | 300 | — | ” | 46 | 170 | 42.2 | ” |
| 12 | 265 | — | ” | 47 | 165 | 41.2 | ” |
| 16 | 240 | — | ” | 48 | 167 | 41.6 | ” |
| 20 | 240 | — | ” | 51 | 158 | 40.5 | *5 |
| 24 | 225 | — | ” | 52 | 160 | 40.5 | ” |
| 28 | 210 | — | ” | 53 | 167 | 41.8 | ” |
| 32 | 190 | 39.9 | ” | 54 | 160 | 39.8 | ” |
| 33 | 187 | 39.9 | ” | 55 | 165 | 40.9 | ” |
| 34 | 185 | 39.5 | *2 | 56 | 167 | 40.9 | ” |
| 35 | 185 | 40.6 | ” | 58 | 165 | 40.5 | ” |
| 37 | 175 | 38.5 | ” | 59 | 170 | 40.7 | ” |
| 38 | 168 | 38.3 | *3 | 60 | 167 | 40.3 | ” |
| 39 | 170 | 39.3 | ” | 61 | 167 | 40.7 | *6 |
| 40 | 170 | 40.5 | ” | 62 | 155 | 38.2 | ” |
| 41 | 185 | 40.9 | *4 | 63 | 150 | 38.0 | ” |
| 42 | 175 | 40.1 | ” | 64 | 140 | — | *7 |

第 8 表 (乙)



*1 白米のみ給與す

*2 衰弱著明佇立不能、前記ピクラーと 2mg 宛注射す

*3 同上製品 4mg に増量注射す

*4 ピクラーとの母液より過剰のピクリン酸をエーテルにて振盪除去したる後其全量の 10 分の 1 量宛注射す

*5 前記タンニン酸沈澱物を注射す

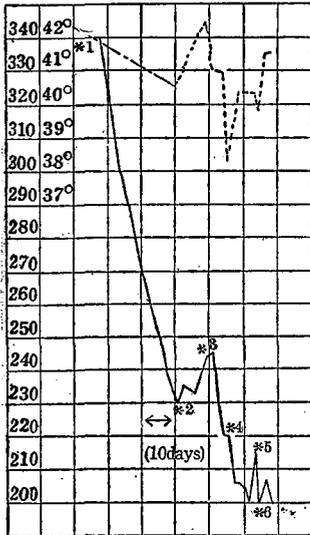
*6 同上沈澱の濾液を注射す

*7 斃死

第 9 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 340 | 42.3 | *1 | 34 | 233 | 41.5 | ” | 47 | 207 | 39.6 | ” |
| 4 | 350 | — | ” | 35 | 233 | 41.8 | ” | 48 | 207 | 40.3 | ” |
| 8 | 340 | — | ” | 37 | 232 | 41.5 | ” | 49 | — | — | ” |
| 12 | 310 | — | ” | 38 | 242 | 42.3 | ” | 50 | — | — | ” |
| 16 | 290 | — | ” | 39 | 244 | 42.4 | *3 | 51 | 200 | 40.3 | ” |
| 20 | 270 | — | ” | 40 | 232 | 41.5 | ” | 52 | 207 | 40.3 | ” |
| 24 | 255 | — | ” | 41 | 235 | 41.0 | ” | 53 | 215 | 40.3 | *5 |
| 30 | 230 | 40.5 | *2 | 42 | 227 | 41.0 | ” | 54 | 200 | 39.8 | *6 |
| 31 | 230 | 40.5 | ” | 44 | 220 | 40.8 | ” | 55 | 207 | 40.6 | ” |
| 32 | 235 | 40.9 | ” | 45 | 220 | 39.3 | *4 | 56 | 207 | 41.5 | ” |
| 33 | 235 | 41.9 | ” | 46 | 210 | 39.2 | ” | 58 | 200 | 41.5 | ” |

第 9 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明佇立不能とな、る前記磷ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分より製せるもの 5mg 注射す
- *3 同上注射を中止す
- *4 特異痙攣苦悶症状を呈す、前記ピクラート 5mg 注射約 3 時間經過後症状治癒す爾後同量宛連日注射す
- *5 同上注射を中止す
- *6 前記ピクラートを分離せる母液の 20 分の 1 量宛を 1 回注射す

附記

- *2 の試験に供用せるピクラートは前記製品 0.2g を取り前同と全く同一方法に依り製出したるものにして其收得量は 0.057g なり

以上の試験によりて酸性白土に吸著せる成分のアルカリ性に於てバリット鉛による沈澱中磷ウォルフラム酸化合物のアセトン可溶分より得たる製品並に其ピクートは何れも 5mg 前後にて有効にしてタンニン酸化合物も亦著しく有効なるを認むべし然れどもピクラート母液も亦著しく効果あるを以て之を觀れば有効成分は其一部はピクラートを形成せざるか若くは之を形成するも極めて水に易溶性なるか或は不純物の爲め一部ピクラートの形成を妨害せらるゝに因るべし之に反しタンニン酸沈澱の母液は無効なるを以て有効成分は悉くタンニン酸化合物を形成せるものと云ふを得べし

前記の動物試験に於ては専ら鳩の疾病に對する治療的效果を試験せるものにして有効最少量を給與するときは特異痙攣苦悶症状を數時間後に治癒し又は症状の進行を停止し同時に體温は著しく上昇し元氣恢復するも體重の増加は之に並行せざりき一般に病鳩の外観症状は體重よりも體温に比例すること多く體温の上昇に伴ひ多くは其元氣を恢復するものなり

次の試験に於ては豫防的效果即ち體重相等しき鳩に就きて一は白米のみを給與し一は白米と共に日々一定量の有効成分を給與して白米を給與せる鳩に對し發病を豫防し得るや否や又其發病せる鳩に治療的效果量以上の大量を給與するときは體重の増量を來たすべきものなりや否や之を確證せんが爲め之を施行せり本試験に供用せし製品

は第1回吸著酸性白土 10kg を常法により分解しバリット鉛にて沈澱せしめ稀硫酸にて分解せるものを燐ウォルフラム酸にて沈澱せしめ更に之を乾燥後純アセトンにて處理し其可溶分をエーテル3分, アミールアルコール1分の混液及び稀硫酸と共に振盪分解し燐ウォルフラム酸を除去し稀硫酸液層を取りバリット水にて中和し低温にて濃縮し 95 %酒精にて温浸し其浸液よりエーテルにて沈降精製せるものなり

燐ウォルフラム酸沈澱アセトン可溶分製品の鳩に對する豫防竝に治療的効果
試験成績

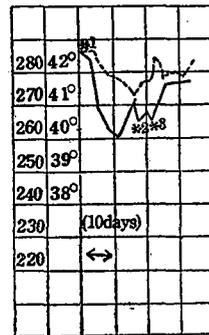
第 10 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 287 | 42.7 | *1 | 17 | 272 | 41.3 | „ |
| 2 | 286 | 42.7 | „ | 18 | 265 | 41.9 | *2 |
| 3 | 280 | 42.7 | „ | 19 | 265 | 41.9 | „ |
| 4 | 283 | 42.6 | „ | 20 | 267 | 41.9 | „ |
| 5 | 272 | 43.0 | „ | 21 | 265 | 42.5 | *3 |
| 6 | 265 | 42.0 | „ | 22 | 270 | 42.5 | „ |
| 7 | 266 | 42.0 | „ | 23 | 271 | 42.3 | „ |
| 8 | 265 | 42.0 | „ | 24 | 272 | 42.3 | „ |
| 9 | 265 | 42.0 | „ | 25 | 267 | 41.9 | „ |
| 10 | 260 | 42.0 | „ | 26 | 267 | 42.0 | „ |
| 11 | 260 | 42.0 | „ | 27 | 267 | 42.0 | „ |
| 12 | 260 | 41.9 | „ | 28 | 267 | 42.0 | „ |
| 13 | 260 | 41.7 | „ | 29 | 267 | 42.0 | „ |
| 14 | 260 | 41.7 | „ | 30 | 267 | 41.9 | „ |
| 15 | 260 | 41.7 | „ | 31 | 267 | 42.1 | „ |
| 16 | 271 | 41.2 | „ | 32 | 267 | 42.3 | „ |

第 11 表 (甲)

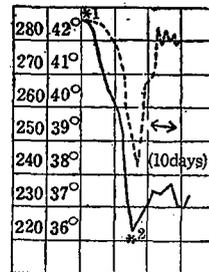
| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 287 | 42.7 | *1 | 17 | 222 | 38.3 | *2 |
| 2 | 286 | 42.7 | „ | 18 | 222 | 40.3 | „ |
| 3 | 285 | 42.7 | „ | 19 | 227 | 40.9 | „ |
| 4 | 283 | 42.7 | „ | 20 | 222 | 40.8 | „ |
| 5 | 290 | 42.6 | „ | 21 | 235 | 40.9 | „ |
| 6 | 287 | 42.3 | „ | 22 | 232 | 41.9 | „ |
| 7 | 288 | 42.3 | „ | 23 | 235 | 41.9 | „ |
| 8 | 282 | 42.2 | „ | 24 | 245 | 42.4 | „ |
| 9 | 270 | 42.1 | „ | 25 | 235 | 41.9 | „ |
| 10 | 265 | 41.9 | „ | 26 | 237 | 42.0 | „ |
| 11 | 260 | 42.0 | „ | 27 | 237 | 42.2 | „ |
| 12 | 258 | 41.8 | „ | 28 | 235 | 42.0 | „ |
| 13 | 245 | 41.4 | „ | 29 | 227 | 42.1 | „ |
| 14 | 237 | 40.0 | „ | 30 | 230 | 41.9 | „ |
| 15 | 228 | 38.5 | „ | 31 | 234 | 42.0 | „ |
| 16 | 223 | 38.5 | „ | 32 | 233 | 42.0 | „ |

第 10 表 (乙)



- *1 此期間に於ては前記製品 5mg 宛隔日注射す
- *2 此期間に於ては前記製品 5mg 宛連日注射す
- *3 此期間に於ては前記製品 10mg 宛連日注射す

第 11 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱者明特異座變苦悶症狀を呈す, 前記製品 10mg 宛連日注射す

前記試験成績を見るに白米のみ給與せる鳩は 17 日目に體重 65 g を減し體温も亦 42.7° より 38.3° に下降し特異の痙攣苦悶症狀を呈せるに對し白米と共に隔日前記エーテル沈降製品を 5mg 宛給與せるものは等しく 17 日目に於ては體重 15 g を減し體温は 42.7° より 41.3° となれるも其外觀元氣等少しも變化なし故に該給與量に於ても確實に豫防効果を現わせるを認め得べし一日 10mg 宛給與すれば體温は殆ど全く恢復し體重も維持し以て健康状態を保ち得たり而して白米のみの給與によりて特異症狀を發せるものに一日 10mg 宛給與すれば忽ち之を治癒し體温は殆ど全く恢復し體重も亦少しく増加を示せり

之を要するに酸性白土吸着成分中弱アルカリ性に於てバリット鉛によりて沈澱せられ更に隣ウオルフラム酸化合物として析出せる沈澱中アセトン可溶分より得たる製品の鳩の白米病に對し豫防的竝に治療的効果の極めて顯著なるを首肯せしむるに足るべし

第五節 有効成分の酒精に對する溶解度に就て

酒精はビタミンB性成分の抽出溶劑として最も推奨せらるゝものなるも其酒精の濃度に關しては從來學者によりて多少見解を異にする所あり即ち水溶性Bはオスボルン、メンデル³⁶⁾ 竝にドラモンド氏³⁷⁾ 等に從へば無水酒精に不溶にしてマッコーラム及シモンズ氏³⁸⁾ は 95%酒精によりては只僅に溶解するとせられ又他方に於てエーキマン³⁹⁾、フンク⁴⁰⁾、フラーゼル及スタントン氏⁴¹⁾ 並にクーバー氏⁴²⁾ 等の研究によれば抗神経炎ビタミンは無水酒精に可溶なりとせらる、月江曹元氏⁴³⁾ は米糠の 80 乃至 85%酒精温浸エキスより有効成分を隣ウオルフラム酸にて沈澱せしめ次で銀分割沈澱法を施すにビタミン性成分はヒスチンフラクチオンに移行するを認め其精製せるものは 95%以上の酒精には溶解し難きも酸性となすときは無水酒精にも良く溶解するを認め之より前記諸學者によりてビタミンB性物質の酒精に對する溶解度の見解相違は各使用する原料物質の酸度の相違に基因するものとせられたり月江氏は抗神経炎ビタミンと水溶性Bとは同一物質と認め之を前提として評論せしものゝ如し之を要するに現在に於ては原料物質を 60 乃至 80%酒精にて殊に微弱酸性状態に於て浸出するを以て最も好果を得るものとせられ最近フンク氏等⁴⁴⁾ の酵母及米糠につきて精査せる結果も 70%酒精を以て最適濃度なることを認めたり

著者の見解に従へば酒精に對する有効成分の溶解度の關係は其物質の純雜の程度、其浸出溶液の水素イオン濃度並に其化合物状態によりて種々異なるべく概して言へば精製度高まるに従ひ高き濃度の酒精に溶解し之に反し不純物の夾雜多きものに在りては比較的濃厚の酒精には溶解し難し此現象はビタミンB性物質殊に抗神經炎ビタミンは本來高き濃度の酒精に易溶なるも酒精不溶の物質を夾雜するときは之等物質に吸著せられ其分離比較的困難なるに因るべし今之等の關係を詳にせんが爲め次の試験を施行せり

第1回吸著白土 4.2 kg を石灰乳を用ひて分解し分解液を稀硫酸にて中和し低温にて濃縮し乾燥エキスとなし初め 95%酒精次に 80%酒精にて反覆温浸し各浸出物を以て鳩の白米病竝に南京鼠の成育に就き効果を試験せり即ち總量の3分の1は 95%酒精に可溶にして有効成分の大部分は之に移行し其製品は赤褐色苦味芳香性のエキス狀を呈し 80%酒精可溶分は總量の約3分の2に相當し黒褐色エキス狀をなし次の動物試験に示すが如く 95%酒精可溶製品に比し其効力極めて微弱なり

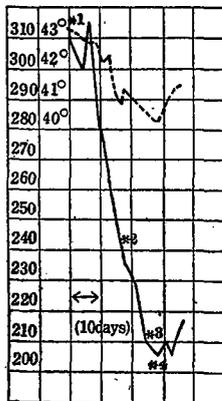
(1) 鳩を以てせる試験

A. 95%酒精可溶製品

第 12 表 (甲)

| 日數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 |
|----|-----|------|----|
| 1 | 315 | 43.4 | *1 |
| 3 | 303 | 43.3 | „ |
| 5 | 300 | 43.0 | „ |
| 7 | 316 | 42.8 | „ |
| 9 | 298 | 42.8 | „ |
| 11 | 278 | 42.2 | „ |
| 13 | 266 | 42.4 | „ |
| 15 | 252 | 41.2 | „ |
| 17 | 243 | 40.9 | *2 |
| 19 | 237 | 41.3 | „ |
| 21 | 230 | 41.0 | „ |
| 23 | 219 | 40.8 | „ |
| 25 | 211 | 40.6 | *3 |
| 29 | 206 | 40.3 | *4 |
| 31 | 210 | 40.9 | „ |
| 33 | 207 | 41.2 | „ |
| 35 | 212 | 41.4 | „ |
| 37 | 217 | 41.5 | „ |

第 12 表 (乙)

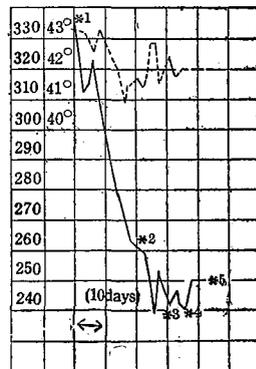


- *1 白米のみ給與す
- *2 佇立困難に陥る
- *3 自立不能頸部痙攣症状を呈す
- *4 酸性白土吸著成分95%酒精可溶製品 30mg 宛隔日注射す翌日より元氣恢復食慾著しく増進し漸次脚部症状治療佇立可能となれり

第 13 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 338 | 43.3 | *1 | 23 | 259 | 41.5 | *2 |
| 3 | 312 | 43.2 | " | 25 | 241 | 42.9 | " |
| 5 | 315 | 43.1 | " | 27 | 239 | 42.9 | " |
| 7 | 324 | 42.6 | " | 29 | 253 | 41.6 | " |
| 9 | 309 | 43.2 | " | 31 | 242 | 42.3 | *3 |
| 11 | 296 | 42.8 | " | 33 | 247 | 41.8 | " |
| 13 | 285 | 42.4 | " | 35 | 242 | 42.0 | " |
| 15 | 277 | 41.9 | " | 37 | 240 | 42.0 | *4 |
| 17 | 270 | 40.9 | " | 39 | 250 | 42.0 | " |
| 19 | 264 | 41.5 | " | 41 | 250 | 42.0 | " |
| 21 | 261 | 41.6 | *2 | 43 | 250 | 42.0 | *5 |

第 13 表 (乙)



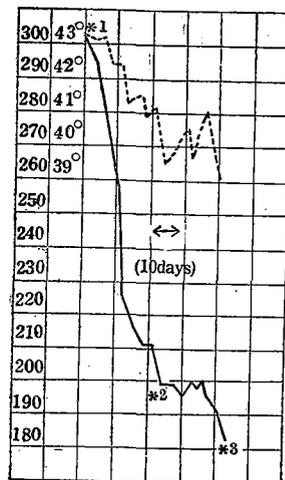
- *1 此期間に於ては酸性白土吸着成分 95%酒精可溶製品 25mg 宛隔日給與す
- *2 此期間に於ては同上製品 30 mg 宛隔日給與す
- *3 此期間に於ては同上製品 40 mg 宛隔日給與す
- *4 此期間に於ては同上製品 30 mg 宛連日給與す
- *5 元氣良好なり

B. 80%酒精可溶製品

第 14 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 302 | 43.3 | *1 | 25 | 199 | 39.5 | *2 |
| 5 | 295 | 43.2 | " | 27 | 199 | 39.7 | " |
| 7 | 283 | 43.2 | " | 29 | 199 | 40.2 | " |
| 9 | 275 | 42.5 | " | 31 | 197 | 40.6 | " |
| 11 | 257 | 42.4 | " | 33 | 200 | 39.5 | " |
| 13 | 225 | 41.2 | " | 35 | 198 | 40.8 | " |
| 15 | 226 | 41.5 | " | 37 | 200 | 41.0 | " |
| 17 | 214 | 41.5 | " | 39 | 195 | 40.2 | " |
| 19 | 211 | 40.9 | " | 41 | 191 | 39.1 | " |
| 21 | 211 | 41.1 | " | 43 | 183 | — | *3 |
| 23 | 206 | 40.4 | " | | | | |

第 14 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 此期間に於ては前記 95%酒精可溶分浸出残渣を 80%酒精にて浸出せる越幾斯製品 50mg 宛連日給與す
- *3 衰弱著明特異症状に陥りて斃死せり

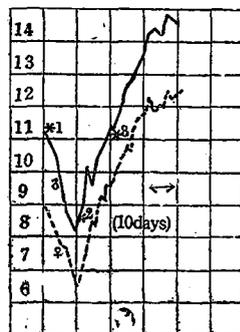
(2) 南京鼠を以てせる試験

A. 95%酒精可溶製品

第 15 表 (甲)

| 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 | 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 |
|-----|----------|----------|-----|-----|----------|----------|-----|
| 1 | 11.2 | 9.0 | *1 | 25 | 12.2 | 10.3 | *3 |
| 4 | 10.0 | 8.0 | " | 26 | 12.7 | 10.7 | " |
| 7 | 8.7 | 7.7 | " | 27 | 12.7 | 10.6 | " |
| 10 | 8.1 | 6.5 | " | 28 | 12.7 | 11.5 | " |
| 11 | 8.6 | 6.6 | *2 | 29 | 13.5 | 11.6 | " |
| 12 | 9.0 | 7.2 | " | 30 | 13.8 | 11.8 | " |
| 13 | 9.2 | 7.5 | " | 31 | 14.2 | 11.8 | " |
| 14 | 10.1 | 8.6 | " | 32 | 14.2 | 12.3 | " |
| 15 | 9.5 | 8.5 | " | 33 | 14.3 | 11.9 | " |
| 16 | 9.7 | 9.0 | " | 34 | 14.2 | 11.9 | " |
| 17 | 10.4 | 9.2 | " | 35 | 14.2 | 12.0 | " |
| 18 | 10.4 | 9.2 | " | 36 | 14.1 | 12.0 | " |
| 19 | 11.0 | 9.7 | " | 37 | 14.5 | 12.0 | " |
| 20 | 11.4 | 9.6 | *3 | 38 | 14.8 | 12.5 | " |
| 21 | 11.2 | 9.6 | " | 39 | 14.7 | 12.3 | " |
| 22 | 11.7 | 10.0 | " | 40 | 14.6 | 12.4 | " |
| 24 | 12.0 | 10.2 | " | 41 | 14.5 | 12.5 | " |

第 15 表 (乙)



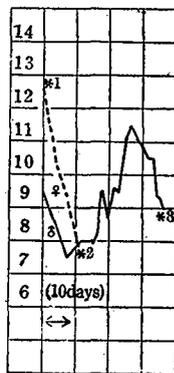
- *1 基礎食料のみ給與す
- *2 基礎食料に前記95%酒精可溶製品を1%の割合に添加給與す
- *3 同上0.1%に減量す

B. 80%酒精可溶製品

第 16 表 (甲)

| 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 | 日 数 | ♂ 體 重 | ♀ 體 重 | 摘 要 |
|-----|----------|----------|-----|-----|----------|----------|-----|
| 1 | 9.5 | 12.5 | *1 | 23 | 9.5 | | *2 |
| 4 | 8.5 | 10.3 | " | 24 | 10.2 | | " |
| 7 | 7.5 | 9.5 | " | 25 | 11.0 | | " |
| 10 | 7.8 | 8.3 | " | 26 | 11.4 | | " |
| 11 | 8.0 | 7.8 | *2 | 27 | 11.4 | | " |
| 12 | 8.0 | | " | 28 | 11.2 | | " |
| 13 | 8.0 | | " | 29 | 11.0 | | " |
| 14 | 8.0 | | " | 30 | 10.9 | | " |
| 15 | 7.9 | | " | 31 | 10.5 | | " |
| 17 | 8.3 | | " | 32 | 10.5 | | " |
| 18 | 9.5 | | " | 33 | 10.5 | | " |
| 19 | 9.2 | | " | 34 | 9.4 | | " |
| 20 | 8.7 | | " | 35 | 9.3 | | " |
| 21 | 9.6 | | " | 36 | 9.0 | | *3 |
| 22 | 9.5 | | " | | | | |

第 16 表 (乙)



- *1 基礎食料のみ給與す
- *2 此日♀斃死せり, ♂に前記80%酒精浸出エキスを1%の割合に添加給與す
- *3 ♂斃死せり

上記の成績によれば95%酒精可溶分は鳩の白米病に對し豫防的竝に治療的效果顯著にして南京鼠に對してもまた基礎食料に0.1%添加に於て充分其効果を發揮せり然

るに 95 % 酒精残渣を更に 80 % 酒精にて浸出せるエキスは病鳩に對し 95 % 酒精可溶分の 2 倍量を給與するも殆ど効果なく又南京鼠に對しても前者の 10 倍量即ち 1 % 添加に於ても亦殆ど効果を認めず即ち有効成分は 95 % 酒精によりて殆ど全部浸出せられたるものと認め得べし斯の如きを以て著者は本研究を通じて有効成分の精製に對し屢々 95 % 以上の酒精を使用し以て所期の目的を達し得たり

前記有効成分の酒精に對する溶解度の問題は本編の主題たる有効成分の鉛化合物に関する研究に對し直接關係なきものゝ如しと雖も等しく酸性白土吸著成分に就きて試験せるを以て便宜上茲に之を論述せり

第二章 米糠の水浸エキスを酒精にて精製せるものを以てせる研究(其の一)

第一節 米糠の酒精エキスより得たるバリット鉛沈澱の母液に就て

上段既に述べたるが如く幾多の實驗に徴し有効成分の吸著せる酸性白土分解製品に對するバリット鉛沈澱精製法は確實に有効成分を沈降し其濾液は殆ど無効なることを知り得たり、著者は更に本法を直接米糠の酒精エキスに應用したるに之れ亦其有効なることを確證し得たり

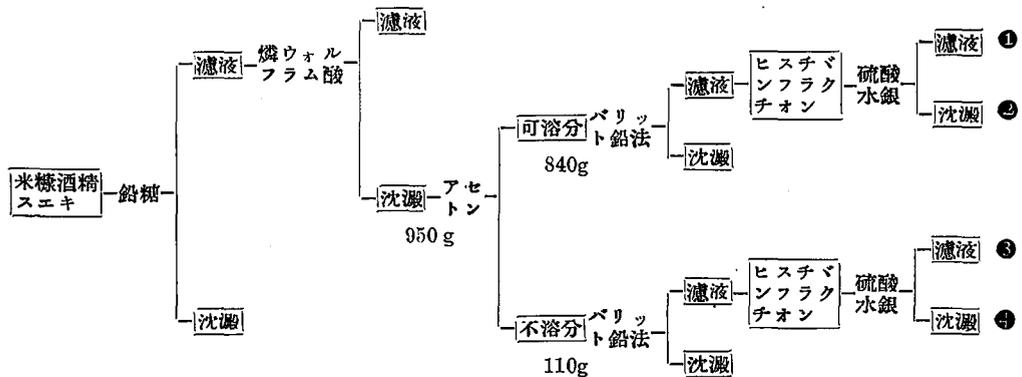
混砂米糠 25 kg を 2 % 醋酸水 125 L にて 10 數日間冷浸し類黄色透明の浸液に石灰乳を加へてフィチン其他の不純物質を沈澱除去し微弱醋酸々性溶液を減壓蒸餾して乾燥エキスとなし之を 80 % 酒精にて反復浸出し浸液に 80 % 酒精製鉛糖溶液を加へ析出せる沈澱を吸引濾過し沈澱を 80 % 酒精にてよく洗滌しこの酒精溶液を再び減壓濃縮し稀硫酸にて過剰の鉛を除去しエーテルと共に振盪し之に可溶成分を除きたる後低温に濃縮しエキス状となし之を 2 等分し其一半に稀硫酸を加へて其濃度を 5 % となし 5 % 稀硫酸水に飽和せしめたる磷ウヰルフラム酸溶液を加へ 24 時間放置の後析出せる沈澱を濾過し 5 % 硫酸水にてよく洗ひ陶土板上にて乾燥す總量 950 g にして之をアセトンにて浸出するに不溶性沈澱 110 g を得たり、アセトン可溶磷ウヰルフラム酸沈澱は之れよりアセトンを減壓蒸餾したる後過剰の鉛糖溶液を以て分解し分解液に直ちにバリット水を加へて鉛沈澱を完了せしめ其濾液に稀硫酸を加へて中和し低温にて濃縮後 80 % 酒精にて精製し酒精を餾去し硝酸々性となし常法に依り銀フラクチオン法を行ひヒスチンフラクチオンに移行する銀化合物を稀硫酸水中に混攪し硫化水素にて分解

し分解液を適度に濃縮し5%硫酸々性とならしめ之に硫酸水銀を作用せしめ2週間放置の後析出せる橙黄色の沈澱を濾別す

硫酸水銀沈澱は之を硫酸水中に混攪し硫化水素を通して水銀を除去し硫化水銀の沈澱を温湯にて良く洗滌し分解液は之をバリット水にて硫酸を除きたる後炭酸ガスを通して炭酸鹽として低温にて濃縮す、斯くして製せる乾燥エキスを85%酒精にて浸出し之にエーテルを加ふるときは灰褐色絮狀の沈澱を析出す之を遠心分離し乾燥するに引濕性を有せざる赤褐色の粉末を得たり

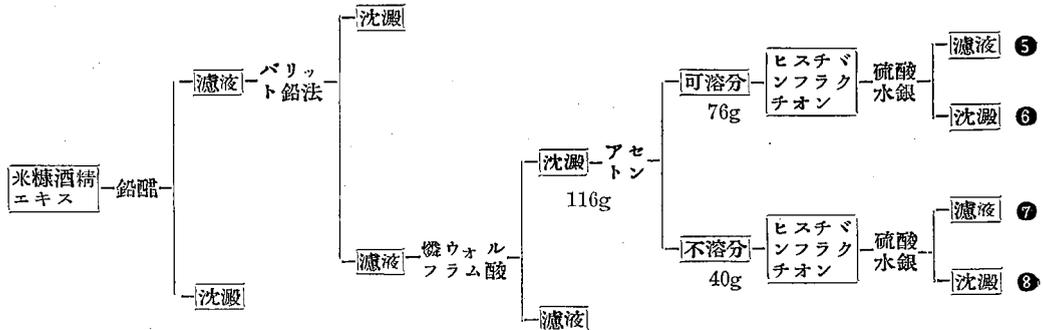
前記硫酸水銀沈澱の濾液は硫化水素にて水銀を除去し次にバリット水にて硫酸を除き炭酸鹽として濃縮し85%酒精溶液よりエーテルにて沈降せしめ乾燥後引濕性强き赤褐色の粉末を得たり

アセトン不溶性の燐ウオルフラム酸沈澱は之をアセトン水に溶解し鉛糖溶液を以て分解するときは褐色の透明液を得之に就き更にバリット鉛法を應用し析出する沈澱を分離し其濾液より稀硫酸を以て鉛及バリウム等を除き黄色澄明の濾液を低温にて濃縮し硝酸々性となし前法と同様に銀フラクチオン法を行ひヒスタミンフラクチオンに移行するものを炭酸鹽として低温にて濃縮し5%稀硫酸々性となし前法の如く硫酸水銀溶液を加ふるときは灰褐色の沈澱を析出す之を硫化水素にて分解し炭酸鹽として濃縮す硫酸水銀沈澱の濾液も亦前法の如く硫化水素にて水銀を除き炭酸鹽として濃縮す即ち本操作の順序を表記すれば次の如し



前記米糠の酒精エキスの一半を取り之に鉛醋を加へて弱酸性に於て析出する沈澱を濾別し次に其濾液に酸化鉛を加へて遊離醋酸を中和しバリット水を加へてバリット鉛法

による沈澱を析出せしめ之を濾別し濾液は稀硫酸を加へバリット及び鉛等を除きたる後常法に依り燐ウォルフラム酸にて沈澱を析出せしめアセトン分別法を行ひ沈澱總量 116g 中アセトン可溶分 76g を得たり 其可溶並に不溶兩部分に就き前段記載の如く銀分割沈澱法を行ひ其ヒスタミンフラクチオンに於けるものを硫酸水銀等にて處理したるに前記と殆ど同一の成績を得たり即ち本操作の順序次の如し



前記各フラクチオンに於ける 8 種の製品中微量の爲め動物試験を施行し難きものあり然るに此等製品中 1 號と 5 號, 2 號と 6 號, 3 號と 7 號並に 4 號と 8 號は夫々同一フラクチオンに屬すべきものと思考せしめたるを以て夫々之を合し以て試験を施行せり即ち其成績次の如し

バリット鉛沈澱の母液より得たる各フラクチオン製品の鳩に對する効力試験成績

第 17 表 (甲)

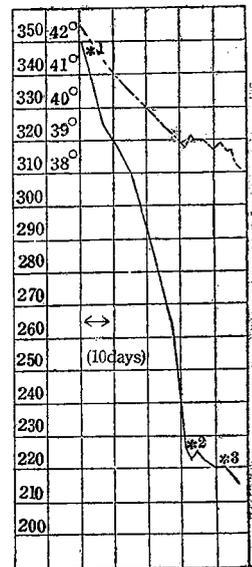
| 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘 要 | 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 350 | 42.5 | *1 | 37 | 223 | 39.0 | *2 |
| 4 | 335 | — | ” | 38 | 220 | 38.9 | ” |
| 8 | 325 | — | ” | 39 | 221 | 38.8 | ” |
| 12 | 305 | — | ” | 40 | 220 | 38.8 | ” |
| 16 | 310 | — | ” | 41 | 220 | 38.6 | ” |
| 20 | 305 | — | ” | 42 | 220 | 38.9 | *3 |
| 24 | 280 | — | ” | 43 | 220 | 38.8 | ” |
| 28 | 263 | — | ” | 44 | 219 | 38.6 | ” |
| 32 | 226 | 38.8 | *2 | 45 | 218 | 38.6 | ” |
| 33 | 225 | 39.1 | ” | 46 | 217 | 38.3 | ” |
| 34 | 223 | 39.2 | ” | 47 | 217 | 38.2 | ” |
| 35 | 225 | 39.0 | ” | 48 | 215 | 38.1 | ” |
| 36 | 220 | 39.0 | ” | | | | |

*1 白米のみ給與す

*2 衰弱著明佇立不能となる, 前記製品⑤ 10mg 宛注射す

*3 前記製品⑥ 10mg 宛注射す

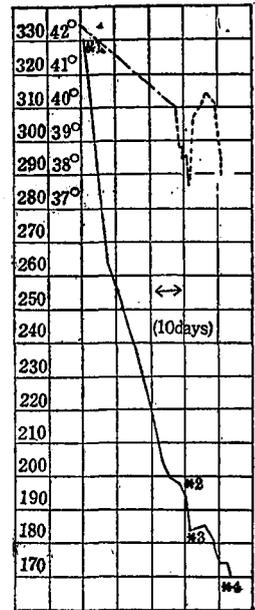
第 17 表 (乙)



第 18 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 330 | 42.5 | *1 | 33 | 190 | 39.8 | *3 |
| 4 | 385 | — | ” | 34 | 190 | 39.8 | ” |
| 8 | 265 | — | ” | 35 | 185 | 39.9 | ” |
| 12 | 240 | — | ” | 36 | 185 | 39.9 | ” |
| 16 | 240 | — | ” | 37 | 186 | 40.5 | ” |
| 20 | 208 | — | ” | 38 | 183 | 40.2 | ” |
| 24 | 205 | — | ” | 39 | 181 | 39.1 | ” |
| 28 | 198 | 40.0 | ” | 40 | 177 | 38.4 | ” |
| 29 | 198 | 38.8 | *2 | 41 | 175 | 38.0 | ” |
| 30 | 195 | 38.6 | ” | 42 | 175 | 38.0 | ” |
| 31 | 192 | 38.7 | ” | 43 | 175 | 38.0 | ” |
| 32 | 185 | 37.7 | *3 | 44 | 170 | — | *4 |

第 18 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明佇立不能となる、前記製品②を10mg宛注射す
- *3 前記製品①を10mg宛注射す
- *4 斃死

附記 4 號, 5 號, 6 號及 7 號製品は何れも微量にして單獨に試験するを得ず依て前述の如く同一フラクチオンに屬すべき他の製品に合して試験を施せり

前記試験成績に據れば米糠の水浸エキスを更に酒精にて精製せるものにつき直ちにバリット鉛法を行ふも或は初め燐ウオルフラム酸を以て沈澱せしめたる後之を行ふも兩者共にバリット鉛沈澱の母液中には既に有効成分を含有するものと認めがたし著者は此點に關し更に後章の試験に於て精査し之を確證し得たり。

第二節 バリット鉛沈澱の乾燥保存による有効成分の變質に就て

叙上の如くビタミンB性成分含有の溶液にバリット鉛沈澱を行ふときは其濾液著しく淡色となり大ひに精製の目的を達するが如き觀を呈せるを以て一方には有効成分を吸著せしめたる酸性白土を以て他方に於ては米糠の水浸エキスを酒精にて製精せるものに就き直接本法を應用し兩者相對應して以て良果を獲んことを期したるも各フラクチオンに於ける成分は何れも無効にして終に失敗に終れり依て先づ酸性白土の場合に於ける鉛沈澱を精査せるに有効成分は殆ど全部該沈澱中に移行せるを驗知せるを以て更に前記第一節に得たる鉛化合物に就きて之を試験せり即ち前記酒精エキスの場合

に於けるアセトン可溶燐ウオルフラム酸沈澱より得たる鉛化合物の約一ケ年間乾燥貯藏せるものを取り之を稀硫酸にて分解し常法によりて炭酸鹽として濃縮し其際析出する褐色の物質(木精に溶解し精製するときは褐色の粉末 1.7 g を得たり)を分離せる濾液を濃縮乾燥し 95 % 酒精に溶解せしめ之にエーテルを加ふるに褐色の粉末 5.7 g を得たり、本製品は 10 乃至 20 mg の量に於ては鳩の疾病に對し全く無効なり、次に第一節後半の試験に於て得たるバリット鉛沈澱(約一ケ年保存せるもの)につき次の試験を施行せり即ち常法に依り稀硫酸にて分解し分解液より更に燐ウオルフラム酸にて沈澱せしめ純アセトン處理法により可溶分を集めバリット水にて分解の後醋酸鹽として濃縮し其際析出する褐色の物質(木精にて精製するに 6.7 g あり)を濾別し其濾液を硝酸々性となすときは稍多量の沈澱を生じ之を遠心分離し水洗し陶土板上に乾燥するに黄褐色の粉末 34 g を得たり之等の析出物を除去し銀フラクチオン法を施しヒスチンフラクチオンに於ける銀化合物を集め常法に依り分解し炭酸鹽として濃縮し乾燥の後 90 % 酒精にて浸出し浸液に純酒精を注加するに褐色の粉末 1.7 g を得たり、次に其濾液にエーテルを加ふるに灰褐色の粉末 1.5 g を得たり

之等の製品は何れも既に米糠製品特有の香味を消失し鳩の疾病に對し兩製品共全く無効なり而して試みにエーテル沈降製品に就き其組成を検せるに次の如し

分 析

| | | | | | | | | | |
|----|----------|----|--------------------------|----|----------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.0050g | 炭酸 | 0.00907g | 水分 | 0.00370g | C% | 49.29 | H% | 8.22 |
| 同 | 0.00405g | 炭酸 | 0.00730g | 水分 | 0.00320g | C% | 49.09 | H% | 8.70 |
| 平均 | | | | | | C% | 49.19 | H% | 8.46 |
| 物質 | 0.00670g | 窒素 | 0.51ccm(氣壓760 mm, 20.5°) | N% | | | | | 8.64 |
| 同 | 0.00641g | 窒素 | 0.52ccm(氣壓760 mm, 20.0°) | N% | | | | | 9.04 |
| 平均 | | | | N% | | | | | 8.84 |

酸性白土に吸着せるものゝバリット鉛沈澱の効力極めて顯著なるに對し前記の如く酒精製エキスより得たるバリット鉛沈澱の無効なるは甚しき矛盾の現象なるが如しと雖も後者の場合には該沈澱を約一ケ年も貯藏せし爲め其間に有効成分の分解を來たせしよるべきを思惟せしむ即ち該沈澱はアルカリ性に於て析出せしめバリット含有の微弱アルカリ性の水を以て之を洗滌したる後陶土板上にて乾燥したるを以てアルカリ性の爲めに有効成分の分解を來たせしものと認むべく之を幾多の實驗に徴するに炭酸

鹽として得たる有効成分の製品は多くは其窒素含量 10 數%なるに對し前記エーテル沈降製品は窒素量著しく少なく又銀フラクチオン法を施すに當り硝酸酸性に於ける析出物多量にして之に反しヒスチバンフラクチオンに於ける製品遙かに僅少なり彼之を綜合すれば有効成分は長期の保存によりて終に分解を來たしたるものなるべきを想像するに難からず而して以上の關係を更に闡明せんが爲め後章に於て等しく米糠の酒精精製エキスを原料としバリット鉛法を應用し其沈澱を直ちに分解して試験したるに有効成分は殆ど全部其沈澱中に移行せることを確證し該沈澱法の抗神經炎ビタミン精製上有効なることを決定し得たり

第三章 米糠の水浸エキスを酒精にて精製せるものを以てせる研究(其の二)

第一節 有効成分のバリット鉛沈澱の製出及其處理に就て

混砂米糠 25 kg を醋酸々性に於て温浸し浸出液を減壓濃縮し 70 % 酒精を以て徹に硫酸々性に於て浸出し其不溶部分を除去し酒精を餾去せる後鉛糖溶液を加へて硫酸其他之によりて析出する沈澱物 (F₁) を除去し次に其濾液に酸化鉛を加へて中和し茲に析出する沈澱 (F₂) を除きたる後更に鉛糖及バリット水を交互に加へてアルカリ性に於て析出する淡黄色絮狀の沈澱を濾集し其濾液を醋酸々性となし濃縮し酸化鉛を加へて中和しバリット水を加へて鉛化合物を析出せしめこの操作を 3 回反復施行の後沈澱を集め洗滌し稀硫酸にて分解し鉛及バリットを除き分解液を低温にて濃縮し 5 % 硫酸含有溶液となしエーテルと共に振盪し之に可溶成分 (F₃) を分別したる後 30 % 磷ウオルフラ液酸溶液 (5 % 硫酸に溶解せるもの) を加へ析出する沈澱を 5 % 稀硫酸にて良く洗ひ乾燥の後粉末となし純アセトンにて冷浸し完全に溶出せしむ

上記磷ウオルフラム酸沈澱のアセトン可溶分は之を減壓蒸餾に附してアセトンを餾去し残渣に海砂を加へ 5 % 稀硫酸にて研和浮遊狀となし分液漏斗に移し之をアミールアルコール 1 分及エーテル 3 分の混液と共に振盪し此操作を數回反復して分解し稀硫酸々性溶液をエーテルにて處理し之に可溶分を分別し酸化鉛を加へて過剰の硫酸を除き次にバリット水にて痕跡の硫酸を除き炭酸瓦斯を通じ炭酸鹽として減壓濃縮乾涸し 95 % 酒精にて浸出し浸出液にエーテルを加へて沈降せしむるに乾燥後赤褐色にして引濕性苦味を有する粉末 (F₄) 80 g を得たり

右粉末製品中 70 g を取り 5 % 稀硫酸に溶解し之に硫酸水銀溶液を加へ稍長時間放置の後試みに其上澄液を分取し之に試薬を追加し 2 日間放置するに僅に濁濁を呈する程度にて中止し之を濾過し濾液より水銀を除きたる後之に燐ウオルフラム酸を加へ析出せる沈澱を集めよく洗滌し乾燥するに 230 g を得たり

硫酸水銀沈澱は之を硫酸々性に於て硫化水素にて分解し硫化水銀を濾別し濾液中の硫化水素及硫酸を除き炭酸鹽として低温にて濃縮するに微量の褐色物質を析出せり之を木精にて精製し褐色の粉末(F₁₁)微量を得たり、之を除去せる濾液を乾燥エキス状となし 90 % 酒精にて溶出し之よりエーテルにて沈降せしめ褐色の粉末(F₁₂) 3.5 g を得たり

前記燐ウオルフラム酸沈澱は之を乾燥粉末となし純酒精にて浸出するに之に不溶性沈澱は 130g なり、酒精可溶分より酒精を減壓蒸餾し残渣をバリット水にて分解し稀硫酸にて中和し低温にて濃縮し純酒精にて温浸し少量の不溶性物質(F₁₃)を分別し其濾液にエーテルを加へて沈降せしむるに褐色の粉末(F₁₀)少量を得たり、純酒精不溶の燐ウオルフラム酸沈澱は前法の如くバリット水にて分解し稀硫酸にて中和し低温にて濃縮乾燥の後 95 % 酒精にて処理し少量の不溶性褐色の物質(F₁₃)を分別し其濾液にエーテルを注加するときは多量の沈澱を析出し乾燥するに引濕性强き褐色の粉末(F₁₄) 8.4 g を得たり

アミールアルコール、エーテル層に轉溶する成分は之をバリット水にて振盪するときは其大部分は之に移行す依て之を分離し燐ウオルフラム酸バリウムを濾別し濾液中のバリットを稀硫酸にて除去し減壓濃縮するときは黄色の結晶性物質を析出す之を集め温木精に溶解し再結晶を行ふに最初に純黄色柱状結晶(F₁₅) (寫真第 2 圖参照) 1.2 g を析出し其濾液を放置し蒸散せしむるに前記結晶性物質に黄色無晶形粉末を混せるもの(F₂₀) 0.5g を析出し尙ほ其母液の濃縮に依り褐色の粉末(F₂₁) 0.8 g を得たり、此等の析出物を分別せる母液を更に濃縮するに褐黒色のエキス(F₂₂) 4 g を得たり

結晶性物質の性状

本品は後章酵母に對する醱酵試験に於て記載せるが如く酵母の醱酵作用催進性を有し本品を 100° に乾燥せるものに就き其融點を検するに 317° にて汚黄色に變じ 320°

にて泡起して完全に熔融す

本品は冷水には難溶なれども温時には稍溶解す、本品 0.01 g を 50ccm の蒸留水に溶解せるものに就き検するにラクムスには中性を示し PH 6.8 にして水溶液は微に黄色を呈す

本品 0.01 g を蒸留水 50 ccm に溶解しフェノールフタレインを標示薬として4分定規ナトロン液を以て滴定するに 0.3 ccm を消費せり之よりエーテルにてフェノールフタレインを除去するに其溶液は全く無色にして之を微にアルカリ性となすときは直ちに黄變す

本品は後章に於ける反應試験記載の如く燐ウオルフラム酸、醋酸水銀、ドラゲンドルフ氏試薬及マイヤー氏試薬によりて沈澱しフォリン氏兩反應、ミロン氏反應、ヂアツク反應及ムレキシド反應は何れも陽性なり

本品を真空中 100° に乾燥し其組成を検せるに次の如し

分 析

| | | | | | | | | | |
|----|---|----|---------------------------|----|----------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.00415g | 炭酸 | 0.00865g | 水分 | 0.00157g | C% | 58.22 | H% | 4.21 |
| 同 | 0.00442g | 炭酸 | 0.00945g | 水分 | 0.00163g | C% | 58.31 | H% | 4.10 |
| 平均 | | | | | | C% | 58.27 | H% | 4.16 |
| | C ₁₀ H ₈ NO ₄ として理論數 | | | | | C% | 58.25 | H% | 3.88 |
| 物質 | 0.00450g | 窒素 | 0.27ccm (氣壓 764mm, 22.0°) | | | N% | 6.70 | | |
| 同 | 0.00348g | 窒素 | 0.22ccm (氣壓 758mm, 20.0°) | | | N% | 7.06 | | |
| 平均 | | | | | | N% | 6.88 | | |
| | C ₁₀ H ₈ NO ₄ として理論數 | | | | | N% | 6.80 | | |

即ち本品は鈴木博士のβ酸に酷似するものなるを知り得たり

本品一定量を秤取し4%鹽酸にて2日間加熱し冷後析出せる結晶を検せるに其形態全く操作前に於けると同一(寫真3圖参照)にして試みに其窒素含量を検せるに6.76%にして融點全く前記と同一なり故に本物質は最早加水分解を受けざるものなるを知れり

アセトン不溶性燐ウオルフラム酸沈澱は之をバリット水にて分解したる後稀硫酸にて中和し減壓濃縮し5%硫酸々性となし硫酸水銀溶液を加へ前述の如くして析出せる硫酸水銀沈澱を稀硫酸々性に於て硫化水素にて分解し分解液中の硫化水素及硫酸を除き炭酸鹽として濃縮し乾燥の後褐色の粉末(F₂₄) 4.9 g を得たり

硫酸水銀沈澱の母液は水銀除去後之に燐ウヰルフラム酸溶液を加へ析出せる沈澱をバリット水にて分解し前法に於けるが如く炭酸鹽として濃縮しエーテルにて處理し其可溶性物質〔黄褐色の粉末(F_{27A}) 2 g〕を除きエーテル不溶性淡褐色の粉末(F_{27B}) 11.6-gを得たり

第二節 バリット鉛沈澱の濾液に就て

前記バリット鉛沈澱を分別せる濾液は淡黄色を呈す之を稀硫酸にて中和し低温にて濃縮後5%硫酸々性となし燐ウヰルフラム酸溶液を加へ析出せる沈澱をバリット水にて分解し常法により炭酸鹽として濃縮し舍利別狀となし之に純酒精を加ふるときは褐色不溶性の物質を析出す之を木精に溶解し無機鹽類を除去し乾燥後褐色の粉末(F₂₉) 1.6gを得たり純酒精可溶分は酒精を蒸餾の後黒褐色のエキス(F₃₀) 35gを得たり

前記燐ウヰルフラム酸沈澱をバリット水にて分解の際燐ウヰルフラム酸バリウムを醋酸水にて數回温浸するときは褐色々素様物質を溶出す之を濃縮乾燥し黒褐色の粉末(F₂₈) 10 gを得たり

第三節 バリット鉛沈澱分解液より燐ウヰルフラム酸沈澱を分別せる濾液に就て

バリット鉛沈澱分解液より燐ウヰルフラム酸沈澱を分別せる濾液に酸化鉛を加へ醋酸々性にて加温作用せしめ以て硫酸、燐ウヰルフラム酸等を除去し濾液を濃縮するときは多量の黄色無晶形の沈澱を生じ之を氷にて冷却するときは完全に析出す、之を集め木精に溶解し精製するに淡黄色のもの(F₄) 3g 次に純黄色の粉末(F₅) 0.5gを得たり

前記無晶形物質(F₄)を木精溶液より精製せるものは 320° に熔融し其組成次の如し

分 析

| | | | | | | | | | |
|----|---------|---|----------|------------------|----------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.0071g | 炭酸 | 0.00152g | 水分 | 0.00475g | C% | 58.39 | H% | 7.43 |
| 同 | 0.0035g | 炭酸 | 0.00745g | 水分 | 0.0022g | C% | 58.04 | H% | 6.98 |
| 平均 | | | | | | C% | 58.22 | H% | 7.21 |
| | | C ₁₁ H ₁₆ NO ₄ | として理論數 | | | C% | 58.37 | H% | 7.13 |
| 物質 | 0.1245g | 窒素 | 0.67ccm | (氣壓 761 mm, 17°) | | N% | 6.12 | | |
| 同 | 0.0062g | 窒素 | 0.37ccm | (氣壓 757 mm, 20°) | | N% | 6.65 | | |
| 平均 | | | | | | N% | 6.39 | | |
| | | C ₁₁ H ₁₆ NO ₄ | として理論數 | | | N% | 6.20 | | |

前記無晶形物質を2%鹽酸を以て3時間加熱するときは冷後集簇性針狀結晶(寫真第4圖参照)を析出す之を温湯より再結晶せしむるに本品は100°真空乾燥によりて減量することなく323—325°にて黒變熔融す、本結晶の組成次の如し

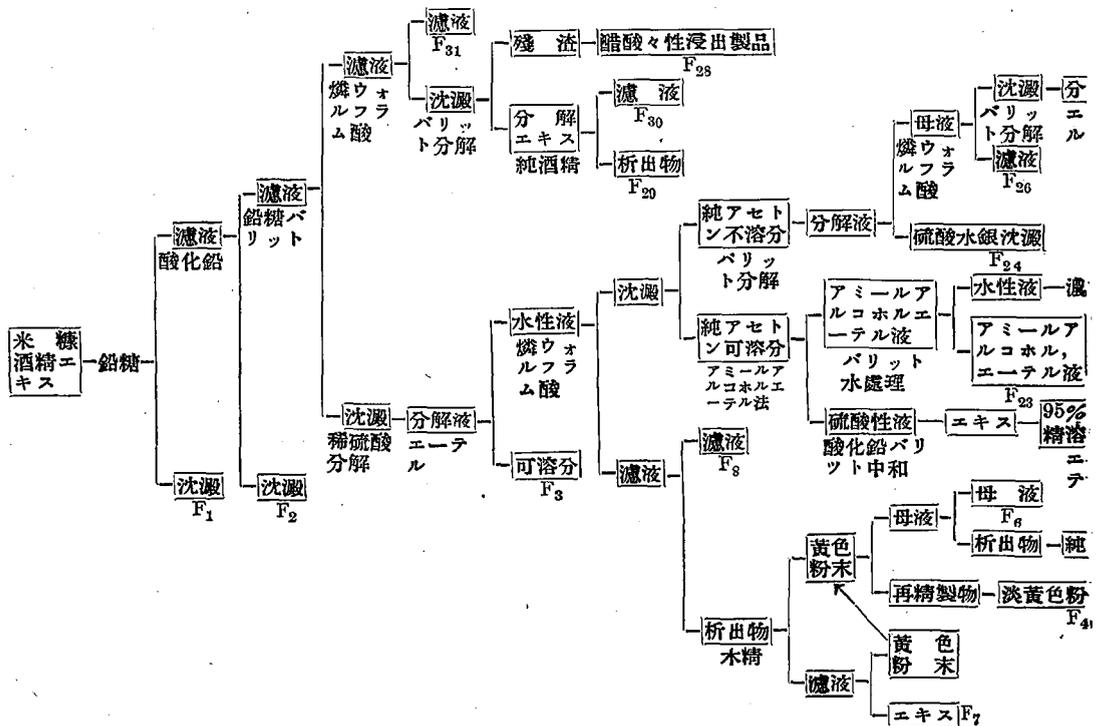
分析

| | | | | | | | | | |
|--|----------|----|---------------------------|----|---------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.0089g | 炭酸 | 0.0169g | 水分 | 0.0035g | C% | 51.76 | H% | 4.37 |
| 同 | 0.0089g | 炭酸 | 0.0167g | 水分 | 0.0034g | C% | 51.18 | H% | 4.24 |
| 平均 | | | | | | C% | 51.47 | H% | 4.31 |
| C ₉ H ₉ NO ₅ として理論數 | | | | | | C% | 51.23 | H% | 4.30 |
| 物質 | 0.0052g | 窒素 | 0.31ccm (氣壓 754 mm, 22°) | | | N% | 6.56 | | |
| 同 | 0.00562g | 窒素 | 0.315ccm (氣壓 752 mm, 23°) | | | N% | 6.13 | | |
| 平均 | | | | | | N% | 6.35 | | |
| C ₉ H ₉ NO ₅ として理論數 | | | | | | N% | 6.64 | | |

加水分解によりて生成せる結晶を分離したる母液は之を蒸發乾涸し純酒精に溶解し

第四節 各フラクチオンに

今前記フラクチオンに分別せる操作



エーテルにて沈降せしむるに引濕性を有する灰褐色の粉末を得たり、本品はフェーリング溶液を還元して亞酸化銅を析出せしむるも之に就きオザゾンの生成を試みたるに褐色無晶形の沈澱を析出せしも特異の結晶を形成せず其組成次の如し

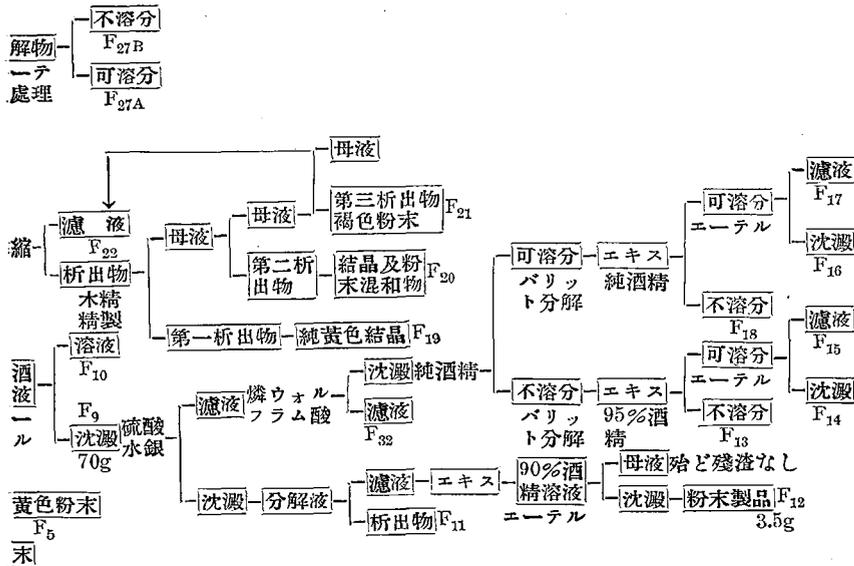
分 析

| | | | | | | | | | |
|----|----------|----|--------------------------|----|---------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.00270g | 炭酸 | 0.0026g | 水分 | 0.0020g | C% | 26.20 | H% | 8.20 |
| 同 | 0.00336g | 炭酸 | 0.0032g | 水分 | 0.0023g | C% | 25.96 | H% | 7.65 |
| 平均 | | | | | | C% | 26.08 | H% | 7.93 |
| 物質 | 0.0022g | 窒素 | 0.07ccm (氣壓 761 mm, 20°) | | | N% | 3.57 | | |
| 同 | 0.0040g | 窒素 | 0.11ccm (氣壓 761 mm, 21°) | | | N% | 3.07 | | |
| 平均 | | | | | | N% | 3.32 | | |

製品(F₅)に就きても亦前記と同様に鹽酸に依る加水分解を施したるに全く同一の結果を得たり

於ける製品の動物試験

行程の順序を表記すれば次の如し



前記各フラクチオン中主要の製品に就き鳩の疾病に對する治療的効果を檢せるに其成績次の如し

| フラクチオン番 | フラクチオン號 | 注射量 | 治療効果 | フラクチオン番 | フラクチオン號 | 注射量 | 治療効果 |
|---------|-----------------|----------|------|---------|------------------|----------|------|
| | F ₉ | 10 mg | 有効 | | F ₁₉ | 10—20 mg | 無効 |
| | F ₁₂ | 10 mg | 有効 | | F ₂₄ | 10—30 mg | 無効 |
| | F ₁₃ | 10—30 mg | 無効 | | F _{27B} | 10—30 mg | 無効 |
| | F ₁₄ | 10—20 mg | 殆無効 | | F ₂₉ | 30—50 mg | 殆無効 |
| | F ₁₆ | 10—20 mg | 殆無効 | | F ₃₀ | 10—20 mg | 無効 |
| | F ₁₈ | 10—30 mg | 無効 | | | | |

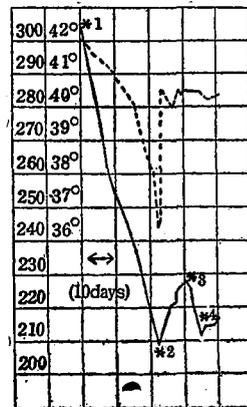
備考 殆ど無効とは注射兩日間は體溫上昇有効なるが如きも體重低減し體溫も亦漸次低下し 2,3 日にして無効に終るものを示す

今更に上記各フラクチオン製品中特に最も主要部分に就き鳩を以て行へる効果試験成績を掲ぐれば次の如し

第 19 表 (甲)

第 19 表 (乙)

| 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 | 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 305 | 42.0 | *1 | 29 | 225 | 40.4 | „ |
| 5 | 248 | 41.2 | „ | 30 | 223 | 40.5 | *3 |
| 9 | 260 | 41.3 | „ | 31 | 217 | 40.8 | „ |
| 12 | 247 | 40.8 | „ | 32 | 217 | 40.5 | „ |
| 16 | 237 | 40.0 | „ | 33 | 217 | 41.0 | „ |
| 21 | 218 | 38.6 | „ | 34 | 220 | 39.9 | „ |
| 22 | 211 | 37.9 | „ | 35 | 212 | 40.5 | „ |
| 23 | 208 | 36.5 | *2 | 36 | 215 | 40.4 | „ |
| 24 | 212 | 40.5 | „ | 37 | 215 | 40.3 | *4 |
| 25 | 215 | 40.5 | „ | 38 | 214 | 40.0 | „ |
| 26 | 220 | 40.0 | „ | 39 | 215 | 40.3 | „ |
| 27 | 220 | 40.2 | „ | 40 | 216 | 40.3 | „ |
| 28 | 222 | 40.5 | „ | 41 | 217 | 40.4 | „ |

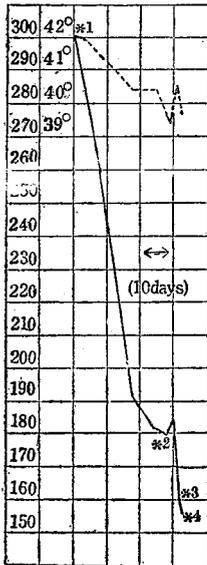


- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明にして自立不能となる、バリット 鉛沈澱—燐ウォルフラム酸沈澱—アセトン可溶部分—エーテル沈澱製品 F₉ を 10 mg 注射、爾後連日同量注射す
- *3 同上製品より得たる硫酸水銀沈澱製品 (F₁₂) 5 mg 及同上硫酸水銀沈澱の母液製品 (F₁₄) 5 mg を混じて注射す
- *4 同上硫酸水銀沈澱製品 F₁₂ のみ 10mg 宛注射す

第 20 表 (甲)

| 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 | 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 | 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 304 | 42.0 | *1 | 21 | 195 | 40.2 | „ | 30 | 185 | 40.0 | „ |
| 4 | 275 | 42.2 | „ | 24 | 183 | 40.5 | „ | 31 | 172 | 40.7 | „ |
| 8 | 260 | 41.9 | „ | 27 | 182 | 39.9 | „ | 32 | 160 | 39.8 | *3 |
| 15 | 213 | 40.6 | „ | 28 | 180 | 39.4 | *2 | 33 | 157 | — | *4 |
| 18 | 192 | 40.5 | „ | 29 | 185 | 39.5 | „ | | | | |

第 20 表 (乙)

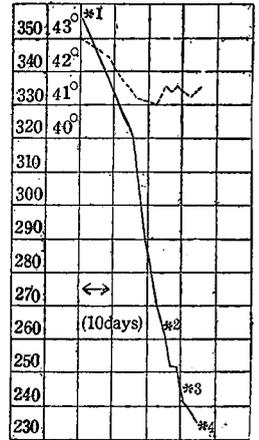


- *1 白米のみ給與す
- *2 バリット鉛化合物より得たる 燐ウォルフラム酸沈澱のアセトン可溶分の分解液より硫酸水銀による沈澱を分別せし後其濾液より析出せる燐ウォルフラム酸沈澱中純酒精不溶分の分解物を 95%酒精にて溶出しエーテルにて沈降せる製品 F₁₄ を 10mg 宛注射す
- *3 同上製品 20mg 注射す
- *4 斃死

第 21 表 (甲)

| 日數 | 體重 | 體溫 | 摘要 |
|----|-----|------|----|
| 1 | 358 | 43.0 | *1 |
| 5 | 345 | 42.5 | " |
| 9 | 337 | 42.4 | " |
| 13 | 320 | 41.8 | " |
| 16 | 320 | 41.2 | " |
| 19 | 290 | 41.0 | " |
| 23 | 271 | 41.0 | " |
| 25 | 263 | 41.6 | *2 |
| 26 | 252 | 41.2 | " |
| 27 | 252 | 41.4 | " |
| 28 | 252 | 41.4 | " |
| 29 | 252 | 41.6 | " |
| 30 | 248 | 41.4 | *3 |
| 31 | 247 | 41.4 | " |
| 32 | 242 | 41.3 | " |
| 33 | 242 | 40.6 | " |
| 34 | 245 | 39.6 | " |
| 35 | 235 | 41.6 | *4 |

第 21 表 (乙)

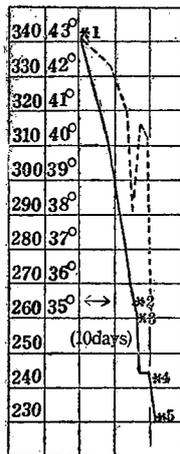


- *1 白米のみ給與す
- *2 脚部異状を呈し自立不能となる、バリット鉛沈澱濾液より得たる燐ウォルフラム酸沈澱を分解し炭酸鹽として濃縮せるもの、純酒精不溶分を木精にて精製せる製品 F₂₀ を 30mg 宛注射す
- *3 一般症状治癒せず 同上製品 50mg に増量注射す
- *4 殆ど効果無し試験中止す

第 22 表 (甲)

| 日數 | 體重 | 體溫 | 摘要 |
|----|-----|------|----|
| 1 | 340 | 43.2 | *1 |
| 5 | 320 | 42.9 | " |
| 9 | 310 | 42.4 | " |
| 12 | 297 | 41.7 | " |
| 14 | 278 | 41.0 | " |
| 16 | 262 | 38.2 | *2 |
| 17 | 262 | 39.8 | *3 |
| 18 | 245 | 40.7 | " |
| 19 | 257 | 40.7 | " |
| 20 | 245 | 40.3 | " |
| 21 | 242 | 35.3 | *4 |
| 22 | 230 | — | *5 |

第 22 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明佇立不能となり頸部強直苦悶症状を呈す、バリット鉛沈澱一燐ウォルフラム酸沈澱一アセトン可溶分一硫酸水銀沈澱の濾液一燐ウォルフラム酸沈澱一純酒精可溶分より得たる製品 F₁₆ を 10mg 宛注射す
- *3 頸部強直苦悶症状再發 同上製品 20mg 注射す
- *4 苦悶症状持續遂に斃死せり

上記動物試験成績により鳩の白米病に有効なる成分は殆ど全部バリット鉛沈澱中に移行し次に其燐ウォルフラム酸化合物は純アセト

ンに可溶性にしてアセトン不溶分は殆ど全く無効なり之れ前章酸性白土に吸著せしめたるものを以てせる成績とよく一致する所にして著者の成績はフンク氏の夫れと全然相背馳せり而して此バリット鉛沈澱法を行はざるものより得たる燐ウォルフラム酸沈澱のアセトンに対する溶解度によりて有効成分を分離精製することの困難にして此場合に於ても亦フンク氏の成績と異なる結果を得たるは既述の如し

次に有効成分の硫酸水銀によりて沈澱せらるゝの事實は最も注意を要する事項の一に屬す既に緒論に於て論述せし如く從來の文獻に徴するに硫酸水銀は何れもヱィタミンB性成分の抽出に際し不純物除去の目的に使用せらるゝのみなり故に著者も亦先人に倣ひ精製の目的に之を應用したるに意外にも有効成分は該沈澱中に保有せらるゝ事を發見せり此事實は後章に於ける試験により最も確實に之を立證し最早疑惑の餘地なきに至れり

第四章 總 括

以上各章に於ける研究成績に對しては其都度之れが總括的評論を試みたるを以て茲に之を再說するの必要なきが如しと雖も更に其主要の點を概括すれば次の如し

米糠中の抗神經炎ヱィタミン及酵母の増殖促進性成分は本邦産酸性白土によりて完全に吸著せられ其母液は全く無効にして吸著白土をバリット、石灰等の強鹽基を以て處理するときは完全に白土より分離し得べきは既に之を報告せり、今上記研究成績に徴すれば酸性白土吸著成分は鳩に對し有効なるのみならず南京鼠に對しても亦極めて有効にして之等有効成分を吸著白土より分離せしめたる後直ちに燐ウオルフラム酸化合物となしフンク氏²⁹⁾に従ひアセトンで之を處理するに之によりて不純物を分別し難く其アセトン可溶部分及不溶部分も共に鳩及南京鼠に對し有効なるを認めたり然るに有効成分を弱アルカリ性に於て鉛糖バリットによりて沈澱せしめたる後燐ウオルフラム酸化合物となしアセトンを以て處理するときは鳩の特異疾病に有効なる成分の夫れは之に溶解し之より得たる製品並に其ピクラートは其効果特に顯著にして後章に於ける硫酸水銀沈澱法によりて得たるヱィタミンフラクチオン製品と其効力殆ど匹敵しアセトン不溶分は殆ど全く無効にしてフンク氏の成績と全く相反せり是に依て觀れば酵母と米糠中の抗神經炎要素は或は同一物質にあらざるべきかの疑を懷かしむ

酸性白土吸著成分中抗神經炎性成分のバリット鉛法によりて沈澱せられ次て其の燐ウオルフラム酸化合物の純アセトンに可溶性なることは未だ文獻に認めざる新事實なるを以て著者は更に米糠の水浸エキスを酒精にて精製せるものにつき該法を應用し以て之を確證し得たり而して本鉛糖バリット法は有効成分を吸著せしめたる白土を強鹽基にて分離せしめたる後直ちに之を應用し得べく而かも多量の分解液を濃縮する必要

なく且つ米糠中に含有するカリ等の酸性白土に吸着せられたるものにして分解液中に移行せるものも亦本操作によりて容易に除別し得るの特徴を有し斯く本法を酸性白土吸着法に結合するときは比較的容易に著しく強度の有効製品を製出し得べく尙ほ前記鉛糖及バリットの外種々の可溶性鉛鹽及爾他の強鹽基並に鉛以外のアルミニウム鹽等を代用するも亦或は同様の成績を得るやも計り難しと雖も前記鉛バリット法を以て最も優れるものと思ふ何となれば之等の試薬は必要に應じて容易に最も完全に除去し得べければなり

南京鼠に有効なる成分も亦前記抗神経炎性成分と全く同様の關係を有するや否やは不明にして將來の研究に俟つべきものなり

抗神経炎性成分の硫酸水銀により沈降せらるゝ事實も亦未だ文獻の示さるる所にして著者によりて始めて發見し得たる事實なり本件に關しては後章に於て詳論すべし

ビタミンB性物質の酒精に對する溶解性に關しては第一章第五節に於て詳論したる以て茲に之を贅せざるべし

第三章第一節に於て得たる酵母の醱酵促進性を有する結晶性物質は其性状組成等に於て鈴木博士⁴⁵⁾の β 酸に極めて酷似するも同博士の β 酸は燐ウールフラム酸によりて沈澱せず、之を熱するに 340° 以上に及ぶも熔融せず又佐橋氏⁴⁶⁾の研究によれば β 酸の分子式は $C_{10}H_7NO_4$ にして之を熱するに 315° に至るも融解せず其結晶水を含むものは針狀晶をなし無水物は稜柱狀晶なり然るに著者の得たるものは結晶水を取らざるものゝ如く燐ウールフラム酸によりて沈澱し 320° に熔融す故に著者の結晶性物質は β 酸以外の新化合物なるやも計り難し將來之を解決せんことを期す

第三編 硫酸水銀應用による米糠中の抗神経炎ビタミン及 其他の附隨成分の研究

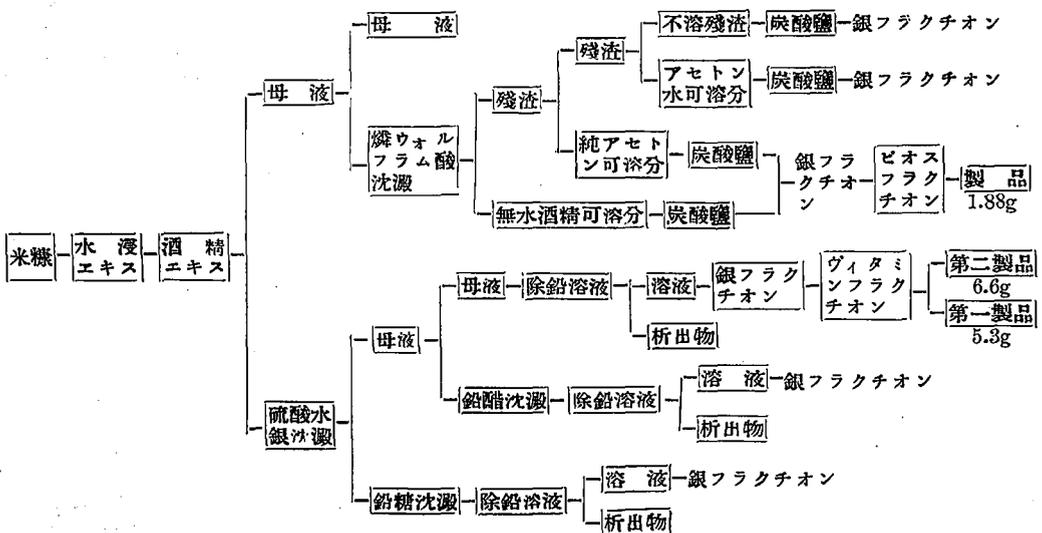
第一章 米糠の水浸エキスを酒精にて精製したるものより 得たる硫酸水銀沈澱の研究

第一節 硫酸水銀沈澱法に就て

從來東西幾多の學者がビタミンBの抽出精製に對し硫酸水銀應用に際しては多くは或程度迄精製したる後初めて之を使用するを常とするものゝ如きを以て著者も亦之

に倣ひ前記の如く處理したるものなるが徹に硫酸々性の酒精製米糠エキスにつき直ちに之を應用するときは磷ウオルフラム酸にて沈降せらるべき性質を有する多量の不純物を除去し爾後の操作上多大の便宜を得べきを思惟し以て次の如く實施せり而して本試験は前章に於けるものと殆ど同時に着手したるものにして其當時は硫酸水銀沈澱の有効なること全然不明なりしものなり

米糠約 25 kg を取り 2% 稀硫酸約 5 倍量を加へ時々攪拌しつゝ 10 數日間冷浸したる後壓搾漉過し残渣を 1 回水洗し漉液並に洗液を合し炭酸ソーダを以て中和し其際析出する不純物を濾別し濾液を減壓蒸餾に附して濃縮し茲に得たる水浸エキスに約 50% 硫酸を注意して加へ悉く硫酸鹽たらしめ徹に遊離硫酸々性に於て 65 乃至 75% 酒精にて反覆冷浸し不溶分を濾別し残渣を善く洗滌し酒精浸液を減壓蒸餾して酒精を餾去し醬油様色稠を有する濃厚の殘留液を 5% 硫酸性水溶液となし硫酸水銀の 5% 硫酸飽和溶液を加へ長時間放置し沈澱を濾別し濾液に再び硫酸水銀の粉末或は其稀硫酸飽和溶液を加へ折出する沈澱を濾過し此操作を 3 回反覆す此間約 3 ヶ月を要せり是等の沈澱中最初に析出せるものは褐色第 2 回に析出せるものは黄褐色最後に析出せるものは稍淡黄褐色を呈せり毎回 5% 稀硫酸にて善く洗ひ沈澱は稀硫酸水中に混攪し絶へず攪拌しつゝ硫化水素を通して分解し硫化水銀を濾別し之を反覆温浸し洗液殆ど着色せざるに至らしめ茲に得たる分解液を減壓濃縮し鉛糖溶液を加ふるときは最初に硫酸鉛の



白色沈澱を生じ次に褐色の沈澱を析出す之を濾過し濾液に更に鉛醋を加ふるときは初め黄褐色次に類黄色の沈澱を生ず之を濾別し以下前表の方式に従ひ處理し以て各フラクチオンに分ち各成分を検索せり

第二節 鉛糖沈澱物の處理に就て

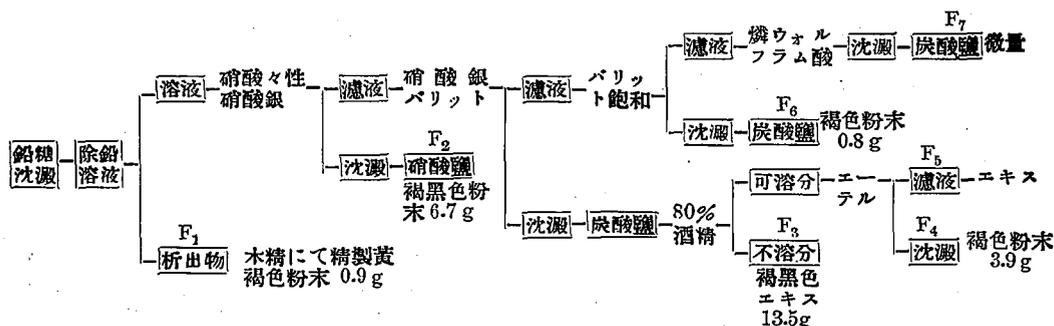
ビタミンB研究に際し其抽出操作中鉛糖は不純物除去の爲めに最も廣く應用せらるゝ所にして著者も亦從來屢々之を使用せり故に此際得たる鉛糖沈澱は之を試験するの必要を認めざるが如しと雖も元來硫酸水銀による沈澱は悉く夾雜物なるべしとの想定の下に専ら其母液を精査せるに更に有効成分を検出せざりしを以て終に硫酸水銀沈澱中に移行する成分の果して無効物質のみなりや否や甚しく疑問を生じ茲に其精査の必要を來たしたるものにして此場合に於ける鉛糖沈澱中の成分は鳩及酵母に對し又沈澱及呈色反應等に於て如何なる關係を有するや之を調査するの徒事ならざるべきを思惟し以て之に就き次の如く銀分割沈澱法を行ひて各フラクチオンに分別せり

鉛糖沈澱は充分よく洗滌したる後稀硫酸にて分解し硫酸鉛を温湯を以て完全に洗滌し分解液を低温に濃縮するときは醬油様濃稠液を得之を放置するときは褐色の沈澱を析出す之を温木精に溶解せしめ精製す黄褐色の粉末(F₁)にして0.9gあり、之を分離せる母液は硝酸々性に於て硝酸銀溶液を加へ以下順次に銀フラクチオン法を行ふ

硝酸々性に於て硝酸銀によりて沈澱するブリン銀化合物體は之を稀硫酸々性に於て硫化水素によりて分解し常法の如く處理して濃縮す褐黑色の粉末(F₂)にして6.7gあり

次にバレット水を加へ中性乃至弱アルカリ性にて析出する沈澱を濾集し常法に従ひ分解して銀を除き炭酸鹽として濃縮し乾燥エキスを80%酒精にて温浸するに不溶分は褐黑色エキス狀(F₃)にして13.5gあり酒精可溶分は之をエーテルにて沈降せしむるに褐色粉末狀の物質(F₄)3.915gを得たり本品は鳩の疾病に對し無効なり、其母液は酒精並にエーテル餾去の後エキス(F₅)となす

ヒスチンフラクチオンを分離せる母液に就きアルギニン並にリジンフラクチオンの検索を行ひアルギニンフラクチオンに於て褐色の粉末(F₆)0.8gを、リジンフラクチオンに於てエキス製品(F₇)微量を得たり、本検索の行程次の如し



前述の如く鉛糖沈澱中ヒスチマンフラクチオン中に移行する物質は鳩の疾病に對し全く無効なるを以て該沈澱は抗神經炎性成分を含有せざる不純物のみなりと推定するも誤りなかるべく各フラクチオンに於ける收得量は比較的多きを以て若し本操作を施行することなく硫酸水銀沈澱物を取り直ちに銀フラクチオン法を行ふときは之等の夾雜物質は各フラクチオン中に移行すべし故に硫酸水銀應用の場合に於ても亦鉛糖を用ひ不純物を除去することは絶對に必要なるを認むるに足るべし尙ほ本沈澱成分の酵母並に沈澱及呈色反應に對する關係は後章に詳述すべし

第三節 鉛醋沈澱物の處理に就て

鉛醋も亦鉛糖と同様にヴィタミンB抽出に際し多くの場合不純物除去の目的に使用せられ著者も亦屢之を應用せり但し之れが使用に際しては必ず微弱酸性又は中性反應に於て行ひアルカリ性反應は之を避けたり只フレンケル氏等¹³⁾はヴィタミンB及酵母の醱酵作用促進性物質の研究に際し其精製法として鉛醋を用ひ而かも其際溶液のアルカリ性となるを顧慮することなく沈澱の生ずる間之を加へたるに該沈澱中の成分は酵母の醱酵作用に關與するものなく全然夾雜物とせられたり然るに最近レヴィーン及ホーヴェン兩氏¹⁴⁾は有効成分の鉛醋によりて沈澱せらるゝを認め之をヴィタミンBの濃縮に應用せり而して前記硫酸水銀を除きて得たる溶液に鉛糖を加へ析出せる沈澱を濾別せる後其母液に更に鉛醋を加ふるときは初め黄褐色の沈澱を生じ之に試薬を追加すれば弱アルカリ性反應を呈するに至り類黄色の沈澱を生ず斯くして得たる鉛醋沈澱はレヴィーン氏等の説の如く有効成分を含有するものなりや將又フレンケル氏等の説の如く酵母に對して無力の物質なるや之等ば頗る興味ある問題なるを以て著者は該沈澱に就き銀分割沈澱法を行ひ精査したるに次の成績を得たり

前記鉛糖沈澱に於けるが如く稀硫酸に依りて分解し分解液を濃縮するときは醬油様色稠を呈し冷所に放置するに帶黄色の沈澱を析出す之を温木精に溶解せしめ精製す木精溶液より初めに析出するものは汚黄色の粉末(F₉)にして1.2gを有し次に褐色の粉末(F₉) 0.3gを得たり

前記析出物を分別せる濾液は前記鉛糖沈澱に於けると全く同一方法により銀フラクチオン法を行ふ但しプリンフラクチオンに於ては先づ醋酸々性に於て硝酸銀溶液を加へ析出する沈澱を硝酸含有の水にて處理し其不溶分をプリンフラクチオンとなし常法の如く處理分解し濃縮し80%酒精にて精製し褐色エキス状の物質(F₁₀) 5gを得たり其濾液よりヒスチマンフラクチオンとして分離せる成分は之を炭酸鹽として濃縮するに褐色の物質を沈澱す之を分離し木精にて精製し褐色の粉末(F₁₁) 0.1gを得たり次に其濾液を濃縮し90%酒精に溶解しエーテルにて沈降せしむるに淡褐色の粉末(F₁₂) 1gを得たり

醋酸々性に於て硝酸銀による沈澱を分離せる濾液は之に弱アルカリ性を呈する迄バリット水を加へ析出する銀沈澱を常法により分解處理し炭酸鹽として濃縮するときは褐色の物質を沈澱す之

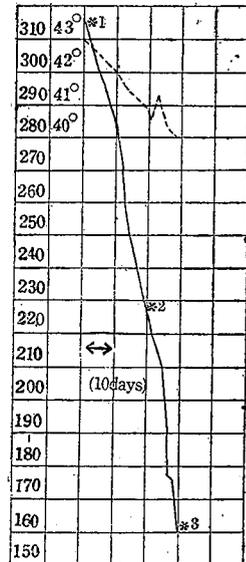
を木精溶液より精製し褐色の粉末(F₁₃) 0.1gを得たり、次に其濾液を濃縮するに褐色の粉末(F₁₄) 1.6gを得たり本品は別項動物試験成績に示すが如く鳩に對し著しき効果なし

前記ヒスチマンフラクチオンに於ける製品に就き鳩を以てせる効力試験成績次の如し

第 23 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|
| 1 | 315 | 43.0 | *1 |
| 5 | 304 | 42.5 | ” |
| 9 | 294 | 42.2 | ” |
| 12 | 277 | 40.9 | ” |
| 15 | 260 | 41.5 | ” |
| 16 | 247 | 41.2 | ” |
| 17 | 247 | 41.1 | ” |
| 18 | 242 | 40.5 | ” |
| 19 | 237 | 41.0 | ” |
| 21 | 228 | 40.7 | *2 |
| 22 | 228 | 41.1 | ” |
| 23 | 220 | 41.3 | ” |
| 24 | 215 | 41.2 | ” |
| 25 | 215 | 41.1 | ” |
| 26 | 200 | 40.2 | ” |
| 28 | 178 | 40.0 | ” |
| 29 | 177 | 40.0 | ” |
| 30 | 160 | — | *3 |

第 23 表 (乙)

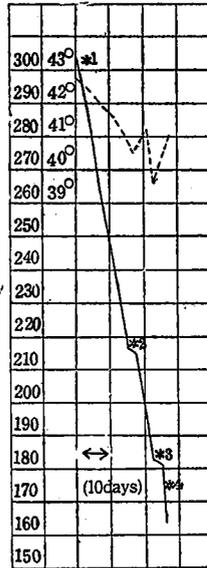


*1 白米のみ給與す
 *2 製品 F₁₂ を 10mg 宛注射す
 *3 斃死す

第 24 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|
| 1 | 305 | 42.9 | *1 |
| 5 | 277 | 42.8 | " |
| 9 | 260 | 42.0 | " |
| 12 | 240 | 41.4 | " |
| 15 | 221 | 41.2 | " |
| 16 | 218 | 40.9 | *2 |
| 17 | 215 | 40.5 | " |
| 18 | 216 | 40.6 | " |
| 19 | 206 | 40.5 | " |
| 21 | 195 | 41.3 | " |
| 22 | 193 | 40.0 | " |
| 23 | 184 | 39.6 | *3 |
| 24 | 175 | 40.2 | " |
| 25 | 182 | 40.5 | " |
| 26 | 175 | 40.7 | *4 |
| 27 | 165 | 41.0 | " |

第 24 表 (乙)

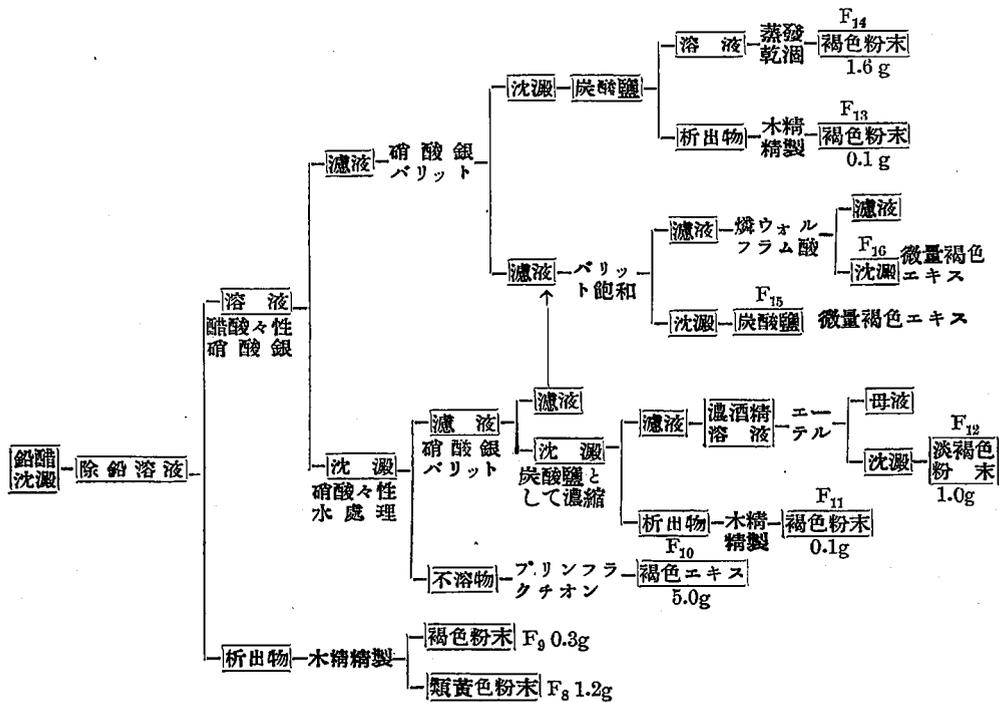


- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱の爲め佇立不能となる, 製品 F₁₄ を10mg 宛注射す
- *3 衰弱加はり危険状態となる, 同上製品 20mg 注射す
- *4 同上製品 40mg 注射す

前記の如く二様に分類してヒスチンフラクチオンを分離せる母液を合してアルギニンフラクチオン並にリジンフラクチオンに移行し前者より黒色の粉末(F₁₅)を, 次にリ

ジンフラクチオンに於て褐色のエキス (F₁₆)微量を得たり

以上の検索行程を表記すれば次の如し



前上の成績によれば鉛醋沈澱成分中ヒスチマンフラクチオンに於けるものは病鳩に對し一日 10 mg 程度にては効力なく 40 mg 以上にては幾分効果あるものゝ如くなるも確實ならず若し本フラクチオンに於ける成分にして有効なるときは一日 10 mg 以内に於て確實に奏功するを當然とすべく之より觀れば鉛醋沈澱も亦主として不純物質より成り極めて微量の有効成分の隨伴せるものと云ふを得べし之れ鉛醋沈澱は弱アルカリ性に於て析出せしめたるものなるを以て鉛糖沈澱の場合の如く充分よく水洗し得ざりしに因るやも計り難し之を要するにレヴィーン氏等の成績に比し大なる相違あり尙ほ後章酵母に對する成績之を示すが如く本沈澱の分解溶液中より析出し之を木精にて精製せるものは醗酵促進作用稍強盛なり従つてフレンケル氏等の成績とも亦異なれり

以上の如く鉛醋沈澱は専ら夾雜物を含有し本操作施行後に得たる濾液は鉛糖沈澱を除別せる濾液に比し一層淡色となるを以て微量の有効成分の損失を來たす場合之なきを保し難しと雖も之れが爲め著しく精製の目的を達し得べきを以て之を應用するの得策なるを思考せしむ

第四節 鉛醋沈澱の濾液の處理に就て

前記鉛糖及鉛醋による沈澱は主として不純物なるを以てビタミンB性成分は其大部分其母液中に含有せざる可らざる理となれり依て之に就き過剰の鉛を除別したる後銀分割沈澱法を行ひ其ヒスチマンフラクチオンを精査するに鳩及酵母に對し驚くべき効力を有することを驗知せり而してモノアミノ酸、ピリミヂン鹽基及其他の磷ウオルフラム酸によりて沈澱せられざる物質にして硫酸水銀によりて共に沈降せらるゝものありとせば此場合に於て先づ磷ウオルフラム酸を用ひ之等の物質を分別し該沈澱を前記の如く純アセトンにて處理して精製したる後銀フラクチオン操作を施さば一層純度高き有効物質の分離抽出に成功すべきを想像せしむるも既に屢々縷述せし如く硫酸水銀沈澱中に有効物質の移行することを豫期せざりしを以て之等の操作を省き直ちに銀フラクチオン法を施行せるものなり今其實施方法を掲ぐれば次の如し

前項に於ける鉛醋沈澱を濾別せる母液は稀硫酸にて過剰の鉛を除きたる後之を濃縮するときは類黄色の沈澱(F₁₁)を析出す之を分別したる濾液を更に氷室内にて冷却し其

際析出する沈澱 (F_{18}, F_{19}) を集め各温木精に溶解し精製す

其濾液を硝酸々性となし 20 % 硝酸銀溶液を加へ以下常法に従ひ銀フラクチオン法を行ふ

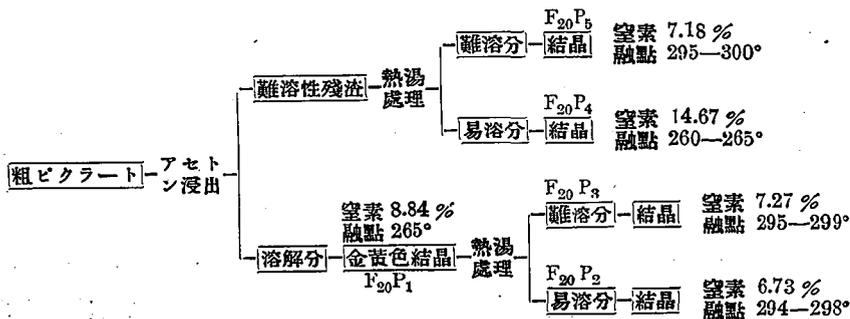
プリンフラクチオンに於ける銀化合物を硫酸々性の水に混攪し硫化水素を通じて分解し分解液より硫酸をバリット水にて除去し濃縮するときは初め類黄色の沈澱 (F_{20}) (0.86g) 次で淡黄色の沈澱 (F_{21}) (3.47g) 及灰褐色の沈澱 (F_{22}) (0.9g) を析出し是等を分離せる濾液を濃縮するに褐色のエキス (F_{23}) (3.6g) を得たり

之等プリンフラクチオンに於ける 4 種製品は何れも鳩の疾病に對し無効なり

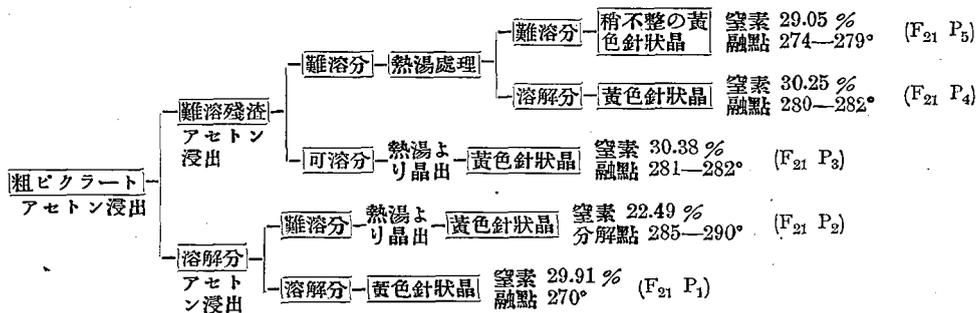
前記分割析出法によりて製せる F_{20}, F_{21} 及 F_{22} の 3 種物質につき夫々ピクラートを製出し其融點及窒素量(無水物)を檢定せしに次の結果を得たり

(a) 第 1 析出物 (F_{20}) 本品は 16.75 % の窒素を含有す、之より 0.5 g を秤取し温湯に溶かし木精製ピクリン酸飽和溶液を加へ析出せる黄澱を遠心分離し水及エーテルにて洗滌し乾燥したる後純アセトンで以て浸出し其可溶分よりアセトンを餾去し再び少量の温アセトンに溶かしエキシカートル中に放置するに金黄色の結晶 ($F_{20}P_1$) を析出せり、本結晶は 8.84 % の窒素を含有し之を熱するに 265° 附近に於て黒變し分解熔融す、次に之を少量の熱湯に溶かし再結晶せしむるに其易溶部分より融點 $294-298^{\circ}$ 、窒素含量 6.73 % の結晶 ($F_{20}P_2$) (寫真第 5 圖參照) を、其難溶部分より融點 $295-299^{\circ}$ 、窒素含量 7.27 % の結晶 ($F_{20}P_3$) を得たり

次にアセトン難溶部分も亦之を熱湯にて處理し再結晶せしむるに其易溶部分より融點 $260-265^{\circ}$ 、窒素含量 14.67 % の結晶 ($F_{20}P_4$) を析出し難溶部分より融點 $295-300^{\circ}$ 、窒素含量 7.18 % の結晶 ($F_{20}P_5$) を得たり、前記ピクラート中 $F_{20}P_3$ 及 $F_{20}P_5$ は蓋し同一物質なるべし、今前記の行程を表示すれば次の如し

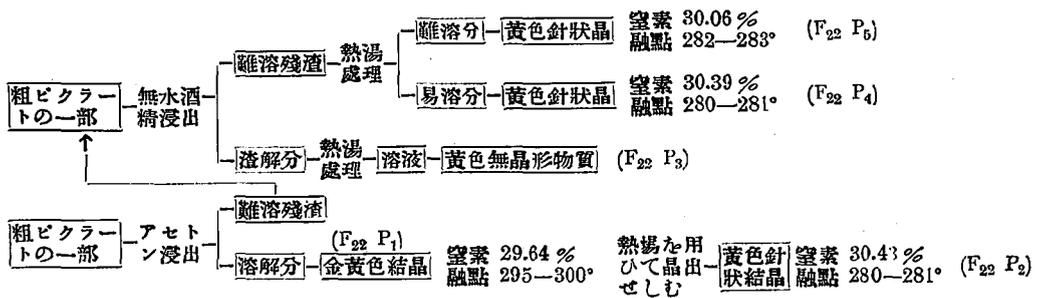


(b) 第2析出物 (F₂₁) 本品は 38.78 %の窒素を含有す、本品 1g を取り 60 %木精に溶かし之に 60 %木精に飽和せしめたるピクリン酸溶液を加ふるに多量の黄色針状晶を析出す、之を分別し木精に溶かし徐々に晶出せしむるときは稍大形の結晶となる之を分取し少量の木精にて洗ひ次にエーテルにてよく洗滌したる後3回温湯より晶出せしむるに總量 1.5g あり、之を乾燥し純アセトンで以て處理し易溶分と難溶分とに分別す易溶分は之よりアセトンを餾去し全く乾燥したる後再び純アセトンにて浸出し更に易溶分と難溶性残渣とに分ち其易溶分より融點 270° 窒素含量 29.91 %の黄色針状晶 (F₂₁P₁) (寫真第6圖参照) を析出し難溶残渣は熱湯より再結晶を施すに窒素量 22.49%, 285—290° に分解する黄色針状晶 (F₂₁P₂) (寫真第7圖参照) を得たり、次に初めにアセトンを以て處理したる際の難溶分は更に純アセトンを以て浸出し可溶分と難溶性残渣とに分ち可溶分は之を熱湯より晶出せしむるに融點 281—282°, 30.38%の窒素を含有する黄色針状晶 (F₂₁P₃) (寫真第8圖参照) を得たり、難溶部分も亦同様に熱湯より晶出せしめ更に之を純アルコールにて處理し可溶部分と難溶部分とに分ち前者より融點 280—282°, 窒素量 30.25 %の金黄色針状晶 (F₂₁P₄) (寫真第9圖参照) を、後者より融點 274—279°, 窒素量 29.05 % の結晶 (F₂₁P₅) を得たり、本操作の行程を表示すれば次の如し



(c) 第3析出物 (F₂₂) 本品は 35.84 %の窒素を含有す、本品 0.5g を取り温湯に溶かし温時にピクリン酸のアセトン飽和溶液を加ふるに直ちに多量の黄泥を析出す、之を遠心分離し初め水次にエーテルを以て洗滌し乾燥したる後其一部分を取りアセトンを以て浸出し易溶分と難溶分とに分ち前者は之を温アセトン溶液より晶出せしむるに金黄色の結晶 (融點 295—300°, 窒素量 29.64%) (F₂₂P₁) を得之を熱湯を用ひて再晶

出せしむるに融點 280—283°, 窒素量 30.43% の黄色針狀晶 (F₂₂P₂) (寫真第 10 圖參照) を得たり, アセトン難溶部分は之を殘部の粗ピクラートに合し無水酒精を以て浸出し之を可溶分と難溶殘渣とに分ち可溶分は酒精を餾去したる後熱水溶液より晶出せしむるに無晶形物質 (F₂₂P₃) を得たり, 無水酒精難溶殘渣も亦熱湯に溶かし晶出せしむるに其易溶分より融點 280—281°, 窒素量 30.39% の黄色針狀結晶 (F₂₂P₄) (寫真第 11 圖參照) 稍難溶分より融點 282—283°, 窒素量 30.06% の黄色針狀結晶 (F₂₂P₅) (寫真第 12 圖參照) を得たり次に本操作行程を表示すれば次の如し



前記ピクラートの窒素量はプレグル氏に従ひマイクロデューマ法によりて測定せり而して F₂₁P₃, F₂₁P₄, F₂₂P₂ 及 F₂₂P₄ は其結晶形, 融點及窒素量アデニンの夫れと全く一致するを以て著者はアデニンなるべきを信ず其他の物質は分明せず

前記プリンフラクチオンの濾液をバリット水にて中和し弱アルカリ性となすときは多量の沈澱を生ず之を充分よく洗滌したる後稀硫酸水中に混攪し硫化水素を通じて分解し硫化銀を温湯にて完全に洗滌し濾液及洗液を集め硫化水素を驅逐しバリット水にて硫酸を除き碳酸瓦斯を通じて碳酸鹽となし減壓濃縮し殘渣を 80% 酒精にて處理し不溶性物質〔灰褐色粉末 (F₂₄) 1.4g〕を分離したる後酒精溶液より酒精を減壓餾去し殘留を硫酸エキシカートル中にて徐々に濃縮するときは無色細針狀の結晶 (F₂₅) 1.1g を析出し更に濃縮するに前者に比し稍不純の結晶 (F₂₆) 0.6g を得たり

之等の結晶性物質は酵母並に鳩の疾病に對して全く無効なり

右結晶性物質 F₂₅ を温湯より再結晶せしめたるものは 300—305° に熔融し其組成次の如し

分析

物質 0.00353g 炭酸 0.0052g 水分 0.0017g C % 40.27 H % 5.34

| | | | | | | | | | |
|----|----------|--|-------------------------|----|---------|----|-------|----|------|
| 同 | 0.0032g | 炭酸 | 0.01205g | 水分 | 0.0038g | C% | 40.10 | H% | 5.14 |
| 平均 | | | | | | C% | 40.19 | H% | 5.24 |
| | | C ₁₅ H ₂₂ N ₇ O ₉ として理論數 | | | | C% | 40.52 | H% | 4.99 |
| | | C ₁₅ H ₂₃ N ₇ O ₉ として理論數 | | | | C% | 40.43 | H% | 5.28 |
| 物質 | 0.00385g | 窒素 | 0.78ccm (氣壓 753mm, 22°) | | | N% | 22.43 | | |
| 同 | 0.00400g | 窒素 | 0.80ccm (氣壓 754mm, 22°) | | | N% | 22.02 | | |
| 平均 | | | | | | N% | 22.23 | | |
| | | C ₁₅ H ₂₂ N ₇ O ₉ として理論數 | | | | N% | 22.07 | | |
| | | C ₁₅ H ₂₃ N ₇ O ₉ として理論數 | | | | N% | 22.02 | | |

前記結晶物を分離せる濾液は鳩の疾病並に酵母の増殖，醱酵に對して最も有効なる部分にして之を次の如く處理せり即ち之を更に舍利別狀まで濃縮し水冷するも最早結晶物を析出せざるに及びて之を乾涸せしめ 90% 酒精にて温浸するに全部溶解せり，次に之に約 3 倍容量の純酒精を加ふるときは帶褐白色絮狀の沈澱を析出す之を遠心力器にて分離し純酒精及びエーテルにて洗ひ硫酸エキシカートル中にて乾燥す，其得量 5.3 g にして米糠特有の香味を有する 稍引濕性黄褐色の粉末 (F₂₇) をなし鳩の疾病並に酵母の増殖，醱酵に對し強度の効果を有す依て之をビタミンフラクチオン第一製品として分類す，本品の組成次の如し

分 析

| | | | | | | | | | |
|----|---------|----|-------------------------|----|----------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.0065g | 炭酸 | 0.0107g | 水分 | 0.0048g | C% | 44.89 | H% | 8.20 |
| 同 | 0.0036g | 炭酸 | 0.0059g | 水分 | 0.00276g | C% | 44.67 | H% | 8.52 |
| 平均 | | | | | | C% | 44.78 | H% | 8.36 |
| 物質 | 0.0041g | 窒素 | 0.53ccm (氣壓 763mm, 16°) | | | N% | 14.77 | | |
| 同 | 0.0040g | 窒素 | 0.51ccm (氣壓 761mm, 16°) | | | N% | 14.56 | | |
| 平均 | | | | | | N% | 14.67 | | |

前記製品を分離せる母液に更に約 3 倍容量の純エーテルを注加するときは類白色絮狀の沈澱を析出す之を沈定せしめ上澄液を傾瀉分離し沈澱部分は遠心力器によりて分別しエーテルにて善く洗滌し硫酸エキシカートル中に乾燥す，之を分離せる母液よりエーテル及酒精を餾去するに極めて微量のエキスを殘留し其性状全く沈澱部分と同一なるを以て後記ピクラーの資料に供せり

前記沈澱は類白色の粉末 (F₂₈) にして殆ど引濕性なく米糠固有の香味を有し總得量 6.6 g あり鳩の特異疾病並に酵母の増殖，醱酵に對し前記第一製品に比し一層強度の効力を有す依て之をビタミンフラクチオン第二製品として分離す，本品の組成次の如し

分 析

| | | | | | | | | | |
|----|----------|----|-------------------------|----|----------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.00571g | 炭酸 | 0.00969g | 水分 | 0.00402g | C% | 46.28 | H% | 7.82 |
| 同 | 0.00446g | 炭酸 | 0.00760g | 水分 | 0.00290g | C% | 46.47 | H% | 7.22 |
| 平均 | | | | | | C% | 46.38 | H% | 7.52 |
| 物質 | 0.00241g | 窒素 | 0.27ccm (氣壓 758mm, 17°) | | | N% | 13.63 | | |

同 0.00395g 窒素 0.48ccm (氣壓 758mm, 20°)
平均

N % 13.58
N % 13.61

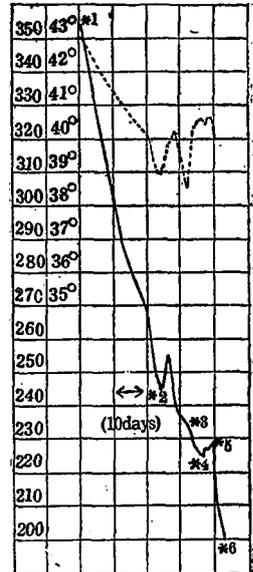
ビタミンフラクチオンに於ける製品に就き鳩を以てせる効果試験成績次の如し

第 25 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 355 | 43.0 | *1 | 33 | 234 | 38.5 | *3 |
| 13 | 290 | 41.3 | ” | 34 | 228 | 39.8 | ” |
| 21 | 265 | 40.0 | ” | 35 | 227 | 40.4 | ” |
| 23 | 250 | 39.2 | ” | 36 | 225 | 40.4 | ” |
| 25 | 245 | 39.0 | *2 | 37 | 225 | 40.7 | *4 |
| 26 | 245 | 40.1 | ” | 38 | 227 | 40.5 | ” |
| 27 | 255 | 39.8 | ” | 39 | 227 | 40.7 | ” |
| 28 | 246 | 40.2 | ” | 40 | 229 | 40.7 | *5 |
| 29 | 240 | 40.2 | ” | 41 | 219 | 40.0 | ” |
| 30 | 239 | 40.2 | ” | 42 | 206 | 40.0 | ” |
| 31 | 236 | 39.2 | ” | 43 | 200 | — | *6 |
| 32 | 234 | 39.2 | ” | | | | |

- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明佇立不能となる、ビタミンフラクチオンに析出せる結晶性物質 F₂₅ を 10mg 注射す
- *3 特異痙攣苦悶症状を呈す、ビタミンフラクチオン第一製品 5mg 宛連日注射す
- *4 同上製品を 10mg に増量注射す
- *5 注射を中止す
- *6 斃死

第 25 表 (乙)

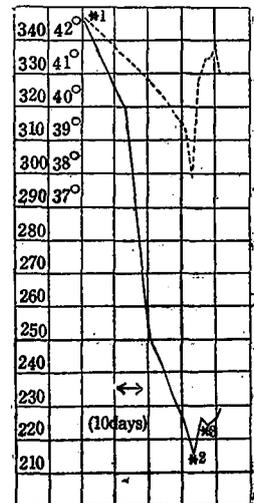


第 26 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|
| 1 | 345 | 42.8 | *1 |
| 13 | 320 | 41.5 | ” |
| 21 | 250 | 40.8 | ” |
| 31 | 225 | 39.4 | ” |
| 32 | 225 | 39.4 | ” |
| 33 | 216 | 37.9 | *2 |
| 34 | 226 | 40.7 | ” |
| 35 | 226 | 40.7 | ” |
| 36 | 232 | 40.8 | ” |
| 37 | 224 | 41.4 | *3 |
| 38 | 225 | 41.4 | ” |
| 39 | 225 | 41.5 | ” |
| 40 | 226 | 40.8 | ” |
| 41 | 229 | 41.0 | ” |

- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明、頸部痙攣特異症状を呈す、ビタミンフラクチオン第一製品 F₂₇ を 5mg 宛連日注射す
- *3 同上製品 10mg に増量注射す

第 26 表 (乙)



第 27 表 (甲)

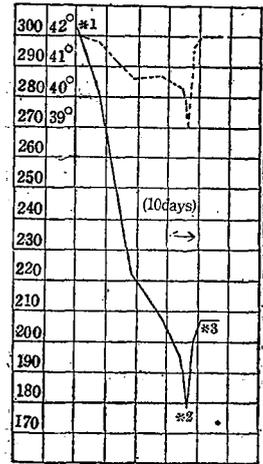
| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 302 | 42.0 | *1 | 40 | 197 | 42.5 | *2 |
| 8 | 282 | 41.8 | „ | 41 | 207 | 42.0 | „ |
| 19 | 222 | 40.5 | „ | 42 | 207 | 42.0 | „ |
| 28 | 207 | 40.7 | „ | 43 | 207 | 42.0 | *3 |
| 35 | 195 | 40.3 | „ | 44 | 192 | 41.5 | „ |
| 36 | 187 | 39.9 | „ | 45 | 207 | 42.0 | „ |
| 37 | 178 | 39.0 | *2 | 46 | 205 | 42.0 | „ |
| 38 | 195 | 41.3 | „ | 47 | 207 | 42.0 | „ |
| 39 | 200 | 41.5 | „ | | | | |

*1 白米のみ給與す

*2 衰弱著明佇立不能、特異症状を呈す、午前11時ビタミンフラクチオン第二製品 F₂₈ を10mg 注射せしに約2時間經過後元氣恢復食慾を生ぜり爾後連日同量宛注射す

*3 同上製品 5mg に減量注射す

第 27 表 (乙)



第 28 表 (甲)

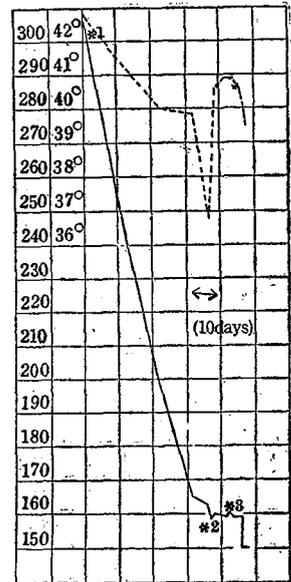
| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 305 | 42.8 | *1 | 40 | 159 | 40.0 | *2 |
| 13 | 240 | 41.2 | „ | 41 | 158 | 40.6 | „ |
| 23 | 195 | 40.0 | „ | 42 | 159 | 40.9 | „ |
| 32 | 165 | 39.8 | „ | 43 | 160 | 40.9 | *3 |
| 34 | 164 | 39.1 | „ | 44 | 159 | 40.8 | „ |
| 35 | 160 | 38.7 | „ | 45 | 159 | 40.5 | „ |
| 36 | 163 | 38.5 | „ | 46 | 159 | 40.8 | „ |
| 37 | 159 | 36.9 | *2 | 47 | 150 | 40.2 | „ |
| 38 | 159 | 38.5 | „ | 48 | 150 | 39.5 | „ |
| 39 | 160 | 40.6 | „ | | | | |

*1 白米のみ給與す

*2 衰弱著明自立不能に陥りたるを以て午前10時ビタミンフラクチオン第二製品 F₂₈ を5mg 注射す、約2時間後に佇立可能食慾を生ぜり爾後連日同量注射す

*3 注射を中止す

第 28 表 (乙)



以上の試験成績により米糠中の抗神経炎ビタミンは硫酸水銀によりて沈澱せられ次で鉛糖及鉛醋によりて夾雜せる多量の不純物は除去せられ更に銀フラクチオンに於てヒスタミンフラクチオン中に移行し以て他のフラクチオンに於ける不純物と分離せられ斯くして充分其本性を發揮し得べき状態となれるものと云ふを得べし然れども既に全然純粹状態に到達せるものなりや否やは不明なるを免れず依て前記ビタミンフ

ラクチオン製品に就き更にピクラート及ピクロ、ナートを形成せしめ之に就き其組成並に鳩に對する効力を精査したるに次の成績を得たり

ビタミンフラクチオン製品のピクラート及ピクロ、ナートに関する研究

(1) ピクラートの研究 其の一

前記ビタミンフラクチオン第一製品 1g を秤取し之を少量の水に溶解し之にピクリン酸のアセトン飽和溶液を注加するときは黄色のピクラートを析出す之を濾集し更に少量のアセトンに溶解し稍多量の水中に滴加するときは黄色絮状のピクラートを析出す之を速に遠心分離し最初に水次にエーテルにて洗ひ減壓エキシカートール中に乾燥するに黄色無晶形の粉末④ 0.63g を得たり

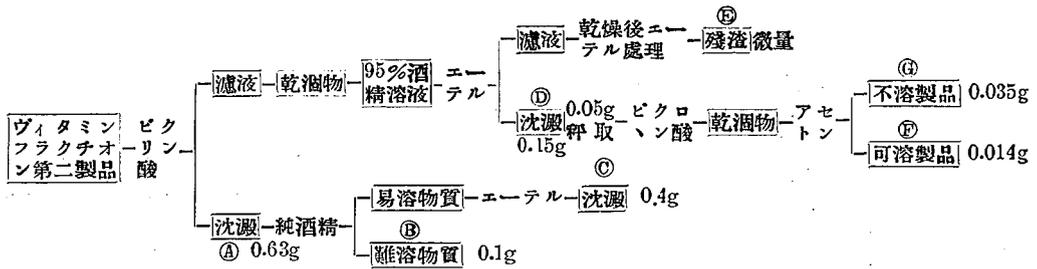
右ピクラートを分離せる母液に更にピクリン酸を追加し減壓硫酸エキシカートール中に放置し飴状となれるものを 95% 酒精に溶解し之にエーテルを注加するときは絮状の帯灰白色の沈澱を析出す之を遠心分離しエーテルにて洗滌し乾燥の後類白色の粉末⑤ 0.15g を得たり

前記ピクラートは之を數回温時純酒精にて浸出し比較的難溶性部分⑥を分別す此得量 0.1g にして黄褐色粉末状を呈す、可溶部分は之に多量のエーテルを加ふるときは黄色絮状の沈澱を析出し之を乾燥するに黄色無晶形の粉末⑦ 0.4g を得たり、本品は 198—200° に於て熔融す

ピクリン酸と結合せざる白色粉末⑧ 0.15g 中より 0.05g を秤取し少量の水に溶解しピクロ、ン酸の 60% 酒精飽和溶液を加へてピクロ、ナートを製出し乾燥後純アセトンにて處理し其不溶殘渣を純酒精にて處理するに溶解せず其量 0.035g あり⑨、アセトン可溶分は之を低温にて蒸發し乾燥殘渣をエーテルにて洗ひ精製す其得量 0.014g なり⑩

ピクロ、ン酸結合せざる物質は類白色の粉末にして容易に空氣中の水分を吸引して飴状を呈す⑪

以上の試験によりてピクラートを形成せざる物質中尙ほ微量のピクロ、ナートを形成する成分の含存することを認むべし而して前記の研究行程を表示すれば次の如し



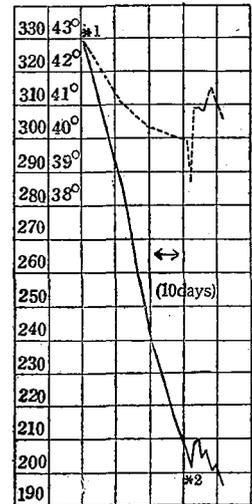
前記ピクラート及ピクラートを形成せざる成分に就き鳩を以て行へる動物試験成績次の如し

第 29 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|
| 1 | 300 | 43.0 | *1 |
| 13 | 285 | 41.0 | " |
| 21 | 240 | 40.3 | " |
| 32 | 203 | 39.9 | " |
| 33 | 201 | 38.7 | *2 |
| 34 | 209 | 40.9 | " |
| 35 | 210 | 40.9 | " |
| 36 | 204 | 41.5 | " |
| 37 | 206 | 40.8 | " |
| 38 | 198 | 40.0 | " |
| 39 | 200 | 41.5 | " |
| 40 | 202 | 41.2 | " |
| 41 | 195 | 40.4 | " |
| 42 | 196 | 40.6 | " |

*1 白米のみ給與す
 *2 衰弱著明全身痙攣症状を呈す、ビタミンフラクチオン第一製品のピクラート(A)を5mg注射す、約2時間の後元氣恢復食慾を生ぜり爾後同量宛注射す

第 29 表 (乙)

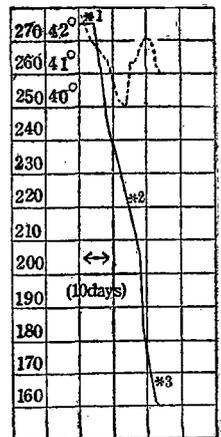


第 30 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|
| 1 | 275 | 42.8 | *1 |
| 5 | 275 | 41.9 | " |
| 9 | 246 | 41.4 | " |
| 12 | 234 | 40.2 | " |
| 15 | 222 | 40.0 | *2 |
| 16 | 215 | 41.3 | " |
| 17 | 213 | 41.3 | " |
| 18 | 208 | 41.6 | " |
| 19 | 205 | 41.8 | " |
| 20 | 185 | 42.0 | " |
| 21 | 175 | 42.0 | " |
| 22 | 168 | 42.0 | *3 |
| 23 | 161 | 41.3 | " |
| 24 | 160 | 41.0 | " |

*1 白米のみ給與す
 *2 衰弱著明佇立不能となる、ビタミンフラクチオン第一製品のピクラート(C)5mgを午前11時50分に注射せしに午後2時に至り元氣良好となり食慾を生ぜり爾後連日同量宛注射す
 *3 注射を中止す

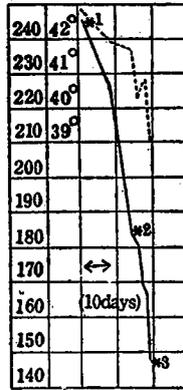
第 30 表 (乙)



第 31 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|
| 1 | 245 | 42.8 | *1 |
| 5 | 249 | 42.4 | ” |
| 9 | 227 | 41.9 | ” |
| 12 | 210 | 41.3 | ” |
| 15 | 184 | 41.7 | *2 |
| 16 | 184 | 40.7 | ” |
| 17 | 180 | 40.3 | ” |
| 18 | 170 | 40.7 | ” |
| 19 | 167 | 40.8 | ” |
| 20 | 148 | 39.0 | *3 |

第 31 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明自立不能となるヴィタ
ミンフラクチオン第一製品ピク
ラートを形成せざる物質 ㊸を
5mg 宛連日注射す
- *3 頸部強直特異の苦悶症状を呈し
て遂に斃死せり

(2) ビクラートの研究 其の二

ヴィタミンフラクチオン第二製品を分離せる母液より酒精並にエーテルを餾去するときは殆ど沈澱部分と同一物質と思考せらるべき物質少量を残留するを以て之を次の如くビクラートの研究資料に供せり

右エキス状の残渣に酒精を加へて約 60% 濃度となしピクリン酸の木精飽和溶液を加ふるときは美黄色絮状の沈澱を析出す之を集めアセトンに溶かし適量の水中に滴加すれば再び沈澱を析出す之を遠心分離しエーテルにて洗ひ乾燥す黄色の粉末にして 1.5g あり、更に之を精製の目的を以て温純酒精にて數回反復温浸し可及的可溶分を集め比較的難溶性黄褐色の部分 ㊸を分別す

純酒精可溶部分は之に約 3 倍容量の純エーテルを追加するときには美黄色粉末状の沈澱 ㊹を析出す之をエーテルにて洗ひ乾燥す、本品は 198—200° に於て熔融し其組成次の如し

分 析

| | | | | | |
|----|----------|---|-------------|-----------|-----------|
| 物質 | 0.00390g | 炭酸 0.00650g | 水分 0.00236g | C % 45.43 | H % 6.72 |
| 同 | 0.00466g | 炭酸 0.00776g | 水分 0.00302g | C % 45.40 | H % 7.20 |
| 平均 | | | | C % 45.42 | H % 6.96 |
| | | $C_{21}H_{45}N_6O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | C % 44.85 | H % 6.70 |
| | | $C_{24}H_{50}N_7O_8 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | C % 45.37 | H % 6.73 |
| 物質 | 0.00240g | 窒素 0.39 ccm (氣壓 761 mm. 24.5°) | | | N % 17.85 |
| 同 | 0.00212g | 窒素 0.35 ccm (氣壓 756 mm. 24.5°) | | | N % 17.70 |
| 平均 | | | | | N % 17.78 |
| | | $C_{21}H_{45}N_6O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | | N % 17.45 |

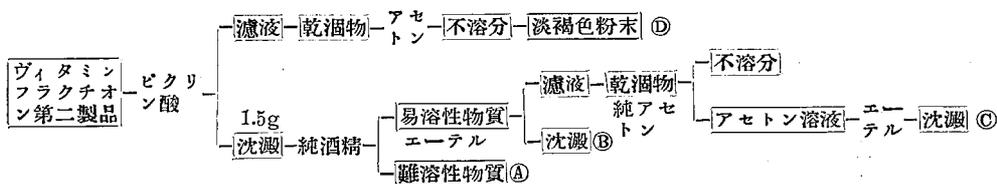
| | | | |
|----|---|---------------|---------------|
| | $C_{24}H_{50}N_7O_8 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論数 | N % 17.65 |
| 物質 | 0.0656g | ピクリン酸 0.0199g | ピクリン酸 % 30.34 |
| 同 | 0.0489g | ピクリン酸 0.0146g | ピクリン酸 % 29.86 |
| 平均 | | | ピクリン酸 % 30.10 |
| | $C_{21}H_{45}N_6O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論数 | ピクリン酸 % 31.70 |
| | $C_{24}H_{50}N_7O_8 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論数 | ピクリン酸 % 28.87 |

前記製品を沈降せしめたる濾液中には尙ほ多量のピクラートを溶存せるを以てエーテル酒精の大部分を餾去し次に常温にて蒸散せしめ乾燥せる残渣を純アセトンにて浸出するときは極めて微量の褐灰色の不溶物質を留め大部分は溶解すこの溶液に多量のエーテルを加ふるときは更に美麗なる黄色の沈澱◎を析出し乾燥後其融點を檢するに 198° にて熔融せり、本品の組成次の如し

分析

| | | | | | |
|----|--|---------------------------------|-------------|----------|---------|
| 物質 | 0.00530g | 炭酸 0.00358g | 水分 0.00240g | C% 44.15 | H% 5.03 |
| 同 | 0.00588g | 炭酸 0.00954g | 水分 0.00280g | C% 44.23 | H% 5.29 |
| 平均 | | | | C% 44.19 | H% 5.16 |
| | $C_{19}H_{32}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論数 | C% 44.69 | H% 5.26 | |
| 物質 | 0.00340g | 窒素 0.53 ccm (氣壓 757 mm, 26.5°) | | N% 16.86 | |
| 同 | 0.00270g | 窒素 0.405 ccm (氣壓 759 mm, 22.0°) | | N% 16.63 | |
| 平均 | | | | N% 16.75 | |
| | $C_{19}HH_{32}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論数 | | N% 16.69 | |

本ピクラート製出の行程次の如し



本ピクラートの鳩に對する効果試験成績次の如し

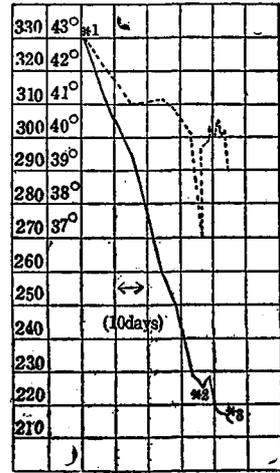
第 32 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 330 | 43.0 | *1 | 21 | 295 | 41.1 | ” | 28 | 250 | 40.8 | ” |
| 5 | 330 | 42.1 | ” | 23 | 265 | 40.2 | ” | 29 | 250 | 40.8 | ” |
| 9 | 320 | 41.9 | ” | 25 | 260 | 41.1 | ” | 30 | 240 | 40.1 | ” |
| 13 | 310 | 41.8 | ” | 26 | 255 | 41.2 | ” | 31 | 237 | 40.0 | ” |
| 16 | 295 | 41.0 | ” | 27 | 252 | 41.0 | ” | 32 | 235 | 40.6 | ” |

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|
| 33 | 232 | 41.2 | " |
| 34 | 228 | 40.1 | " |
| 35 | 225 | 39.6 | " |
| 36 | 220 | 39.3 | " |
| 37 | 225 | 37.0 | *2 |
| 38 | 227 | 39.7 | " |
| 39 | 228 | 39.8 | " |
| 40 | 223 | 40.2 | " |
| 41 | 218 | 40.0 | " |
| 42 | 217 | 40.5 | " |
| 42 | 217 | 40.0 | " |
| 44 | 215 | 40.2 | *3 |
| 45 | 214 | 39.0 | " |

*1 白米のみ給與す
 *2 衰弱著明特異の頸部強直苦悶症状を呈す、ビタミンフラクチオン第二製品のピクラートを純酒精にて浸出しエーテルにて沈降せるもの② 5mg 注射、約2時間半の後症状治療食慾を生ぜり
 爾後連日同量宛注射す
 *3 注射を中止す

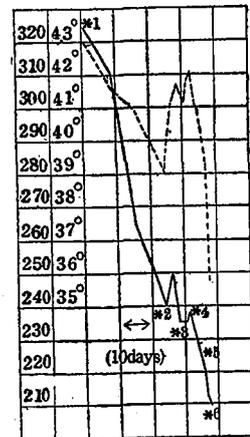
第 32 表 (乙)



第 33 表 (甲)

| 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 数 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 325 | 43.0 | *1 | 29 | 235 | 41.7 | *3 |
| 5 | 315 | 41.5 | " | 30 | 235 | 41.2 | " |
| 9 | 310 | 41.6 | " | 31 | 235 | 41.1 | " |
| 13 | 280 | 40.8 | " | 32 | 238 | 41.8 | " |
| 16 | 265 | 40.9 | " | 33 | 235 | 42.1 | *4 |
| 21 | 255 | 40.0 | " | 34 | 230 | 41.3 | " |
| 23 | 240 | 40.2 | " | 35 | 235 | 40.9 | *5 |
| 25 | 240 | 39.0 | *2 | 36 | 222 | 40.5 | " |
| 26 | 240 | 40.8 | " | 37 | 214 | 39.6 | " |
| 27 | 250 | 40.8 | " | 38 | 210 | 35.8 | *6 |
| 28 | 240 | 41.6 | " | | | | |

第 33 表 (乙)



- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明佇立不能となる、ビタミンフラクチオン第二製品のピクラートをアセトンに溶解しエーテルにて沈降せしめたる精製品② 5mg を注射す
- *3 脚部症状治療し佇立可能となる
- *4 元氣良好症状全治、前記製品の注射を中止しピクリン酸 5mg を注射す
- *5 佇立不能衰弱著明
- *6 特異苦悶症状を呈して斃死せり

(3) ピクラートの研究 其の三

ビタミンフラクチオン第二製品 1g を秤取し約 10 ccm の水に溶解しピクリン酸 1g を木精に溶解せるものを加へ析出する沈澱を顧慮することなく其儘硫酸エキシカートル中に蒸發乾涸せしめたる後之を純酒精にて溶出するに殆ど全溶し微量の褐色残渣④

を留む、純酒精溶液にエーテルを加ふるときは淡黄色絮状の沈澱を析出す之を遠心分離し乾燥す、淡黄色粉末状を呈す之を更に純アセトンにて反復浸出し浸液よりエーテルにて沈降せしめ黄色の粉末① 0.11 g を得たり

アセトン不溶残渣を再び水に溶解しピクリン酸の木精溶液を加ふるときは再びピクラー特を析出す之を其儘蒸發乾涸せしめたる後純アセトンにて浸出しエーテルにて沈降せしむるに其得量 0.087 g ②にしてピクリン酸と結合せざるもの③ 0.28 g なり

前記純酒精よりエーテルにて沈降せしめたる濾液は蒸發乾燥後アセトンに溶解しエーテルにて沈降せしむるに粉末状のピクラー特④ 0.226 g を得たり、本品は 198° に熔融し次の組成を有す

分 析

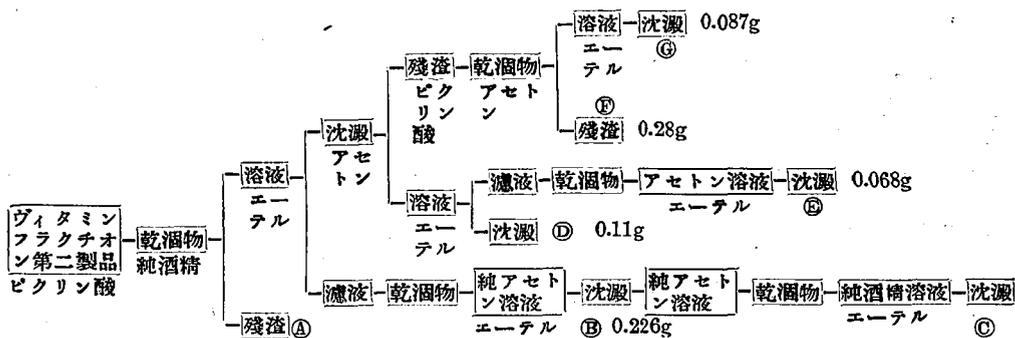
| | | | | | |
|----|----------|---|------------|-----------|----------|
| 物質 | 0.00884g | 炭酸 0.0145g | 水分 0.0051g | C % 44.91 | H % 6.29 |
| 同 | 0.00790g | 炭酸 0.0130g | 水分 0.0048g | C % 44.86 | H % 6.52 |
| 平均 | | | | C % 44.89 | H % 6.41 |
| | | $C_{20}H_{40}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | C % 45.13 | H % 6.27 |
| | | $C_{19}H_{40}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | C % 44.16 | H % 6.39 |
| 物質 | 0.00160g | 窒素 0.23 ccm (氣壓 765 mm, 20°) | | N % 16.22 | |
| 同 | 0.00340g | 窒素 0.49 ccm (氣壓 764 mm, 21°) | | N % 16.16 | |
| 平均 | | | | N % 16.19 | |
| | | $C_{20}H_{40}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | N % 16.21 | |
| | | $C_{19}H_{40}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | N % 16.49 | |

本品を更に純アセトンにて反復浸出するに少量の不溶物質を残留す其可溶部分よりアセトンを蒸散せしめ次に少量の純酒精に溶解せしめ多量のエーテルを加ふるときは美黄色絮状の沈澱⑤を析出す之を遠心分離しエーテルにて洗滌し硫酸エキシカートル中に乾燥す、熔融點 198° にして其組成次の如し

分 析

| | | | | | |
|----|----------|---|-------------|-----------|----------|
| 物質 | 0.00710g | 炭酸 0.01154g | 水分 0.00336g | C % 44.32 | H % 5.26 |
| 同 | 0.00602g | 炭酸 0.00982g | 水分 0.00300g | C % 44.43 | H % 5.53 |
| 平均 | | | | C % 44.40 | H % 5.40 |
| | | $C_{19}H_{32}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | C % 44.69 | H % 5.26 |
| 物質 | 0.00230g | 窒素 0.345 ccm (氣壓 760 mm, 20.5°) | | N % 16.47 | |
| 同 | 0.00220g | 窒素 0.36 ccm (氣壓 760 mm, 20.5°) | | N % 16.77 | |
| 平均 | | | | N % 16.62 | |
| | | $C_{19}H_{32}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ | として理論數 | N % 16.69 | |

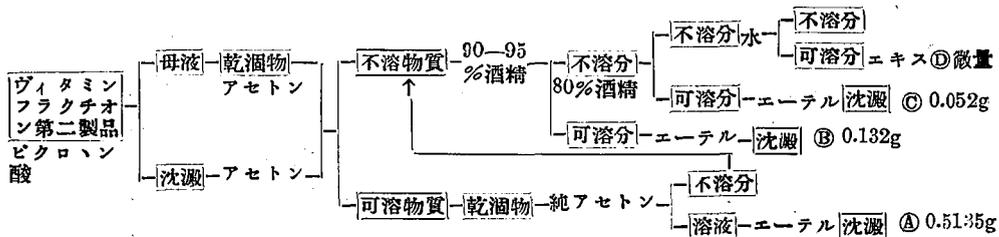
本ピクラー特製出の行程を表示すれば次の如し



(4) ビクロノートの研究 其の一

ビタミンフラクチオン第二製品 1g を秤取し約 10% 水溶液となしピクロン酸の 60% 酒精飽和溶液を加ふるときは最初に褐色の物質次に黄色粉末状の物質を析出す之を分離し乾燥の後純アセトンにて浸出し母液は其儘硫酸エキシカートル中に蒸發乾涸せしめ残渣を純アセトンにて浸出し兩アセトン浸出液を合しアセトンを餾去の後乾涸せしめ再び純アセトンにて浸出しエーテルを以て沈降せしむるときは黄色粉末状の沈澱④を析出す其得量 0.5135g なり

純アセトン不溶残渣は之を 90—95% 酒精次に 80% 酒精にて浸出するに褐灰色僅微の不溶残渣を留め大部分は溶解すこの 90—95% 酒精溶液にエーテルを加ふるときは純白色の沈澱③ 0.132g を得たり次に 80% 酒精可溶部分も亦同様にエーテルを以て沈降せしめ灰白色の物質⑤ 0.052g を得たり、80% 酒精不溶部分は水には大半溶解し之を濃縮するときは褐色のエキス⑥微量を留む、本ビクロノートの製出の行程次の如し



前記アセトン浸液よりエーテルにて沈降せしめたる製品④の組成次の如し

分析

| | | | | | | | | | |
|----|----------|----|----------|----|----------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.00750g | 炭酸 | 0.01300g | 水分 | 0.00530g | C% | 47.26 | H% | 8.00 |
| 同 | 0.00460g | 炭酸 | 0.00800g | 水分 | 0.00316g | C% | 47.43 | H% | 7.63 |

| | | | | |
|----|--|--------------------------------|----------|----------|
| 平均 | | | C% 47.35 | H% 7.82 |
| | $C_{18}H_{46}N_5O_7 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ | として理論數 | C% 47.42 | H% 7.68 |
| 物質 | 0.00295g | 窒素 0.46 ccm (氣壓 765 mm, 20.0°) | | N% 17.59 |
| 同 | 0.00205g | 窒素 0.48 ccm (氣壓 764 mm, 21.5°) | | N% 17.61 |
| 平均 | | | | N% 17.60 |
| | $C_{18}H_{46}N_5O_7 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ | として理論數 | | N% 17.79 |
| 物質 | 0.0791g | ピクロ、ン酸 0.0295g | ピクロ、ン酸 % | 37.29 |
| | $C_{18}H_{46}N_5O_7 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ | として理論數 | ピクロ、ン酸 % | 37.27 |

本品の乾燥せるものを更に純アセトンにて浸出するときは少量の不溶性物質(淡黄色の粉末)を残留し浸液よりエーテルにて沈降せしむるときは美黄色の粉末を得、本品は 204° に熔融す其組成次の如し

分 析

| | | | | | |
|----|--|---------------------------------|-------------|----------|---------|
| 物質 | 0.00433g | 炭酸 0.00822g | 水分 0.00300g | C% 48.51 | H% 7.21 |
| 同 | 0.00472g | 炭酸 0.00838g | 水分 0.00300g | C% 48.40 | H% 7.06 |
| 平均 | | | | C% 48.46 | H% 7.14 |
| | $C_{19}H_{40}N_5O_7 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ | として理論數 | | C% 48.71 | H% 6.77 |
| | $C_{19}H_{42}N_5O_7 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ | として理論數 | | C% 48.57 | H% 7.03 |
| 物質 | 0.00450g | 窒素 0.700 ccm (氣壓 761 mm, 20.5°) | | N% 17.41 | |
| 同 | 0.00315g | 窒素 0.495 ccm (氣壓 761 mm, 20.5°) | | N% 17.59 | |
| 平均 | | | | N% 17.50 | |
| | $C_{19}H_{40}N_5O_7 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ | として理論數 | | N% 17.65 | |
| | $C_{19}H_{42}N_5O_7 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ | として理論數 | | N% 17.60 | |

前記ピクロ、ン酸に結合せざる純白色物質⑥の組成次の如し

分 析

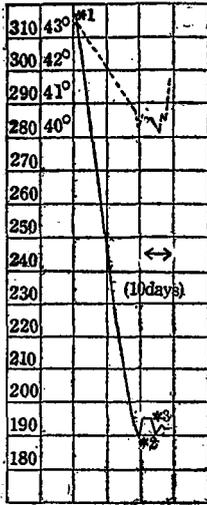
| | | | | | |
|----|-------------------|--------------------------------|-------------|----------|---------|
| 物質 | 0.00352g | 炭酸 0.00550g | 水分 0.00260g | C% 42.61 | H% 8.21 |
| 同 | 0.00185g | 炭酸 0.00290g | 水分 0.00130g | C% 42.75 | H% 7.81 |
| 平均 | | | | C% 42.68 | H% 8.01 |
| | $C_9H_{20}N_2O_6$ | として理論數 | | C% 42.83 | H% 7.99 |
| 物質 | 0.00303g | 窒素 0.30 ccm (氣壓 764 mm, 19.0°) | | N% 11.21 | |
| 同 | 0.00264g | 窒素 0.28 ccm (氣壓 752 mm, 18.0°) | | N% 11.86 | |
| 平均 | | | | N% 11.54 | |
| | $C_9H_{20}N_2O_6$ | として理論數 | | N% 11.11 | |

前記ピクロ、ナートの鳩に對する効果試験成績次の如し

第 34 表 (甲)

| 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 | 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 | 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 317 | 43.5 | *1 | 20 | 189 | 40.3 | *2 | 26 | 192 | 40.1 | *3 |
| 5 | 290 | 42.3 | ” | 21 | 195 | 40.6 | ” | 27 | 193 | 40.6 | ” |
| 9 | 257 | 42.3 | ” | 22 | 190 | 40.6 | ” | 28 | 192 | 40.5 | ” |
| 13 | 240 | 41.7 | ” | 23 | 195 | 40.5 | ” | 29 | 192 | 41.7 | ” |
| 17 | 205 | 41.0 | ” | 24 | 195 | 40.5 | ” | | | | |
| 19 | 193 | 40.8 | ” | 25 | 190 | 40.2 | ” | | | | |

第 34 表 (乙)



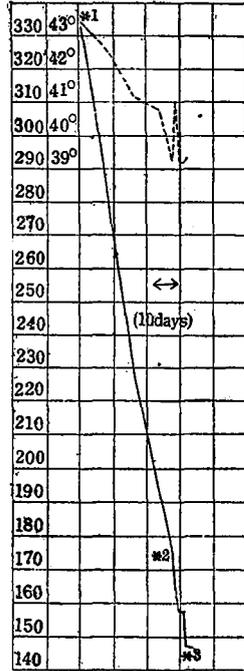
- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱稍著明自立不能となる、ピクロ、ナート製品④を10mg注射し翌日元氣恢復す爾後連日同量宛注射す
- *3 脚氣症狀治癒す

第 35 表 (甲)

| 日数 | 体重 | 体温 | 摘要 |
|----|-----|------|-----|
| 1 | 332 | 43.4 | *1 |
| 5 | 317 | 42.8 | " |
| 9 | 280 | 42.5 | " |
| 12 | 267 | 41.8 | " |
| 16 | 232 | 41.2 | " |
| 20 | 208 | 40.7 | " |
| 24 | 193 | 4.08 | " |
| 27 | 178 | 40.0 | " |
| 28 | 175 | 39.3 | *2* |
| 29 | 165 | 40.0 | " |
| 30 | 158 | 39.2 | " |
| 31 | 158 | 39.2 | " |
| 32 | 147 | 39.3 | " |
| 33 | 147 | — | *3 |

- *1 白米のみ給與す
- *2 衰弱著明佇立不能となる、前記ピクロ、ナートを形成せざる物質中90—95% 酒精に可溶にしてエーテルを以て沈降せしめたる製品⑥を5mg宛注射す
- *3 斃せり

第 35 表 (乙)



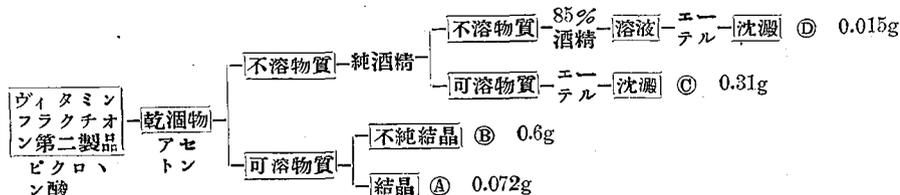
(5) ビクロロナートの研究 其の二

ビタミンフラクチオン第二製品 1g を秤取し約 10 ccm の水に溶解し 60% 酒精に飽和せしめたるピクロ、ン酸溶液を沈澱の生ずる間注意して加へたる後硫酸エキシカートル中に蒸發し更にピクロ、ン酸溶液を加へ沈澱析出せざるに至りて蒸發乾涸し純アセトンにて反復浸出し殘渣を再び少量の水に溶解するに微量の黄褐色の不溶物質を殘留す其水溶液にピクロ、ン酸溶液を加へ前記の如く處理し反復沈澱を促し沈澱の析出既に止むに至りて蒸發乾涸し純アセトンにて浸出す各浸液を合し濾過し透明溶液を減壓蒸餾に附するに橙黄色の美麗なる針狀結晶④ (寫眞第 13 圖參照) を析出す之を遠心分離し初め少量のアセトン次にエーテルにて洗ひ乾燥するに得量 0.072g なり

該結晶を分別せる濾液を更に濃縮し再び純アセトンにて處理し結晶の析出を促したるも失敗に終れり故に之を乾燥の後少量の純酒精に溶解し徐々にエーテルを添加して沈澱を析出せしめ之を遠心分離しエーテルにて洗滌し乾燥するときは黄色の粉末⑥ 0.5g を得たり之を鏡檢するに前記と類似の針狀結晶と粉末狀物質の混合よりなる純

アセトン不溶物質は之を純酒精にて加温浸出するときは大部分之に溶解し其溶液にエーテルを加ふるときは白色絮状の沈澱①を析出す之を遠心分離し乾燥す 0.31g あり
 純酒精不溶分は 85% 酒精にて温時處理し冷後其溶液にエーテルを加ふるときは白色絮状の沈澱②を析出す之を遠心分別し乾燥す 0.015g あり

本ピクロ、ナート製出の行程を表示すれば次の如し

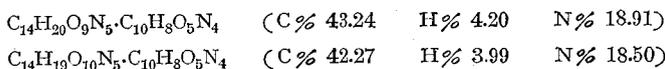


結晶性物質④は之を減壓硫酸エキシカートル中に於て乾燥し其融點を檢するに250°より變色し 320° に到り黒變分解す其組成次の如し

分析

| | | | | | | | | | |
|----|----------|----|-----------------------------|----|----------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.00218g | 炭酸 | 0.00340g | 水分 | 0.00082g | C% | 42.54 | H% | 4.18 |
| 同 | 0.00327g | 炭酸 | 0.00510g | 水分 | 0.00130g | C% | 42.53 | H% | 4.29 |
| 平均 | | | | | | C% | 42.53 | H% | 4.24 |
| 物質 | 0.00298g | 窒素 | 0.49 ccm (氣壓 765 mm, 19.0°) | | | N% | 18.63 | | |
| 同 | 0.00212g | 窒素 | 0.35 ccm (氣壓 766 mm, 20.0°) | | | N% | 18.65 | | |
| 平均 | | | | | | N% | 18.64 | | |

本品は微量なるを以て分析に對し充分なる試量を用ふるを得ず従つて右檢出數は或は不完全なるやも知れず故に今據に斷定し難きも次の實驗式を豫想し得べし



右結晶性物質④を鳩を極度に衰弱せしめ體温も亦著しく下降し苦悶痙攣症狀を發するものに就き 5mg を注射せるに次表の如く有効なるを知り得たるも其檢體僅少なるため試験を持續し得ざりしを遺憾とす

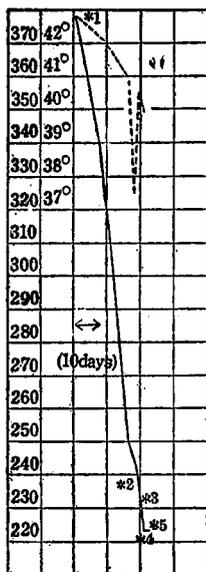
第 36 表 (甲)

| 日 數 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 | 日 數 | 體 重 | 體 温 | 摘 要 |
|-----|-----|------|-----|-----|-----|------|-----|
| 1 | 378 | 42.8 | *1 | 19 | 242 | 37.5 | *2 |
| 5 | 367 | 42.4 | ” | 20 | 233 | 40.5 | *3 |
| 9 | 308 | 42.1 | ” | 21 | 223 | 39.9 | *4 |
| 13 | 297 | 41.7 | ” | 22 | 223 | — | *5 |
| 17 | 250 | 41.0 | ” | | | | |

- *1 白米のみ給與す
- *2 午前 11 時頃より特異苦悶痙攣症狀を發し體温急激に下降し自立不能急險状態を呈す、前記結晶 ④ 5mg 注射するに午後 2 時 30 分苦悶症狀治癒す、體温 37.5° 午後 4 時 10 分體温 39.2° となれり
- *3 同上製品 5mg 注射、元氣良好架上に佇立し得たり

*4 注射を中止す *5 斃死せり

第 36 表 (乙)



前記試験成績によれば、ビタミンフラクチオン製品より得たるピクラーは鳩の特異疾病に對し 5mg にて確實に奏功しピクラーとを形成せざる成分は殆ど効果を認めず此點は第二編第四節に於ける成績と相違せり之れ製品の純度の相違に歸すべく不純物多きときはピクラーの析出を妨害するに因るべきを思惟せしむ、著者は未だ結晶性ピクラーを製出し得ずと雖も純アセトン可溶性にして最も純粹と認むべきものは何れも 198° の融點を有し其組成は $C_{19}H_{32}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_5O_7$ に相當す、次にピクロ、ナートも亦病鳩に對し 5—10 mg に於て有効にして之に反しピクロ、ナートを形成せざる成分は全く無効なり、著者は極めて有効なる結晶性ピクロ、ナールを得たるを信するも其量僅微にして充分なる試験を施行し得ざ

りしを遺憾とするものにして他日之を闡明せんことを期す而してピクロ、ナートを形成せざる純白色の物質は後章に於ける試験成績之を示すが如く酵母の醗酵促進作用極めて強烈にして 4,000,000—8,000,000 分の 1 稀薄溶液に於ても尙ほよく催進作用を呈するを認む故に著者は最も純粹のビオス性物質を分離し得たるを確信するものなり

前記ヒスチランフラクチオンを分別せる濾液に更に固形バリットを加へ強アルカリ性となすときはアルギニンフラクチオンに屬する銀沈澱を析出す之を常法により硫化水素にて分解し炭酸鹽となし濃縮す褐色エキス狀の物質 (F₂₀) にして其量僅少なり其一部をとり約 10% 水溶液となし之に 60% 酒精に飽和せるピクロ、ン酸溶液を加ふるときは黄色のピクロ、ナートを析出す之を水洗し乾燥し純アセトンに溶解しアセトンを餾去し木精に溶解し之より黄色柱狀の結晶 (寫眞第 14 圖参照) を析出す之を少量のアセトン次にエーテルにて洗滌乾燥す本品は 1.07% の灰分を有し其融點は 255—260° なり其組成次の如し

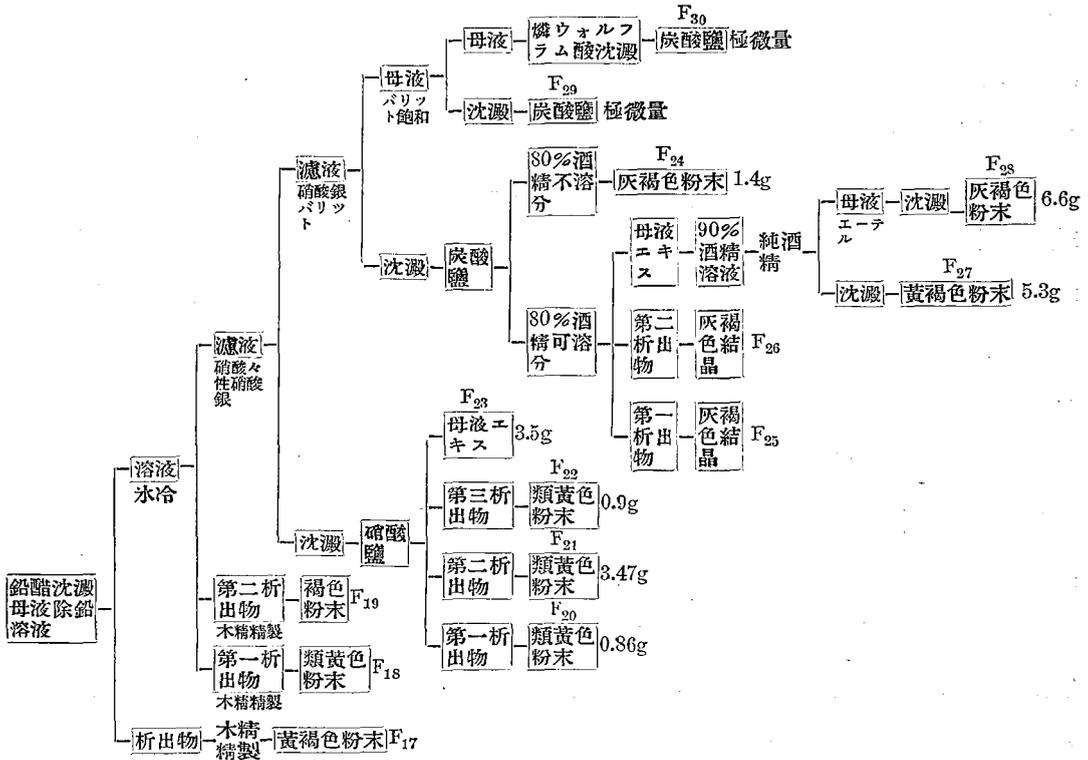
分 析

| | | | | | | | | | |
|----|----------|----|-----------------------------|----|----------|----|-------|----|------|
| 物質 | 0.0025g | 炭酸 | 0.00400g | 水分 | 0.00118g | C% | 43.63 | H% | 5.42 |
| 同 | 0.0029g | 炭酸 | 0.00465g | 水分 | 0.00130g | C% | 43.71 | H% | 4.81 |
| 平均 | | | | | | C% | 43.67 | H% | 5.12 |
| 物質 | 0.00330g | 窒素 | 0.56 ccm (氣壓 771 mm, 20.0°) | | | N% | 17.69 | | |
| 同 | 0.00343g | 窒素 | 0.52 ccm (氣壓 771 mm, 21.0°) | | | N% | 17.16 | | |
| 平均 | | | | | | N% | 17.43 | | |

アルギニンフラクチオンを分離せる母液は常法によりリジンフラクチオンに進み炭酸鹽として濃縮するに微量の黄褐色の粉末(F₃₀)を得たるに過ぎず

前述のく如アルギニンフラクチオン及リジンフラクチオンに於ける物質は共に微量にして動物試験を施行するを得ざりき

叙上鉛醋沈澱の母液中の成分に對する化學的檢索行程を表示すれば次の如し



第二章 米糠の水浸エキス(酒精にて精製)中硫酸水銀による沈澱の濾液の研究

第一節 硫酸水銀沈澱の母液の處理に就て

既に屢々敘説せし如く著者は初め硫酸水銀は之を主として不純物質を除却するを目的として使用したるものにして米糠の水浸エキスを酒精にて精製せるものは恰かも濃厚なる醬油様の色稠を有し之に硫酸水銀を作用せしむるときは其濾液は著しく淡色となり大ひに精製の目的を達し得たるを思はしめたり依て以下詳述する如く細心注意して最も完全と認むべき方法に於て各フラクチオンに分別し檢索を行へり即ち硫酸水銀沈澱を濾別せる黄色透明の溶液は之より過剰の水銀を除きたる後燐ウオルフラム酸を

加ふるときは多量の類白色の沈澱を析出す之を陶土板上に乾燥するに 2300 g あり之を先づ純酒精にて冷浸し次に其不溶殘渣を純アセトンにて冷浸し更に其不溶分をアセトン水(アセトン4分, 水3分)にて處理し以て可溶分と殘渣とに區別し斯くして得たる各部分に就き夫々銀分割沈澱法を行ひ各フラクチオンに分別せり

第二節 無水酒精可溶燐ウールフラム酸沈澱の處理に就て

酒精分を減壓餾去したる後バリットにて分解し過剰のバリットを硫酸にて除去し低温にて濃縮しエーテルと共に振盪して之に可溶の成分を分別したる後更に濃縮してエキス状となし 80% 酒精にて處理するに僅微の不純物を殘留するのみ, 此酒精溶液に多量の無水酒精を加ふるときは類白色の沈澱(F_{31})を生ず之を 95% 酒精に溶かし硫酸乾燥器中に蒸發乾燥せしむ本品は鳩に對して無効なるも酵母に對しては有力なり該沈澱を分別せる母液は酒精分を餾去したる後 95% 酒精に溶し硫酸乾燥器中に放置するに微細の結晶析出す(主として無機鹽)之を分別したる後次項に於けるアセトン可溶燐ウールフラム酸沈澱に屬するものと合して銀分割沈澱法を行へり

第三節 アセトン可溶燐ウールフラム酸沈澱の處理に就て

アセトン可溶燐ウールフラム酸沈澱は之をバリット水にて分解し炭酸瓦斯を通じて過剰のバリットを除外し尙ほ稀硫酸にて僅微の溶存バリットを除き濃厚エキスとなし前項無水酒精可溶燐ウールフラム酸沈澱に於けるものと合す總量 92 g (F_{32})あり本品は鳩の特異疾病に對し全く無効なり, 其中 87 g を以て銀フラクチオン法を行ふ, 即ち硝酸々性にて硝酸銀により沈降するプリンフラクチオン部分に屬するもの(F_{33})は極めて僅少にして常法により分解しピクロ、ナートとして 0.3 g に過ぎず類黄色の粉末をなすプリンフラクチオンを分離せる濾液に更にバリット水を加へ弱酸性より中性に於て析出する部分あり之を常法により分解純酒精にて精製するに褐色の粉末(F_{34}) 0.6 g を得たり

次に更にバリット水を加へ中性より弱アルカリ性に於て析出する沈澱を集め常法によりて分解し炭酸鹽となして濃縮しエーテルと共に振盪し之に可溶性の成分を除きたる後更に濃縮エキス状となし之を木精に溶解し次で精酒精を加ふるときは大部分無機性物質よりなる灰褐色の沈澱を析出す之を除去し透明溶液に多量のエーテルを加ふる

ときは帯褐色絮状の沈澱を析出し之を放置するときは容易に空気中の水分を吸収して飴状を呈す次に之を純酒精にて温浸するに殆ど全部溶解し微量の灰褐色無機鹽を留む之を濾去し更にエーテルにて沈降せしめ乾燥するに淡褐色稍引濕性の粉末F₍₃₅₎1.88gを得たり、本品は鳩の疾病に對しては無効なるも酵母の増殖酸酵促進作用極めて顯著なるを以て假りに之をビオスフラクチオン製品の名稱に於て分類す

本品の鳩に對する効力試験成績次の如し

第 37 表 (甲)

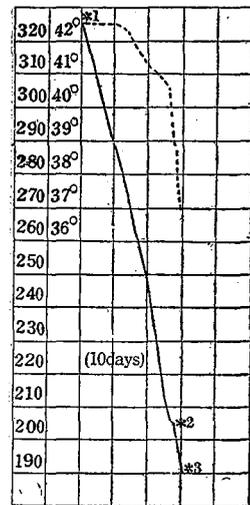
| 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 | 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 327 | 42.3 | *1 | 28 | 206 | 39.0 | „ |
| 9 | 297 | 42.6 | „ | 29 | 205 | 37.8 | *2 |
| 14 | 277 | 42.3 | „ | 30 | 197 | 36.9 | „ |
| 21 | 248 | 41.1 | „ | 31 | 190 | — | *3 |
| 26 | 213 | 40.7 | „ | | | | |

*1 白米のみ給與す

*2 衰弱著明佇立不能、特異痙攣症狀を呈す、ビオスフラクチオン製品 F₃₅ を10mg 宛注射す

*3 斃死

第 37 表 (乙)



第 38 表 (甲)

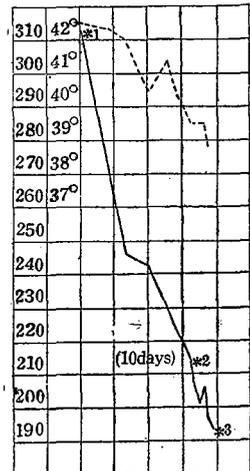
| 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 | 日 數 | 體 重 | 體 溫 | 摘要 |
|-----|-----|------|----|-----|-----|------|----|
| 1 | 312 | 42.6 | *1 | 34 | 208 | 39.5 | „ |
| 9 | 272 | 42.5 | „ | 35 | 205 | 39.5 | „ |
| 14 | 247 | 42.0 | „ | 36 | 201 | 39.5 | „ |
| 21 | 243 | 40.4 | „ | 37 | 207 | 39.5 | „ |
| 26 | 230 | 41.3 | „ | 38 | 197 | 38.8 | „ |
| 33 | 213 | 39.5 | *2 | 39 | 193 | — | *3 |

*1 白米のみ給與す

*2 衰弱著明佇立不能となる、ビオスフラクチオン製品を F₃₅ を10mg 宛連日注射す

*3 斃死

第 38 表 (乙)



ビオスフラクチオン製品に関する研究

(1) ビクラートの形成に就て

本品 0.25g を秤取し 10% 水溶液となし之に 60% 木精に飽和せしめたるピクリン酸溶液を徐々に加ふるときは少量の樹脂状物質を析出す之を乾燥し純アセトンにて浸出しアセトンを蒸發し再び少量の純酒精に溶解しエーテルを加へて沈降せしむるときは少量の黄色粉末状の沈澱を析出す、純アセトン不溶残渣は之を純酒精に溶解しエーテルを加ふるときは類白色絮状の沈澱を析出す之を遠心分離し乾燥するに類白色の粉末 0.2g を得たり即ち本品の大部分はビクラートを形成せざることを知れり

(2) ビクロロナートの形成に就て

本品 0.25g を秤取し前記と同様にビクロ、ナート生成法を行ひ蒸發乾燥後純アセトンにて浸出し其透明溶液よりアセトンを餾去し残渣を少量の純酒精に溶解し多量のエーテルを加ふるに沈澱物を析出せず、アセトン浸出残渣は之を純酒精に溶解し約 3 倍容量のエーテルを加ふるときは類白色絮状の沈澱を析出す之を遠心分離し乾燥するに 0.23g あり之を更に純酒精に溶解しエーテルにて沈降精製するときは類白色の粉末を得べく其組成次の如し

分 析

| | | | | | | | | | |
|----|----------|-------------------------|-----------------------------|----|----------|----|-------|----|-------|
| 物質 | 0.00480g | 炭酸 | 0.00740g | 水分 | 0.00330g | C% | 42.04 | H% | 7.64 |
| 同 | 0.00342g | 炭酸 | 0.00525g | 水分 | 0.00250g | C% | 41.86 | H% | 8.12 |
| 平均 | | | | | | C% | 41.95 | H% | 7.88 |
| 物質 | 0.00585g | 窒素 | 0.75 ccm (氣壓 765 mm, 18.0°) | | | | | N% | 14.60 |
| 同 | 0.00735g | 窒素 | 0.92 ccm (氣壓 764 mm, 20.0°) | | | | | N% | 14.10 |
| 平均 | | | | | | | | N% | 14.35 |
| | | $C_{17}H_{37}N_5O_{11}$ | として理論數 | | | C% | 41.86 | H% | 7.65 |
| | | | | | | | | N% | 14.37 |

(3) 硝酸による酸化に就て

本品 0.2g を秤取し濃硝酸 5 ccm を加へ重湯煎上に加熱し遂に蒸發乾涸の後純黄色の残渣を稀硫酸に溶解しエーテルと共に振盪するに僅微の轉溶成分あり依てエーテルを蒸散の後之にピリヂンを加へてビクラートの形成によりてピクリン酸の生成を検せしに陰性の結果を得たり

(4) 鹽酸による加水分解に就て

本品 0.1g を秤取し 2% 鹽酸 50 ccm に溶解し之を數時間加熱するに冷後結晶性物

質を析出せず依て鹽酸の濃度を約4%となし更に數時間加熱するも亦然り

上記の試験成績に徴するに著者の得たるビオスフラクチオン製品は鈴木文助博士⁴⁷⁾の得られたるビオスと其組成、化學的性状等に於て著しく相違し全く別種の物質なること明かなり、尙ほ前記ヴィタミンフラクチオン製品よりピクロ、ナート製出の際得たる純白色のビオス性物質も亦同博士の夫れと異なり且つ著者の兩製品も亦組成を異にするを認む是に依りて觀ればビオス性物質はファルマー⁴⁸⁾、ミラー⁴⁹⁾及デイス氏⁵⁰⁾等の指摘する如く單一のものにあらざるべきを思はしむ而して著者の得たる兩ビオス製品はピクラート及ピクロ、ナートを形成せず之れフレンケル及シュヴァルツ兩氏³²⁾が酵母の醗酵作用促進性物質の抽出に際し之れが精製法としてピクロ、ン酸を用ひピクロ、ナートを形成する部分は酵母に對し無力の物質とせられたること、全く一致せり

ビオスフラクチオンの銀沈澱を分離せる濾液に更に固形バリットを加へて飽和せしめ次でアルギニンフラクチオンに屬する銀沈澱を分離し常法によりて分解し之を炭酸鹽として濃縮し酒精にて處理して無機性物質を除去し赤褐色エキス状の物質(F₃₆)少量を得たり試に其一部を取り約10%水溶液となし60%酒精に飽和せるピクロ、ン酸溶液を加ふるときは黄色絮状の沈澱を析出す之を分離し乾燥後純酒精に溶解しエーテルにて沈降精製し其精製ピクロ、ナートを更に純アセトンにて再三浸出精製せるものに就き種々の溶剤を用ひて結晶せしめんとせしも遂に成功せざりき

アルギニンフラクチオンを分別せる濾液は稀硫酸にて中和し次に硫化水素を通じて過剰の銀を除去し減壓濃縮し酒精にて硝酸バリウムの大部分を除き酒精を餾去し硫酸にてバリウムを去りたる後其濃度を5%となし燐ウオルフラム酸溶液を加ふるときは多量の黄灰色絮状の沈澱を析出す之を常法の如くバリットにて分解し過剰のバリットを炭酸瓦斯を通じて除き次に稀硫酸にて精密にバリウムイオンを除き炭酸瓦斯を通じつゝ濃縮し舍利別状となし之を95%酒精に溶解せしめ之に純酒精を注加するときは多量の橙黄色の沈澱を生ず之を純酒精にて洗滌し乾燥するに淡橙黄色の粉末(F₃₇)18.5gを得たり

本品2gを秤取し純水精約10ccmに溶解し之にピクリン酸適量を加へてエキシカ

ートル内にて蒸發乾涸せしめ之を純アセトンにて處理するときは易溶性部分と比較的難溶性部分とあり後者は黄色の粉末にして 0.8 g あり、可溶性部分は之よりアセトンを餾去し純酒精に溶解しエーテルにて沈降せしむるときは黄色粉末状に沈降し之を遠心分離し乾燥するに 0.95 g あり、之に就き種々の溶劑を以て結晶せしめんとしたるも成功せざりき

次に本品 0.5 g を秤取し水 5 ccm に溶解し之にピクロ、ン酸の 60% 酒精飽和溶液を加へ沈澱を析出せざるに至りて之をエキシカートル中に乾燥したる後之を純アセトンにて浸出し不溶殘渣は再び水溶液となしてピクロ、ン酸溶液を加へて同様に處理しこの操作を 3 回反覆しアセトン浸出液を合し之よりアセトンを餾去し乾燥殘渣をエーテルにて處理して完全に可溶分を別ち乾燥後更に純アセトンを以て處理し之を易溶性部分と稍難溶性部分とに別ち前者は之をエキシカートル中に放置するに黄褐色不整形の結晶性物質を析出し難溶性物質は之に微量の水を加ふるときは速に溶解し後橙黄色針狀の結晶(寫眞第 15 圖参照)を析出す、本品は 255—258° にて熔融し 18.71% の窒素を含有し其ピクロ、ン酸の含量は 69.37% に該當す、本品は其結晶形並に窒素及ピクロ、ン酸の含量ペタインのピクロ、ナートに最もよく一致するが如きもペタインの融點は 200° なるを以て果して同物質なるや否や確實ならず

前記純酒精沈澱物を濾過せる透明溶液に約 3 倍量のエーテルを加ふときは更に橙黄色の沈澱を析出す之をエーテルにて洗ひ乾燥す全量 7.3 g(F₈₃)にして引濕性を有す

本品 2 g を秤取し前記と同一方法によりてピクラートを生成せしめ乾燥後純アセトンにて處理して其可溶部分より結晶を析出せしめんと試みたるも能はざりき

次に本品 0.5 g を秤取し前記と全く同一方法によりてピクロ、ナートを生成せしめ純アセトン易溶性部分より黄褐色不整形の結晶性物質、稍難溶性部分より黄色針狀結晶性の物質を得たり、本結晶は 294—298° に於て黑變熔融し 18.64% の窒素を含有す其ピクロ、ン酸含量は 70.43% に該當す本品も亦ペタインのピクロ、ナートに稍一致するも融點を異にするを以て未だ分明ならず

前記純酒精及エーテルの注加によりて析出せる物質を分別せる濾液より酒精及エーテルを餾去するに特異臭を有する褐色飴狀のエキス(F₃₀)5 g を得たり

第四節 アセトン不溶燐ウールフラム酸沈澱の處理に就て

アセトン不溶部分をアセトン水（アセトン4分，水3分）にて處理し可溶部分と不溶部分とに區別す

A アセトン水可溶部分の處理

常法に従ひパリトットにて燐ウールフラム酸を除き炭酸鹽として濃縮するに甚しく泡起性なるを以て減壓濃縮法を廢し扇風機を用ひ低温にて濃縮し硫酸エキシカートル中に乾涸せしめ褐色の粉末(F₄₀)70 gを得たり

本品は酵母の増殖促進性を有するも鳩の特異疾病に對し全く無効なり

本品 60 gを取り硝酸々性水溶液となし硝酸銀溶液を加へてプリン沈澱を析出せしめ以下常法に従ひ銀分別沈澱法を行ふ，其プリンフラクチオン製品は炭酸鹽として濃縮するに褐色のエキス(F₄₁)3 gを得たり

次にヒスチアンフラクチオンに移行する成分は之を炭酸鹽として濃縮し乾燥後 90% 酒精にて處理するに灰色不溶性物質(F₄₂)0.255 gを残留し 90% 酒精可溶分は之にエーテルを加ふるときは絮狀の沈澱を生じ之を遠心分離し乾燥するに褐色の粉末(F₄₃)1.3gを得たり，本品は鳩に對して全く無効にして酵母の醱酵作用を催進す，酒精エーテル沈降母液はエーテル及酒精を餾去の後濃縮し褐色のエキス(F₄₄)0.7 gを得たり

ヒスチアンフラクチオンを分離したる後アルギニンフラクチオンに移行する成分を炭酸鹽として濃縮し 80% 酒精にて處理するに全く溶解し之にエーテルを注加するときには灰白色絮狀の沈澱(F₄₅)を析出す之を遠心分離し乾燥するに 2 gあり其酒精エーテル性母液は濃縮の後エキス(F₄₆)となすに 0.5 gあり

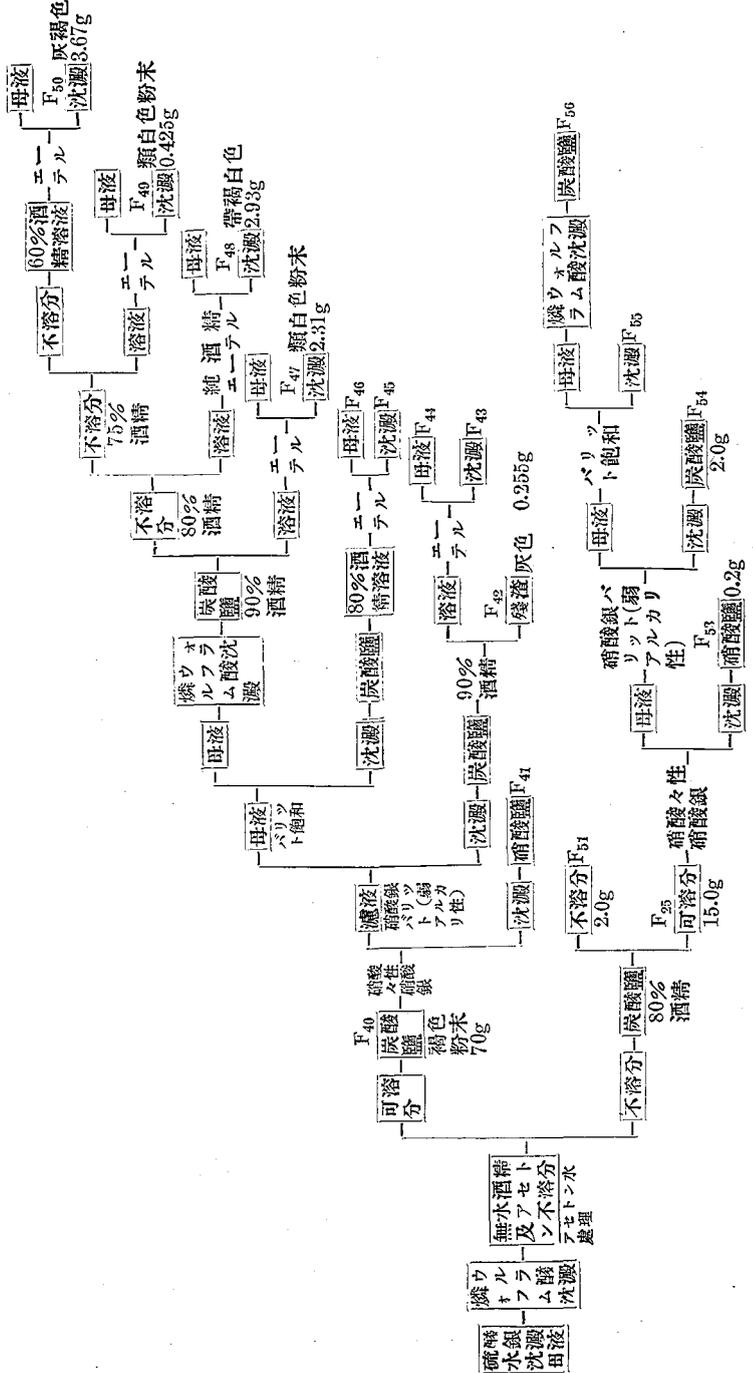
前記アルギニンフラクチオンを分離せる後の母液は常法によりリジンフラクチオンに移行する成分を炭酸鹽として濃縮乾涸し 90% 酒精にて處理し其可溶部分にエーテルを加ふるときは類白色の沈澱を析出す之を遠心分離し乾燥す類白色の粉末(F₄₇)2.31gを得たり，90% 酒精不溶の成分は更に之を 80% 酒精にて處理し其可溶部分にエーテルを加ふるに沈澱を析出す之を遠心分離し乾燥し帶褐白色の粉末(F₄₈) 2.936 gを得たり，次に 80% 酒精不溶分は 75% 酒精にて處理し其可溶分をエーテルにて沈降せしめ類白色の粉末(F₄₉)0.425 gを得たり，75% 酒精不溶分は更に 60% 酒精を以て處理す

するに全く溶解し之にエーテルを注加するに完全に沈降す之を分取し乾燥するに帶褐色の粉末 (F₅₀) 3.67g を得たり

B アセトン水不溶部分の處理

アセトン水不溶部分は常法によりバレット水にて分解し炭酸鹽となし蒸發乾涸し80%酒精にて處理し其可溶部分(F₅₃) 15g と不溶部分(F₅₁) 2g とに分別す共に褐色エキスを呈し酵母の醗酵促進性の成分を含有すと雖も鳩の特異疾病に對しては全く無効なり

右 80% 酒精可溶分に就き銀分劃沈澱法を行ひ各フラクチオンに於ける成分は炭酸鹽として濃縮しプリンフラクチオンに於て黄褐色のエキス (F₅₃) 0.2g を、ヒスチアンフラクチオンに於て褐色の粉末 (F₅₄) 2g を得たり、本品



は鳩に對し全く無効なり、次にアルギニンフラクチオンに於て黒褐色のエキス (F₅₅) 1 g を、リジンフラクチオンに於て黄色粘稠性のエキス (F₅₆) 5 g を得たり

之等各製品に對する酵母の醱酵作用促進性試験成績は後章に於て一括表示するが如し

叙上の化學行程を表示すれば前式の如し

第五節 磷ウオルフラム酸沈澱の母液の處理に就て

磷ウオルフラム酸沈澱を濾別せる母液は酸化鉛にて中和し濃縮後 75% 酒精にて處理し無機鹽類の大部分を除去し酒精を餾去し次に鉛糖溶液にて硫酸等を除去し硫化水素を通じて微に過剰の鉛分を除きたる後濃縮し褐黑色タール様稠度の物質 (F₅₇) 約 500g を得たり

第三章 總 括

上記各章に於ける研究成績に對しては第二編と同一方針に従ひ其都度之れが結論を叙説したるも今更に各章に亘り其最も主要の點につき之を總括すれば次の如し

本編に於ける系統的研究によりて米糠中の抗神經炎ヴィタミンは全部硫酸水銀によりて沈澱せられ其濾液の全く無効なることは確實に立證し得たりと信ず但し米糠の水浸エキスを酒精にて精製したる後直ちに硫酸水銀を應用したるを以て種々の不純物も亦化學的並に器械的に共に沈澱せられたり故に豫め鉛糖、鉛醋を以て不純物を除却したる後本法を應用するを以て最も得策となすべし、既述の如く先人^{10) 30)}は硫酸水銀を用ひて夾雜物を除去せられ著者の成績と正反對の現象を呈せり之れ蓋し先人は極めて短時間内に析出せる沈澱を濾別せるものなるべく著者も亦該試薬混和當初に於ける沈澱は主として不純物を包含しヴィタミンは之等夾雜物による沈澱析出後徐々に析出するものなるべきを思惟するものにして將來の研究によりて之を闡明せんことを期す

米糠中の抗神經炎ヴィタミン或は水溶性Bは之れが抽出に際し銀フラクチオン法を施すときはヒスチンフラクチオン中に移行することはフンク氏を始め東西諸多の學者によりて立證せられたる所なるを以て著者は抗神經炎ヴィタミンの檢索に對しては専らヒスチンフラクチオンに意を注ぎたりと雖も一部學者^{42) 51)}によりてはプリンフラクチオンも亦有効なるを報告せられたるに鑑み硫酸水銀沈澱に於けるプリンフラク

チオン中の各成分の検索に對しては通例應用せらるゝ所のクリューゲル及サロモン兩氏⁵³⁾の方法に據らず硝酸銀化合物より銀を除きて硝酸鹽となし直ちに動物試験を施せり即ち鉛醋沈澱の母液より得たるプリンフラクチオン製品につき之を鳩に試験せるに有効ならず依て鉛糖及鉛醋沈澱に於けるものは之れが試験を省略せり而して硫酸水銀沈澱成分中アルギニン及リジンフラクチオンに移行するものは極めて微量にして動物試験の餘地なかりき斯くして米糠中の有効成分は硫酸水銀沈澱中に移行し次に鉛糖及鉛醋を以て之を處理するときは其母液中に残存し更に銀フラクチオン法を行ふときはヒスタミンフラクチオン中に移行濃縮せらるべきを確定し得たり故に著者は該フラクチオンを以て特にビタミンフラクチオンなる名稱を附して之を分類せり

鉛醋による沈澱中酸性又は中性反應に於て析出するものは不純物なることは諸學者の一致する所なるも中性より更に進んでアルカリ性を呈する迄鉛醋を加へ終に沈澱析出せざるに至るときは有効成分も亦一部沈澱せらるゝ虞あるものゝ如く不純物除却の目的を以て鉛醋使用の場合には多くは弱酸性又は中性を以てしアルカリとなるを忌むものなるも果して如何なる關係を有するや未だ判明せざるが如し、緒論に述べし如く最近レヴィーン及ホーヴェン兩氏¹⁴⁾は酵母中の水溶性Bは鉛醋によりて沈澱せらるゝを報告せり然るに著者の成績に徴すれば微量の抗神経炎ビタミンは沈澱せらるゝも大部分は不純物にしてレヴィーン氏等の施行せし如く之を以て有効成分の沈澱濃縮に應用することは思ひもよらざるべし如此彼我其成績を異にする所以のものは酵母と米糠中の抗神経炎性物質は其性状を異にするか若くは抗神経炎要素と水溶性Bとは別種の物質なるによるか兩者其何れかなるべきを思考す

既述の如く鳩の白米病に對し最も有効なる結晶性ピクラートを得たるはシーデル⁸⁾氏にして同氏は酵母を原料とし95%アセトン(5%の水を含有す)を以て有効成分のピクラートを精製し以て其可溶部分より最も有効なる融點 160° 、 $C_6H_{15}O_2N_3 \cdot C_6H_5O_7N_3$ の組成を有するものを分離せり、著者はヒスタミンフラクチオン以外の他のフラクチオンに於ける成分の結晶性ピクラートを得たるも著者の命名せるビタミンフラクチオン製品よりは終に結晶性ピクラートを得るに至らざりき然れども其最も純品と認むべき無晶形ピクラートは 198° に熔融し $C_{19}H_{32}O_5N_7 \cdot C_6H_5O_7N_3$ の組成を有し其病鳩に

對する効力はシーデル氏の夫れに殆ど匹敵し得べしと信ず茲に於て著者は或は酵母と米糠中の抗神經炎性要素は別種の物質なるやも計り難きを思惟するものなり而してシーデル氏のピクラートはエッヂー氏等⁶³⁾の試験によれば幼鼠の生育に對し著しく有効なり著者の得たるものも亦幼鼠に對して有効なりや否や不明なり之等は後日の研究によりて解決せんことを期す

抗神經炎性成分のピクロ、ナートに關する文獻は殆ど絶無なり著者は抗神經炎ヴィタミンにしてピクロ、ナートを形成せば最も都合よく若し然らずとするも之によりて多量の不純物を除去し得べく何れにしてもピクロ、ン酸によりて精製し得べきを思ひ前記ピクラートと同時にピクロ、ナートの製出を試みたるに有効なる結晶性ピクロ、ナート及無晶形ピクロ、ナートを得たり而かも本操作によりてピオス性物質を完全に分離し得たるを以て將來多量のヴィタミンフラクチオン製品を得て一層深刻に精査せば或は其有効成分の本體を闡明し得べきにあらざるか即ち之に對し一縷の光明を認むと云ふも敢て過言にあらざらるべし

硫酸水銀沈澱母液は鳩に對しては無効なるも其燐ウ、ルフラム酸化合物のアセトン可溶分より得たるヒスチマンフラクチオンに屬する成分は酵母の醱酵促進性極めて強烈なるを以て著者は該フラクチオンに對し特にピオスフラクチオンなる名稱を附して分類せり

成書によればプリン鹽基、ヒスチマン及カルノジン等は硫酸々性溶液中硫酸水銀によりて沈澱せらるゝもアルギニンは然らず其他リジン及コリン等所謂リジンフラクチオンに移行すべき物質は硫酸水銀によりて如何なる關係を有するものなるや全く不明なるが如し然るに今之を叙上の成績につきて鑑査するに米糠の水浸エキス成分中リジンフラクチオンに屬する成分は殆ど全部硫酸水銀沈澱の母液中に残留し硫酸水銀によりて沈澱せられざることを知れり即ち各フラクチオンに於ける收得量を表示すれば次の如し

| | プリン フラクチオン | ヒスチマン フラクチオン | アルギニン フラクチオン | リジン フラクチオン | |
|--------|---------------|-----------------|---|---------------|----|
| 硫酸水銀沈澱 | 鉛糖沈澱 | 6.7 g | { 80%酒精不溶分 } 13.5 g 同 可溶分 3.92 g 2.8 g | 0.8 g | 微量 |
| | 鉛醋沈澱 | 5.0 g | | 2.0 g | 微量 |
| | 鉛醋沈澱母液 | 8.83 g | 13.6 g | 僅微 | 微量 |

| | プリン フラクチオン | ヒスタミン フラクチオン | アルギニン フラクチオン | リジン フラクチオン |
|---------------------------------|---------------|-----------------|-----------------|---------------|
| 硫酸水銀沈澱 母液中燐ウオ ルフラム酸沈 澱 | -アセトン可溶分 { | 0.3 g | 2.48 g | 少量 |
| | -アセトン水可溶分 | 3.0 g | 0.255 g | 2.5 g |
| | -アセトン水不溶分 | 0.2 g | 2.0 g | 1.0 g |

(ピクロハナート) { 90%酒精不溶分 }
同可溶分 2.0 g

以上の事實はプリン鹽基及デアミノ酸等の分離上大ひに有要なるを認めしむ殊に抗神経炎ビタミン製品の治療上應用に際してはコリンの如き有害成分を夾雜することは最も忌む所にして之を除去するには普通銀フラクチオン法等によらざる可らざるも該法は糖分等還元性物質を夾雜するときは應用するを得ず且つバリットの如き強鹽基を用ひアルカリ性に於て作用せしむるが如き缺點あるも著者の硫酸水銀法は之等の不便なく容易に極めて有効なる製品を收得し得るの特徴を有す但し有効成分を沈澱せしむるに稍長時間を要するは本法の不便とする所なるべし

第四編 米糠中の各種成分に対する沈澱反應並に呈色反應に関する研究

第一章 緒 言

從來抗神経炎ビタミン或は水溶性ビタミンBの呈色反應として唱へられたるもの頗る多しと雖も未だ適確なる固有の反應と認むべきもの一もなし著者は既に第1²⁷⁾及第2回報告²⁸⁾に於て硫酸々性にて燐ウオルフラム酸によりて多量の沈澱を生じフォルリン・マカラム氏尿酸及フェノール兩反應を鮮明に生起しミロン氏反應及デアッオ反應を呈せざる製品は大體に於て鳩の多發神経炎に對して最も不純物少なき有効品と認むべく純度高まるに従ひ前記尿酸反應は寧ろ微弱となるべきを述べたり當時の試験に供用せし製品と今日の夫れとは勿論同一に論ずる能はず其精粗純雜の程度に於て格段の差異あり且つ今回供試の檢體は米糠中の各種成分を可及的單一なるフラクチオンに系統的分離を行ひたるものなるを以て各フラクチオンに就き有効要素に對し最も近似せるもの、沈澱反應及呈色反應を検し以てビタミンBとビオス成分並に其他の附隨すべき各種成分との關係を明瞭ならしめ斯くして抗神経炎ビタミンの特異反應に関する新生面を開拓せんと試みたり

第二章 試 験 方 法

著者の應用したる沈澱反應及呈色反應次の如し

1. 沈澱反應

1. 燐ウオルフラム酸反應 檢液 1ccm を取り 10% 稀硫酸 1—2 滴を加へたる後燐ウオルフラム酸溶液(5% 硫酸水に 10% の割合に溶解せるもの)を滴加し沈澱の生否及多少を検す

2. 昇汞反應 檢液 1ccm に 5% 昇汞溶液を滴加し沈澱の生否及多少を検す

3. 醋酸水銀反應 檢液 1ccm に 5% 醋酸水銀溶液を滴加し沈澱の生否及多少を検す

4. タンニン酸反應 檢液 1ccm に 10% タンニン酸溶液を滴加し沈澱の生否及多少を検したる後之に 1% 醋酸 2—3 滴を加へ沈澱の溶消するや否やを検し若し不溶の場合には更に 1% 鹽酸 2—3 滴を添加し再び其溶消するや否やを検す

5. ドラゲンドルフ氏反應 檢液 1ccm を硫酸々性となしドラゲンドルフ氏試薬を滴加し沈澱の生否及多少竝に其色相を検す

6. マイヤー氏反應 檢液 1ccm を取り稀硫酸にて弱酸性となしたる後マイヤー氏試薬を滴加し沈澱の生否及多少を検す

7. フェーリング氏反應 檢液 1ccm を取りフェーリング氏第 1 及第 2 液同容量を混せるもの適量を加へ之を煮沸し赤色沈澱の生否を検す

2. 呈色反應

1. フォリン, デニー氏尿酸反應 檢液 1ccm を取り之にフォリン, デニー氏尿酸試薬 1ccm を混和し飽和炭酸ソーダ溶液 3—5 ccm を加へアルカリ性となし藍色の現出するや否や竝に其呈色濃度を検す

2. フォリン, デニー氏フェノール反應 檢液 1ccm を取り之にフォリン, デニー氏フェノール試薬 1ccm を加へ次に飽和炭酸ソーダ溶液 3—5 ccm を加へアルカリ性に於て藍色を現出するや否や竝に其呈色濃度を検す

3. ミロン氏反應 檢液 1ccm にミロン氏試薬を滴加し沈澱の生否及多少を検し次に之を煮沸したる後更に硝酸 1 滴を加へ以て煉瓦紅色の呈否竝に沈澱の溶消するや否やを検す

4. デアツォ反應 檢液 1ccm を取り 1% デアツォベンツォールスルホン酸溶液を加へ稀薄アルカリ滷液を以てアルカリ性となし 2 分間の後呈色及泡沸状態を検す

5. ビウレット反應 檢液 1ccm を取り 10% カリ滷液 1—2 滴を加へ次に 1% 硫酸銅溶液 1 滴を加へ色相の變化を検す

6. コッセル氏反應 檢液 1ccm に適量の亞鉛及鹽酸を加へ水浴上に 30 分間温めたる後アルカリ性となし赤色を現出するや否やを検す
7. ムレキシド反應 檢液 1ccm を瓷皿に取り硝酸酸 2—3 滴を加へ水浴上に蒸發乾涸したる後アムモニア水を滴加し呈色状態を検す (陽性のときは紫紅色を呈す)
8. ワイデル氏反應 檢液 1ccm を瓷皿に取り適量のクロール酸カリ及鹽酸を加へ水浴上に蒸發乾涸しアムモニア水を以て潤ほし呈色状態を検す
9. ワイル氏反應 檢液 1ccm を取り稀薄カリ滲液を以てアルカリ性となし 0.1% ニトロプルシットナトリウム溶液 2—3 滴を加へ呈色状態を検す
10. ニンヒドリン反應 檢液 1ccm を取り 0.3% ニンヒドリン溶液 1—2 滴を加へて 2—3 分間煮沸し呈色状態を検す
11. フルフロール反應 檢液 1ccm に濃厚のフルフロール溶液を加へ鹽酸々性となし呈色状態を検す
12. クヌープ氏反應 檢液 1ccm にブROOM水 1ccm を加へて加熱し呈色状態を検す
13. ホイラー及ヂョンソン氏反應 檢液 1ccm にブROOM水 1ccm を混じ次に過剰のバリット水を加へて呈色の有無及其濃度を検す

第三章 試験成績

前記米糠中の成分を各フラクチオンに分別せるものを 0.1% 溶液となし之に就き前述各反應を試験したるに次の成績を得たり

1. バリット鉛法を應用し各フラクチオンに分別せるもの(第二編第三章製品)

本試験に於てはフェーリング, コッセル, ワイデル, ワイル, フルフロール, クヌープ及ホイラーヂョンソンの諸反應は何れも陰性を示せるを以て次の成績表中之を省略せり

| 檢體 | 沈 澱 反 應 | | | | | | | | | | 呈 色 反 應 | | | | | | |
|----------------|----------|------|--------|---------|------------|--------|--------|----------|----------|------------|------------|---------|---------|----------|--------|----------|--|
| | 磷ウオラム酸反應 | 昇汞反應 | 醋酸水銀反應 | タンニン酸反應 | ドラゲンドルフ氏反應 | マイヤ氏反應 | ネレル氏反應 | フリリン第1反應 | フリリン第2反應 | フオリン一氏尿酸反應 | フオリン一氏尿酸反應 | ミロツォ氏反應 | ヂアツォ氏反應 | ピウレット氏反應 | ムキー氏反應 | ニンヒドリン反應 | |
| F ₁ | 痕 | 痕 | + | + | - | 痕 | - | - | 卅 | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | + | - | - | |
| F ₂ | - | - | + | - | - | - | - | - | + | + | + | - | - | - | - | - | |
| F ₃ | 痕 | - | + | - | - | - | - | + | 卅 | 卅 | + | - | 紅泡 | + | - | - | |
| F ₄ | 不 明 | - | + | - | + | 不明 | - | - | 卅 | 卅 | + | 卅 | 紅泡 | 卅 | + | - | |
| F ₅ | 痕 | - | + | - | - | - | 痕 | - | 卅 | + | + | 極 微 | 紅泡 | + | - | 卅 | |
| F ₆ | 痕 | - | + | - | - | - | - | - | - | 卅 | 卅 | 極 微 | 紅泡 | + | - | 卅 | |

| 検 體 | 反 應 | 沈 澱 反 應 | | | | | | | | | | 呈 色 反 應 | | | | | |
|------------------|--------|---------------------------------|------------------|----------------------------|-----------------------------|--|------------------------|-----------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|----------------------------|-----------------------------|-----------------------|------------------------|----------------------------|-----------------------|
| | | 燐 ウ ル ム 酸 反 應 | 昇 永 反 應 | 醋 酸 水 銀 反 應 | タン ニ ン 酸 反 應 | ドラ ゲ ン ド ル フ 氏 反 應 | マイ ヤ 氏 反 應 | ネ ル 氏 反 應 | フリ ン 第 1 反 應 | フリ ン 第 2 反 應 | フォ ン デ ー 氏 反 應 | リ ニ エ ル 反 應 | フォ デ ー 氏 反 應 | ミ ロ 氏 反 應 | デア ツ オ 反 應 | ビ ウ ッ ト 反 應 | レ シ ド 反 應 |
| F ₇ | 痕 | - | + | - | - | - | + | - | + | + | + | - | 紅泡 | + | - | + | + |
| F ₉ | + | - | + | + | + | - | 痕 | - | + | + | + | - | 紅泡 | ± | - | 極微 | - |
| F ₁₀ | + | - | + | - | - | - | + | - | + | + | + | - | 紅泡 | ± | - | 極微 | - |
| F ₁₁ | 卅 | + | 痕 | + | 痕 | 痕 | + | - | + | + | + | - | 紅泡 | ± | - | - | 極微 |
| F ₁₂ | + | + | 痕 | + | + | + | - | - | 極微 | + | + | - | 紅泡 | ± | - | - | 卅紫 |
| F ₁₃ | + | - | + | + | + | - | + | - | + | 極微 | 極微 | - | - | - | - | - | - |
| F ₁₄ | + | - | - | - | + | - | 痕 | - | - | 極微 | 極微 | - | - | - | - | - | - |
| F ₁₅ | + | - | + | - | 卅直に黒變 | - | 痕 | - | - | + | + | - | - | - | - | - | - |
| F ₁₆ | + | - | - | - | - | - | - | - | - | 極微 | 極微 | - | - | - | - | 極微 | - |
| F ₁₇ | + | - | 痕 | - | 痕 | - | + | - | - | 極微 | + | - | - | - | 極微 | - | - |
| F ₁₈ | 卅 | - | + | + | - | - | - | - | - | 極微 | 極微 | - | - | - | - | + | - |
| F ₁₉ | 痕 | - | + | - | + | + | - | - | 卅 | 卅 | 卅 | + | 紅泡 | 卅+ | - | 卅 | - |
| F ₂₀ | 痕 | - | + | - | 痕 | + | + | 淡綠 | 卅 | 卅 | 卅 | 卅 | 紅泡 | ± | - | 卅 | - |
| F ₂₁ | 痕 | - | + | - | - | - | - | - | 極微 | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | + | - | + | - |
| F ₂₂ | 痕 | - | + | - | - | - | + | - | 極微 | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | ± | - | - | - |
| F ₂₄ | + | + | + | + | + | - | 痕 | - | 卅 | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | ± | - | - | 卅紫 |
| F _{27A} | 卅 | - | 痕 | - | - | - | - | - | - | 極微 | 極微 | - | 紅泡 | ± | - | - | - |
| F _{27B} | + | - | - | - | - | - | - | - | - | 極微 | 極微 | - | 紅泡 | ± | - | - | - |
| F ₂₈ | + | - | - | + | + | + | 痕 | - | - | 極微 | 極微 | - | 紅泡 | ± | - | - | - |
| F ₂₉ | + | - | - | + | + | - | - | - | - | 極微 | 極微 | - | 紅泡 | ± | 極微 | - | - |
| F ₃₀ | 卅 | 痕 | + | + | 卅 | - | - | - | - | 極微 | 極微 | - | 紅泡 | ± | + | - | 卅紫 |

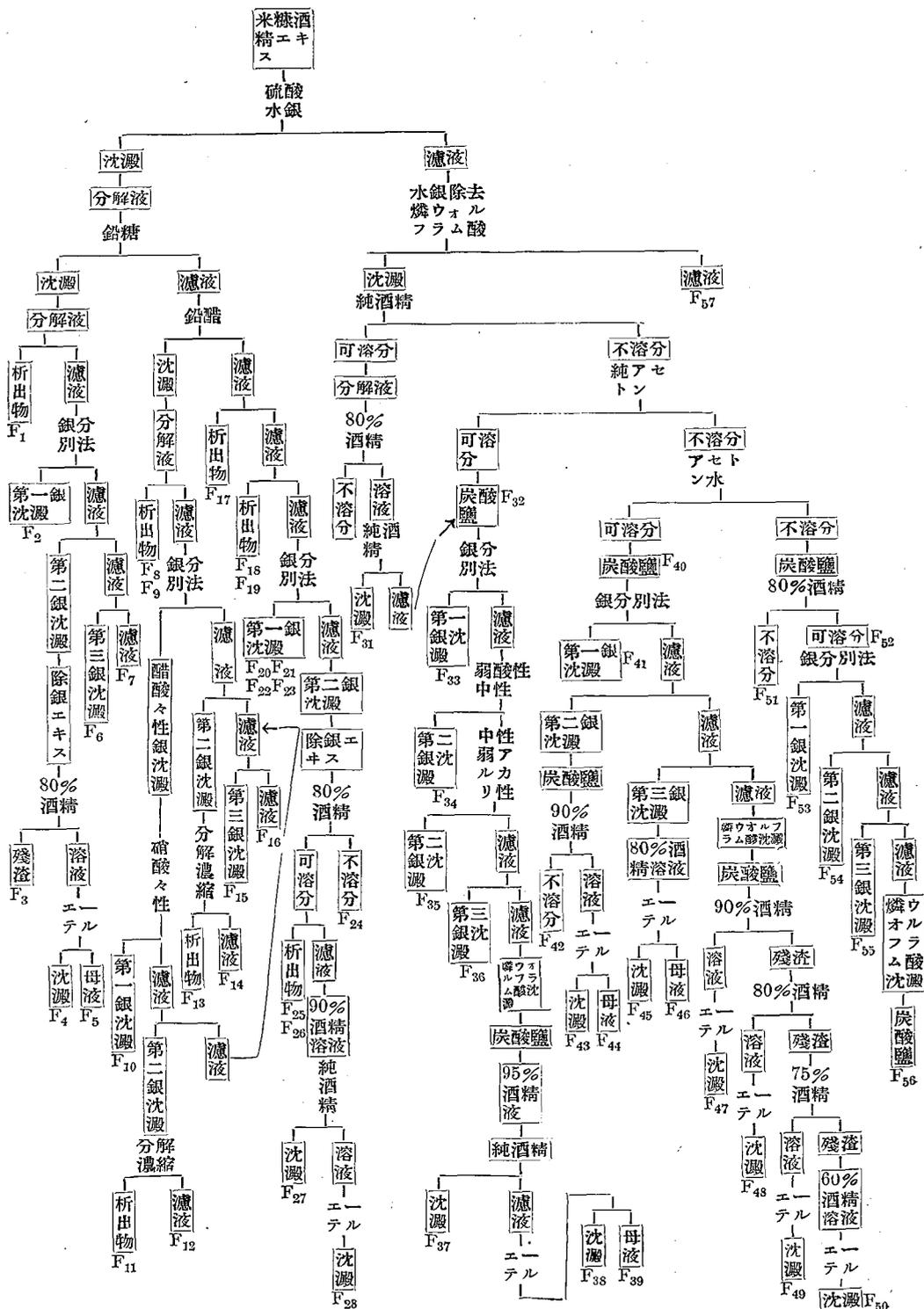
【附記】 沈澱反應中(±)は痕跡, (+)は少量, (卅)は中量, (卅)は多量, (卅)は極めて多量の意を表はした
 タンニン酸反應欄中「醋酸-」はタンニン酸による沈澱の醋酸添加により溶解するを示し之れが記載を缺くものは何れも溶解せざるものにして更に「鹽酸-」は鹽酸添加によりて溶解し「鹽酸+」は溶解せざるを示すものとす

呈色反應は其呈色の程度によりて之を四階級に區別せり即ち(±)は極微(+は淡色, (卅)は著明, (卅)は濃色, (卅)濃暗色を示す

フォリン第一反應は燐ウオルフラム酸沈澱反應を試験したる後之に炭酸ソーダの粉末を加へて飽和せしめたる際生起する藍色反應又フォリン第二反應は更に之に燐モリブデン酸少量を添加したる場合に於ける藍色反應にして第1²⁷⁾及第2^{同報告²⁵⁾}に於て試験せると全く同様なり

2. 硫酸水銀を應用して各フラクチオンに分別せるもの(第三編製品)

硫酸水銀を應用して各フラクチオンに分別せる全化學的行程を表示すれば次の如し



前記各フラクチオンに就き施行し得たる成績次の如し但しフェーリング, ワイデル, ワイル及フルフロールの4反應は何れも陰性を示せるを以て之を省略せり

| 檢體 | 沈 澱 反 應 | | | | | | | | | | 呈 色 反 應 | | | | | | | | | |
|-----------------|---------|-----------------------|------------------|----------------------------|------------------------|----------------------------------|---------------------------------|-----------------------|---------------------------------|----------------------------|---------------------------------|---|-----------------------|----------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|-----------------------|
| | 反 應 | ウ ル ス 反 應 | 昇 汞 反 應 | 醋 酸 水 銀 反 應 | タン ニ 酸 反 應 | ドラ グ ド ン 氏 反 應 | ゲ ル マ イ 氏 反 應 | マ ヤ 氏 反 應 | フ ォ デ ー 氏 反 應 | リ ニ 尿 素 反 應 | フ ォ デ ー 氏 反 應 | リ ニ フ ー ン エ ル 反 應 | ミ ロ 氏 反 應 | ヂ ア ツ オ 反 應 | ビ ウ レ ッ ト 反 應 | ム レ シ ド キ ー 反 應 | ニ ヒ リ ン 反 應 | コ ッ セ 氏 反 應 | ク ー 氏 反 應 | ヌ ブ 氏 反 應 |
| F ₁ | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | ± | - | ± | - | ± | - | - |
| F ₂ | ± | - | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | 紅泡 | ± | - | + | - | - | - | - |
| F ₃ | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | + | - | - | - | - | - | - |
| F ₄ | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | + | - | - | - | - | - | - |
| F ₅ | + | - | + | - | - | - | + | + | - | - | - | - | 紅泡 | ± | - | - | - | - | - | - |
| F ₆ | - | - | - | ± | - | - | + | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| F ₇ | + | - | + | - | + | - | ± | ± | - | - | - | - | - | - | - | - | - | ± | - | - |
| F ₈ | - | ± | ± | - | - | - | + | + | - | - | - | - | 紅泡 | + | - | ± | - | - | - | - |
| F ₉ | ± | + | + | - | + | - | + | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| F ₁₀ | ± | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | + | - | ± | - | - | - | - |
| F ₁₁ | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | ± | - | ± | - | - | - | - |
| F ₁₂ | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | ± | - | + | - | - | - | - |
| F ₁₃ | - | - | ± | - | + | - | + | + | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - |
| F ₁₄ | + | - | + | + | - | - | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | + | - | + | - | - | - | - |
| F ₁₅ | + | ± | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | + | - | ± | - | - | - | - |
| F ₁₆ | ± | + | ± | + | + | + | + | + | + | + | + | - | 紅泡 | + | - | + | - | - | ± | - |
| F ₁₇ | ± | - | + | - | ± | - | + | + | - | - | - | - | 紅泡 | + | - | + | - | - | - | - |
| F ₁₈ | ± | - | + | + | - | - | + | + | + | + | + | - | 紅泡 | + | - | + | - | - | ± | - |
| F ₂₀ | ± | + | ± | - | - | - | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | + | - | + | - | - | - | - |
| F ₂₁ | ± | ± | - | - | ± | - | + | + | ± | ± | ± | ± | 紅泡 | ± | - | + | - | - | - | - |
| F ₂₂ | ± | + | - | + | ± | - | + | + | ± | ± | ± | ± | 紅泡 | ± | - | ± | - | - | - | - |
| F ₂₃ | ± | ± | + | + | ± | + | + | + | ± | ± | ± | ± | - | - | - | - | - | - | - | ± |
| F ₂₄ | + | + | + | + | - | - | + | + | - | - | - | - | 紅泡 | ± | - | - | - | - | - | - |
| F ₂₅ | - | - | + | - | - | - | ± | + | ± | ± | ± | ± | - | - | - | - | - | - | - | - |
| F ₂₆ | + | + | + | - | ± | - | + | + | - | - | - | - | 紅泡 | + | - | - | - | - | - | - |
| F ₂₇ | ± | + | + | + | ± | + | + | + | + | + | + | + | 紅泡 | + | - | - | + | 赤紫色 | - | - |

| 検 體 | 反 應 | 沈 澱 反 應 | | | | | | | 呈 色 反 應 | | | | | | | | | | | | |
|------------------|--------|---------------------------------|------------------|----------------------------|-----------------------|---------------------------------|---------------------------------|------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|----------------------------|
| | | 燐 ウ ル フ ム 反 應 | 昇 汞 反 應 | 醋 酸 水 銀 反 應 | タ ン 酸 反 應 | ド ラ ド フ 氏 反 應 | ゲ ル マ ヤ 氏 反 應 | イ ー 反 應 | フ オ デ 氏 反 應 | リ ニ エ ル 反 應 | フ オ デ 氏 反 應 | リ ニ エ ル 反 應 | ミ ロ 氏 反 應 | ヂ ア ツ 反 應 | ウ レ ト 反 應 | ム キ ン 反 應 | ニ ヒ リ 反 應 | コ セ 氏 反 應 | ク ー 氏 反 應 | ヌ ブ 反 應 | ホ ラ ヂ ン 反 應 |
| F ₂₈ | + | + | + | + | + | 卅 | + | + | 卅 | - | 紅泡 | 卅+ | - | ± | 紫 | 色 | - | - | - | - | - |
| F _{28A} | + | - | - | + | 卅 | + | + | + | - | 紅泡 | 卅+ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{28B} | 卅 | 卅 | 卅 | + | 卅 | + | + | + | - | 紅泡 | ±+ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{28C} | + | - | - | + | + | + | + | + | - | 紅泡 | ±- | - | + | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{28D} | + | - | - | + | + | - | + | + | - | 紅泡 | ±- | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{28E} | + | - | + | + | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{28F} | + | - | + | + | + | - | ± | ± | - | 紅泡 | ±- | - | + | - | - | - | ± | + | - | - | |
| F _{28G} | 卅 | - | 卅 | + | 卅 | - | + | + | - | 紅泡 | 卅+ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{33H} | + | - | - | + | + | - | + | + | + | 紅泡 | 卅+ | - | + | 紫 | 色 | - | - | - | + | - | |
| F ₃₀ | ± | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₃₁ | + | - | + | - | + | + | - | + | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₃₂ | 卅 | - | ± | ± | 卅 | - | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | ±+ | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₃₃ | - | - | ± | ± | + | - | + | + | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₃₄ | + | - | ± | ± | + | + | + | + | - | 紅泡 | 卅+ | - | + | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₃₅ | 卅 | - | - | ± | 卅 | + | ± | ± | - | 紅泡 | 卅+ | - | ± | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₃₆ | 卅 | - | - | - | + | - | ± | ± | - | 紅泡 | ±- | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{36A} | 卅 | - | + | - | 卅 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{36B} | 卅 | - | + | + | + | - | - | - | - | - | - | - | 卅 | - | - | - | - | - | - | 卅 | |
| F ₃₇ | 卅 | - | ± | - | 卅 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | 卅 | 紫 | 色 | - | - | - | |
| F ₃₈ | 卅 | - | - | - | 卅 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | 卅 | 紫 | 色 | - | - | - | |
| F ₃₉ | 卅 | - | + | + | 卅 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F _{39A} | 卅 | - | - | - | 卅 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₄₀ | + | - | - | + | + | - | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | ±- | - | - | - | 紫 | 色 | - | - | - | - | |
| F ₄₁ | + | - | ± | - | ± | - | ± | ± | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₄₂ | + | - | - | + | + | - | + | + | - | 紅泡 | ±- | - | + | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₄₃ | + | - | - | + | + | - | + | 卅 | - | 紅泡 | 卅+ | - | + | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₄₄ | 卅 | - | + | + | + | - | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | 卅+ | - | ± | - | - | - | - | - | - | - | |
| F ₄₅ | 卅 | ± | + | + | + | - | ± | ± | - | 紅泡 | ±- | - | - | - | - | - | - | - | - | - | |
| E ₄₆ | 卅 | - | 卅 | + | 卅 | - | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | 卅+ | - | ± | 紫 | 色 | - | - | - | - | - | |

| 検 體 | 反 應 | 沈 澱 反 應 | | | | | | | 呈 色 反 應 | | | | | | | | |
|-------------------|-----|--------------------------------------|------------------|----------------------------|-----------------------|---|----------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|---------------------------------|
| | | 燐 オ ル フ ム 酸 反 應 | 昇 赤 反 應 | 醋 酸 水 銀 反 應 | タ ン 酸 反 應 | ド ラ ゲ ン ド ル 氏 反 應 | マ イ ー 氏 反 應 | フ ン デ リ ン 酸 反 應 | リ オ デ ン 氏 反 應 | ミ ロ ン 氏 反 應 | ヂ ア ツ オ 反 應 | ビ ウ レ ッ 反 應 | レ ン キ ー 反 應 | ニ ビ リ ン 反 應 | ツ セ ル 氏 反 應 | ク ー 氏 反 應 | イ ー ヨ ン 氏 反 應 |
| F ₄₇ | 卅 | - | - | - | 卅 | - | + | + | - | 紅泡 | + | - | - | 紫色 | - | - | - |
| F ₄₈ | 卅 | - | - | ± 鹽酸 | ± | - | + | + | - | 紅泡 | ± | - | - | 紫色 | - | - | - |
| F ₄₉ | + | - | - | ± 鹽酸 | + | - | ± | ± | - | 紅泡 | ± | - | - | 紫色 | - | - | - |
| F ₅₀ | 卅 | - | - | ± 鹽酸 | + | + | + | + | - | 紅泡 | ± | - | - | 紫色 | - | - | - |
| F ₅₁ | + | - | - | ± 鹽酸 | + | - | - | - | - | 紅泡 | ± | - | - | - | - | - | - |
| F ₅₂ | 卅 | - | + | ± 鹽酸 | + | - | + | + | - | 紅泡 | ± | - | ± | - | - | - | - |
| F ₅₃ | 卅 | 卅 | 卅 | ± 鹽酸 | 卅 | - | - | + | - | 紅泡 | ± | - | - | - | - | - | - |
| F ₅₄ | + | - | - | ± 鹽酸 | + | - | + | + | - | 紅泡 | ± | - | ± | - | - | - | - |
| F ₅₅ | + | + | + | - | - | - | - | + | - | 紅泡 | ± | - | - | - | - | - | - |
| F ₅₆ | 卅 | + | 卅 | - | 卅 | - | - | - | - | 紅泡 | ± | + | - | - | - | - | - |
| F ₅₇ | + | - | + | - | + | + | + | + | - | 紅泡 | 卅 | 卅 | - | - | - | - | - |
| A | + | - | - | ± 鹽酸 | 卅 | - | + | + | - | 紅泡 | ± | + | ± | 紫色 | - | - | - |
| B | + | - | - | ± 鹽酸 | 卅 | + | 卅 | 卅 | - | 紅泡 | ± | + | ± | 紫色 | - | - | - |
| C | + | + | - | ± 鹽酸 | - | + | 卅 | 卅 | ± | 紅泡 | ± | + | ± | 紫色 | - | - | - |
| ビク ロ ン 酸 | - | - | 微濁 | - | 少時の 後黒變 | - | - | - | 黄近(糞 より 消失) | - | - | 卅 | - | + | 白塗 | 卅 | |
| ビク リ ン 酸 | - | - | - | - | 暗緑濁 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| チロ ジ ン | - | - | - | - | 黒變 | - | + | 卅 | 卅 | 紅 | 卅 | - | + | - | - | - | - |
| ヒス チ デ ン | 卅 | - | - | - | 黒變 | - | - | - | 白近(硝 酸より 消失) | 泡 | 卅 | + | - | 卅 | - | 卅 | - |

備 考

- F_{28A} はビクラート研究其の二純酒精難溶性ビクラート④
- F_{28B} はビクラート研究其の二融點 198—200° のビクラート③のビクリン酸定量の際得たる分解物
- F_{28C} はビクラート研究其の二アセトンにて精製せる融點 198° のビクラート③
- F_{28D} はビクラート研究其の二ビクリン酸と結合せざる部分④
- F_{28E} はビクロハナート研究其の二結晶性ビクロハナート
- F_{28F} ビクロハナート研究其の一アセトン可溶分よりエーテル沈降製ビクロハナート④
- F_{28H} はビクロハナート研究其の一ビクロン酸と結合せざる物質③
- F_{36A} はビクラート
- F_{36B} はビクロハナート
- F_{39A} はビクラート

Aは酸性白土吸着製品の 95% 酒精可溶分
 Bは前記 95% 酒精不溶残渣を 60% 酒精にて浸出せるもの
 Cは 80% 酒精不溶残渣を 60% 酒精にて浸出せるもの

各反應の成績に對する記號は前記バリット鉛法に於けるものと同様なり

第四章 總 括

上記の成績に従ひ各反應を觀察すれば次の如し

1. 燐ウォルフラム酸 本試験によりてはビタミン以外ヘキソン鹽基、プリン其他多くの有機鹽基も亦沈澱せらるゝを以て該沈澱の多寡のみによりて直ちにビタミン含量を批判するは危険甚だしきも檢品にして本試薬によりて少しも沈澱を生ぜざるときはビタミン含有につき疑を存し得べし
2. 昇汞 有効フラクチオン製品の本試薬によりて沈澱せらるゝ關係區々にし他の不純物も亦沈澱せらるもの多く判定上準據すべきものなし
3. 醋酸水銀、タンニン酸及ドラゲンドルフ氏試薬 有効成分は之等の試薬によりて殆ど常に沈澱せらるゝも他の不純物も亦同様に沈澱せらるゝもの多し故に之等試薬によりて陰性反應の場合にはビタミン含有につき疑を存し得べし
4. マイヤー氏試薬 ヴィタミンフラクチオン製品は本試薬によりて沈澱を生じ他のフラクチオン中之により沈澱せらるゝもの少なし故に本試薬によりて陰性反應の場合にはビタミン含有に付き疑を存し得べし
5. フォリン、デニー氏試薬 兩氏の尿酸及フェノール兩反應はヴィタミンフラクチオンの外大部分のフラクチオンに於ける成分も亦等しく陽性反應を呈するを以て判定上殆ど價值なきものゝ如し
6. チアッオ反應 本反應はヴィタミンフラクチオンに於ける製品も亦之を生起すと雖も之を精製するに従ひ漸次減退するものゝ如くなるを以て本反應は恐らく不純物に因るべし然れども本反應は極めて鋭敏にして極めて微量の不純物によりても尙ほ陽性反應を呈するを以て本反應によりて直ちに純雜を決定し難し
7. ミロン氏反應 本反應を呈するものは不純物なりヴィタミンB性成分は之によりて白澱を生ずるも赤色を呈せず
8. ビウレット、コッセル、クヌープ及ホイラーヂョンソン氏反應 ヴィタミンB性成分は之等の反應を呈せざるも爾他の各フラクチオン中本反應を呈するものも亦極めて少なし故に之等の諸反應はヴィタミンB鑑定上價值なかるべし
9. ワイデル、ワイル及フルフロール反應 各フラクチオンの成分は何れも陰性反應なり故に之等の諸反應はヴィタミンB鑑定上殆ど其用をなさず

10. ムレキシード反應 本反應を呈するものは不純物なるべし

11. ニンヒドリン反應 ヴィタミンフラクチオン製品は本試薬によりて紫色を呈するも其ピクロ、ナートを分解し遊離せしめたるものは之を呈せざるを以て本反應は或は不純物に基因するものなるべし然れども他のフラクチオン中類似反應を呈するものは比較的僅少なり故に極めて精製せられたるものにあらざる限り本試薬によりて紫色乃至赤紫色を呈せざるものは寧ろヴィタミンB含量僅微の疑を存し得べきを思考す

12. フォリン第1及第2反應 第1²⁷⁾及第2回報告²⁸⁾に於て試験せる兩反應は前記フォリン、デニー兩氏の尿酸及フェノール兩反應と殆ど同様なるべきを思ひ硫酸水銀を應用せる各フラクチオンに對しては専ら後の2反應のみを用ひたるもバリット鉛法に於ける各フラクチオン製品に對しては兩者を併用せしに兩者多少其赴きを異にせるを認めたり即ち檢體中フォリン第1反應を生起するもの極めて少なく之に反し第2反應は多數のフラクチオン之を呈せり而してヴィタミンB製品は其純度高まるに従ひフォリン第一反應及フォリン、デニー氏尿酸反應は次第に陰性となり最も純粹のものは終に第2反應及フォリン、デニー氏フェノール反應も亦極めて微弱となるを認む故にフンク氏の如く之等の反應は寧ろ夾雜物に起因するものならんか

13. ネスレル反應 本反應はバリット鉛法を應用せるフラクチオンのみにつき試験せるを以て直ちに之を斷定し難きも本試薬による沈澱は主として不純物に歸すべきを思考せしむ

之を要するに以上の諸反應中抗神經炎ヴィタミンによる固有反應と認むべきものなし然れども隣ウォルフラム酸、醋酸水銀、タンニン酸、ドラゲンドルフ試薬及マイエル試薬によりて沈澱生成の有無及多少等の狀況を検し次でフォリン第1及第2反應、デアッオ反應、ミロン氏反應、ムレキシード反應並にニンヒドリン反應を検するときは可檢品中抗神經炎ヴィタミンの多少並に純雜の程度を概測し得べきを信す

ゼンドラシク氏⁵⁴⁾はヴィタミンBの固有反應としてフェリチアン鐵反應を報告せり同氏はヴィタミンBはミロン氏反應及リーベルマン氏反應を呈せざるを以てフェノール類にあらずとの前提の下に同反應を提出せしものなるもペッツノッフ氏^{55) 56)}及レヴァイン氏^{57) 58)}はヴィタミンBの固有反應にあらずしてフェノール類の一般反應なることを證明し殊にレヴァイン氏は多數のフェノール類を試験したるに或者は同反應を呈せざるものあり又フェノール以外の物質にして該反應を呈するものあることを認めたり此の

如きを以て著者は終に同反應を試験するに至らざりき

第五編 米糠中に於ける各成分の酵母の醱酵作用促進性に関する研究

第一章 緒言

ビタミンBの特性を有する製品は何れも酵母の増殖、醱酵促進作用を呈し之を120°以上の高熱又はアルカリ及加熱を施すときは容易に鳩に對する効力を消失するも酵母に對する作用は依然として殆ど變化なきこと並にビタミンB以外にも酵母の増殖、醱酵促進性を有する物質の存在することは争ふ可らざる事實なるを以て此酵母の増殖、醱酵促進性物質とビタミンBとは同一物質にあらずとせらるゝ所以にして従つてウィリアムス氏及其他の酵母法によりてビタミンB殊に抗神経炎ビタミンを定量することは不適當なりと雖もビタミンB型物質の研究に際し各フラクチオンの生物學的効力を試験する上に於て酵母試験法も亦輕視し得ざるべきものなることは既に報告せし所なり⁵⁹⁾

著者は以上の見解に基き前段に於て米糠中の各成分を可及的單一なるフラクチオンに分別せるものに就き酵母の醱酵促進作用を試験し以て抗神経炎性成分と所謂ビオス性成分との關係を究明せんことを期したり而してビオス性物質の酵母の増殖及醱酵促進作用は其量に比例せず必ずオブピチマムの濃度存するを以て其促進力の比較に對しては最少最適を見出さる可らざること並にフライシュマン酵母をウィリアムス氏培養液中に培養するときは徹に酵母の増殖を認むるも終に炭酸の發生に至らず然るに之に微量のビオス性物質を含有するときは漸次増殖し盛んに炭酸を發生し來たり10數日の後終に醱酵停止すと雖も同一菌種に在りても時間に比例して醱酵、増殖を營むこと少く甚だしく不同なり故に發育及醱酵の中途に於て之を比較するは甚しく不精確なるを免れず寧ろ其全く醱酵停止に至る所謂絶對量に於て比較するを至當とすべきは之れ亦既に報告せり⁵⁹⁾然れども酵母の増殖と醱酵の割合は必ずしも並行せざるべきは既にオイラー氏等^{60) 61)}により指摘せられ著者も亦之を認むる所にして醱酵停止と同時に酵母の増殖も亦最高に達せしや否やは不明なり殊に培養温度の異なるに従ひ益々複雑なる關係を來たすべし即ち30°に於て培養を行ふときは醱酵停止に到る迄には通例10數日を要し此間に酵母は其一部自己消化を來たす場合なきにしもあらざるべし要する

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|--|---|---|---|---|---|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|---|---|---|---|---|---|---|---|------|------|
| ^(F₂₇) 50 万分 1 ピクリン酸 5 万分 1 添加 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.2 | 5.1 | 3.3 | 3.3 | 2.6 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 17.3 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.0 | 2.9 | 4.2 | 4.3 | 2.2 | 0.2 | 0.2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 15.0 |
| ^(F₂₇) 100 万分 1 ピクリン酸 5 万分 1 添加 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.6 | 2.3 | 3.1 | 2.8 | 0.7 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 10.5 | |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.3 | 2.0 | 4.5 | 3.5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 10.8 | |
| ピクリン酸 5 万分 1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | |

前記の成績に據ればビオスフラクチオン製品に在りては 200 万分 1 含有溶液を以て又ビタミンフラクチオン製品に在りては其第一及第二製品共に 100 万分 1 含有溶液を以てオプチマムの濃度と認め得べし而してピクリン酸は 5 万分 1 濃度に在りては酵母の醗酵上殆ど何等の作用を呈せざるべきを認めたるを以て次にビタミンフラクチオン製品より得たるピクラート及ピクロ、ナートに就き醗酵促進作用を試験せり

第三節 ヴィタミンフラクチオン製品のピクラートを以てせる試験

ヴィタミンフラクチオン第一製品 F₂₇ より得たるピクラート製品◎及ピクラートを形成せざるもの㊦(ピクラート研究其の一参照)につき各 5 万分 1 及 50 万分 1 含有溶液を以てせる試験成績次の如し

| 検 體 日 数 | ● | 發 生 炭 酸 量 (ccm) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------------------------------|---|-----------------|---|---|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|----|----|----|----|----|----|----|------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 |
| ピクラート ◎ 5 万分 1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.3 | 2.8 | 6.3 | 3.6 | 5.9 | 4.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 24.2 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.7 | 6.1 | 3.2 | 5.6 | 5.4 | 2.4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 25.4 |
| ピクラート ◎ 50 万分 1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.2 | 0.9 | 1.3 | 1.5 | 2.9 | 1.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 7.8 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.5 | 1.2 | 2.3 | 3.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 7.8 |
| ピクラートを形 成せざるもの ㊦ 5 万分 1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.4 | 2.5 | 3.5 | 4.1 | 3.5 | 3.3 | 3.9 | 3.9 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 26.1 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.4 | 0.8 | 2.0 | 3.5 | 8.1 | 6.6 | 4.3 | 1.8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 27.5 |
| 同 上 50 万分 1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

前記試験によればヴィタミンフラクチオン第一製品 F₂₇ より得たるピクラートは其母體に比すれば稍劣るも而かも猶相當の醗酵促進作用を呈しピクラートを形成せざる成分は母體に比し促進力遙かに微弱にして兩者による炭酸發生量の總和は母體の夫れと殆ど一致せるを認むべし是を以て觀ればビオス性成分はピクラートと共に其過半沈澱せられたるを思惟せしむ

第四節 ヴィタミンフラクチオン製品のピクロ、ナートを以てせる試験

ヴィタミンフラクチオン第二製品 F₂₈ より得たるピクロ、ナート製品㊦及之を形成せざる成分㊦(ピクロ、ナート研究其の一参照)並にヴィタミンフラクチオン製品 F₂₈

にピクロ、ン酸を添加せるもの及ピクロ、ン酸のみに就き試験せるに其成績次の如し

| 檢 體 | 發 生 炭 酸 量 (ccm) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|--------------------------------|-----------------|---|---|-----|-----|------|------|------|------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|----|----|----|----|----|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 合計 |
| ピクロ、ナート ① 5 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| ピクロ、ナート ② 10 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| ピクロ、ナートを 形成せざる部分 ③ 5 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 1.7 | 15.8 | 15.2 | 17.2 | 10.8 | 5.4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 66.1 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 6.9 | 20.6 | 25.9 | 12.3 | 1.6 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 67.6 |
| 同 上 製 品 ④ 50 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 1.6 | 8.6 | 13.2 | 10.7 | 15.3 | 14.8 | 8.8 | 3.5 | 0.8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 77.3 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 2.1 | 9.5 | 13.7 | 11.1 | 15.1 | 12.1 | 6.1 | 2.3 | 0.8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 72.7 |
| 同 上 製 品 ⑤ 100 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0.4 | 3.7 | 13.3 | 10.2 | 13.4 | 12.7 | 9.3 | 7.4 | 1.1 | 0.8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 72.3 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 7.6 | 12.3 | 9.0 | 14.9 | 15.0 | 10.4 | 7.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 76.2 |
| 同 上 製 品 ⑥ 200 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 1.0 | 9.5 | 13.2 | 11.5 | 15.4 | 9.8 | 5.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 67.7 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 2.0 | 8.9 | 12.8 | 11.1 | 15.6 | 11.4 | 6.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 68.1 |
| 同 上 製 品 ⑦ 400 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.2 | 0.3 | 1.0 | 0.8 | 0.8 | 2.2 | 5.0 | 5.0 | 4.3 | 0.5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 20.1 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.3 | 0.9 | 1.9 | 1.9 | 1.5 | 4.2 | 3.0 | 3.8 | 4.4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 21.9 |
| 同 上 製 品 ⑧ 800 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.4 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.7 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.7 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.0 |
| ピクロ、ン酸 5 萬分1 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| (F ₂₈) 5 萬分1添加 | 甲 | 0 | 0 | 7.5 | 8.4 | 8.1 | 8.5 | 7.2 | 8.7 | 2.1 | 1.2 | 3.9 | 3.8 | 2.2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 61.6 |
| | 乙 | 0 | 0 | 1.0 | 3.1 | 6.0 | 5.5 | 5.7 | 8.0 | 2.2 | 4.8 | 6.4 | 6.2 | 5.4 | 5.6 | 3.9 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 63.8 |

前記の成績に據ればヴィタミンフラクチオン製品より得たるピク、ナートは酵母に對し全く無力にしてピクロ、ン酸は酵母の醗酵作用に對し何等の妨害作用を呈せざるを以て右ピクロ、ナート中のヴィタミン性成分は酵母に對し無力なりと判定せざるを得ず而してヴィタミンフラクチオン製品中ピクロ、ナートを形成せざる成分は酵母の醗酵促進作用極めて強烈にして前述ピオスフラクチオン製品に比するも尙ほ且つ格段の差異あり即ち後者の 200 萬分 1 含有溶液に在りては發生炭酸總量 4.7 ccm なるに對し前者は 21.0 ccm にして其母體たるヴィタミンフラクチオン製品 F₂₈ に在りては僅に 1.2ccm なり是を以て鑑みるにヴィタミンフラクチオン製品中抗神經炎要素とピオス性成分とは全然別種の物質にして兩者共に他の有する特異性狀を具備せず茲に於て酵母の醗酵促進作用を應用するヴィタミン B 測定法は全然不可なること判明するに至れり

第五節 ピオス性物質の加熱による影響試験

前記ヴィタミンフラクチオン製品 F₂₇ 及 F₂₈ 並にピオスフラクチオン製品 F₃₅ の 3 種に就き之を水溶液となし過壓釜にて 134.6° に於て 3 時間加熱せる後一定容量となし之を培養液に加へ 5 萬分 1 濃度に於て試験せり其成績次の如し

| 検査回数 | 發生炭酸量 (ccm) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-------------|---|---|-----|------|------|------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|----|----|----|----|----|----|----|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 合計 |
| F ₂₇ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 12.8 | 16.8 | 15.2 | 9.5 | 7.5 | 1.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 62.8 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 12.1 | 17.2 | 18.7 | 10.9 | 4.5 | 0.1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F ₂₈ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 8.9 | 12.0 | 12.1 | 10.8 | 10.0 | 6.5 | 6.3 | 2.4 | 0.7 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 69.7 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 5.7 | 11.2 | 8.9 | 9.3 | 9.7 | 7.6 | 3.9 | 4.2 | 3.0 | 0.9 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F ₃₅ | 甲 | 0 | 0 | 0.7 | 13.5 | 20.2 | 21.5 | 10.9 | 2.1 | 0.9 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 69.8 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0.4 | 12.7 | 22.1 | 21.2 | 6.9 | 2.5 | 0.8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

上記試験成績によればビタミンフラクチオン第一製品 F₂₇ は其醗酵促進作用加熱前に於けるものと殆ど變化なくビタミンフラクチオン第二製品 F₂₈ 及ビオスフラクチオン製品 F₃₅ は加熱前に比し寧ろ少しく優れるやの感あり是を以てビオス性成分は 130° 以上の加熱を受くるも其酵母に對する効力は殆ど影響せざるものと認めて可なるべし

第六節 ビオス性成分のアルカリ及加熱による影響試験

前記ビタミンフラクチオン製品 F₂₇ 及 F₂₈ 並にビオスフラクチオン製品 F₃₅ の 3 種に就き之を 5% ナトロン鹼液にて 100° に於て一時間加熱したる後 5% 鹽酸にて中和し其一定容量を培養液に加へ 5 萬分 1 濃度となして試験せり其成績次の如し

| 検査回数 | 發生炭酸量 (ccm) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-------------|---|---|---|---|------|------|------|------|------|-----|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|----|----|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 合計 |
| F ₂₇ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.0 | 11.7 | 12.5 | 13.3 | 12.8 | 8.2 | 2.4 | 0.2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 64.1 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.0 | 2.5 | 3.8 | 7.3 | 8.0 | 8.0 | 9.1 | 10.8 | 6.7 | 4.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F ₂₈ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.4 | 6.4 | 8.9 | 8.5 | 8.7 | 3.3 | 4.5 | 4.7 | 7.9 | 4.8 | 2.8 | 2.0 | 0.7 | 0.7 | 0 | 0 | 65.3 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 4.6 | 8.2 | 9.0 | 8.7 | 9.5 | 1.9 | 8.8 | 7.2 | 4.0 | 0.7 | 1.1 | 0.2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 63.9 |
| F ₃₅ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 15.6 | 23.1 | 22.4 | 10.9 | 0.9 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 73.2 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 9.7 | 24.8 | 23.6 | 10.5 | 1.5 | 0.8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 70.9 |

前記の成績により F₂₇, F₂₈ 及 F₃₅ の 3 種製品共に強アルカリ性加熱によりて其酵母に對する作用減退することなく其發生炭酸は寧ろ何れもアルカリ處理以前に於けるものに比し幾分多量なるを認む従つて既に先人の立證せし如く其酵母の醗酵促進作用は強アルカリによりて減退せざるべきを認めたり而して以上 3 種檢品の外ピクロ、ナート製出の際得たる最強度のビオス性物質を以て前記の如く 130° 以上の高熱並に強アルカリ性加熱試験を施行するときは一層確實に立證し得たらんも本品は試料僅微にして終に之を遂行する能はざりき

第三章 バリット鉛法を應用して分別せる各フラクチオンに於ける製品の酵母の醗酵促進作用に就て

バリット鉛法應用による各フラクチオン製品の 5 萬分 1 溶液を以てせる試験成績

次の如し

| 検 査 日 数 | 發 生 炭 酸 量 (ccm) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | 合計 |
|-------------------------|-----------------|---|---|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|----|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | |
| F ₄ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.6 | 0.6 | 0.8 | 0.4 | 0.6 | 2.4 | 3.4 | 4.6 | 4.4 | 3.9 | 5.0 | 2.6 | 0.4 | 0 | 29.7 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.6 | 1.1 | 1.7 | 1.5 | 3.5 | 5.0 | 3.4 | 3.7 | 3.5 | 4.9 | 2.0 | 1.0 | 0 | 31.9 |
| F ₄ の加水分解析出物 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F ₅ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.1 | 0.4 | 0.2 | 0.3 | 0.7 | 0.4 | 4.7 | 5.5 | 5.7 | 4.8 | 5.2 | 3.9 | 3.8 | 1.4 | 0 | 37.1 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.3 | 0.2 | 0.3 | 0.5 | 1.6 | 3.3 | 5.2 | 3.5 | 5.7 | 6.3 | 4.9 | 4.0 | 1.0 | 0 | 36.9 |
| F ₅ の加水分解析出物 | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F ₆ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.5 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| F ₉ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.4 | 8.5 | 10.1 | 10.8 | 10.0 | 7.3 | 3.1 | 3.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 55.2 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.9 | 12.7 | 11.0 | 13.0 | 7.7 | 6.8 | 0.9 | 1.4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 57.4 |
| F ₁₀ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 6.0 | 9.8 | 14.1 | 11.6 | 7.0 | 7.5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 56.0 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.4 | 12.2 | 13.4 | 11.9 | 7.0 | 8.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 56.2 |
| F ₁₁ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.5 | 2.7 | 3.2 | 3.8 | 5.5 | 5.8 | 7.1 | 5.3 | 4.7 | 6.7 | 6.0 | 3.0 | 1.3 | 0 | 55.6 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.7 | 2.0 | 2.8 | 3.0 | 5.6 | 5.3 | 6.2 | 5.8 | 4.7 | 8.9 | 3.0 | 1.9 | 0 | 50.9 |
| F ₁₂ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.8 | 6.8 | 12.0 | 10.8 | 8.3 | 7.8 | 8.8 | 2.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 58.6 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.7 | 10.5 | 10.8 | 12.2 | 9.0 | 7.2 | 3.0 | 2.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 55.4 |
| F ₁₃ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.9 | 3.8 | 7.4 | 8.2 | 8.0 | 7.5 | 8.0 | 7.2 | 3.4 | 1.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 55.7 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.3 | 3.1 | 8.6 | 7.6 | 7.1 | 6.9 | 9.6 | 8.6 | 5.2 | 3.1 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 60.4 |
| F ₁₄ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 1.2 | 10.1 | 10.4 | 12.3 | 8.3 | 8.9 | 7.6 | 9.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 68.2 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 6.7 | 10.7 | 13.4 | 13.0 | 12.7 | 7.1 | 8.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 71.6 |
| F ₁₅ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.9 | 8.3 | 8.8 | 8.9 | 6.9 | 7.0 | 10.8 | 5.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 58.9 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0.4 | 2.0 | 7.4 | 8.7 | 8.2 | 11.6 | 11.1 | 7.7 | 5.6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 62.7 |
| F ₁₆ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 7.7 | 9.0 | 7.5 | 8.1 | 6.3 | 5.6 | 8.2 | 5.5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 57.9 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 7.3 | 7.3 | 8.3 | 6.3 | 6.5 | 9.5 | 7.6 | 6.5 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 59.3 |
| F ₁₈ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.2 | 6.2 | 6.0 | 6.4 | 4.5 | 3.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 27.3 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1.4 | 5.4 | 6.2 | 6.2 | 4.2 | 3.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 26.7 |
| F ₁₉ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 2.0 | 6.0 | 8.6 | 8.7 | 11.2 | 7.6 | 8.0 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 52.4 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 1.1 | 5.8 | 8.2 | 9.9 | 9.9 | 8.1 | 6.0 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 49.3 |
| F ₂₀ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 6.8 | 7.2 | 7.3 | 5.7 | 4.8 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 31.8 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 7.0 | 7.5 | 7.0 | 5.9 | 3.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 30.4 |
| F ₂₁ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 1.4 | 13.8 | 16.5 | 12.5 | 7.8 | 5.1 | 0.4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 57.5 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 2.3 | 16.3 | 16.7 | 12.3 | 6.6 | 1.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 55.5 |
| F ₂₂ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 10.0 | 5.5 | 7.3 | 7.7 | 13.1 | 8.2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 51.8 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 12.9 | 16.4 | 15.9 | 5.3 | 5.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 55.5 |
| F ₂₄ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2.6 | 8.1 | 8.7 | 9.0 | 7.0 | 12.3 | 7.7 | 5.7 | 1.6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 62.7 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 3.0 | 9.8 | 9.0 | 8.5 | 7.5 | 13.0 | 8.1 | 5.1 | 1.4 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 65.4 |
| F ₂₇ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 9.7 | 9.8 | 12.9 | 13.3 | 8.9 | 4.6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 39.8 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 9.5 | 10.4 | 11.8 | 9.8 | 7.8 | 5.4 | 0.8 | 0.2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 55.1 |
| F ₂₈ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 2.0 | 17.0 | 12.6 | 11.3 | 11.0 | 10.6 | 2.4 | 0.6 | 0.3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 67.8 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 2.0 | 13.0 | 13.1 | 11.0 | 8.3 | 9.2 | 5.6 | 7.3 | 0.2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 69.7 |
| F ₂₉ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0.8 | 2.6 | 14.0 | 11.6 | 15.0 | 10.2 | 9.7 | 3.6 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 67.5 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 4.5 | 12.8 | 16.3 | 15.2 | 13.5 | 7.8 | 1.0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 71.1 |
| F ₃₀ | 甲 | 0 | 0 | 0 | 0.22 | 18.6 | 11.4 | 2.2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 54.3 |
| | 乙 | 0 | 0 | 0 | 0.22 | 14.0 | 9.2 | 5.1 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 50.3 |

以上の試験によれば米糠中のピオス性成分はアルカリ性バリット鉛法によりては之を分別し難く殆ど全部のフラクティオンに瀰漫せるを認む之れ叙上の如くピオス性成分は決して単一の物質にあらず或者はバリット鉛化合物として沈澱せられ或者は他の沈澱に吸着せられて析出し更に或者は全く沈澱せざる等區々なるによるべく此關係は獨りバリット鉛沈澱法に於けるのみならず燐ウールフラム酸、硫酸水銀及銀分劃沈澱法等

を行ひ各フラクチオンに分別したる場合に於ても亦同様なり

第四章 總 括

既に緒言に於て述べし如くビタミンBは 120° 以上の高熱を受くるときは其鳩の多發神経炎に對する効果を消失するも酵母の増殖、醗酵促進作用は依然として變化なきことはエメット及ラロス⁶²⁾、エメット及ストックホルム⁶³⁾並に細谷、黒屋兩氏⁶⁴⁾等によりて立證せられ更に強アルカリ及加熱を處するも亦同様の關係を有することはスーザ及マッコラム⁶⁵⁾、ファルマー、ネルソン及シャーウッド⁶⁶⁾、フンク⁶⁷⁾、フレミング⁶⁸⁾及細谷、黒屋氏⁶⁴⁾等によりて證明せられたる所なるも此等諸學者の試験のみによりては抗神経炎ビタミン或は水溶性ビタミンBが果して酵母に對し何等の作用を呈せざるものなりや又之を 120° 以上の高熱或は強アルカリ性加熱によりてビオス性物質を化生することなきや否や等の問題に對しては何等追究する所なきが如し蓋し此問題を解決せざる以上は酵母に對する作用を以て所謂ビオスのみに歸すること能はざるべし

然るに著者の得たるビタミンフラクチオン製品は主として抗神経炎ビタミン及ビオス性物質を含有しピクロ、ナート製出法によりて兩者を分離し得べく前者は酵母に對して無力にして後者は鳩に對し無力なり而して此ビオス性物質を分別せる抗神経炎ビタミンに就き加熱並にアルカリに對する關係を試験せざりしと雖も既に前記の試験によりても此等の處理によりて殆どビオス性成分を化生せざりしものと思惟せしめたり茲に於て著者は米糠中の抗神経炎ビタミンとビオス性物質とは全く別種の物質にして酵母に對する作用は全くビオス性物質の特異性なることを闡明し得たるを信ず

エッチー氏等⁶²⁾は酵母より融點 223° 、 $C_5H_{11}NO_3$ の組成を有する結晶性ビオスを抽出し得たるを報せりフンク氏等⁶⁹⁾は之を複試せしに遂に失敗に終り尙ほウィリアムス氏等⁷⁰⁾も亦之を追試したるに同様の結晶を得たるもエッチー氏等の報告せる如く酵母に對して有効ならざりき、著者の得たる融點 320° 、 $C_{10}H_8NO_4$ なる結晶性物質(鈴木博士のβ酸に酷似せるもの)も亦酵母に對する効力顯著なるを以て一種の結晶性ビオスと見做し得べきか

著者はビタミンフラクチオン及ビオスフラクチオンより最も純粹なる極めて強度の醗酵促進作用を有する2種の無晶形ビオスを分離し得たり之等の物質は鈴木文助博

士⁴⁷⁾の得られたるものと全然別種の物質なることは既述の如くにして従つてフェルマー⁴⁸⁾、ミラー⁴⁹⁾並にデース氏⁵⁰⁾等の指摘せられし如く著者も亦ビオスは決して単一の物質にあらず種々複雑なるべきを信するものなり

著者の施行せる醗酵試験に據れば著者の得たるビオスはフライシュマン酵母による醗酵に對しては促進性物質と言はんより寧ろ必須要素と認むるを至當とすべし何となれば對照試験に在りては更に炭酸を發生せざればなり

著者は緒言に於て論述せし理由によりビオス性物質の檢索に對しては専ら醗酵促進性を應用せり従つて之を以て直ちに酵母の増殖促進作用に對し類推し得べきや否やは不明なるを免れざるなり

第六編 研究成績の要項

上記第二編乃至第五編に亘る研究成績に對しては既に緒論に於て其梗概を敘説し更に各編に於て總括評論する所ありたるを以て茲に再説するは聊か重複の嫌あるも其最も緊要なる事項を摘録すれば次の如し

第二編に於ける研究成績

1. 米糠の水浸エキスより本邦産酸性白土に吸著せしめたる成分は鳩の白米病並に南京鼠の生育に對し極めて有効なり
2. 右吸著白土より有効成分を分離せしめたる後磷ウオルフラム酸化合物となし其乾燥せるものをフンク氏に従ひ無水アセトンにて處理するも之によりて有効成分と不純物とに分別し難くアセトン可溶及不溶兩部分共に鳩及南京鼠に對して有効なるを認めたり、此關係は米糠の水浸エキス又は酒精製エキスにつきて直接之を應用するも亦同様なるべきを信す
3. 然るに右吸著白土より有効成分を分離せしめたる後著者の所謂鉛糖バリット沈澱法を應用するときは抗神経炎性成分は沈降せられ其沈澱より鉛及バリットを除き磷ウオルフラム酸化合物となし純アセトンを以て處理するときは鳩に對し有効なる成分はアセトン可溶分中に移行し之より得たる製品は鳩の特異疾病に對し 5 mg 程度にて確實に有効にして後述の硫酸水銀應用によるビタミンフラクテオン製品に殆ど匹敵しアセトン不溶分は鳩に對し殆ど全く無効なり之れフンク氏の成績と全く反對なるを

以て著者は米糠と酵母中の抗神経炎性成分は或は異種物質なるやも計り難きを思考するものなり

4. 酸性白土は米糠中の有効成分の外諸多の有機鹽基類及カリ等を吸著し之をバリット等を以て處理するときは之等の成分も亦分離して分解液中に移行し通例施行し得べき方法によりては容易に除別し難し然るに鉛糖バリット沈澱法を施すときはカリ等の無機成分並に多量の無効有機鹽基類も容易に分別し得べく且つ多量の分解液を濃縮する必要なく極めて便利なり斯くの如く米糠中の抗神経炎ビタミンの抽出に對しては酸性白土吸著法及鉛糖バリット沈澱法とを併用するときは最も好果を挙げ得べきを信ず

5. 前記米糠中の抗神経炎性成分の鉛糖バリット法によりて沈澱せられ次に其燐ウォルフラム酸化合物の純アセトンに可溶性なることは未だ文獻に認め得ざる新事實なるを以て更に之を米糠の水浸エキスを酒精にて精製せるものにつき應用し其事實なるを確證し得たり

6. 有効成分の鉛糖バリットによる沈澱は之を乾燥するときは變質の恐れあるを以て直ちに硫酸を以て分解し鉛及バリットを除別するを要す

7. 銀分劃沈澱法に於けるジリンフラクチオンに屬する成分は著者の鉛糖バリット沈澱法に於ても亦沈澱せらるゝことなく母液中に残留すべきを思惟す將來之を確定せんことを期す

8. 米糠の水浸エキスにつき鉛糖バリット沈澱法を施し該沈澱より燐ウォルフラム酸化合物を製出し其アセトン可溶分を硫酸及アミールアルコール、エーテルを用ひて分解するにエーテル、アミールアルコール混液中より鈴木博士のβ酸に酷似せる結晶性物質を得たり、本品は $C_{10}H_8NO_4$ の集成を有し 320° に融解す、酵母の醱酵促進作用相當強きを以て一種の結晶性ビオスと稱し得べきか

9. 前記鉛糖バリットによる沈澱中燐ウォルフラム酸の化合物を濾別せる母液中より融點 320° の黄色無晶形物質 $C_{11}H_{16}NO_4$ を析出し之を鹽酸にて加水分解を施すときは $322-325^\circ$ に於て黒變融解する黄色針狀晶 $C_9H_9NO_3$ を得たり、前者は酵母に對し有力なるも後者は無力なり

10. 米糠中のビタミンB性成分の酒精に對する溶解の關係は實際の水素イオン濃度、化合狀態、夾雜物の種類及多少等種々狀況を異にするに従ひ一樣ならずと雖も其純度高まるに従ひ 90% 以上の濃厚の酒精に可溶性なることを認めたり、但し酒精による浸出法と沈澱によりてはビタミンB性成分の溶解の關係大ひに異なるべきを以て兩者の成績につき直に對等に之を論ずるは不當なるを免れず、何んとなればビタミンBは吸著性强きを以て沈澱法によりては夾雜物の沈澱に吸著せらるること多きが故なり

第三編に於ける研究成績

11. 米糠中の抗神經炎ビタミンは其硫酸々性溶液中硫酸水銀によりて沈澱せらるることを確證し得たり、此事實は從來の文獻に示さるる所にして諸多の學者は寧ろ不純物除却の目的に硫酸水銀を使用し來れり此矛盾の現象に對しては既に詳論せる如し

12. 米糠中の抗神經炎性成分はアルカリ性反應を呈する迄鉛醋を使用するときは其微量沈降せらるゝが如しと雖も之によりて著しく精製の目的を達し得るを以て寧ろ幾分の損失を犠牲とするも本法を應用し精製するを得策とすべし而して此點はレヴィーオン氏等の成績と之を異にするを以て之等の點より考ふるも米糠と酵母中に於ける水溶性B或は抗神經炎性要素は或は同一物質にあらざるべきやの疑を存すしむ

13. 前項鉛醋沈澱中には酵母の醱酵促進作用を有する成分あり、之れ亦フレンケル氏等の成績と異なれり、然れども同氏等と著者の試験方法異なるを以て今俄かに之を論じ難し

14. 米糠の水浸エキスより得たる硫酸水銀沈澱成分に就き鉛糖及鉛醋によりて不純物を除きたる後銀分劃沈澱法を施すに其プリンフラクチオン中に移行する成分は鳩に對し無効にして稍多量のアデニン存在することを認めたり、尙ほ其他の成分を含有するが如きも未だ明瞭ならず

15. プリンフラクチオンに屬する成分を除きたる後ヒスチンフラクチオンに移行する成分を炭酸鹽として濃縮し得たるものは鳩の特異疾病に對する効力極めて強く既に 5mg 以内に於て確實に奏功す故に著者は本フラクチオンを特にビタミンフラクチオンとして分類せり、而して本フラクチオン中より融點 300—306°, $C_{15}H_{22}N_7O_9$ の集

成を有する結晶性物質を得たるも本品は鳩及酵母に對し全く無力なり

16. 前記ビタミンフラクチオン製品より融點 198° , $C_{19}H_{32}N_5O_7 \cdot C_6H_3N_3O_7$ の組成を有するピクラートを製出し得たり、本品は未だ結晶たるを得ずと雖も鳩の白米病に對しては 5mg 以内に於て確實に奏功す

17. 有効ピクラートの外著者はビタミンフラクチオンより結晶性及無晶形ピクロ・ナートを得たり、前者は 320° に分解し $C_{14}H_{20}N_5O_9 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ の組成を有し後者は 204° に熔融し $C_{19}H_{40}N_5O_7 \cdot C_{10}H_8N_4O_5$ の集成を有し兩者共に病鳩に對し 5mg にて的確に奏功す、而してピクロ・ナートを形成せざる成分は純白色にして $C_9H_{20}N_2O_6$ の集成を有し酵母に對する効力極めて強烈にして鳩に對しては全く無力なり、故に本操作によりて最も精製の目的を達し得たるを認むべく同時に最も純粹の一新ビオス性物質を分離し得たるを信す

18. 前記硫酸水銀沈澱中アルギニン及リジンフラクチオンに移行すべき成分は極めて微量にして殆ど全部硫酸水銀沈澱の母液中に残留するを認めたり、此點はデアミノ酸及有機鹽基類の分離上有要なるを思惟す

19. 硫酸水銀沈澱の母液は鳩に對し効果なし而して其燐ウ・ルフラム酸沈澱のアセトン可溶分中ヒスチランフラクチオンに移行する成分は酵母に對する効力極めて強く鳩に對しては全く無効なるを以て著者は特に之をビオスフラクチオンなる名稱を附したり、本品はピクラート及ピクロ・ナートを形成せず、其集成は $C_{17}H_{37}N_5O_{11}$ に該當し鈴木文助博士の分離せられたるものと之を異にし全然別種の一新ビオス性物質なるべきを信す

20. 前項ヒスチランフラクチオンを分別したる後リジンフラクチオンよりコリンの存在を立證し得たり、尙ほベタインも亦含存するものゝ如し

21. 硫酸水銀沈澱の母液中には燐ウ・ルフラム酸によりて沈澱せらるべき成分多量を含有し該沈澱を無水酒精、純アセトン及アセトン水にて順次に之を處理したる後夫夫銀分割沈澱法を施すに各其ヒスチランフラクチオンに移行する成分は相當多量なるを以て硫酸水銀沈澱法を施すことなく直ちに燐ウ・ルフラム酸沈澱法及銀分割沈澱法等を行ふときは之等の多量の不純物は共に隨伴移行し容易に除別し難かるべし

22. 硫酸水銀沈澱中にはコリンの如き有害成分を検出せず、之れ米糠中より抗神経炎性成分を抽出し之を治療上に應用する場合に於て最も緊要の事項たるを失はず

第四編に於ける研究成績

23. 著者は鉛糖バリット沈澱法及硫酸水銀沈澱法等を應用して數十種のフラクチオンに分別せる各成分につき 20 有餘種の諸反應を試験したるも終に抗神経炎ビタミンの固有反應を認むるに至らざりき然れども燐ウオルフラム酸、醋酸水銀、タンニン酸並にドラゲンドルフ及マイヤー兩試薬によりて沈澱の有無及多少を検し次で其燐ウオルフラム酸沈澱を遠心分離し少量の 5% 硫酸にて洗滌したる後炭酸ソーダ飽和溶液を加へて溶解せしめ次に之に微量の燐モリブチン酸粉末を加へ以てフォリン兩反應を検し更にデアツク反應、ミロン反應、ムレキシード反應及ニンヒドリン反應を試験するときは可検品中抗神経炎ビタミンの多少並に純雜の程度を推測し得べきを信するものなり

第五編に於ける研究成績

24. 米糠の水浸エキスにつき鉛糖バリット沈澱法を應用し 30 箇のフラクチオンに分別せるものに在りてはビオス性成分は殆ど全フラクチオン中に瀰漫せるを認む之れビオス性物質は單一の物質にあらざるか又は種々の沈澱劑による沈澱不充分なるか若くは吸著性强きによるべし

25. 硫酸水銀應用により 57 箇のフラクチオンに分別せる各成分に對する酵母試験成績も亦ビオス性成分のフラクチオン中に包含せらるゝを認むるもビタミンフラクチオン及ビオスフラクチオンに於けるものは他のフラクチオンに比し酵母に對する作用特に著しく強烈にして前者は 200 萬分 1 後者は 400 萬分 1 の稀薄溶液に於ても尙ほ有力なり

26. ビタミンフラクチオン第一製品より得たるピクラートは酵母に對し相當有力にして其母液中の成分はピクラートに比し寧ろ稍劣れる感あり、之れビオス性成分はピクラートに吸著せられたるものと認むべし

27. ビタミンフラクチオン製品のピクロ、ナートは酵母に對し全く無力にしてビ

クロ、ン酸も亦酵母に對し何等の作用を呈せざるを以てピクロ、ナート中のヴィタミンは酵母に對し無力なりと判定せざるを得ず而してピクロ、ナートを形成せざる成分は酵母に對する作用最も強盛にして 800 萬分 1 の稀薄溶液に在りても作用し鳩に對して全く無力なるを以て抗神経炎ビタミンは酵母に對しては無力にしてビオス性沈澱とは全然別種の物質なることを立證し得たるを信ず

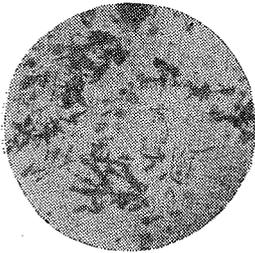
28. ビオス性成分は 130° 以上の高熱並にアルカリ性に於ける加熱によりて其酵母に對する効力は殆ど變化なし之れ先人の成績と一致する所なり

29. 叙上のビオス性成分に関する成績を綜合すれば米糠中のビオスは決して單一物質にあらず、種種複雑なるべきを認めしむ、之れファルマー、ミラー及ヂース氏等の主張と一致する所なり

30. 以上ビオス性物質の試験は主として酵母の醗酵促進性を利用せり、従つて酵母の増殖促進作用も亦同様の關係を有するや否やは全く不明なり

附 圖

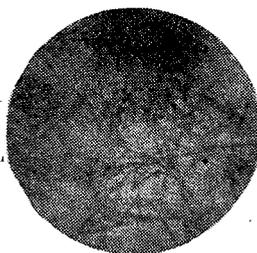
第 2 圖



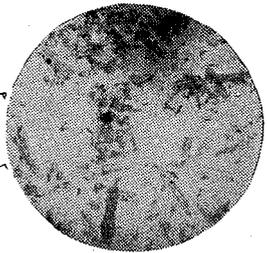
第 3 圖



第 4 圖



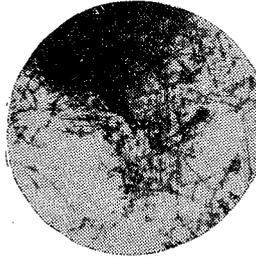
第 5 圖



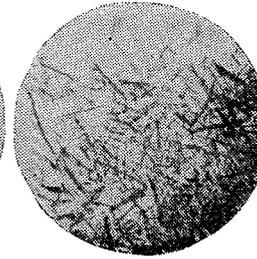
第 6 圖



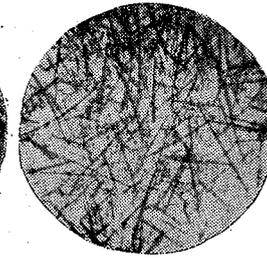
第 7 圖



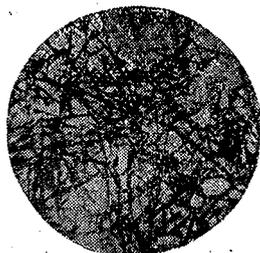
第 8 圖



第 9 圖



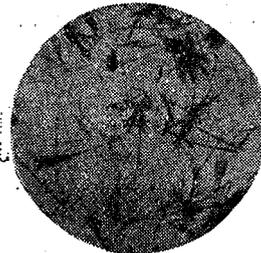
第 10 圖



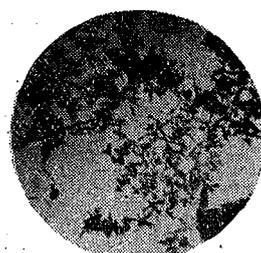
第 11 圖



第 12 圖



第 13 圖



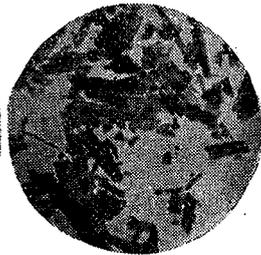
第 14 圖



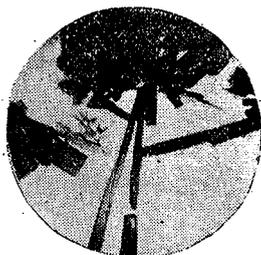
第 15 圖



第 16 圖



第 17 圖



寫 眞 説 明

- 第 2 圖 鈴木博士のβ酸に酷似せる物質（第二編第三章第一節参照）
- 第 3 圖 前記物質の精製物
- 第 4 圖 米糠の水浸エキスより得たる鉛糖バリット沈澱成分中磷ウォルフラム酸による沈澱を分別せる母液より得たる黄色無晶形物質を加水分解し化生せる結晶性物質（第二編第三章第三節参照）
- 第 5 圖 米糠の水浸エキスより得たる硫酸水銀沈澱成分中鉛糖及鉛醋による沈澱を除去後銀分劃沈澱法を行ひ其プリンフラクチオンに移行せる成分中第一析出物のビクラート $F_{20} P_{22}$ （第三編第一章第四節参照）
- 第 6 圖 同上第 2 析出物のビクラート $F_{21} P_1$
- 第 7 圖 同上ビクラート $F_{21} P_2$
- 第 8 圖 同上ビクラート $F_{21} P_3$ （アデニンビクラート）
- 第 9 圖 同上ビクラート $F_{21} P_4$ （アデニンビクラート）
- 第 10 圖 同上第 3 析出物のビクラート $F_{22} P_2$ （アデニンビクラート）
- 第 11 圖 同上ビクラート $F_{22} P_4$ （アデニンビクラート）
- 第 12 圖 同上ビクラート $F_{22} P_5$
- 第 13 圖 ヴィタミンフラクチオン第 2 製品より得たるビクロロナート
- 第 14 圖 前記硫酸水銀沈澱成分中鉛糖及鉛醋による沈澱除去後銀フラクチオン法を行ひ其アルギニンフラクチオンに移行せる成分のビクロロナート
- 第 15 圖 同上リジンフラクチオン成分中 F_{37} より得たるビクロロナート
- 第 16 圖 同上 F_{39} より得たる粗コリンビクラート
- 第 17 圖 同上精製ビクラート

引用文献

1. *Funk, C.*, J. Physiol., 1911, **43**, 395-400.
2. 鈴木, 島村, 東京化学會誌, 第32帙, 第4頁(明治44年).
3. 鈴木, 島村, 北尾, 東京化学會誌, 第32帙, 第874頁(明治44年).
鈴木, 島村, 東京化学會誌, 第33帙, 第113頁(明治45年)
4. *Edie, E. S., Evans, W. H., Moore, B., Simpson, C. E., and Webster, H.*, Biochem. J., 1912, **6**, 234-42.
5. *Seidell, A.*, U. S. Pub. Health Reports, 1916, **31**, 346.
6. *Seidell, A.*, J. Ind. Eng. Chem., 1921, **13**, 1111-5; U. S. Pub. Health Reports, 1921, **36**, 665-70.
7. *Seidell, A.*, J. Am. Chem. Soc., 1922, **44**, 2042-51.
8. *Seidell, A.*, U. S. Pub. Health Reports, 1924, **39**, 294-9; Bull. Soc. Chem. biologique, 1923, **5**, 794.
9. *Osborne, T., B., and Wakeman, A. J.*, J. Biol. Chem. 1919, **40**, 383-94.
10. *Cooper, E. A.*, Biochem. J., 1913, **7**, 268-74.
11. *Abderhalden, E., und Schaumann, H.*, Pflüger's Arch. d. ges. Physiol., 1918, **172**, 88 u. 156.
12. *Hofmeister, F. und Tunaka, M.*, Biochem. Z., 1920, **103**, 218-24.
13. *Levine, V. E., and MacCollum, C. V.*, J. Biol. Chem. 1922, **53**, 7-11.
14. *Levene, P. A., and van der Hoeven, B. J. C.*, J. Biol. Chem., 1924, **61**, 429-43.
15. *Eddy, W. H., Heft, H. L., Stevenson, H. C., and Johnson, R.*, Proc. Soc. Exp. Biol. Med., 1921, **18**, 198.
16. *Peters, R. A.*, Biochem. J., 1924, **18**, 858.
17. *Funk, C.*, J. Physiol., 1912, **45**, 75.
18. *Funk, C.*, J. Physiol., 1913, **46**, 173.
19. *Funk, C.*, Brit. Med. J., April 19, 1913.
20. *Levene, P. A., and van der Hoeven, B. J. C.*, J. Biol. Chem., 1925, **65**, 483-9.
21. *Borman, H. H. M., and Yee, M. A.*, Proc. Soc. Expl. Biol. Med., 1925, **22**, 228-31.
22. 佐橋, 日本農藝化学會誌, 第3卷, 第44頁(昭和2年)
23. *B. C. P., Jansen, and Donath, W. F.* Proc. K. Akad. Wetensch. Amsterdam, 1926, **29**, 1390; Mededeelingen van den Dienst der Volksgezondheit in Ned-Indië Anno, 1927, Part I, 2.
24. *Williams, R. R.*, J. Biol. Chem., 1916, **25**, 437-45.
25. *Williams, R. R.*, J. Biol. Chem., 1917, **29**, 495-520.
26. *Williams, R. R.*, J. Ind. Eng. Chem., 1921, **13**, 1107.
27. 衣笠, 服部, 衛生試験所彙報, 第18號, 第73頁, 藥學雜誌, 第485號, 第579頁, 第486號, 第671頁, 第487號, 780頁(大正11年)
28. 衣笠, 服部, 衛生試験所彙報, 第23號, 第39頁, 藥學雜誌, 第508號, 第469頁(大正13年).
29. *Funk, C.*, Bioch. Bull., 1916, **5**, 1-16; U. S. P. 11 62908; Dec. 7, 1916.
30. *Drummond, J. C.*, Biochem. J., 1918, **12**, 5.
31. *Myers, C. N., and Voegtlin, C.*, J. Biol. Chem., 19 20, **42**, 199-205.
32. *Fränkel, S., und Schwarz, E.*, Biochem. Z., 1920, **112**, 203-35.
33. 細谷, 黒屋, 實驗醫學雜誌, 第8卷, 第787頁(大正13年)
34. *MacCollum E. V., and Devis, M.*, J. Biol. Chem., 1915, **21**, 179.
35. *Chick, H., and Hume, E. M.* Proc. Royal Soc. 1 917, B, 9), 60.
36. *Osborne, T. B., and Mendel, L. B.*, J. Biol. Chem., 1917, **31**, 149.
37. *Drummond, J. C.*, J. Biol. Chem. 1917, **11**, 255.
38. *MacCollum E. V., and Simmonds, N.*, J. Biol. Chem., 1918, **33**, 55.
39. *Eijikman, C.*, Arch. Schiff Tropen. Hyg., 1911, **15**, 698.
40. *Funk, C.* J. Physiol., 1911, **43**, 50.
41. *Fraser, H., and Stanton, A. T.*, Trans. Soc. Trop. Med. Hyg., 1910, 3; Lancet, 1910, **2**, 1755.
42. *Cooper, E. A.*, Biochem. J., 1913, **7**, 268.
43. 月江, 實驗醫學雜誌第5卷, 第539頁(大正11年)
44. *Funk, C., Harrow, B., and Paton, J. B.* J. Biol. Chem., 1923, **57**, 153-62.
45. 鈴木, 島村, 東京化学會誌, 第32帙, 第335頁(明治44年)
46. 鈴木, 島村, 北尾, 東京化学會誌, 第32帙, 第874頁(明治44年)
佐橋, 日本農藝化学會誌, 第1卷第196頁(大正13-14年)
47. 鈴木, 日本化学會誌, 第45帙, 第299頁(大正14年)
48. *Fulmer, E. T., Ducker, W. W., and Nelson, V. E.*, J. Am. Chem. Soc., 1924, **46**, 723-26.
49. *Miller, E. W.*, Science, 1924, **59**, 197.
50. *Deas, J.*, J. Biol. Chem., 1924, **61**, 5.
51. *Marchlewski, L., and Wiewachoski, Z.* Bull. Soc. Chem. Biol., 1924, **6**, 40-3.
52. *Krüger, M. und Salomon, G.*, Z. f. physiol. Chem., 1898, **26**, 273.
53. *Eddy, W. H., Kerr, R. W., and Williams, R. R.*, J. Am. Chem. Soc., 1924, **46**, 2840-55.
54. *Jendrassik, A.*, J. Biol. Chem., 1923, **57**, 129-38.
55. *Bezssonoff, N.*, Bull. Soc. Chim. biol., 1924, **6**, 35.
56. *Bezssonoff, N.* J. Biol. Chem., 1925, **64**, 589.
57. *Levine, V. E.*, J. Biol. Chem., 1924-25, **62**, 157-61.

58. *Levine, V. E.*, J. Biol. Chem., 1925, **65**, 255-64.
59. 衣笠, 服部, 衛生試験所彙報, 第30號, 第49頁, 藥學雜誌, 第536號, 第85頁(大正15年).
60. *Euler, H. V.*, und *Petterson, A.*, Z. f. physiol. Chem., 1921, **114**, 4-16.
61. *Euler, H. V.*, und *Myrbock, K.*, Z. f. physiol. Chem., 1921, **115**, 155-69.
62. *Emmet, A. D.*, and *Luros, G. O.*, J. Biol. Chem., 1920, **43**, 265.
63. *Emmet, A. D.*, and *Stockholm*, J. Biol. Chem., 1920, **43**, 287.
64. 細谷, 黒屋, 實驗醫學雜誌第3卷, 第51頁(大正13年)
65. *Souza, G.* and *MacCollum, E. V.*, J. Biol. Chem., 1920, **44**, 113.
66. *Fulmer, E. I.*, *Nelson, V. E.*, and *Sherwood, F. F.*, J. Am. Chem. Soc. 1921, **43**, 186.
67. *Funk, C.*, J. Biol. Chem., 1921, **48**, 437.
68. *Fleming, W. D.*, J. Biol. Chem., 1921, **49**, 119-22.
69. *Zajdel, R.*, and *Funk, C.*, Biochem J., 1926, **20**, 26-30.
70. *Williams, R. J.*, *Wilson, J. L.* and *Von der Ahe, F. H.*, J. Am. Chem. Soc., 1927, **49**, 227-35.

昭和二年九月

附記

本報告完成の後入手せる Experimental Station Record Vol. 57, No. 5, (1927) 中にはヂェンセン及ドナト兩氏²³⁾の研究報告に就き稍詳細に報導する所あり即ち兩氏のヱタミン抽出方法は著者の夫れに類似する點多く殊に兩氏の分離せる抗神經炎ヱタミンはピクロ、ン酸と結合して針狀のピクロ、ナートを形成すとせられ著者の研究成績と合致せるを認めたり

リヒト(樹脂酸蒼鉛)の毒力に関する調査報告

技 師 久 保 田 實
 技 手 須 田 保
 囑 託 一ノ倉 英次郎
 技 生 野 添 英 夫

第一章 緒 言

曩きに衛生局より清酒防腐劑リヒトの効力及毒力の調査を諮問し來たりたる際に其内の効力に関する調査は衣笠技師等が既に大正15年5月實驗報告を成したるを以て小官等は同6月より毒力に関する實驗調査を施行し最近其結果を見たるを以て之を報告せんとす

然してリヒトは樹脂酸蒼鉛にして衣笠技師等の報告に依れば100分中81.02%の灰分を含有すと云ふ、此灰分を總て酸化蒼鉛 Bi_2O_3 と見做す時は金屬蒼鉛の含量は100分中約72.68%なり、リヒトは水には溶解せざるを以て毒物學的には生體に何等の害を與へざるが如く思推せらるるも生體內に於ては屢々不溶性物質をも溶解して一部分の吸収を見る事有る者なればリヒトも水に不溶なりとは云へ吸収せらるるやも計り難し依つて小官等はリヒトを動物に經口的に投與して蒼鉛が血行内に移行するや否やを知る要あり主として經口投與の場合のみに就き實驗を施行したり之が實驗成績を報告する前に蒼鉛劑は毒理學上如何なる性質を有するかを成書に依りて調査したり、仰も蒼鉛劑は普通藥として一般に使用せられ居る事は既知の事實にして即ち硝酸蒼鉛は内用に供され其他外用としては多數の製劑あり近時醫學の進歩と共に驅黴劑として靜脈内注射を行ふ蒼鉛の製劑も非常に多數市場に現はるゝに至れり、此驅黴劑に關しては駒屋氏の綜説(長崎醫學會雜誌4卷52頁)に詳細に列擧され居るを以て此處には之を省略す、以上の如く蒼鉛劑は使用せらるる機會の多きに係らず中毒せる實例は多からず、今人體に對する中毒例及動物に對する毒性を先人の記載より抄録すれば次の如し

ブーセク (Boucek, Revue de medicine Tehegue 1, 101, 1909, Cit. n. Die Vergiftungen

von R. v. Jaksch, 1910. s. 243.) 氏はレンチエン診断の際多量の蒼鉛劑を服用せしめ重篤なる中毒を惹起したる事を報告し又ミュリヒ (Mühlig, Münchener med. Wochenschrift 48, 592, 1901.) 氏は火傷に蒼鉛繃帯を適用したる後傷創の肉芽を搔破したるに蒼鉛の中毒症状を呈せる事を報告し又マーネ (Mahne, Berliner klin. Wochenschrift 42, 232, 1905.) 氏は10%蒼鉛軟膏を外用して9週間の後死の轉歸を取れる例を報告せり, プリオール (Prior, Münchener med. Wochenschrift 54, 1934, 1907.) 氏は10gの次硝酸蒼鉛を小兒に投與したるに3時間後に口腔粘膜は黒色に皮膚は青褐色に變化せる例を報告したりピラノバ (Vilanova, acute Bismutpoisoning, Chemical Abstr. Vol 84, P 784.) 氏は微毒に罹れる婦人をネヲアルスフェナミンと蒼鉛の療法を試み蒼鉛の急性中毒を惹起せる例を報告せり之に依れば18日間に 0.237 g の蒼鉛は重篤なる中毒を起し腸管の障害, 腎臓炎, 發熱, 口腔炎等を供ひて恰も水銀中毒に似たる症候を呈したるも神經症候は呈せず而して中毒症状は數ヶ月持續したりと云ふ, グスタフフリッツ (Gustav Fritz, Chemisch. Zentrallblatt 1924 II. s. 495) 氏は5%ビスモール (Dikaliumbismuthtartrat) に依り家兎體重 1 kg に對し 0.01 g を靜脈内注射にて致死せしむると云ひ其の際痙攣, 呼吸困難, 心臟麻痺を供ひ 0.005 g の蒼鉛を皮下注射する時は慢性中毒を惹起し運動神經の麻痺及分泌實質性臓器の障害を起せりと云ふ赤松宗二 (Chemisch. Zentralblatt 1923 III. s. 269) 氏に依れば膠質蒼鉛は蛙に蒼鉛酒石酸曹達は蛙及家兎に痙攣を惹起し臓器内に蒼鉛の分配する狀況は兩者同程度にして主として腎臓に次に肝臓, 盲腸, 大腸, 胃及小腸の順序に蒼鉛を證明し又蒼鉛, チオグリコール酸曹達に依りては尿及心臟に多量の蒼鉛を發見したり蒼鉛を以て中毒せる家兎の胃の粘膜は常に黒變せり又種々の投與量に於て胃中に常に硫化水素を證明せりと, パセラ氏 (G. Pacella, Chemisches Zentralblatt 1923, I. s. 1292.) に依れば蒼鉛の酒石酸鹽を以て各種の動物に就き其體重 100 g に對する皮下, 經口, 靜脈内及筋肉内適用に依りて得たる中毒量は次表の如しと

| 動物種類 | 皮下注射(mg) | 經口投與(mg) | 靜脈内注射(gm) | 筋肉内注射(gm) |
|----------|----------|----------|-----------|-----------|
| レプトダクチリス | 30-40 | | 70-80 | |
| 鳩 | 20 | 500(生) | 1 | 15-20 |
| 海 狸 | 50 | 100(生) | 25-30 | |
| 家 兎 | 15-17 | 25(生死) | 6-8 | 15 |
| 犬 | 5 | 800 | 1 | 6-7 |

此の表に依るに經口投與の時は致死量は決定せられず恰も害なきが如きも皮下及筋肉内注射に於ては何れも少量にて致死せられ毒性の強きを知るを得べしミュラー及キュルチイ (Hans Müller u. L. Kürthy, Biochemische Zeitschrift 149, 239-244, 1924) 兩氏は蒼鉛の經口投與後之が排出状態を研究せり即ち酸化蒼鉛 Bi_2O_3 を犬に經口投與して尿及糞中の蒼鉛量を定量せるに尿中に排泄せる量は糞中の約30分の1なり而して投與8日後に於て尙ほ多量に糞中に證明し3ヶ月後も微量發見せりと尙ほ (Hans Müller u. L. Kürthy, Biochemische Zeitschrift 150, 173, 1924.) 同犬をストリヒニン中毒に依り致死せしめ各臓器内の蒼鉛量を定量したるに次表の如き結果を得たりと

| 臓器名 | 蒼鉛量(mg) | 臓器全重量(g) | 臓器名 | 蒼鉛量(mg) | 臓器全重量(g) |
|-----|---------|----------|-----|---------|----------|
| 腦 | 0.89 | 77.8 | 脾 | 5.33 | 36.3 |
| 腎 | 7.01 | 68.5 | 肝 | 28.41 | 261.5 |
| 腸管 | 25.51 | 392.5 | 皮膚 | 陰性 | |

尙ほ同氏等はビスモクタンなる蒼鉛製劑を犬の皮膚に塗布し11日間に全量 2.09 g の蒼鉛を給し其後1回 0.38gを與へたるに其後20日間に全蒼鉛量の30%排泄され其内 94.3%は糞に5.7%は尿に出現せり犬は便秘の外何等變化を認めずと之れに依れば蒼鉛は各臓器に沈着するのみならず皮膚よりも吸収可能なるを知るを得べしウラヂミル, スタインフェルド(Wladimir Steinfeld, Archiv für die experimentellen Pharmakologie und Pathologie Bd. 20, s. 40, 1886.) 氏の蒼鉛に關する實驗報告は今より約40年前に發表されたる者なれども毒理學上參考とすべき者多し同氏は皮下注射に依れば蒼鉛は毒性強き事を主張し經口投與に依る時は一般中毒作用を見ざるも腸管中に於て金屬を溶解する條件存在する時(即ち乳酸及炭酸鹽の存在する時)は僅かに吸収せられ且つ胃腸粘膜の上皮細胞を前以て障害し置く時は吸収し易く成ると云ふ即ち氏は一頭の猫に 0.05 g の酸化蒼鉛 Bi_2O_3 の複鹽と共に5滴のクロトン油を與へたるに一般中毒を起せり然れ共次硝酸蒼鉛を以てしては斯る現象を惹起せずと云ふ, 清茂基(邦製蒼鉛劑の實驗的研究, 皮膚科及泌尿器科雜誌25卷6號)氏はビストリン(Bismuthammoniumcitrat. Bi. 41. 43%)及ビストリンA(Natriumbismuthylcitrat Bi. 61. 35%)を以て南京鼠, 白鼠及家兔に對する耐量を實驗したり之に依れば非經口投與の場合は何れも毒性強き事を證明しビストリンAはビストリンより毒性弱はしと云ふ

以上成書に徴するに蒼鉛劑は其種類に依り又動物に對する適用法の差違に依り種々異なる成績を報告し居れ共要するに溶解性蒼鉛を皮下、靜脈内、筋肉内に適用する時は常に定型的の蒼鉛中毒を惹起して斃れ之を經口投與する時は吸収せらるる量は著しく制限せられ中毒する事有るも死の轉歸を取るもの少なきが如し然れ共ブリオール氏の報告の如く不溶性なる次硝酸蒼鉛を小兒に服用せしめたるに3時間後に蒼鉛中毒の症狀を呈したるもの有れば不溶性蒼鉛劑も亦全く生體に對して無關心なるものに有らざるが如し次に蒼鉛劑の經口投與の場合を見るにバセラ氏の報告の如く鳩、海狸、家兎及犬等の動物に於ては皮下靜脈内及筋肉内投與に比して著しく多量の蒼鉛を要し且つ尙致死せられざるものも有りて其經口投與法に依る時は蒼鉛は全く無害なるが如き觀を呈す然るにウラヂミルスタインフェルド氏の報告の如く經口投與の場合に蒼鉛劑と同時にクロトン油數滴を與へ消化管粘膜にカタル症狀を惹起せしむる時は蒼鉛は著明に吸収せらるる者なり此の事實はミュリヒの火傷の患者に蒼鉛劑を外用し或はマーネ氏の10%蒼鉛軟膏を外用して何れも蒼鉛中毒を惹起したるものと同一の根據に依るものなる可し斯の如く成書に依るに蒼鉛劑は毒物學上最も興味有る性質を有する事を知る

第二章 試験の目的

リヒトは清酒防腐劑なるを以て蒼鉛の經口投與の場合を考慮せざる可らず而かも清酒常用者に有りては日々極めて微量のリヒトを攝取する事になり若し吸収せらるとせば更に其内の一部分にして又中毒するとせば蒼鉛の慢性中毒ならざる可らず而しリヒト中の蒼鉛が果して吸収せらるるや否やは疑問なれば之に對する試験も行ひたり依つて試験の目的を次の項となしたり即ちリヒトを慢性的に經口投與したる場合に

- (1) 蒼鉛が體内に吸収せらるるや
- (2) 若し吸収せらるるとせば體内の何處に吸収せらるるや
- (3) 其吸収せらるる量は幾何なりや
- (4) リヒトの慢性中毒を起すものなりや
- (5) 消化管のカタル症狀を有せるものの蒼鉛の吸収能率如何

此の目的の順序に依りて實驗せるも其成績を述ぶる前に實驗に應用したる蒼鉛の證明法を述ぶ可し

第三章 蒼鉛の證明法

蒼鉛の有機物中に微量混在する事を證明するにはカリエ及ビエル (Cailie et Viel, Compt. rend. de L' Academie des Sciences, 176, 1759-61, 1923) ガナシニ (Domenico Ganassini, Chemical Abstracts 16, 3098; 17, 571) デザニ (Dezani, Chemical Abstracts 17, 2431) カンニイ及ポアロー (L. Cuny and G. Poirot, Chemical Abstracts 18, 208, 1924) ラバー及パーリイ (Labat & Pery, Chem. Abstracts, 18, 1097, 1924) ジーグフリード及ポツチ (Siegfried und Pozzi, Biochemische Zeitschrift 149, 235, 1924; 61, 149, 1916) 駒屋 (皮膚科及泌尿器科雜誌25卷10號及 Komoya, Archiv für Dermatologie und Syphilis 149, 277, 1924) レージェ (E. Legér, Chemisches Zentralblatt 19, 1188, 1888.) シュナイデル (Schneider, Hager's Pharm. Prax. Erg. Bd. 1883, 150.) フレゼニウス及バポー (Fresenius und Babo, Kobert's Komp. d. Prakt. Toxik. 3. Anfd. 1912 s. 94 n. 198.) レヲナルド (Clifford s. Leonard, The Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutics, Vol. XX VIII, 81, 1926) 氏等の多數の方法有りて各其特失を論ずる邊無きを以て只小官等は之等の内適當と認めたる者即ち定性試験にはシュナイデル氏反應及レージェ氏反應, 定量試験にはジーグフリード, ポツチ兩氏の方法を採用したりレージェ氏法は古くより應用せられ蒼鉛の定性的證明には稍特異的なり鋭敏度は50萬分の1にして之をシュナイデル氏法と兼用する時は確實の結果を得るものと信せられたればなり其の反應は次の如し

レージェ氏反應

レージェ氏試薬は1分の硝酸シンコニンと2分の沃度加里とを100分の水に溶解したる者なり之を硝酸蒼鉛の溶液に加ふる時は橙黄色の沈澱を生ず他の金屬にして硫化水素に依り酸性溶液より沈澱を生じ硫化安門に溶解せざる者は先づ普通の方法にて蒼鉛より分離し然る後に蒼鉛は硝酸に溶解せざる可らず

シュナイデル氏反應

シュナイデル氏試薬は3分の酒石酸と1分の亞クロール錫とを必要量の苛性加里に溶解したる者なり之を蒼鉛の鹽類と共熱すれば黑色に變ず

次に蒼鉛の定量試験方法なるジーグフリード及ポツチ氏の方法を述べれば次の如し

ジークフリード・ポッチ氏蒼鉛定量法

此方法は蒼鉛を硫化物となし其色を以て標準液と比色するものなり先づ檢體に硝酸を加へて灰化し蒼鉛を硝酸鹽となす此際鹽酸は反應を害する者なれば微量と雖も混入するを許さず所要の標準蒼鉛液は(1)0.2-0.5mg蒼鉛に水10ccmを加へ(2)更に1%アラビアゴム水10ccmと(3)飽和硫化水素水5ccmとを加へたる者にして黒褐色を呈す此の者は長く放置するも變色せず

第四章 豫備試験

蒼鉛劑を連續的に經口投與したる家兎並に犬の各臓器、肉、血液、尿等を檢體とし試験を施行する前に之等檢體中に於る蒼鉛の有無を知らんが爲に行ひたる豫備操作は次の如し

各臓器は水分を含有するを以て之等を灰化するに當り障害を來たすを以て豫め次の操作をなせり

1. 各臓器はアルコールを以て貯藏し置き灰化に先ちて此のアルコールの燃焼の力を籍りて坩堝中にて殆ど炭化に至る迄焼けり
2. 肉は無水鹽化カルチウムとエーテルとを入れたる乾燥器中に數日間放置し之を取り出し坩堝中に於てアルコールに依りて炭化に至る迄焼きたり
3. 血液は坩堝中に入れて水浴上にて水分を蒸發乾個せしめて後アルコールを注加しつつ焼けり

以上の操作を経たる檢體を初めは瓦斯焔上にて焼きたるも能率擧がらざるを以てマツフル氏瓦斯熔融爐を以て灰化せり然れ共尙ほ充分に灰化の能率を發揮し得ざりし爲めマツフル氏電氣爐中にて灰化せり斯くして全く灰化せる檢體を燃焼爐より取り出し之に熱稀硝酸溶液を注加し硝子棒を以て全く灰化せる檢體を坩堝より掻き落し之を暫時水浴上に温浸して蒼鉛の溶解を期せり然る後に之を濾別し濾液を磁製蒸發皿に移し更に水浴上に於て蒸發乾涸す此際蒸發皿には白色又は淡黄色を呈する殘渣を留む之を温稀鹽酸にて溶解し蒸餾水にて稀釋し硫化水素を通じたるに黒褐色の沈澱を生じたり此中には臓器中に含有する鐵、カルチウム、マグネシウム、磷等は硫化水素にて沈澱を生ぜざるを以て之等の硫化物は存在せず此の黒褐色の沈澱を濾別し硫化水素水にて

洗滌し次いで蒸留水にて數回洗滌せる後に熱稀硝酸にて溶解し此の溶液を約 15ccm迄に濃縮せり此操作の經過中銅製水浴中に於て蒸發したるを以て銅の混入有る可きを顧慮し之を分離せんが爲めに安門水を加へたるに極微量の蒼鉛の白色沈澱を生じたり之を濾過し此沈澱を蒸留水にて洗滌し出來る限り少量の熱稀硝酸にて溶解し約 10ccmの容量にせり以後之を以て檢體とす此檢體は蒼鉛の硝酸々性の溶液なり

上記の操作に依りて得たる檢體中に蒼鉛の有無を知らんが爲めに第 3 章蒼鉛の證明法に於て記述したる定性反應試驗を施行せり

1. レーヂエ氏反應 檢體なる硝酸溶液を成可く稀釋し之にレーヂエ氏試薬を2-3滴下する時は試験動物の各臓器並に肉の檢液に於ては橙黄色の沈澱を生じ或は又單に橙黄色を呈するのみにて沈澱を生ぜざる者有り然れども此の液も翌日に至れば微量の橙黄色の沈澱を沈降し居るを認めたり

2. シュナイデル氏反應 酸性檢液をアルカリ性を呈するシュナイデル氏試薬にて充分中和したる後に更に少量の試薬を加へ然る後に瓦斯焰上にて加熱するに試験動物の各臓器並に肉の檢液は黒色に變化し或は黒色の沈澱を生ぜり

次に正常家兎肝臓、蒼鉛劑を投與したる家兎の肝臓及蒼鉛の硝酸溶液に付きて對照試驗を施行したるに次の結果を得たり

| 檢體の種類 | 反應の種類 | レーヂエ氏反應 | シュナイデル氏反應 |
|------------|-------|---------|-----------|
| 正常家兎肝臓檢液 | | 黄色 | 帶黄白色の沈澱 |
| 試験家兎肝臓檢液 | | 微橙黄色 | 黒色の沈澱 |
| 次硝酸蒼鉛の硝酸溶液 | | 微橙黄色 | 黒色の沈澱 |

此の對照試驗に依りて含蒼鉛檢體は全く他の蒼鉛を含有せざるものと定性反應に依りて判別する事を得たり

尙ほ小官等の應用せるジークフリード・ポツチ氏の蒼鉛比色定量法は次の如し

檢體を 15 ccm となし 1%アラビアゴム液 15ccm を注入し之をよく混和したる後飽和せる硫化水素水 8ccm を加ふるに帶黒褐色を呈す標準溶液はカルバウム製酸化蒼鉛 1.1150 g を取る時は蒼鉛量 1g となるものなれば之を約 1%硝酸に溶解し全量を 100 ccm としたるものなり此液を稀釋して蒼鉛含有量 100 萬分の 1g に至る迄の標準液を作りて比色に供せり

第五章 本試験の實施

動物にリヒトを経口投與するには之を乳劑とし毎日(日曜日を除く)胃カテーテルに依りて強制的に注入したり試験動物の總數は14頭にして其内2頭の犬を除きて他は凡て家兎なりリヒト1日の投與量は0.2gより1.0gに至り只1回のリヒト投與試験の2頭を除きては其投與總量は最少7.5gより最大76瓦に及び其總觀察日數は最少19日より123日に及び以下表に付きて記載するものなれば別表を参照せられたし

(1) リヒトを経口投與せる場合に體內に吸収せらるるや否やの試験

動物第1號家兎は第2章試験の目的の内の第1に相當せるものにして蒼鉛を経口的に投與する時は文献に徴するも吸収困難なるものなれば果して吸収するや否やを試験したるに心臓及肺臓等にレージエ及シュナイデル兩氏の方法に依り證明し得たり依つて経口投與に於ても蒼鉛は微量吸収せらるる事は證明せられたり

(1) 吸収せらるるとせば何處に吸収せらるるやの試験

次に動物第2,3及4號家兎の3頭は第2章試験の目的の第2に該當せるものにしてリヒトを経口投與する場合に其動物の肝, 心, 腦, 肺, 筋肉及尿等内に蒼鉛が證明せらるるや若し證明せらるるとせば何の臓器に多量に證明せらるるか定性的に施行せる實驗例なり別表中動物第5及6號家兎は次硝酸蒼鉛の経口投與に依りて各臓器に蒼鉛を證明するや否やの試験成績なり

リヒト家兎2,3,4號に在りては觀察日數は43日より83日に及び動物は何れも斃死せるものなりリヒトの投與日數は37日より65日に及び投與リヒトの全量は18.5-38.0gなり此斃死したる動物の各臓器に付き前述の方法に依り化學試験を施行したるに各臓器には皆蒼鉛を證明する事を得たり殊に肝臓及肉に著明に蒼鉛を發見したり腎臓之に次けり肺臓に於ても著明に證明し得たるも強制飼養の際人工的に入りたるものとも考へ得らるるを以て肺の試験成績は絶對的のものに有らず

對照の次硝酸蒼鉛家兎5及6號に在りては觀察總日數56日及66日投與日數45日及53日投與全量22.5g及53gなり此の例に於ても動物の各臓器に蒼鉛の存在を證明する事リヒトの實驗と同様なり然かも投與全量の多き家兎肝臓には少なきものの肝臓に比し定性的にも著明に蒼鉛の反應現れたり

| 動物番號 | I | II | III | IV | V | VI | VII | VIII | IX | X | XI | XII | XIII | XIV | |
|--------------|-----------------------------|----------|---------|-----------|----------------|------------|-----------|----------|-----------|--------|------------------|----------|-----------|-------|-------|
| 雌雄及種類 | 家兎 | 家兎♂ | 家兎♂ | 家兎♂ | 家兎♂ | 家兎♂ | 犬♂ | 家兎♂ | 家兎♂ | 家兎♂ | 家兎♂ | 家兎♂ | 家兎♂ | 犬三ヶ月後 | |
| 試験開始日 | 2/VI | 2/VI | 2/VI | 13/VIII | 3/VIII | 3/VIII | 22/IX | 13/VIII | 13/VIII | 11/XI | 12/XI | 4/XI | 26/X | 23/IX | |
| 當該日體重 | 2130 | 2080 | 1870 | 2420 | 1860 | 2370 | 3700 | 2350 | 2210 | 2650 | 2840 | 2230 | 2.60 | 3010 | |
| 投與藥劑之種類 | リヒト | リヒト | リヒト | リヒト | 次硝酸蒼鉛 | 次硝酸蒼鉛 | リヒト | リヒト | リヒト | リヒト | 次硝酸蒼鉛 クロトン油四滴 | リヒト | 次硝酸蒼鉛 | リヒト | |
| 其一日量(g) | 1.0 | 0.5 | 0.5 | 1.0 | 0.5 | 1.0 | 0.5 | 0.5 | 0.2 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | |
| 投藥日數 | 31 | 37 | 65 | 38 | 45 | 53 | 15 | 55 | 55 | | | 25 | 55 | 76 | |
| 投與全量 | 31 | 18.5 | 32.5 | 38 | 22.5 | 53 | 7.5 | 27.5 | 11 | | | 25 | 27.5 | 76 | |
| 投與蒼鉛含量 | 22.53 | 13.45 | 23.62 | 27.62 | 16.25 | 38.25 | 5.45 | 19.98 | 7.995 | 0.7268 | 0.722 | 18.18 | 19.98 | 55.24 | |
| 致死日 | 8/VII | 15/VII | 24/VIII | 20/IX | 27/IX | 7/X | 10/X | 13/X | 24/X | 14/XI | 16/XI | 4/XII | 15/XII | 25/IX | |
| 致死方法 | 撲殺 | 斃死 | 斃死 | 斃死 | 斃死 | 脱血 | 斃死 | 斃死 | 斃死 | 脱血 | 脱血 | 脱血 | 脱血 | 脱血 | |
| 觀察總日數 | 36 | 43 | 83 | 45 | 56 | 66 | 19 | 65 | 72 | 4 | 5 | 31 | 49 | 123 | |
| 觀察中注意事項及解剖所見 | 養同を黒盲認むの呈黒し斑 | 肺血内あり量の出 | | 下に病斃甚しきり遂 | 投に病せ榮り養たるも不第の頃 | 大の斑腸小あり境色の | 氣セル死因ならんが | 氣入管中に死す物 | リ性の死すの異に依 | | | 下重刺症にりて體 | 同の斑部點にあり色 | 連續投與迄 | |
| 致死當日體重 | 2270 | | 1570 | 2150 | 1600 | 1750 | 332) | 2500 | 2000 | | | 1600 | 2350 | 4800 | |
| 肝臟 | 重量(g) | 62.0 | 65.0 | 78.0 | 95.0 | 78.0 | 75.0 | 135.0 | 70.0 | 65.0 | 45.0 | 53.6 | 26.8 | 67.7 | 150.0 |
| | 定性 | | +++ | +++ | +++ | ++ | +++ | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | 0.193 | 0.483 | 0.386 | 0.676 | 0.290 | 0.386 | 0.290 | 0.193 |
| | 體重に對する百分比 | 2.731 | | 4.968 | 4.419 | 4.875 | 4.457 | 4.066 | 2.8 | 3.25 | | | | 2.88 | |
| 腎臟 | 重量(g) | 11.5 | 15.0 | 21.0 | 19.3 | 13.0 | 19.0 | 24.0 | 20.0 | 18.0 | 11.5 | 13.7 | 9.4 | 13.0 | 27.0 |
| | 定性 | | ++ | ++ | ++ | ++ | ++ | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | 0.193 | 0.193 | 0.097 | 0.193 | 0.155 | 0.193 | 0.290 | 0.097 |
| | 體重に對する百分比 | 0.507 | | 1.333 | 0.898 | 0.813 | 1.06 | 0.723 | 0.8 | 0.9 | | | 0.587 | 0.553 | |
| 心臟 | 重量(g) | 7.0 | 12.0 | 14.0 | 14.6 | 10.0 | 11.0 | 25.0 | 9.5 | 8.8 | 9.0 | 5.7 | 3.9 | 7.1 | 29.0 |
| | 定性 | | + | + | + | + | ++ | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | 0.193 | 0.097 | 0.193 | 0.097 | 0.168 | 0.097 | 0.043 | 0.174 |
| | 體重に對する百分比 | 0.308 | | 0.892 | 0.679 | 0.625 | 0.629 | 0.753 | 0.38 | 0.4 | | | 0.246 | 0.297 | |
| 脾臟 | 重量(g) | 1.3 | 1.0 | 1.5 | 1.2 | 2.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.5 | 2.1 | 0.7 | 1.7 | 11.0 |
| | 定性 | | + | + | ++ | + | + | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | 0.039 | 0.03 | 0.048 | 0.030 | 0.019 | 0.029 | 0.048 | 0.039 |
| | 體重に對する百分比 | 0.057 | | 0.096 | 0.056 | 0.125 | 1.057 | 0.484 | 0.04 | 0.05 | | | 0.044 | 0.072 | |
| 腦臟 | 重量(g) | 8.5 | 8.0 | 11.0 | 8.0 | 9.0 | 10.0 | 47.5 | 8.5 | 7.5 | 9.0 | 8.5 | 9.2 | 8.3 | 55.0 |
| | 定性 | | + | + | 失敗 | + | ++ | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | 0.010 | 3.010 | 0.290 | 0.005 | | 0.193 | 0.097 | 0.029 |
| | 體重に對する百分比 | 0.374 | | 0.701 | 0.372 | 0.563 | 0.571 | | 0.34 | 0.375 | | | 0.575 | 0.353 | |
| 膝臟 | 重量(g) | 3.5 | 3.5 | 5.5 | 8.0 | 8.0 | 14.0 | 15.0 | 2.0 | 2.1 | 2.1 | 2.2 | 2.2 | 9.2 | 29.0 |
| | 定性 | | + | ++ | 失敗 | + | + | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | 0.177 | 0.087 | 0.168 | 0.193 | 0.077 | 0.077 | 失敗 | 0.148 |
| | 體重に對する百分比 | 0.154 | | 0.351 | 0.372 | 0.5 | 0.8 | | 0.68 | 0.105 | | | 0.138 | 0.39 | |
| 肺臟 | 重量(g) | 10.0 | 17.0 | 12.0 | 12.3 | 16.5 | 18.0 | 298.0 | 17.0 | 15.0 | 10.5 | 9.5 | 7.0 | 9.2 | 46.00 |
| | 定性 | ++ | +++ | ++ | +++ | +++ | +++ | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | 0.097 | 0.90 | 0.386 | 0.004 | 0.966 | 0.097 | 0.029 | 0.010 |
| | 體重に對する百分比 | 0.440 | | 0.764 | 0.572 | 1.031 | 1.029 | | 0.68 | 0.75 | | | 0.438 | 0.39 | |
| 肉 | 重量(g) | | 130.0 | 118 | 163 | | | 119.0 | 135.0 | 112.1 | 130.0 | 151.0 | 155.0 | 124.0 | 14.0 |
| | 定性 | | +++ | +++ | +++ | | | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | 0.048 | 0.048 | 0.676 | 0.676 | 0.676 | 0.193 | 失敗 | 0.048 |
| | 體重に對する百分比 | | | | | | | | | | | | | | |
| 血液 | 容量(ccm) | | | | | | | | | | | | | | |
| | 定量(mg) | | | | | | | | | 0.193 | 0.010 | | | | 0.010 |
| 尿 | 容量(ccm) | | 450.0 | | | 450.0 | 120(2日分) | 0.0097 | | | | | | | |
| | 定性 | | ++ | | | ++ | ++ | | | | | | | | |
| | 定量 (Siegfried & Pozzi (mg)) | | | | | | | | | | | | | | |
| | 體重に對する百分比 | | 0.2 | | | | | | | | | | | | |
| 蒼鉛檢出總量 | | | | | | | 0.860 | 1.236 | 2.144 | 2.065 | 2.065 | 1.266 | 0.802 | 0.647 | |

解剖的には盲腸の近くの腸の漿液膜面より見る時は黒色の斑點を多數見受けたり之は蒼鉛が硫化物となり之が更に異物として沈著せるものと考へらるるものなり其他肉眼的に見て正常と異なる状態を發見せず

以上の實驗成績に依りてリヒト又は次硝酸蒼鉛の如き不溶性物質も連續服用する時は絶対に吸収せずといふ結論には達せず寧ろ其一部分は必ず吸収せらるるものなる事を證明する事を得たり

(3) 各臓器又は他の組織の蒼鉛吸収量

實驗例第 8,9 及 12 家兎及第 7 及 14 號犬は第 2 章試驗の目的の第 3 に該當するリヒト經口投與の際に各臓器又は組織に吸収せらるる量を定量的に試験せるものにして第 13 號家兎は對照として次硝酸蒼鉛を投與して各臓器に吸収せらるる量を定量せるものなり

觀察總日數はリヒト投與動物に於て家兎 31 日より 72 日, 犬 19 日より 123 日に及ぶ投與日數は家兎 25 日より 55 日, 犬 15 日より 76 日なり投與全量は家兎 11g より 27.5g 犬 7.5g より 76 g なり觀察中斃死せるもの 3 頭脱血に依り致死せるもの 2 頭なり斃死の原因は強制飼養の際誤りて氣管中に注入したる者も有れども又原因不明のものも有るなり

之等の動物の各臓器に付き蒼鉛の定量をジークフリード・ポッチ氏法に依り施行したるに各臓器相互に於ける多少は定性試験の時と同様にして肝臟最大にして絶對量家兎に於ては約 0.4-0.5mg 犬に於ては約 0.2mg なり家兎肝臟の重量は犬の夫の約半量にして其吸収に於ては約 2 倍なり各動物の吸収の絶對總量は不明なるも定量したるものみに付き其總量を比較するに次の如し

| 動物 | リヒト投與全量(g) | 投與日數(日) | 蒼鉛吸收全量(mg) | 吸收率(10萬分の) | 動物 | リヒト投與全量(g) | 投與日數(日) | 蒼鉛吸收全量(mg) | 吸收率(10萬分の) |
|-------|------------|---------|------------|------------|------|------------|---------|------------|------------|
| 12號家兎 | 25.0 | 25. | 1.266 | 6.91 | 8號家兎 | 27.5 | 55. | 1.236 | 6.25 |
| 9號家兎 | 11.0 | 55. | 2.144 | 26.84 | 14號犬 | 76.0 | 76. | 0.647 | 1.16 |
| 7號犬 | 7.5 | 15. | 0.86 | 15.68 | | | | | |

犬 14 號に於てはリヒトの投與を中止してより約 1 ヶ月を經過したる後に撲殺したるものにして尙ほ臓器内に蒼鉛を證明するを得たりミュラー及キュルチイ兩氏の犬の實驗と殆ど一致するを見るなり而し兩氏の實驗は酸化蒼鉛投與にして吸収の程度も非常に大なるが如し

以上の如く吸収の比率より見る時は家兎も犬も別に差違無きが如し而して投與日數

は同一にして投與總量の小なるものに於て多量に吸収せられ居るは少しく豫期せざる事實なるも9號家兎の如きは肉及腦に多量に蒼鉛を検出したる爲めにかくは差違を生したるものなり何れにしても其吸収せらるる量は投與全量に比し著しく微量にして最も多量なるものに於ても投與量の5000分1に過ぎず

対照試験として次硝酸蒼鉛を連続投與したる結果は次の如し

| 動物 | 投與全量(g) | 投與日數(日) | 蒼鉛吸收全量(mg) | 吸收率(10萬分の) |
|------|---------|---------|------------|------------|
| 8號家兎 | 22.0 | 22 | 0.802 | 5.04 |

即ち次硝酸蒼鉛の吸收率はリヒトの場合と殆ど大差なきが如し吸收率の計算はリヒト中の蒼鉛含量を72.68%次硝酸蒼中の夫を72.20%(70.86-73.59%の平均値)としたり

之を要するに水に不溶なるリヒト又は次硝酸蒼鉛の經口投與に依り蒼鉛の吸收能率は著しからず而して吸収する量は投與期間の短きもの及投與總量の少なきものに割合に多く吸収せらるるが如し之即ち連続投與に依りて腸管粘膜炎が一種の抵抗を生じ後期になる程蒼鉛の透過性が減じ爲めに吸收能率悪しくなるものとも考へられ又蒼鉛の比色定量法の不完全に起因する事も考へらるるものなり此事の判別は今後の研究に待たざる可らず

(4) リヒトの慢性中毒を惹起するものなりや

動物實驗例中リヒト中毒と認む可きものを見ず之は一つは觀察日數の足らざる爲めと一つは不明の原因に依り斃死せるが爲めなり斃死の原因の判明せるものは氣管中に藥液の浸入したる爲めに依るもののみなり其他リヒト又は次硝酸蒼鉛を多量に投與したるが爲めに腸粘膜炎に硫化蒼鉛を化成し榮養分の吸収を阻止し榮養不給に陥りたるに依りて斃死せると推定せらるる者も有りたり

蒼鉛劑の投與前と投與後との體重の消長を見るに之の増加を見たる者有れ共又減少せるもの有るは榮養不給と見做すべきものなり

次に各臓器の重量と體重との比率を正常動物の夫と對比し見るに蒼鉛肝臓は脱血及撲殺死肝臓よりも著しく大なり蒼鉛腎臓も肝臓に見るが如く正常のものに比し大なり心臓は脱血死のものは正常脱血死と同様なり蒼鉛脾臓は正常のものに比して少しく大なり下表と別表とを對照し見れば自明すべし

| 致死當時の體重 | | 1950 | 2200 | 2500 | | | 3100 | 2390 | 3180 | | |
|---------|------------|-------|-------|------|----|------|------|------|------|----|-------|
| | 致死方法 | 撲殺 | 撲殺 | 撲殺 | | | 脱血 | 脱血 | 脱血 | | |
| 肝臓 | 重量(g) | 97.0 | 86.0 | 70.0 | | | 80.0 | 47.2 | 85.0 | | |
| | 體重に對する比(%) | 4.97 | 3.91 | 2.8 | 平均 | 3.89 | 2.58 | 1.98 | 2.67 | 平均 | 2.41 |
| 腎臓 | 重量(g) | 13.0 | 15.5 | 14.0 | | | 14.0 | 11.0 | 15.2 | | |
| | 體重に對する比(%) | 0.67 | 0.70 | 0.56 | 平均 | 0.64 | 0.45 | 0.46 | 0.48 | 平均 | 0.463 |
| 心臓 | 重量(g) | 7.0 | 6.6 | 17.5 | | | 8.0 | 7.2 | 8.0 | | |
| | 體重に對する比(%) | 0.36 | 0.3 | 0.7 | 平均 | 0.45 | 0.26 | 0.30 | 0.25 | 平均 | 0.263 |
| 脾臓 | 重量(g) | 1.3 | 1.7 | 1.0 | | | 1.2 | 1.2 | 0.9 | | |
| | 體重に對する比(%) | 0.067 | 0.077 | 0.04 | 平均 | 0.06 | 0.04 | 0.05 | 0.03 | 平均 | 0.04 |
| 腦 | 重量(g) | 9.6 | 8.5 | 10.0 | | | 10.8 | | 9.1 | | |
| | 體重に對する比(%) | 0.49 | 0.89 | 0.4 | 平均 | 0.42 | 0.35 | | 0.29 | 平均 | 0.32 |
| 腸 | 重量(g) | 2.2 | 2.3 | 2.5 | | | 2.5 | 3.5 | 4.9 | | |
| | 體重に對する比(%) | 0.11 | 0.12 | 0.1 | 平均 | 0.11 | 0.08 | 0.14 | 0.15 | 平均 | 0.123 |
| 肺臓 | 重量(g) | 11.0 | 11.6 | 17.0 | | | 10.0 | 10.0 | 9.3 | | |
| | 體重に對する比(%) | 0.56 | 0.53 | 0.68 | 平均 | 0.59 | 0.32 | 0.42 | 0.29 | 平均 | 0.343 |

其他脾, 肺, 腸等に付きても多少正常臓器に比して異なる所有るも其差違は著しか
らず斯の如く蒼鉛劑投與に依り肝臓及腎臓は正常の者に比し少しく肥大せるが如し次
に蒼鉛家兎の回盲部の漿液膜面には屢々黒斑を認めたり之に對しては未だ充分の檢索
を行はざれば其本態は不明なり

以上の如くリヒトの經口投與に依り其中の純蒼鉛に依る中毒症狀を認め得ざりき

(5) 消化管にカタル症狀を有せる場合に蒼鉛の吸收能率如何

動物番號10號及11號は第2章試驗の目的の第5に相當する實驗例なりクロトン油を
動物に與ふる時は其消化管の粘膜は明らかに障害せられ發赤を呈するを認め得たり依
つて蒼鉛劑と共にクロトレ油4滴を與へ實驗したり而して數日後に脱血死を起こさし
めて後各臓器に付き上記の方法に依り蒼鉛を定量したり

別表10號家兎はリヒト1g及クロトン油4滴を1回投與したる例にして定量的に肝
臓に稍多量の蒼鉛發見したり而して檢出したる蒼鉛の總和より見る時は正常腸管を存
する動物換言すればクロトン油を與へざる動物に長時日の間多量に蒼鉛劑を服用せし

めたるものに比し蒼鉛吸収量は甚しく多量なり11號動物の例は次硝酸蒼鉛を對照としてクロトン油4滴と共に與へたるものにしてリヒトの場合と同様に蒼鉛の吸収せられし量は多量なり

10號家兎 リヒト1g, クロトン油4滴投與, 吸収蒼鉛量, 2.065mg, 吸収率10萬分の284

11號家兎 次硝酸蒼鉛1g, クロトン油4滴投與, 吸収蒼鉛量, 2.675mg, 吸収率10萬分の370

之を要するにカタル症狀の有る消化管よりは蒼鉛の吸収率は著しく高まる事を知り得たり

第六章 實驗成績に對する毒理學的考察

以上第5章の實驗成績を考察するにリヒト又は次硝酸蒼鉛中の蒼鉛は正常の動物の消化管よりも吸収せらるる事は確實なり而して吸収の絕對量は甚だ僅少にして小官等の實驗せる範圍に於ては未だ蒼鉛の慢性中毒を證明し得ざりき然しながら此故を以て蒼鉛劑殊にリヒトを清酒の防腐劑とするに衛生上全く無害なりと斷定するを得ず何故ならば清酒常用者は屢々胃腸カタル症狀を呈する事有るは病理解剖學の教ふる所にして消化管にカタル症狀あるものには蒼鉛は比較的少量に臓器内に吸収せらるる事は小官等の實驗にも見るが如くなれば清酒常用者には非常用者に比し蒼鉛が多量に吸収せらるる事は類推し得可し而して吸収せられたる蒼鉛は再び體外に排泄せらるると雖も他の有機物の今日服用せるものか明日體外に排出せらるるが如きものと異なり服用せる蒼鉛が長時日體内に止まり蓄積するものなる事は小官等の實驗に見るも明らかなり斯くの如く蓄積作用を有する物質は衛生上看逃す可からざる者なる事は毒理學の教ふる所なり

之を要するに蒼鉛劑は經口投與に於ては體内に蓄積作用有りと雖も未だ中毒作用を呈するの確證を得ざれば清酒の防腐劑とするに不可無きが如く思はるるも清酒の如く慢性常用者有るを考慮する時は之を防腐劑として使用するに適當なる者と認むるを得ず

結 論

リヒト(樹脂酸蒼鉛)は之を動物に連續投與するに蒼鉛の臓器内蓄積作用を呈す故に清酒の防腐劑として衛生上適當ならずと認む

昭和二年四月

牛乳中の脂肪含量検定法比較試験成績報告

| | | | | |
|---|---|---|---|-----|
| 技 | 師 | 衣 | 笠 | 豊 |
| 技 | 手 | 池 | 田 | 靖一郎 |
| 囁 | 托 | 堤 | 清 | 雄 |
| 技 | 生 | 伊 | 藤 | 一男 |

牛乳中の脂肪量検定に對しては明治33年内務省令第20號によりゲルベル氏アチドブ
チロメートル法を採用せられ居るも近時 バブコック 氏検定法を以て適當となすものあ
り果して何れが適當なりや之れが調査の必要を認めたるを以て之等兩法の外從來最も
正確なる定量法として常用せらるるリョーゼ, ゴットリーブ氏法, リットハウゼン氏法及
アダムス氏法に就き比較試験を施行したるに次の成績を得たり

試 験 方 法

1. ゲルベル氏法 本法は内務省令により採用せられたる現行公定法にして該規定に
よればアミールアルコールは之を硫酸上に層積し然る後検乳をアルコール上に層積す
べしとあるも其順序を顛倒しアミールアルコールは操作の最後に於て注加せり

本法に於て析出する脂肪層の讀取は上下兩メニスクスの底線に於てするを普通とす
るも山下及中江兩氏(畜産試験場報告第1卷第1號第6頁参照)の研究に従へば該讀取
法によりて得たる脂肪量は實際量より少しく低きに失するを以て普通の讀取數に 0.5
を加へ修正するを正當とせらる, 依て余等は兩者の成績を併記し以て爾他の諸法に於
ける成績と比較對照に資せり

2. バブコック氏法 本法は 1890 年米國ヴェスコニン大學教授バブコック博士の考
案に係るものにして米國協定法に従へば標準バブコック試験壺は全長 150-165 mm, 球
部の内容 45 ccm 以上, 劃度頸部の長さ 63.5 mm 以上を有し劃度部を除きたる上下兩
端に於ける頸部は少くとも 9 mm 圓筒狀をなし脂肪量を讀取すべき劃度は最高 8 % に
して各 1.0 % の度目は更に 0.5 及 0.1 % の度數に劃分せられ各 1.0 % に對する頸部の内
容は 0.2 ccm とす

本法を實施するには檢乳をよく混攪均等となし特製のピペットを用ひて其 17.6 ccm を試験壺に容れ次に比重 1.82-1.83 の硫酸 17.5 ccm を徐々に壺頸の管壁に沿ひて注入し頸部を持ち軽く搖動混和し生成せる凝塊の溶解するに至り 4 分間遠心力器 (1 分間の廻轉數 700-1200 回のもの) に掛け次に沸湯を加へて球部に全滿せしめ尙ほ 1 分間遠心力器に掛け再び沸湯を添加して分離せる脂肪層を劃度頸部に達せしめ更に 1 回遠心力器に裝し 1 分間廻轉せしめたる後 57-60° の温湯中に數分間挿入し茲に析出する脂肪層の度數を讀取す

右脂肪層の讀取法に關しては米國協定法には何等の規定なきも多くの成書に據れば脂肪層の最低部を起點とし最上部の劃線に於て讀取すべしとなし或は兩メニスクスの底線に於て讀取し酸性溶液中に溶存する脂肪分の補正の爲め 0.1-0.2 % を加算すべしとせらる依て余等は本法實施に際しては前記兩讀取法を行ひ前者を普通法とし後者を別法として成績表中に併記せり、尙ほ前記バブコック氏壺は米國製及内地製の兩者を用ひ之を試験せり、即ち前者は上記米國協定法の規定に準據せるものにして内地製のものは劃度を施せる頸部の長さ 60-65 mm を有し此間を 100 分し其度目は最高 10% 最低 0.1% の脂肪量に該當せり

3. リョーゼ, ゴットリーブ氏法 前記米國協定法に従ひ檢乳 10-11 g をリョーリヒ氏管に容れ 10% アムモニア水 1.25 ccm (檢乳酸性強きときは 2 ccm) 及 95% の酒精 10 ccm を順次に加へ各試薬を加ふる毎によく混和せしめ次にエーテル 25 ccm を加へ 30 秒間強く振盪し更に石油エーテル (沸點 60° 以下のもの) 25 ccm を加へ再び 30 秒間強振盪をなしたる後靜置し上液層透明となるに及び管側の排出用活栓を開きてエーテル脂肪液分を可及的多量流出せしめ小乾燥濾紙を用ひて既秤の硝子壺中に濾入し次にエーテル及石油エーテル各 15 ccm を順次に該振盪管中に注加し各 30 秒間強く振盪し靜置し分離せる透明のエーテル性液を前記と同一の濾紙を用ひて前記の硝子壺中に濾入しエーテル及石油エーテル同容量の混和液少量を以て排出嘴端、濾紙及漏斗を洗滌しエーテル分を蒸散せしめ水蒸氣乾燥箱内にて乾燥し恒量を得るに至り秤定す、前記リョーリヒ氏改良管を入手し得ざりし際はリョーゼ, ゴットリーブ氏舊式定量管を用ひ前記と同様に操作せり但しエーテル脂肪液はピペットを用ひて可及的多量を吸収しピペットをエ

一、エーテル石油エーテル同容量の混液を以て洗滌せり

4. リットハウゼン氏法 牛乳 10g をベッヘルに取り水 100 ccm を以て稀釋し銅液(結晶硫酸銅 34.64 g を水に溶かし 1 L とせるもの) 15 ccm を加へ次にナトロン滴液(苛性ナトロン 15 g を水に溶かし 1 L とせるもの) 7 ccm を加へ茲に生ずる沈澱を濾紙上に集め少量の水を以て洗滌し以下次の 2 法に従ひ比較試験を施行せり

甲法 前記の沈澱を濾紙と共に水蒸氣乾燥箱内にて乾燥したる後ソクスレット氏法に準じ之を乳鉢内に移し精製硅砂と混じり研磨して細末となし之を濾紙と共にソクスレット浸出器中に容れエーテルを以て浸出す

乙法 前記沈澱に精製硅砂を加へ濾紙上に於てよく混和し濾紙と共に水蒸氣乾燥箱内にて乾燥したる後之をソクスレット浸出器に容れエーテルを以て浸出す

前上兩法に於けるエーテル浸出液は之を既秤の硝子壺中に移しエーテル分を蒸散せしめ水蒸氣乾燥箱内に於て乾燥し恒量を得るに至り秤定す

5. アダムス氏法 豫め脱脂乾燥せる長さ約 56 cm 幅約 6.5 cm の濾紙 2 枚を重ね之を水平の位置に展張し檢乳約 10g を右の紙片に散布し空氣中に乾燥し更に水蒸氣乾燥箱内に於て乾燥したる後ソクスレット浸出器に容れエーテルを以て浸出し以下前法と同様にして秤定す

以上は全乳に對する試験法にして脱脂乳に對しても亦同様に之を準用せり、但しリットハウゼン氏法に在りては乙法に従ひ又バブコック氏法に在りては全乳用試験壺の外脱脂乳用のものを併用せり、即ち該試験壺(内地製)は最高 0.5 % 最低 0.01 % の度盛を有し其劃度頸部の長さは全乳用のものと畧同様にして頸部は殆ど毛細管狀を呈し之より檢乳及硫酸等を注入すること能はざるを以て別に全乳用のものと同様の口徑を有する注入管を附す

クリーム試験に對しては檢乳 5g を秤取し水 95 ccm を加へ 40° に温めよく混和し此混液を以て前記全乳試験法を應用し尙ほバブコック氏法に在りては全乳用壺の外同氏クリーム用試験壺を使用せり、該壺(米國製)は最高 40%、最低 0.5% の度目を有し劃度頸部の全容 8 ccm にして其形狀全乳用のものに比し只頸部の口徑大なるの差あるのみなり、而して供試乳は多くは 40% 以上なりしを以て檢乳に同量の水を加へ前記と

同様に40°に温めてよく混和せしめ此混液を以て全乳と同様に試験せり

試験成績

供試料は當試験所附近の營業者より日々購入せるものにして上記の方法により全乳、脱脂乳及クリームに就きて試験せる成績次の如し

第一全乳

1. 内地製バブコック壺を用ひたる場合

甲. バブコック氏法に對し普通讀取法を採用せるもの

第一表

| 番號 | 比 重 | リョーゼ, ゴット トリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|----|--------|---------------------|--------|----------|---------|-----------|
| | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別法(計算による) |
| 1 | 1.0284 | 2.85 | 3.00 | 3.05 | 3.00 | 2.90 |
| 2 | 1.0325 | 3.11 | 3.23 | 3.28 | 3.25 | 3.05 |
| 3 | 1.0280 | 2.48 | 2.70 | 2.75 | 2.70 | 2.50 |
| 4 | 1.0313 | 3.05 | 3.30 | 3.35 | 3.20 | 3.00 |
| 5 | 1.0312 | 2.95 | 3.15 | 3.20 | 2.80 | 2.60 |
| 6 | 1.0314 | 2.93 | 3.10 | 3.15 | 2.80 | 2.60 |
| 7 | 1.0360 | 3.44 | 3.65 | 3.70 | 3.60 | 3.40 |
| 8 | 1.0290 | 2.71 | 2.95 | 3.00 | 3.00 | 2.80 |
| 9 | 1.0294 | 2.85 | 3.00 | 3.05 | 2.80 | 2.60 |

備考 リョーゼ, ゴットリーブ法に於ては舊式定量管を使用せり

第二表

| 番號 | 比 重 | リットハウ ゼン氏法 | リョーゼ, ゴット トリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|----|--------|---------------|---------------------|--------|----------|---------|-----------|
| | | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別法(計算による) |
| 1 | 1.0309 | 2.88 | 2.93 | 3.10 | 3.15 | 3.05 | 2.85 |
| 2 | 1.0283 | 2.68 | 2.72 | 2.80 | 2.85 | 2.80 | 2.60 |
| 3 | 1.0313 | 2.91 | 2.84 | 3.05 | 3.10 | 2.90 | 2.70 |
| 4 | 1.0316 | 2.78 | 2.89 | 3.00 | 3.05 | 3.10 | 2.90 |
| 5 | 1.0292 | 2.89 | 2.76 | 2.90 | 2.95 | 2.60 | 2.40 |
| 6 | 1.0319 | 3.11 | — | 3.10 | 3.15 | 3.20 | 3.00 |
| 7 | 1.0278 | 3.08 | 2.96 | 3.20 | 3.25 | 3.00 | 2.80 |
| 8 | 1.0293 | 2.71 | 2.79 | 2.95 | 3.00 | 3.00 | 2.80 |
| 9 | 1.0315 | 3.12 | 3.11 | 3.35 | 3.40 | 3.30 | 3.10 |
| 10 | 1.0283 | 2.99 | 2.91 | 2.95 | 3.00 | 3.00 | 2.80 |
| 11 | 1.0286 | 3.00 | 2.98 | 3.10 | 3.15 | 3.05 | 2.85 |
| 12 | 1.0299 | 2.41 | 2.34 | 2.50 | 2.55 | 2.30 | 2.10 |

備考 リットハウゼン氏法に於ては甲法を採用せり、リョーゼ, ゴットリーブ氏法は第一表に於けると同じ

第三表

| 番 號 | 比 重 | リョーゼ, ゴットリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|-----|--------|----------------|--------|----------|---------|-----------|
| | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別法(計算による) |
| 1 | 1.0271 | 2.82 | 2.75 | 2.80 | 2.80 | 2.60 |
| 2 | 1.0314 | 3.49 | 3.40 | 3.45 | 3.45 | 3.25 |
| 3 | 1.0292 | 3.16 | 3.10 | 3.15 | 3.10 | 2.90 |
| 4 | 1.0295 | 2.98 | 2.95 | 3.00 | 3.00 | 2.80 |
| 5 | 1.0307 | 2.98 | 3.05 | 3.10 | 3.00 | 2.80 |
| 6 | 1.0290 | 2.94 | 3.00 | 3.05 | 2.70 | 2.50 |
| 7 | 1.0298 | 3.58 | 3.60 | 3.65 | 3.40 | 3.20 |

備考 リョーゼ, ゴットリーブ氏法に於てはリョーリヒ氏管を使用せり

第四表

| 番 號 | 比 重 | リットハウゼン氏法 | リョーゼ, ゴットリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|-----|--------|-----------|----------------|--------|----------|---------|-----------|
| | | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別法(計算による) |
| 1 | 1.0282 | 3.01 | 3.09 | 3.10 | 3.15 | — | — |
| 2 | 1.0310 | 2.97 | 3.03 | 3.10 | 3.15 | 3.15 | 2.95 |
| 3 | 1.0284 | 2.80 | 2.90 | 2.85 | 2.90 | 2.90 | 2.70 |
| 4 | 1.0284 | 2.88 | 2.97 | 2.90 | 2.95 | 2.90 | 2.70 |
| 5 | 1.0329 | 2.23 | 2.32 | 2.25 | 2.30 | 2.40 | 2.20 |
| 6 | 1.0309 | 2.97 | 3.10 | 3.15 | 3.20 | 3.15 | 2.95 |
| 7 | 1.0325 | 3.04 | 3.13 | 3.20 | 3.25 | 3.10 | 2.90 |
| 8 | 1.0288 | 2.80 | 2.95 | 3.00 | 3.05 | 2.90 | 2.70 |
| 9 | 1.0315 | 2.94 | 2.97 | 3.00 | 3.05 | 2.90 | 2.70 |
| 10 | 1.0282 | 3.32 | 3.38 | 3.40 | 3.45 | 3.30 | 3.10 |
| 11 | 1.0300 | 2.91 | 2.93 | 3.00 | 3.05 | 2.90 | 2.70 |
| 12 | 1.0281 | 3.32 | 3.38 | 3.40 | 3.45 | 3.30 | 3.10 |
| 13 | 1.0296 | 2.93 | 3.06 | 3.00 | 3.05 | 2.90 | 2.70 |
| 14 | 1.0290 | 2.91 | 2.91 | 2.90 | 2.95 | 2.85 | 2.65 |
| 15 | 1.0315 | 3.20 | 3.23 | 3.15 | 3.20 | 3.15 | 2.95 |

備考 リョーゼ, ゴットリーブ氏法に於てはリョーリヒ氏管を使用し, リットハウゼン氏法は甲法を採用せり

乙. バブコック氏法に對し別讀取法を採用せるもの

第五表

| 番 號 | 比 重 | アダムス氏法 | リットハウゼン氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|-----|--------|--------|-----------|--------|----------|------------------|--------|
| | | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 (計算による) | 別法(實測) |
| 1 | 1.0295 | — | 3.04 | 3.00 | 3.05 | 3.00 | 2.80 |
| 2 | 1.0280 | — | 3.09 | 3.10 | 3.15 | 3.00 | 2.80 |
| 3 | 1.0300 | — | 2.62 | 2.70 | 2.75 | 2.70 | 2.50 |
| 4 | 1.0290 | — | 3.01 | 3.10 | 3.15 | 3.20 | 3.00 |
| 5 | 1.0303 | 3.27 | 3.26 | 3.25 | 3.30 | 3.20 | 3.00 |
| 6 | 1.0273 | 3.00 | — | 3.00 | 3.05 | 3.10 | 2.90 |

| | | | | | | | |
|----|--------|------|------|------|------|------|------|
| 7 | 1.0310 | 3.02 | 2.93 | 3.00 | 3.05 | 3.00 | 2.80 |
| 8 | 1.0285 | 3.10 | 3.03 | 3.10 | 3.15 | 3.00 | 2.80 |
| 9 | 1.0288 | 3.31 | 3.24 | 3.30 | 3.35 | 3.20 | 3.00 |
| 10 | 1.0285 | 3.24 | 3.22 | 3.20 | 3.25 | 3.10 | 2.90 |
| 11 | 1.0285 | 3.26 | 3.26 | 3.35 | 3.40 | 3.35 | 3.15 |
| 12 | 1.0281 | 3.32 | 3.27 | 3.30 | 3.35 | 3.40 | 3.20 |
| 13 | 1.0287 | 3.29 | — | 3.30 | 3.35 | 3.20 | 3.00 |
| 14 | 1.0320 | 3.19 | 3.12 | 3.15 | 3.20 | 3.18 | 2.98 |
| 15 | 1.0300 | 3.14 | 3.07 | 3.10 | 3.15 | 2.90 | 2.70 |

備考 リットハウゼン氏法に於ては乙法を採用せり以下皆之に倣ふ

2. 米國製バブコック氏壘を用ひたる場合

第 六 表

| 番 號 | 比 重 | リョーゼ, ゴット トリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|-----|--------|---------------------|--------|----------|---------|------|
| | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別讀取法 |
| 1 | 1.0295 | 3.06 | 3.10 | 3.15 | 3.20 | 3.00 |
| 2 | 1.0298 | 4.14 | 4.20 | 4.25 | 4.20 | 4.00 |
| 3 | 1.0318 | 2.84 | 2.90 | 2.95 | 2.90 | 2.70 |
| 4 | 1.0306 | 3.09 | 3.15 | 3.20 | 3.15 | 2.95 |
| 5 | 1.0330 | 3.14 | 3.10 | 3.15 | 3.10 | 2.90 |
| 6 | 1.0326 | 2.93 | 2.90 | 2.95 | 2.90 | 2.70 |
| 7 | 1.0296 | 3.32 | 3.30 | 3.35 | 3.30 | 3.10 |
| 8 | 1.0335 | 3.66 | 3.60 | 3.65 | 3.60 | 3.40 |

備考 リョーゼ, ゴットリーブ氏法に於てはリョーリヒ氏管を使用せり以下皆之に倣ふ

第 七 表

| 番 號 | 比 重 | リットハウ ゼン氏法 | リョーゼ, ゴッ トリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|-----|--------|---------------|--------------------|--------|----------|---------|------|
| | | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別讀取法 |
| 1 | 1.0300 | 3.17 | 3.22 | 3.20 | 3.25 | 3.13 | 3.00 |
| 2 | 1.0300 | 3.15 | 3.17 | 3.15 | 3.20 | 3.00 | 2.80 |
| 3 | 1.0316 | 3.31 | 3.41 | 3.40 | 3.45 | 3.40 | 3.20 |
| 4 | 1.0307 | 3.42 | 3.49 | 3.45 | 3.50 | 3.40 | 3.30 |
| 5 | 1.0316 | 3.39 | 3.47 | 3.45 | 3.50 | 3.45 | 3.25 |
| 6 | 1.0332 | 3.63 | 3.64 | 3.65 | 3.70 | 3.60 | 3.40 |

第 八 表

| 番 號 | 比 重 | アダムス氏法 | リョーゼ, ゴッ トリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|-----|--------|--------|--------------------|--------|----------|---------|------|
| | | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別讀取法 |
| 1 | 1.0288 | 3.08 | 3.17 | 3.15 | 3.20 | 3.15 | 2.95 |
| 2 | 1.0308 | 3.18 | 3.20 | 3.20 | 3.25 | 3.20 | 3.00 |
| 3 | 1.0316 | 3.27 | 3.30 | 3.30 | 3.35 | 3.30 | 3.10 |
| 4 | 1.0344 | 3.33 | 3.45 | 3.40 | 3.45 | 3.40 | 3.20 |
| 5 | 1.0314 | 3.26 | 3.26 | 3.30 | 3.35 | 3.30 | 3.10 |
| 6 | 1.0319 | 3.47 | 3.48 | 3.50 | 3.55 | 3.50 | 3.30 |
| 7 | 1.0328 | 3.09 | 3.09 | 3.10 | 3.15 | 3.10 | 2.90 |
| 8 | 1.0320 | 2.98 | 2.97 | 2.95 | 3.00 | 2.95 | 2.75 |

第九表

| 番 號 | 比 重 | アダムス氏法 | リットハウゼン氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|-----|--------|--------|-----------|--------|----------|---------|------|
| | | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別讀取法 |
| 1 | 1.0305 | 3.14 | 3.12 | 3.10 | 3.15 | 3.05 | 2.95 |
| 2 | 1.0325 | 3.89 | 3.81 | 3.90 | 3.95 | 3.90 | 3.70 |
| 3 | 1.0319 | 3.17 | 3.17 | 3.20 | 3.25 | 3.20 | 3.00 |
| 4 | 1.0298 | 3.56 | 3.61 | 3.60 | 3.65 | 3.50 | 3.30 |
| 5 | 1.0339 | 3.66 | 3.68 | 3.70 | 3.75 | 3.60 | 3.40 |
| 6 | 1.0330 | 3.15 | 3.11 | 3.20 | 3.25 | 3.20 | 3.00 |

第十表

| 番 號 | 比 重 | アダムス氏法 | リットハウゼン氏法 | リョーゼ, ゴットリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|-----|--------|--------|-----------|----------------|--------|----------|---------|------|
| | | | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別讀取法 |
| 1 | 1.0305 | 3.69 | 3.67 | 3.72 | 3.65 | 3.70 | 3.75 | 3.60 |
| 2 | 1.0324 | 3.15 | 3.12 | 3.23 | 3.20 | 3.25 | 3.20 | 3.00 |
| 3 | 1.0287 | 3.00 | 2.94 | 3.96 | 3.00 | 3.05 | 3.00 | 2.80 |
| 4 | 1.0287 | 3.15 | 3.11 | 3.11 | 3.15 | 3.20 | 3.20 | 3.00 |
| 5 | 1.0295 | 3.09 | 3.10 | 3.11 | 3.10 | 3.15 | 3.10 | 2.90 |
| 6 | 1.0315 | 3.47 | 3.44 | 3.45 | 3.45 | 3.50 | 3.50 | 3.30 |
| 7 | 1.0327 | 3.17 | 3.15 | 3.22 | 3.20 | 3.25 | 3.10 | 2.90 |
| 8 | 1.0350 | 3.31 | 3.28 | 3.31 | 3.35 | 3.40 | 3.35 | 3.15 |
| 9 | 1.0346 | 3.28 | 3.25 | 3.27 | 3.30 | 3.35 | 3.30 | 3.10 |
| 10 | 1.0345 | 3.23 | 3.19 | 3.20 | 3.25 | 3.30 | 3.25 | 3.05 |
| 11 | 1.0311 | 3.23 | 3.24 | 3.27 | 3.20 | 3.25 | 3.20 | 3.00 |
| 12 | 1.0286 | 3.04 | 3.03 | 3.06 | 3.00 | 3.05 | 3.00 | 2.80 |
| 13 | 1.0296 | 3.02 | 3.04 | 3.02 | 2.95 | 3.00 | 2.90 | 2.70 |
| 14 | 1.0288 | 3.07 | 3.04 | 3.09 | 3.05 | 3.10 | 3.00 | 2.80 |
| 15 | 1.0302 | 3.09 | 3.14 | 3.13 | 3.10 | 3.15 | 3.10 | 2.90 |
| 16 | 1.0302 | 3.01 | 3.06 | 3.02 | 3.00 | 3.05 | 3.00 | 2.80 |
| 17 | 1.0300 | 3.01 | 3.02 | 3.02 | 3.00 | 3.05 | 3.00 | 2.80 |
| 18 | 1.0282 | 3.13 | 3.19 | 3.16 | 3.10 | 3.15 | 3.10 | 2.90 |
| 19 | 1.0328 | 3.07 | 3.06 | 2.97 | 3.00 | 3.05 | 3.00 | 2.80 |
| 20 | 1.0304 | 2.96 | 3.01 | 2.97 | 3.00 | 3.05 | 2.95 | 2.75 |
| 21 | 1.0300 | 3.23 | 3.24 | 3.20 | 3.20 | 3.25 | 3.20 | 3.00 |
| 22 | 1.0304 | 3.27 | 3.26 | 3.30 | 3.30 | 3.35 | 3.30 | 3.10 |
| 23 | 1.0316 | 3.23 | 3.25 | 3.28 | 3.30 | 3.35 | 3.30 | 3.10 |
| 24 | 1.0296 | 3.52 | 3.48 | 3.53 | 3.50 | 3.55 | 3.50 | 3.30 |
| 25 | 1.0321 | 3.11 | 3.07 | 3.12 | 3.10 | 3.15 | 3.05 | 2.85 |
| 26 | 1.0316 | 3.34 | 3.35 | 3.43 | 3.40 | 3.45 | 3.40 | 3.20 |
| 27 | 1.0330 | 3.28 | 3.29 | 3.32 | 3.35 | 3.40 | 3.30 | 3.10 |
| 28 | 1.0258 | 3.55 | 3.57 | 3.57 | 3.60 | 3.65 | 3.60 | 3.40 |
| 29 | 1.0310 | 3.28 | 3.31 | 3.32 | 3.30 | 3.35 | 3.30 | 3.10 |
| 30 | 1.0341 | 3.43 | 3.46 | 3.53 | 3.50 | 3.55 | 3.50 | 3.30 |
| 31 | 1.0300 | 3.40 | 3.42 | 3.38 | 3.40 | 3.45 | 3.40 | 3.20 |

3. 各定量法に據る成績比較一覽表

甲. 内地製バブコック氏壺を用ひたる場合

第 十 一 表

| 脂肪量(%)の差 各法の比較 | 0 | | 0.05迄 | | 0.06以上 0.10迄 | | 0.11以上 0.15迄 | | 0.16以上 0.20迄 | | 0.21以上 0.25迄 | | 0.26以上 0.30迄 | | 0.31以上 0.35迄 | | 0.35以上 0.40迄 | | 合計 |
|---------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-----------------|-------------|-----------------|------------|-----------------|------------|-----------------|------------|-----------------|------------|-----------------|--------|-----------------|--------|----|
| | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | |
| ゲルベル及パブコック 普通誦取法の差 | 11 19.3% | 7 12.3% | 10 17.5% | 13 22.8% | 5 8.8% | 1 1.8% | 1 1.8% | 5 8.8% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 3 5.3% | 0 0 | 1 1.8% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 57 |
| ゲルベル法中山下、中江 氏法とパブコック法の普 通誦取法との差 | 8 14.0% | 13 22.8% | 5 8.8% | 8 14.0% | 0 0 | 13 22.8% | 0 0 | 1 1.8% | 0 0 | 0 0 | 5 8.8% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 3 5.3% | 0 0 | 1 1.8% | 0 0 | 57 |
| ゲルベル法の普通誦取法 とリョーゼ、ゴットリープ 法との差 | 0 0 | 1 5.0% | 0 0 | 1 5.0% | 0 0 | 6 30.0% | 0 0 | 0 0 | 5 25.0% | 0 0 | 7 35.0% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 20 |
| ゲルベル法中山下、中江 氏法とリョーゼ、ゴットリ ープ法との差 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 1 5.0% | 0 0 | 1 5.0% | 0 0 | 0 0 | 6 30.0% | 0 0 | 0 0 | 5 25.0% | 0 0 | 7 35.0% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 20 |
| ゲルベル法の普通誦取法 とリットハウゼン法との 差 | 0 0 | 5 18.5% | 4 14.8% | 8 29.6% | 0 0 | 3 11.1% | 0 0 | 0 0 | 3 11.1% | 0 0 | 4 14.8% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 27 |
| ゲルベル法中山下、中江 氏法とリットハウゼン法 との差 | 1 3.7% | 3 11.1% | 0 0 | 4 14.8% | 0 0 | 8 29.6% | 0 0 | 0 0 | 4 14.8% | 0 0 | 0 0 | 3 11.1% | 0 0 | 4 14.8% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 27 |
| ゲルベル法の普通誦取法 とアダマス法との差 | 2 18.2% | 1 9.1% | 7 63.6% | 1 9.1% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 11 |
| ゲルベル法中山下、中江 氏法とアダマス法との差 | 0 0 | 9 31.8% | 0 0 | 1 3.7% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 11 |
| パブコック法中普通誦取 法とリョーゼ、ゴットリー プ法との差 | 0 0 | 1 5.0% | 2 10.0% | 4 20.0% | 0 0 | 4 20.0% | 0 0 | 2 10.0% | 0 0 | 2 10.0% | 1 5.0% | 3 15.0% | 0 0 | 1 5.0% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 20 |
| パブコック法中普通誦取 法とリットハウゼン法と の差 | 1 4.8% | 3 14.4% | 4 19.2% | 2 9.6% | 7 33.5% | 1 4.8% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 2 9.6% | 0 0 | 1 4.8% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 21 |
| パブコック法中普通誦取 法とリットハウゼン法と の差 | 0 0 | 3 11.5% | 7 26.9% | 4 15.4% | 2 7.7% | 1 3.8% | 0 0 | 1 3.8% | 5 19.2% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 1 3.8% | 1 3.8% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 26 |
| パブコック法中普通誦取 法とアダマス法との差 | 0 0 | 0 0 | 3 23.1% | 3 23.1% | 2 15.4% | 2 15.4% | 0 0 | 1 7.7% | 1 7.7% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 13 |
| パブコック法中普通誦取 法とアダマス法との差 | 0 0 | 0 0 | 2 18.2% | 3 27.3% | 3 27.3% | 0 0 | 0 0 | 2 18.2% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 1 9.1% | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 0 0 | 11 |

備考 A欄はリョーゼ、ゴットリープ氏法に於て普通誦取法、B欄はリョーゼ氏管を使用せる場合の成績を示し、C欄はリットハウゼン氏法に於て甲法を、D欄は乙法を採用せる場合の成績を示す

乙. 米國製バブコック氏壺を使用したる場合

第十二表

| 各法の比較 | 脂肪量(%) の差 | 0.05迄 | | 0.06以上 0.10迄 | | 0.11以上 0.15迄 | | 0.16以上 0.20迄 | | 合計 |
|-------------------------------------|--------------|-------------|-------------|-----------------|------------|-----------------|-----------|-----------------|-----------|----|
| | | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | (+) | (-) | |
| ゲルベル及バブコック兩法の各 普通讀取法の差 | 42 71.2% | 8 13.6% | 2 3.4% | 4 6.8% | 2 3.4 | 1 1.7% | | | | 59 |
| ゲルベル法中山下, 中江氏とバ ブコック法の普通讀取法との差 | 2 3.4% | 42 71.2% | 2 3.4% | 8 13.6% | 0 0 | 4 6.8% | 0 0 | 1 1.7% | | 59 |
| ゲルベル法の普通讀取法とリョ ーゼ, ゴットリーブ法との差 | 5 9.4% | 14 26.4% | 25 47.2% | 3 5.7% | 6 11.3% | | | | | 53 |
| ゲルベル法中山下, 中江氏法と リョーゼ, ゴットリーブ法との差 | 1 1.9% | 27 50.9% | 6 11.3% | 15 28.3% | 0 0 | 4 7.5% | | | | 53 |
| ゲルベル法の普通讀取法とリッ トハウゼン法との差 | 2 4.7% | 17 39.5% | 11 25.6% | 9 20.9% | 4 9.3% | | | | | 43 |
| ゲルベル法中山下, 中江氏法と リットハウゼン法との差 | 0 0 | 13 30.2% | 4 9.3% | 17 39.5% | 0 0 | 9 20.9% | | | | 43 |
| ゲルベル法の普通讀取法とアダ ムス法との差 | 3 6.7% | 21 46.7% | 12 26.7% | 1 15.6% | 2 4.4% | | | | | 45 |
| ゲルベル法中山下, 中江氏法と アダムス法との差 | 0 0 | 13 24.5% | 2 4.4% | 21 46.7% | 0 0 | 7 15.6% | | | | 45 |
| バブコック法の普通讀取法と リョーゼ, ゴットリーブ法との差 | 4 7.5% | 13 24.5% | 20 37.7% | 4 7.5% | 8 15.1% | 1 1.9% | 2 3.8% | 0 0 | 1 1.9% | 53 |
| バブコック法の普通讀取法と リットハウゼン法との差 | 1 2.3% | 9 20.9% | 13 30.2% | 11 25.6% | 7 16.3% | 0 0 | 2 4.7% | | | 43 |
| バブコック法の普通讀取法とア ダムス法との差 | 1 2.2% | 21 46.7% | 8 17.8% | 6 13.3% | 8 17.8% | 1 2.2% | | | | 45 |
| リョーゼ, ゴットリーブ法とリッ トハウゼン法との差 | 3 8.1% | 19 51.4% | 7 18.9% | 6 16.2% | 1 2.7% | 1 2.7% | | | | 37 |
| リョーゼ, ゴットリーブ法とアダ ムス法との差 | 4 10.3% | 20 51.3% | 8 20.5% | 5 12.8% | 1 2.6% | 1 2.6% | | | | 39 |
| リットハウゼン法とアダムス法 との差 | 1 2.7% | 17 45.9% | 16 43.2% | 1 2.7% | 2 5.4% | | | | | 37 |

第二脱脂乳

第十三表

| 番號 | 比重 | アダムス 氏法 | リットハウ ゼン氏法 | リョーゼ, ゴッ トリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | |
|----|--------|------------|---------------|--------------------|--------|----------|---------|------|
| | | | | | 普通讀取法 | 山下, 中江氏法 | 普通讀取法 | 別讀取法 |
| 1 | 1.0346 | 1.35 | 1.32 | 1.40 | 1.30 | 1.35 | 1.25 | 1.05 |
| 2 | 1.0350 | 1.83 | 1.82 | 1.83 | 1.80 | 1.85 | 1.80 | 1.60 |
| 3 | 1.0354 | 1.74 | 1.72 | 1.73 | 1.70 | 1.75 | 1.60 | 1.40 |
| 4 | 1.0329 | 1.75 | 1.74 | 1.77 | 1.70 | 1.75 | 1.75 | 1.55 |
| 5 | 1.0345 | — | — | 1.87 | 1.80 | 1.85 | 1.80 | 1.60 |
| 6 | 1.0377 | — | — | 1.14 | 1.10 | 1.15 | 1.10 | 0.90 |
| 7 | 1.0361 | — | — | 1.47 | 1.40 | 1.45 | 1.50 | 1.30 |
| 8 | 1.0325 | — | — | 1.86 | 1.80 | 1.85 | 1.85 | 1.65 |
| 9 | 1.0321 | — | — | 1.95 | 1.90 | 1.95 | 1.90 | 1.70 |
| 10 | 1.0354 | — | — | 2.08 | 2.00 | 2.05 | 2.00 | 1.30 |
| 11 | 1.0333 | — | — | 2.51 | 2.50 | 2.55 | 2.50 | 2.30 |
| 12 | 1.0350 | — | — | 2.68 | 2.70 | 2.75 | 2.65 | 2.45 |
| 13 | 1.0333 | — | — | 2.53 | 2.50 | 2.55 | 2.50 | 2.30 |

第十四表

| 番 號 | 比 重 | アダムス氏法 | リットハウゼン氏法 | リョーゼ、ゴットリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | | | |
|-----|--------|--------|-----------|---------------|--------|---------|---------|------|----------|-------|
| | | | | | 普通讀取法 | 山下、中江氏法 | 米國製全乳用壘 | | 内地製脱脂乳用壘 | |
| | | | | | | | 普通讀取法 | 別讀取法 | 普通讀取法 | 別讀取法 |
| 1 | 1.0323 | 0.67 | 0.65 | 0.68 | 0.50 | 0.55 | 0.50 | 0.30 | 0.385 | 0.380 |
| 2 | 1.0350 | 0.61 | 0.61 | 0.64 | 0.50 | 0.55 | 0.60 | 0.40 | 0.395 | 0.390 |
| 3 | 1.0344 | 0.57 | 0.53 | 0.57 | 0.40 | 0.45 | 0.55 | 0.35 | 0.355 | 0.350 |
| 4 | 1.0345 | 0.51 | 0.51 | 0.52 | 0.40 | 0.45 | 0.40 | 0.20 | 0.255 | 0.250 |
| 5 | 1.0344 | 0.48 | 0.47 | 0.46 | 0.40 | 0.45 | 0.55 | 0.35 | 0.375 | 0.370 |
| 6 | 1.0341 | 0.47 | 0.48 | — | 0.40 | 0.45 | 0.55 | 0.35 | 0.355 | 0.350 |
| 7 | 1.0341 | 0.43 | 0.41 | 0.43 | 0.30 | 0.35 | 0.50 | 0.30 | 0.255 | 0.250 |
| 8 | 1.0321 | — | — | 0.73 | 0.70 | 0.75 | 0.75 | 0.55 | — | — |
| 9 | 1.0325 | — | — | 0.66 | 0.60 | 0.65 | 0.60 | 0.40 | — | — |
| 10 | 1.0326 | — | — | 0.67 | 0.50 | 0.55 | 0.60 | 0.40 | — | — |
| 11 | 1.0330 | — | — | 0.54 | 0.30 | 0.35 | 0.40 | 0.25 | — | — |
| 12 | 1.0353 | — | — | 0.53 | 0.30 | 0.35 | 0.45 | 0.25 | — | — |
| 13 | 1.0326 | — | — | 0.50 | 0.30 | 0.35 | 0.45 | 0.25 | — | — |
| 14 | 1.0326 | — | — | 0.38 | 0.15 | 0.20 | 0.40 | 0.20 | — | — |
| 15 | 1.0330 | — | — | 0.36 | 0.10 | 0.15 | 0.30 | 0.10 | — | — |
| 16 | 1.0329 | — | — | 0.31 | 0.15 | 0.20 | 0.30 | 0.20 | — | — |
| 17 | 1.0308 | — | — | 0.28 | 0.10 | 0.15 | 0.35 | 0.20 | — | — |
| 18 | 1.0358 | — | — | 0.26 | 0.10 | 0.15 | 0.30 | 0.10 | — | — |
| 19 | 1.0290 | — | — | 0.25 | 0.10 | 0.15 | 0.25 | 0.10 | — | — |
| 20 | 1.0347 | — | — | 0.21 | 0.10 | 0.15 | 0.25 | 0.10 | — | — |

第三 ク リ ー ム

第十 五 表

| 番 號 | アダムス氏法 | リットハウゼン氏法 | リョーゼ、ゴットリーブ氏法 | ゲルベル氏法 | | バブコック氏法 | | | |
|-----|--------|-----------|---------------|--------|-------|---------|-------|-------------|-------|
| | | | | A 法 | B 法 | 全乳用壘 | | ク リ ー ム 用 壘 | |
| | | | | | | A 法 | B 法 | A 法 | B 法 |
| 1 | 38.43 | 38.27 | 37.86 | 37.41 | 38.53 | 37.41 | 38.53 | 37.26 | 38.38 |
| 2 | 52.42 | 52.76 | 52.50 | 52.22 | 53.78 | 52.22 | 53.78 | 52.25 | 53.82 |
| 3 | 47.33 | 47.36 | 47.13 | 46.45 | 47.85 | 46.45 | 47.85 | 46.60 | 48.00 |
| 4 | — | — | 51.71 | 48.87 | 50.34 | 48.87 | 50.34 | 51.09 | 52.61 |
| 5 | — | — | 48.19 | 48.18 | 49.63 | 48.18 | 49.63 | 50.06 | 51.56 |
| 6 | — | — | 48.49 | 48.49 | 49.94 | 50.16 | 51.17 | 48.38 | 49.83 |
| 7 | — | — | 36.74 | 35.19 | 36.25 | 35.19 | 36.25 | 35.00 | 36.05 |
| 8 | — | — | 47.06 | 45.91 | 47.29 | 45.91 | 47.29 | 46.22 | 47.61 |

備考 ゲルベル及バブコック兩法中A法は全乳に準じ試験したる儘の成績にしてB法はケムニッツ氏に從ヒA法に於ける成績に 1.03 を乗じたるものなり

總 括

以上の試験成績を通覽するに全乳の場合に在りては内地製バブコック壘を使用した

る際の成績はゲルベル及バブコック兩法共に普通讀取法による脂肪量の差(+)(-) 0.05%以下のものは檢體42種中22種(52.4%), (+)(-) 0.1%以下のもの32種(76.2%) 又ゲルベル法に於ける山下, 中江兩氏補正法とバブコック法に於ける普通讀取法との差0.05%以下のもの18種(42.9%), 0.1%以下のもの25種(59.5%)にして他の檢體15種に就きて試験せる成績中ゲルベル法の普通讀取法とバブコック法の別讀取法によるものとの差0.1%のもの3種(20.0%), 0.2%のもの4種(26.7%), 0.3%のもの5種(33.3%)を算し米國製バブコック壘を使用したる場合の成績は檢體59種中ゲルベル及バブコック法共に普通讀取法によるものの差零のもの42種(71.2%), 0.05%以下のもの10種(16.9%)合計52種(88.1%), 0.1%以下の58種(98.3%)に達し又ゲルベル法に於て山下, 中江兩氏補正法によるものとバブコック法の普通讀取法によるものとの差0.05%以下のもの46種(78.0%), 0.1%以下のもの54種(91.5%)にしてゲルベル法に於て普通讀取法によるものとバブコック法の別讀取法によるものとの差0.2%のもの43種(72.0%)を算せり, 故に米國協定法の規定に準據せるバブコック壘を用ひ前記の如く普通讀取法を採用するときは其成績は多くの場合ゲルベル法の夫れとよく一致するものと認め得べく脂肪層の兩メニスクスの底線に於て讀取し之に0.2%を加算する方法を取るも亦大體に於てゲルベル法と一致せる成績を得べきを信す

リョーゼ, ゴットリーブ法中舊式定量管を使用せる成績はゲルベル法に比し稍, 著しく低き數値を示せる場合多く内地製バブコック壘に於ける成績との關係も亦殆ど同様なり然るにリョーリヒ氏改良管を使用せるものに在りては檢體53種中ゲルベル法の普通讀取法との差0.05%以下のもの44種(83.0%), 0.1%以下のもの53種(100%), 山下, 中江氏補正法との差0.05%以下のもの34種(64.2%), 0.1%以下のもの49種(92.0%)にしてバブコック法の普通讀取法(米國製壘)との差0.05%以下のもの37種(69.7%), 0.1%以下のもの49種(92.3%)を算しゲルベル法とリョーゼ, ゴットリーブ法とは互によく一致しバブコック法も亦大體に於て一致せるものと謂ふを得べし, 而して他の檢體22種に於ける成績も亦殆ど同様なり, 斯の如くリョーゼ, ゴットリーブ法の舊式定量管使用による成績の良好ならざりしは試験當時恰も盛夏に際しエーテル石油エーテル混液層より其一定容量を吸取し難かりしを以てリョーリヒ氏改良管に於ける方法を準用し従つてエ

一テル液分の揮散等によりて脂肪分の損失を來せしによるべきを思惟せしむ

リットハウゼン法に於て脂肪を蛋白銅と共に沈澱せしめ乾燥したる後ソクスレット法に準じ乳鉢内に於て硅砂と共に研和せる場合の成績は稍動搖し一定せず即ちゲルベル法の普通讀取法との差0.05%以下のもの檢體27種中9種(32.3%), 0.1%以下のもの17種(62.9%), バブコック法の普通讀取法(内地製壘)との差0.05%以下のもの檢體26種中10種(38.4%), 0.1%以下のもの16種(61.5%)なるに對し濾紙内に於て蛋白銅の沈澱と硅砂とをよく混和して乾燥せるものはゲルベル及バブコック兩法の成績と稍よく一致せり, 即ち檢體43種中ゲルベル法の普通讀取法との差0.05%以下のもの30種(69.8%), 0.1%以下のもの43種(100%), 山下, 中江氏補正法との差0.05%以下のもの17種(39.5%), 0.1%以下のもの34種(79.1%), バブコック法の普通讀取法との差0.05%以下のもの23種(53.4%), 0.1%以下のもの41種(95.3%)にして他の檢體13種に就きて試験せる場合の成績も亦殆ど同様なり

次にアダムス法とゲルベル及バブコック兩法の成績を對照するに檢體56種中ゲルベル法の普通讀取法との差0.05%以下のもの46種(82.1%), 0.1%以下のもの56種(100%), 山下, 中江氏補正法との差0.05%以下のもの26種(46.4%), 0.1%以下のもの48種(85.7%)にしてバブコック法の普通讀取法(米國製壘)との差0.05%以下のもの檢體45種中30種(66.7%), 0.1%以下のもの44種(97.8%)を算しゲルベル法の普通讀取法はアダムス法と其成績最もよく一致せるを認むべし

最後にリョーゼ, ゴットリーブ, リットハウゼン及アダムスの三法に於ける成績を相互比較するにリョーゼ, ゴットリーブ法とリットハウゼン法との差0.05%以下のもの檢體37種中29種(78.4%), 0.1%以下のもの36種(97.3%), リョーゼ, ゴットリーブ法とアダムス法との差0.05%以下のもの39種中32種(82.1%), 0.1%以下のもの38種(97.4%)又リットハウゼン法とアダムス法との差0.05%以下のもの37種中34種(91.8%), 0.1%以下のもの37種(100%)に達し3法共に互によく一致せる成績を示せり

之を要するにゲルベル法の比較的正確なるは既に定評あり, 往年技師たりし半澤清助氏の60種の全乳に就きリットハウゼン法と比較試験を施行したる成績(衛生試験彙報第13號第5頁參照)も亦之を確證せり, 故に余等は先づゲルベル法による成績を基礎

とし以てバブコック法の成績を比較評論するも大體に於て謬りなきを確信するものなるも兩氏測定法の優劣等に對し最も正鵠なる判定を下し得んが爲めには他の最も正確なる定量法として推奨せられたるリョーゼ, ゴットリーブ, アダムス及リットハウゼンの諸法と共に比較試験の必要を認め之を施行したるものにして前記3重量法の成績は互によく一致し之をゲルベル法と比較するに同法氏中普通讀取法によるものは是等3法との成績よく一致せるを認むべく山下, 中江兩氏の補正法によるものは寧ろ少しく劣れるやの感あり, バブコック法も亦米國協定法の規定に準據せるバブコック壘を用ひ普通讀取法を採用するときは多くの場合前記諸法の成績と一致し脂肪層兩メニスクスの底線に於て讀取し之に0.2%を加算する方法を取るも亦大體に於て誤りなきものと謂ふべし, 而してゲルベル及バブコック兩法の正確度を比較するときはゲルベル法の稍優れるを認容するに躊躇せざるべし

内地製バブコック壘による成績は稍動搖し米國製壘に比し不良なり之れ既述の如く米國製壘は其劃度頸部の長さ70—80mmを有し此間を80分し其全容1.6ccmなるに對し内地製壘は60—65mmを有し此間を100分し其全容2.0ccmなるを以て脂肪量0.1%に該當する各度目間の距離内地製壘は米國製品に比し著しく短小にして之れが爲め脂肪層の精確なる讀取困難なるに基因するものと謂ふべし, 是の如きを以て若しバブコック壘にして最高10%迄のものたらしめんと欲せば其頸部の口徑を米國協定法に準據し8%の場合に比し2%に相當するだけ之を延長せしめざる可らず(之れが爲め8%壘に適合せる遠心力器を應用するを得ざるに至るやも許りがたし), 若し然らずして單に8%(米國協定法)の如き端數を避け10%となさんが爲め管長を同一にし管徑のみを増大せしむるが如きは最も誤れるものなるべし

次に脱脂乳の場合に就きて之を觀るに全乳用ブチロメートル及バブコック壘を以てせる成績は檢乳中の脂肪量1.0%以上のものに在りてはゲルベル及バブコック法中夫々普通讀取法による差0.05%以下のもの檢體13種中11種(84.6%)にして之を他の3重量法と比較するに何れもよく一致せる成績を示し殊にゲルベル法に在りては山下, 中江兩氏に従ひ補正を施したるものは3重量法と最もよく一致し普通讀取法によるものは幾分低き數値を示せり, 此現象は脂肪量1.0%以下少量となるに従ひ益顯著なるを認む

即ちゲルベル法中普通讀取法に於て脂肪量 0.5 % 以下の場合には常に他の正確なる 3 重量法の成績に比し著しく低き價を示し山下、中江氏の補正を施すも亦然り、此場合には寧ろバブコック法中普通讀取法の成績稍一致せる場合多きを認むるも本法も亦一定せず未だ確實と稱し難し、之を要するにゲルベル及バブコック兩法共に全乳を基礎として考案せられたるものなれば比重等の關係を異にする脱脂乳の場合に於ても亦同様に正確を期待するは寧ろ無理の要求なるべし而して内地製脱脂乳用バブコック壺の度目果して正確なりや否や之を檢定すること能はざりしも本器を以てせる成績はゲルベル法に比し更に一低層き價を示し到底用に堪へざるべきを思はしめたり

クリームを試験に際しては檢品中の脂肪量多くは 40% 以上なりしを以てクリーム用バブコック壺を以て其儘直ちに試験するを得ず、第 7 號檢品の外は何れも同量の水を混和したる後試験に供用せり、而して其成績は全乳の脂肪量程度に稀釋せるものを以て施行せる各法の夫れと比較的よく一致せり、ケムニッツ氏の 1.03 なる係數を乗するの可否は前記の成績のみにては未だ俄かに判定し難し

次にゲルベル及バブコック兩法の操作上の點に就きて觀るにゲルベル法は單に一回遠心力器に裝すれば足るもバブコック法は 3 回之を使用するの不便あり、且つ其試験壺はゲルベル氏ブチロメートルに比し破壊され易き感あり、然るにバブコック法はゲルベル法に比し短時間内に檢定し得るの便あり、且ゲルベル法に在りては試薬として硫酸及アミールアルコールを使用するもバブコック法に於ては單に硫酸のみなり此點はバブコック法の賞用せらるる最大理由となすべし、然れどもゲルベル法に於ては此アミールアルコールを加ふる所以のものは脂肪をして最純粹なる且つ透明に溶解せる状態に於て容易に析出せしめんが爲めにして畢竟バブコック法等の改良に外ならず、尙ほ同一檢體につき數回反復試験するにゲルベル法は殆ど毎次よく一致せる成績を示すもバブコック法に在りてはゲルベル法に比し此點幾分劣れるやの感あり、故に内務省令により採用すべき全乳中の脂肪檢定法としては現行ゲルベル法を以て最も適當なるものと信ず、アミールアルコールを使用せざる便あるの理由の下にゲルベル法を廢し新にバブコック法を採用せんとするが如きは最も誤れるものなるべし、但し之をゲルベル法に代用し得べき程度のものとなすは蓋し最も適當の所置なるべし

尙ほゲルベル法に於ては硫酸、牛乳、アミールアルコールの順序にブチロメートル中に注入すべく決して硫酸、アミールアルコール、牛乳又は他の順序に注入す可らず、若し其順序を誤るときは試験成績正確ならず、之れ夙にリッチモンド及オチャンネシー兩氏(Richmond u. O' Changhnessy; Analyst, 1893, S, 146)によりて證明せられ更にジークフェルド氏(Siegfeld; Molker-Zeitung (Hildesheim) 1899, S, 433)によりて確證せられたる所にして其原因は硫酸とアミールアルコールと作用して不明の化學的反應を生起し硫酸に不溶の物質(主としてアミーレン C_5H_{10})を生成するによるとせらる、故に余等はゲルベル法の應用に際しては常に前記の硫酸、牛乳、アミールアルコールの順序を遵守し施行せり、然るに内務省令による現行公定法として特に硫酸、アミールアルコール、牛乳の順序を採用せられたる眞因を知るに苦むものなるが此點は當然改正せざる可らざる所なりと信す、更に市販ゲルベル氏ブチロメートルは其劃度部の管徑區々にして一定せず時としては0.1%を示すべき劃線密接し爲めに脂肪層の讀取容易ならず従つて正確を缺く嫌あるものあり、之を實驗に徴するに脂肪0.1%に相當する劃度の全長は10mm以下ならざるを可とすべきを信す

結 論

叙上の成績及理由に従ひ結論すること次の如し

1. 内務省令により採用すべき全乳中の脂肪量検定法としては現行ゲルベル氏アチドブチロメートル法を以て最も適當なるものと信す
2. ゲルベル氏法により全乳中の脂肪量を検定するには硫酸、牛乳、アミールアルコールの順序に於てブチロメートル中に注入し析出せる脂肪層は上下兩メニスクスの底線に於て之を讀取し脱脂乳(1.0%以上)の場合に在りては山下、中江兩氏に従ひ0.05%を加算し補正するを可とすべし
3. 全乳中の脂肪量検定に對しバブコック氏法はゲルベル氏法に比し其正確度幾分劣れるが如しと雖も之をゲルベル法に代用し得るものと思考す
4. バブコック法に據り全乳中の脂肪量を検定するには米國協定法に準據せる全乳用壺を使用し析出せる脂肪層の最低部と最上部に於て讀取すべし、或は脂肪層の兩メニスクスの底線に於て讀取し之に0.2%を加算するも亦可なるべし

5. 脱脂乳中の脂肪量検定に對しては1.0%以上の含量の場合に在りては全乳用ブチロメートル及バブコック壺を用ひ全乳に準じ検定を施すときは共に正確なる成績を得べきも1.0%未滿殊に0.5%以下の含量の場合に在りてはゲルベル氏法は著しく低き數値を示し寧ろバブコック氏法稍優れるが如しと雖も本法も亦正確と稱し難し

6. クリーム中の脂肪量検定に對してはバブコック氏クリーム用壺を用ひ脂肪量35%以下の場合には檢體其儘につき又多量の脂肪を含有するものは同量の水を以て稀釋したる後之を全乳に準じ定量するときは嚴格なる正確度は之を期待し難きも大體に於て誤りなき成績を得べく尙ほ檢體を全乳の程度に稀釋したるものに就きゲルベル氏並にバブコック氏全乳檢定法を應用するも亦同じ

昭和二年六月

チタノツクスの毒性に関する調査報告

技 師 久 保 田 實

囑 託 野 添 英 夫

本年6月11日付衛醫第539號を以て衛生局長より照會に係る「チタノツクスを白粉として使用し衛生上の害否」に就き試験を施行したるに次の成績を得たり

本品は白色の粉末にして之を瓦斯焔上にて灰化するに約97.5%の灰分を残留せり、此灰分を凡て2酸化チタンとなす時は該物質は約58.5%のチタンを含有す可し

成書に依るに人工的に製造せる2酸化チタンは白色不定形にして味なき粉末なり、比重4.13—4.25にして水には溶解せず、灼熱せる後には鹽酸及稀硫酸にも溶解せず此酸化チタンは或量の水を取りて水酸化物を作るも灼熱すれば脱水して再び酸化チタンに歸る、此物質はアメリカ及スカンデナビアに多量に製産せられチタン白として鉛及亞鉛白に代用せらる、チタン白粉は前兩者よりも皮膚に對する附着力強く而も之等に比して輕し、毒性は全く無く空中に於ける影響を受くる事なく又硫化水素に依りて變色せず、又酸に對しても不變なりと云ふ

本官等の試験に依るも化學的働體に依りてチタノツクスは何等の變化を受けず、殊に鉛白は稀醋酸に溶解するにチタノツクスは之に溶解せず即ち鉛白に比するにチタノツクスは安定なる物質なるが如し

チタノツクスの大量を動物に經口投與するに急性中毒を惹起せず、故にチタノツクスは短時間内に動物の體内に於て毒性を逞くする溶解性の物質に變化する事なきものと認むるを得べし、然しながら此の物質を動物に連續投與して慢性の中毒を惹起するや否や其調査に長時日を要するを以て今直ちに決定し難し、之に反して溶解性の鹽化チタンなる時は酸化作用甚だ強くして局所作用も實驗に依るに甚だ強し、吸収作用としては動物の皮下に適用するに南京鼠に在りては其體重1gに對し鹽化チタン1mgは5時間以内に動物を致死せしめ其量減するに従ひ致死する迄の時間延長し0.4mgにては1乃至4日なり、次に家兎に鹽化チタンを經口投與するに動物は急性中毒に依りて

斃死せり、斯の如く溶解性の鹽化チタンに在りては強烈なる毒性有りと認むるを得べきもチタノツクスの如く強酸にも溶解せざる物質を身體の表面に塗布したる場合と弱酸殊に醋酸にも溶解する鉛白を塗布したる場合と全く同様と考へ得られざるを以て此場合チタノツクスが一部分體液中に溶解して血行内に吸収せられて鉛の如く慢性中毒を起こすものと信じ難し、又成書に依るもアメリカ及スカンデナビアに於ては既に酸化チタンを白粉として使用し居るが如くなれば酸化チタンなるチタノツクスを白粉として使用するも衛生上害なきものと思はるれ共慢性中毒に對する實驗上の根據無きを以て其の絶對的の害否を決定する事能はず

昭和二年七月

デリス石鹼の毒力調査報告

技 師 久 保 田 實
 囑 託 松 島 義 一
 同 一ノ倉 英二郎
 技 生 片 山 誠 意

本年8月18日付衛醫第770號を以て衛生局長より照會に係る「デリス石鹼の毒力」に
 關し調査試験を施行したるに次の成績を得たるを以て報告せんとす

第一章 緒 論

デリス石鹼は衛生局長より添附し來たれる歎願書に依れば次の成分を有す

ロテノーン 2% 樹脂 5% 石鹼 93%

右の組成中毒理學的に注意すべきものはロテノーンの他に尙ほ樹脂有るも理由書に
 依るにデリス石鹼製造者は其の毒力を主としてロテノーンに歸せしめ居るを以て先づ
 ロテノーンに就きて調査せる成績を記述して後に樹脂及デリス石鹼に論及せんとす

ロテノーンの毒力に關する文獻

ロテノーンの毒力に關する研究業績中にて詳細なるものは久保收氏の「魚藤成分の
 毒物學的研究」(東京醫學會雜誌第17卷, 明治36年)及石川武雄氏の「南洋の魚毒ツーパー
 の有毒成分の研究」(東京醫學會雜誌第31卷, 大正6年)なり而して石川氏は氏の製出せ
 るツボトキシンは久保氏のロテノーンとは化學的に異なる物質なりと論述し居れども
 刈米技師等(藥學雜誌500號, 大正12年)の研究に依れば兩者は全く同一物質に歸する事
 判明せり依つて石川氏のツーパーの毒成分に對する記述はロテノーン的作用に該當する
 ものと見做し得べし, 以下石川氏の「ツボトキシニン」と言ふ可き所を「ロテノーン」と記
 述したり

石川氏はロテノーンをオレーフ油中に0.3573%に溶解したるものを以て實驗したり
 之に依れば南京鼠はロテノーンを皮下注射するに全身の運動麻痺及呼吸麻痺にて致死
 せられ且つロテノーン特有の間代性痙攣を惹起す而して體重 10—20 g に對してロテ
 ノーン 2—3 mg は約 1 時間半にて動物を致死せり, 又家兔の靜脈内注射の場合には其

中毒症状南京鼠と同様にして最少致死量は體重 1 kg に對し 0.9mg にして皮下注射なるときは其30倍の 27.0 mg も何等の中毒症状なし又犬に就きても其中毒症状南京鼠と同様にして 2250 g の犬にロテノーン 5.4mg を 2 回に分け静脈内注射せるに致死せられ 53 mg の内服の場合には嘔吐激烈にして其後何等變化なしと言ふ

次に前田安之助氏の「新薬スカビゾンをもてせる疥癬治療に就いて」(皮膚科及泌尿科雑誌第25卷,第1號,大正14年)と言ふ論文に依ればロテノーンは人間に寄生する疥癬には有効なるも副作用として陰囊,陰莖包皮,腋窩及肛圍を刺戟して疼痛を發し又濕疹を誘發し或は特異體質の者には顔面等に飛散せるロテノーンにて發疹すと言ふ

石川氏の成績に依れば静脈内注射にてはロテノーンは激烈なる毒作用有るも皮下注射にては其毒性著しく降り内服の場合は更に一層弱きものの如し又前田氏の成績に依ればロテノーンは濕潤せる血管多き部位の皮膚に對し局所作用強き物質なるが局所より吸收せられて其爲に中毒致死する事なきが如し

要するにロテノーンは吸收し悪しき物質にして故意に血行中に送入すれば毒作用強く内服又は皮下注射にては毒性弱きものなるを知るを得べし

第二章 試験方法

ロテノーンは以上の如き薬理作用を有するも一般に研究の餘地有る藥物は試験方法の如何に依り多少其結果に異同を見るを免かれず本官等の試験方法に依るに家兔の最少致死量は石川氏の其よりも稍少なきものを得たり即ち石川氏はロテノーンをオレーフ油に溶解したれども本官等は先づ 5 % 葡萄糖液に 1 % にアラビアゴム末を投じて得たるゴム漿を用意し他に刈米技師の製精せるロテノーン 0.1 g を 100 mg のメツスコルペンに投入しアルコール 4 ccm に熱時溶解して後直ちに用意したるゴム漿を加へ 100ccm としたる液を試験に使用せり此液は白色を呈し 1 夜放置するに僅かにロテノーンの沈澱を生ずるものなり試験には必ず其日に調製したるもののみを用ひ決して前日のものを使用する事無し一夜放置したるものを以て試験したるに其毒性著しく低下するを見ればなり只本官等の調製せる乳劑中には 4 % のアルコールを含有するを以て此者の影響可有思推せらるれども對照試験に依りて何等其心配なき事を證明し得たり又石川氏の實驗の如くオレーフ油にロテノーンを 0.1 % に溶解して南京鼠に實驗をなし水

製乳劑に依る試験成績を對照せり

第三章 ロテノーンの毒力に関する實驗成績

第一 ロテノーンの南京鼠に對する試験

1. 腹腔内注射に依る試験成績(第1表参照)

第 1 表

| 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1gに對するロテノーン量 | 注射液濃度 | 經過 | 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1gに對するロテノーン量 | 注射液濃度 | 經過 |
|------|-------|---|----------------|-------|------------|------|-------|---|----------------|-------|------------|
| 1 | 25.0 | 雌 | 0.05 mg | 0.1 % | 6分後死 | 17 | 20.0 | 雌 | 0.00255 mg | 0.01% | {瀕死より蘇生 |
| 2 | 23.0 | „ | 0.03 „ | „ | 7分後死 | 18 | 33.0 | „ | „ | „ | „ |
| 3 | 24.0 | „ | 0.01 „ | „ | 12分後死 | 19 | 30.5 | „ | „ | „ | „ |
| 4 | 24.0 | 雄 | 0.005 „ | „ | 10分後死 | 20 | 23.0 | „ | 0.0026 „ | „ | 死 |
| 5 | 25.0 | 雌 | „ | „ | 9分後死 | 21 | 30.5 | „ | „ | „ | 死 |
| 6 | 23.0 | „ | 0.004 „ | „ | 13分後死 | 22 | 20.0 | „ | „ | „ | 死 |
| 7 | 20.5 | „ | 0.003 „ | 0.01% | 35分後死 | 23 | 25.0 | „ | „ | „ | {瀕死より蘇生 |
| 8 | 20.0 | „ | „ | „ | 25分後死 | 24 | 27.5 | „ | „ | „ | 死 |
| 9 | 20.5 | „ | 0.002 „ | „ | 生存 | 25 | 26.5 | 雄 | „ | „ | 死 |
| 10 | 20.0 | „ | „ | „ | „ | 26 | 24.0 | 雌 | „ | „ | 死 |
| 11 | 24.0 | 雄 | 0.0025 „ | „ | „ | 27 | 24.0 | „ | 0.00265 „ | „ | 死 |
| 12 | 22.0 | 雌 | „ | „ | „ | 28 | 25.5 | „ | „ | „ | {瀕死より蘇生 |
| 13 | 25.0 | „ | „ | „ | „ | 29 | 15.0 | „ | „ | „ | 死 |
| 14 | 20.0 | „ | „ | „ | „(以上10月3日) | 30 | 24.5 | „ | 0.0027 „ | „ | 死 |
| 15 | 29.5 | „ | „ | „ | 斃死 | 31 | 23.0 | „ | „ | „ | 死(以上10月4日) |
| 16 | 26.0 | „ | 0.00255 „ | „ | {瀕死より蘇生 | | | | | | |

以上の實驗成績に依るに腹腔内注射の場合はロテノーンの最少致死量は南京鼠の體重1kgに對し2.6—3.0mgの間に有り2.6mgに在りても7頭中僅かに1頭が瀕死より蘇生せるのみなり2.5mgのロテノーンは5頭中1頭を致死せしめ2.55mgにては何れも瀕死より蘇生し致死したるものなし依つてロテノーンの致死量は2.6mgと見るを得べし其中毒症狀は石川氏の記述と一致し呼吸麻痺にて斃死するを常とす而して死に到るものは必ず游泳狀の痙攣を起し蘇生するものは之を見ざりき

2. 皮下注射に依る試験成績(第2表参照)

第 2 表

| 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1gに對するロテノーン量 | 注射液濃度 | 經過 | 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1gに對するロテノーン量 | 注射液濃度 | 經過 |
|------|-------|---|----------------|-------|-------|------|-------|---|----------------|-------|----------|
| 32 | 22.0 | 雌 | 0.0026 mg | 0.01% | 中毒症狀輕 | 34 | 21.0 | 雌 | 0.003 mg | 0.01% | 僅かに呼吸侵さる |
| 33 | 24.0 | 雄 | „ | „ | „ | 35 | 25.5 | „ | „ | „ | „ |

| 動物 番號 | 體重 (g) | 性 | 體重 1g に對す るロテノーン量 | 注射液 濃度 | 經過 | 動物 番號 | 體重 (g) | 性 | 體重 1g に對す るロテノーン量 | 注射液 濃度 | 經過 |
|----------|-----------|---|----------------------|-----------|--------|----------|-----------|---|----------------------|-----------|-------------------------|
| 36 | 22.0 | 雌 | 0.004 mg | 0.01% | {呼吸麻痺し | 48 | 27.5 | | 0.005 mg | 0.01% | {瀕死より生 |
| 37 | 25.5 | „ | „ | „ | „ | 49 | 26.0 | 雄 | „ | „ | 1 時間後死 |
| 38 | 26.0 | 雄 | 0.0042 „ | „ | {瀕死より生 | 50 | 23.0 | 雌 | „ | „ | 30 分後死 |
| 39 | 25.0 | 雌 | 0.0043 „ | „ | „ | 51 | 22.0 | „ | „ | „ | 40 分後死 |
| 40 | 21.0 | „ | 0.0045 „ | „ | „ | 52 | 25.0 | „ | „ | „ | 1 時間後死 |
| 41 | 17.0 | „ | „ | „ | „ | 53 | 25.5 | „ | „ | „ | 30 分後死 |
| 42 | 31.5 | „ | „ | „ | „ | 54 | 27.5 | „ | „ | „ | 1 時間後死 |
| 43 | 22.0 | 雄 | 0.0047 „ | „ | „ | 55 | 23.0 | „ | „ | „ | 20 分後死 |
| 44 | 29.0 | „ | „ | „ | „ | 56 | 31.0 | „ | „ | „ | 1 時間後死 |
| 45 | 25.0 | 雌 | 0.0048 „ | „ | „ | 57 | 22.0 | 雄 | 0.0052 „ | „ | 30 分後死 |
| 46 | 27.0 | „ | 0.0049 „ | „ | 4 時間後死 | 58 | 28.0 | 雌 | 0.0053 „ | „ | 30 分後死 (以上10月 6日) |
| 47 | 28.0 | 雄 | „ | „ | {瀕死より生 | | | | | | |

第2表に依るにロテノーンの水製乳劑を皮下に注射する場合其最少致死量は南京鼠の體重 1kg に對し 5.0 mg なり, 4.9 mg にて瀕死より蘇生するもの有れど斃死するものあり其以下の量にては總て蘇生し最少致死量の約半量にては僅かに中毒症狀を呈す此の致死量を前實驗成績即ち腹腔内注射の場合に比すれば約2倍量に相當せり之を石川氏のロテノーンをオレーフ油に溶解したるものを以て南京鼠に皮下注射せる成績と比するに其差甚だ懸隔せり即ち石川氏の10—20g大の南京鼠にロテノーン2—3mgを注射し1時間半にて死せる場合を假に20gのものにロテノーン2mgとして計算するならば1kgに對しては100mgとなり本官等の成績との差甚だ大なり勿論石川氏の成績は最少致死量に非らざるも死に至る迄の時間の經過を見るに相匹敵するものと考えざるを得べし尙ほ次の實驗成績と對比するも注射液の調製法に依りて成績の異なる事明なり

3 對照試驗成績(第3表参照)

此實驗に在りてはロテノーンをオレーフ油に溶解して腹腔内に注射し前實驗の對照とせるものなりオレーフ油 100 ccm 中にはアルコール 4 ccm を含有す第3表動物 39 號より 71 號迄は概測試驗成績, 72 號より 93 號迄は致死量決定試験の成績なり

第 3 表

| 動物 番號 | 體重 (g) | 性 | 體重 1g に對す るロテノーン量 | 注射液 濃度 | 經過 | 動物 番號 | 體重 (g) | 性 | 體重 1g に對す るロテノーン量 | 注射液 濃度 | 經過 |
|----------|-----------|---|----------------------|-----------|--------|----------|-----------|---|----------------------|-----------|--------|
| 59 | 21.0 | 雄 | 0.0026 mg | 0.01% | {殆反應なし | 62 | 17.5 | 雄 | 0.004 mg | 0.01% | {殆反應なし |
| 60 | 17.0 | 雌 | „ | „ | „ | 63 | 25.0 | 雌 | 0.005 „ | „ | „ |
| 61 | 20.5 | „ | 0.003 „ | „ | „ | 64 | 18.0 | „ | 0.007 „ | „ | „ |

| 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1gに對するロテノーン量 | 注射液濃度 | 經過 | 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1gに對するロテノーン量 | 注射液濃度 | 經過 |
|------|-------|---|----------------|-------|------------|------|-------|---|----------------|-------|---------|
| 65 | 16.0 | 雌 | 0.01 mg | 0.1% | {少しく呼吸おかざる | 80 | 19.0 | 雌 | 0.028 mg | 0.1% | 死 |
| 66 | 20.0 | 雄 | 0.015 " | " | " | 81 | 23.0 | " | " | " | " |
| 67 | 22.0 | " | 0.02 " | " | " | 82 | 18.0 | 雄 | " | " | " |
| 68 | 27.0 | 雌 | " | " | " | 83 | 16.0 | " | " | " | " |
| 69 | 16.0 | " | 0.026 " | " | {瀕死より蘇生 | 84 | 20.0 | " | 0.029 " | " | " |
| 70 | 16.0 | " | 0.03 " | " | 3時間後死 | 85 | 27.5 | 雌 | " | " | {瀕死より蘇生 |
| 71 | 17.0 | " | 0.05 " | " | 1時間後死 | 86 | 19.0 | " | " | " | 死 |
| 72 | 20.0 | 雄 | 0.026 " | " | 5時間後死 | 87 | 17.0 | 雄 | " | " | " |
| 73 | 28.0 | 雌 | " | " | {瀕死より蘇生 | 88 | 27.0 | " | " | " | " |
| 74 | 18.0 | 雄 | " | " | " | 89 | 26.0 | 雌 | 0.03 " | " | " |
| 75 | 16.0 | " | " | " | " | 90 | 22.5 | " | " | " | " |
| 76 | 18.0 | " | 0.027 " | " | 死 | 91 | 22.5 | " | " | " | " |
| 77 | 17.0 | " | " | " | " | 92 | 25.0 | 雄 | " | " | " |
| 78 | 19.0 | " | " | " | " | 93 | 16.0 | 雌 | " | " | " |
| 79 | 21.5 | 雌 | " | " | " | | | | | | |

第3表に依るにロテノーンはオレーフ油乳劑の南京鼠の腹腔内注射に於ける最少致死量は體重 1kg に對し 27 mg なり之を水製乳劑に於ける成績 2.6 mg に比するに約 10倍量に相當せり此の關係よりして皮下注射の場合を類推せんに水製乳劑の皮下注射の試験成績は kg 當り 5 mg ならばオレーフ油乳劑ならば恐らく 50 mg に達するならん推定致死量は石川氏の南京鼠の試験例に稍近し即ちオレーフ油乳劑と水製乳劑とに於てロテノーンの致死量に著しき變化を認むるものなり

第二 ロテノーンの家兎に對する試験

1. 皮下注射試験(第4表参照)

第 4 表

| 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1kgに對するロテノーン量(mg) | 注射液濃度% | 經過 | 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1kgに對するロテノーン量(mg) | 注射液濃度% | 經過 |
|------|--------|---|---------------------|--------|--------------------------|------|--------|---|---------------------|--------|------------|
| 1 | 3000.0 | 雌 | 3.0 | 0.1 | {少時元氣衰弱翌日恢復 | 4 | 2150.0 | 雌 | 6.0 | 0.1 | {少時元氣衰弱後恢復 |
| 2 | 2000.0 | " | 4.0 | " | 異常なし | 5 | 2330.0 | " | 7.0 | " | 3時20分間後死 |
| 3 | 2400.0 | " | 5.0 | " | {突然ロテノーン特有の症狀を呈し横臥し翌日恢復す | 6 | 2260.0 | " | 15.0 | " | 4時間後死 |

皮下注射試験に依ればロテノーンの致死量は體重 1kg に對し 7 mg にて家兎を致死せしめ得るが如し之を南京鼠の最少致死量 5 mg に比するに稍近し、而して石川氏に依れば 27 mg のロテノーンは皮下適用の場合何等變化を與へずと言ふ南京鼠に於け

るオレーフ油乳劑と水製乳劑との差を家兎に適用して考察するに石川氏の乳劑にて27 mg のロテノーンは水製乳劑に依る致死量7 mg の10倍即ち70 mg より遙かに少なきを以て其作用のあらはれざるは明らかなる可し

2. 内用試験(第5表参照)

注射用と同様の方法にて作れる乳劑を作りて内服せしめたり但し動物8.9及13號にはアルコール5%のもの他は4%のものを用ひたり

第 5 表

| 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1kgに對するロテノーン量(mg) | 注射液濃度% | 經 過 | 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1kgに對するロテノーン量(mg) | 注射液濃度% | 經 過 |
|------|--------|---|---------------------|--------|--|------|--------|---|---------------------|--------|----------------|
| 8 | 2800.0 | 雄 | 15.0 | 0.1 | 特有の症狀を現し横轉するも2時間後恢復す 全く變化なし 一時元氣衰ふるも後恢復す | 11 | 2450.0 | 雄 | 30.0 | 0.1 | 一時元氣衰ふるも後恢復す |
| 9 | 2955.0 | 雄 | 20.0 | „ | | 12 | 1890.0 | „ | 35.0 | „ | |
| 10 | 2170.0 | „ | „ | „ | | 13 | 1880.0 | „ | 40.0 | „ | 一時元氣衰へ30分にて斃死す |

ロテノーンを家兎に内服せしむるに體重1kgに對し15.0mgにても重篤なる症狀を呈する事有れども其2倍量にても反つて症狀輕き事あり40.0mgにて之を致死せしめ得たり之を石川氏の犬の實驗に於て2kg餘大の犬に53mgを内服せしめて嘔吐をなしたるのみにて何等變化なしと言ふ結果と比するに稍毒性強きが如し

3. 靜脈内注射試験(第6表参照)

第 6 表

| 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1kgに對するロテノーン量(mg) | 注射液濃度% | 經 過 | 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重1kgに對するロテノーン量(mg) | 注射液濃度% | 經 過 |
|------|-------|---|---------------------|--------|---|---------------------------------|--------|---|---------------------|--------|------------|
| 14 | 2070 | 雌 | .5 | 0.1 | 一時元氣衰弱40分後には歩行す 一時元氣衰弱50分後歩行す | 20 | 2100 | 雄 | 0.9 | 0.1 | 注射後直ちに斃死せり |
| 16 | 2400 | „ | 0.6 | „ | | 21 | 1980.0 | „ | 1.0 | „ | |
| 17 | 2480 | „ | 0.7 | „ | 特異の中毒症狀を惹起し4時間後恢復歩行せるも翌朝斃死せり 注射後5分にして死せり | 對照試験、アルコール0.1ccm、水2.0ccmを靜脈内注射す | | | | | |
| 19 | 1920 | „ | 0.8 | „ | | 22 | 2200 | 雄 | „ | „ | 何等の變化を認めず |

家兎の靜脈内注射試験に依れば體重1kgに對し0.7mgのロテノーンは動物を致死せしむ其以下の量にては致死せしむる場合も有れど生存するものも在りて一定せず其中毒症狀は南京鼠の夫と異なる所なく又石川氏の記載とも一致せるを認めたり而して其致死量に到りては石川氏の夫は體重kg當り0.9mgにして本官等の成績0.7mgより

少しく大なれども南京鼠の試験に於てオレーフ油乳劑及水製乳劑の成績の差ほど著しからず之を皮下注射の場合の致死量 kg 當り 7 mg と比するに約 1/10 に相當せり之を又石川氏の皮下注射試験成績即ち 0.9 mg の 30 倍の 27 mg の皮下注射は何等變化を家兔に認めずと言ふ成績と比較するに相當に異なる成績と言はざるを得ず

中毒症状

實驗例, 家兔, 雌, 體重 2150 g (9月 12 日)

午後 0 時 45 分 1.3 ccm のロテノーン液(純ロテノーン 1.3 mg 含有)を注射す
 45 分 55 秒 跚跚たる歩行をなす
 46 分 10 秒 横轉す
 47 分 20 秒 游泳狀痙攣を惹起し 4 肢を動かす事頗りなり啼泣する事 4 回に及び 4 肢の痙攣尙持續し呼吸困難を來たす
 57 分 呼吸數 1 分中 10 回
 1 時 6 分 ,, 6 回
 30 分 ,, 4 回喘鳴有り
 40 分 呼吸淺表なりと雖も其數増加し 40 回となる
 2 時 0 分 喘鳴増す
 5 分 呼吸止まると同時に赤色血液様の液を鼻腔より出す

右動物を剖見するに肺の兩葉に出血斑を多數認めたり

第四章 ロテノーンの毒力に関する實驗成績總括及デリス石鹼の毒力に對する實驗成績

以上のロテノーンの毒力に関する實驗成績中最少致死量のみを再録すれば第 7 表の如し其表中の數字は總て動物の體重 1 kg. に對するロテノーンの致死量を mg にて表したるものなり而して水製ロテノーン液とは本官等の方法に依りて作製したるロテノーン乳劑にしてロテノーンオレーフ油とは 0.1 % にロテノーンをオレーフ油に溶解したる液なり

第 7 表

| 動物種類 | 注射液種類 | 腹腔内注射 | 皮下注射 | 内用 | 靜脈内注射 |
|------|------------|---------|--------|---------|--------|
| 南京鼠 | 水製ロテノーン液 | 2.6 mg | 5.0 mg | — | — |
| | ロテノーンオレーフ油 | 27.0 mg | — | — | — |
| 家兔 | 水製ロテノーン液 | — | 7.0 mg | 40.0 mg | 0.7 mg |

ロテノーンは以上の僅少なる實驗に於ても先人の記載の如く靜脈内注射なる時は毒力強く内用の場合は著しく弱き事を認め得たり即ち家兔に就きて見るに靜脈内注射の

場合の致死量を1とすれば内用の場合の夫は其約57倍なり蓋しロテノーンは水には難溶にして消化管よりの吸収は著しく遅延するものなる事明らかなり家兎と人類とは其抵抗力異なるも其関係を類推するに難からず假に兩者の抵抗力を同一と見做し家兎の内用の場合の致死量を人類に應用せんか50kgの體重を有する人に對してロテノーン2gを投與すれば致死せしめ得るものなり

翻つてデリス石鹼を見るに此物質は有効成分ロテノーンを2%含有するを以て100gのデリス石鹼中にはロテノーン2gを含有す従つて100gのデリス石鹼は即ち一人を致死せしめ得るものなり然るにデリス石鹼中にはロテノーン以外に尙ほ樹脂を含有するを以て此物が毒理學的無爲の物質ならばデリス石鹼の致死量は純ロテノーンの致死量と一致すべき理なり此関係を明らかにせんが爲にデリス石鹼其物を水溶液となし家兎に内服せしめ其の致死量を調査したり第8表は其實験成績なり而してデリス石鹼中のロテノーンを2%として其換算量をも併記したり

第 8 表

| 家兎番號 | 體重(g) | 性 | 體重 1kg に對する デリス石鹼量(g) | 同上ロテノーン 換算量(mg) | 經 過 |
|------|-------|----|--------------------------|--------------------|---|
| 23 | 2660 | 雌 | 2.5 | 50.0 | 服用後2時間目にロテノーン特有の症狀を呈し其後3時間5分にて斃死せり |
| 24 | 1930 | 雄 | 2.5 | 50.0 | 12分後ロテノーン特有の症狀を呈し1時間10分にて斃死せり |
| 25 | 2040 | 逸す | 2.0 | 40.0 | 1時間5分にしてロテノーン特有の症狀を呈し2時間5分にして斃死せり |
| 26 | 2200 | 雌 | 1.5 | 30.0 | 42分にて症狀を發し2時間2分にして斃死す口部より血性液をもらせり剖見的には肺に點狀出血多數存せり |
| 27 | 1750 | „ | 1.0 | 20.0 | 35分後症狀を呈し2時間半後尙ほ呼吸し翌朝斃死せるを發見す剖見的に肺内た充血甚し |
| 28 | 2060 | 雄 | 1.0 | 20.0 | 午前9時5分に内服せしめ同10時30分に症狀を發し翌朝斃死せるを發見す |
| 29 | 1610 | 雌 | 0.5 | 10.0 | 午前9時25分に内服せしむ當日は症狀を認めず翌日午後尙ほ生存せるも翌々日に到りて斃死せるを發見す剖見上胃内容物は白色の粘膜を以ておほはれ居たり |
| 30 | 2520 | „ | 0.5 | 10.0 | 午前11時10分に内服せしむ當日異常なく翌日食慾不良なりしも次第に恢復して生存せり |
| 31 | 2700 | „ | 0.25 | 5.0 | 何等異常なく活潑に生存す |

第8表の實驗成績に見るが如く家兎の體重1kgに對しデリス石鹼0.5g即ちロテノーン換算量10mgにても家兎を致死せしむる毒力を有す即ち純ロテノーンの場合に

比しデリス石鹼としたる場合のロテノーンは毒力遙かに強きが如き結果となれり従つてデリス石鹼の毒力はロテノーンの含量の多きか又は他の有毒物質の混在を意味するものなり依つて先づ第一にデリス石鹼中のロテノーンの含量を知る事肝要なり其が實驗を施行したるを以て成績を掲ぐれば次の如し

デリス石鹼中のロテノーン及樹脂の含量測定

デリス石鹼末 20 g をソクスレット氏浸出器に採り最初にエーテル 150 ccm を以て浸出し後ベンツォール 150 ccm にて浸出し其浸出液の殆ど着色せざるに依り之を中止し兩浸出液の溶劑を餾去し残留せる越幾斯様物質を秤量せるに 1.23 g なり此物はロテノーン及樹脂より成れるものにして 100 分比にすれば 61.5% に當れり但し此浸出に際しては石鹼の妨害に依り充分なる還流を行はざりしが故に多量の損失は免かれず上記越幾斯様物質を最初アルコール 5 ccm にて後にはエーテル 5 ccm にて洗滌し樹脂様物質を除去し微黄色の粉末となし之を秤量せるに 0.36 g なり此物質は殆ど純ロテノーンにして 100 分比とすれば 1.8% に相當せり従つて樹脂様物質は 4.35% なり

此化學試験の成績より見るにデリス石鹼中のロテノーン含量は 2% を越して居らざるを以てデリス石鹼自己の毒性はロテノーンの含量の變化に依らずして之に混和する有毒物質の作用と見るを得べし而して有毒物質と考ふ可きは樹脂なるも石鹼其物と雖も多量に内用する時は生體に對して無爲に非らず然れども此物がロテノーンの毒性を著しく増強するものとは考へ得ざるも胃腸粘膜の粘液物質を溶解し去りロテノーンと粘膜との接觸を良好ならしむる作用は存するものなれば此點を以て石鹼はロテノーンの毒性を増強すると言ふを得べきも尙ほ石鹼は生體に對して無爲の物質と見做せば残るものは樹脂たらざる可からず此樹脂の含量も化學的試験に依るに呈出せられたる分析表の含量と大差なし而して石鹼中の樹脂は製造行程中デリス根よりロテノーンと共に來たりたるものと見做す事を得べし何となればロテノーンを純粹に製出して後に石鹼を製造するが如きは最も不利益なるものなれば不純なるロテノーン即ち樹脂を含有せるロテノーンを使用したるものと推定し得べければなり實際は石鹼中より樹脂を取り出して實驗すべきものなれどもデリス石鹼中の樹脂はデリス根中の樹脂と見做し得べきを以て本官等は刈米技師等がデリス根より製出したる樹脂に就て動物實驗を施行

し其樹脂の毒力を検索したり、第9表は樹脂の毒力試験成績なり樹脂は4ccmのアルコールに溶解したるものに水を加へて100ccmとなしたる白色乳劑にして試験の度毎に作製せり

第 9 表

| 動物番號 | 體重(g) | 性 | 體重 1kg に対する デリス根樹脂量(mg) | 經 過 |
|------|-------|---|----------------------------|--|
| 28 | 3150 | 雌 | 40.0 | 呼吸に少しく異常あるも死せず |
| 29 | 1970 | 雄 | 40.0 | 呼吸困難となるも死せず |
| 30 | 2100 | 雌 | 60.0(アルコール2%) | 多少症状を發したるも死せず |
| 31 | 2441 | „ | 60.0 | 20分にてロテノーンの如き游泳状痙攣を發し45分にて斃死せり剖見上肺充血著しく胃粘膜も亦犯かざる |
| 32 | 2630 | „ | 80.0 | 服用後43分にして呼吸頻數となり斃死せり坐骨神經を刺戟するに尙ほ筋痙攣を起せり |
| 33 | 2300 | „ | 100.0 | 内服後19分にして呼吸遏止す何等特異の症状なく漸次麻痺に移行せり |

此の實驗成績に依れば樹脂も毒性有るを知る即ち内服に於て家兎は體重1kgに對し樹脂60—80mgの間にて致死せらる故に純ロテノーンに比し少し弱毒性なり中毒症状は主として中樞神経系麻痺にしてロテノーンに必ず見るが如き特異の游泳状の痙攣を見ざるも一例に在りては之を見たり之は樹脂よりロテノーンを全く除去する能はざるに依るものならん

此の如く樹脂も有毒性なればデリス石鹼の毒性はロテノーンと樹脂との協力作用に依るものなる事明らかなりデリス石鹼の家兎に對する致死量を見るに體重1kgに對しデリス石鹼0.5—1.0gにして含有せるロテノーン及樹脂に換算すればロテノーン10—20mg及樹脂25—50mgなり此數字と先きに個々に見出したる致死量とを比較するに殆ど一致を見るものなり

第五章 結 論

以上の實驗成績に依るにデリス石鹼の中毒症状は純ロテノーンの中毒症状に全く一致せり然れ共其毒力に至りては純ロテノーン2%含有せるものよりも遙かに有毒なり之は有毒物質樹脂の混在する結果にして之に依りて其毒力が増強せらるゝものなり家兎の内用試験に於てデリス石鹼は體重kg當り0.5—1.0gを以て動物を致死せしめ得るものにして之を人類に類推し見れば50kgの人一人を致死せしむるにデリス石鹼25

—50 gを要する計算となるものなり蓋し人類は其抵抗力家兎に及ばざれば或は之よりも少量のデリス石鹼にて充分致死せしめ得可けんも尙ほ相當に大量を要するものなる可し

以上の成績は一回に投與したるロテノーン又はデリス石鹼の中毒現象を研究したる結果なるを以て慢性中毒の場合に就きては言及する事を避けたり、而して純ロテノーンは單に一回の投與に於ても生體を致死せしむるに少量にて足れるを以て劇物として取扱ふ事の妥當なるものと思はるゝもロテノーン2%及樹脂5%含有のデリス石鹼に至りては生體殊に人間を致死せしむるに相當に大量を要する計算なれば之を劇物より除外するも可なりと信せらる、而して大量に非らざるに於ては致死せらるゝ事なくとも相當に強き中毒症状を惹起するものなれば其等の誤用を避くる爲に其中に不快なる臭氣を發する揮發性の物質を加へしむれば尙ほ一層意を安ずるに足る可し或は然らずんばデリス石鹼中より大部分の樹脂を除去せしむれば其毒力を輕減し得るを以て此物は劇物より除外し得べし

昭和二年十一月

フルアクリル酸並パラアミドアツォベンツォール外數種藥物の醬油に對する防腐効力比較試験成績報告

技 師 衣 笠 豊
技 手 服 部 安 藏

昭和2年7月2日附衛發第261號を以て衛生局より照會に係るフルアクリル酸の調査事項中醬油に對する防腐効力に就きては同時に施行せる安息香酸の試験成績と共に既に報告せるところなるも爾後パラアミドアツォベンツォール、桂皮酸、芥子油、樹脂酸蒼鉛、樹脂酸石灰及ベタナフトール等の醬油に對する防腐効力に就き比較試験を行ひたるを以て稍重複の感あるも便宜上更に此等試験成績を總括して之を報告せんとす

1. 試 験 方 法

醬油(市販印)に水を加へてポメ15度(比重1.1152)に稀釋し一は該稀釋醬油を直接試料に供し他は之に1/10量の腐敗醬油(綿にて濾過せるもの)を混じ各200ccmを硝子壺に取り之に可檢藥物を種々の割合に混じたるもの及び對照として全く藥物を加へざるもの等を作り紙帽にて覆ひ針にて數個の穴を穿ちフルアクリル酸並に安息香酸の試験に於ては盛夏7—8月の際室内に放置しパラアミドアツォベンツォール、桂皮酸、芥子油等の驗試に於ては冬季11—12月の時期に於て30°の孵卵器中に保存せり

腐敗の程度は液面に菌の聚落を生じ遂に全面に及ぶか又は器物の邊緣に著明に黴様物質の附着を以つて度としたり

2. 防 腐 耐 久 率

前記試験方法により全く藥物を加へざるものと各種の藥物を添加せる試験成績を比較するときは其防腐効力の程度を概測し得べし即ち全く藥物を加へざる對照試料の腐敗に到りたる日數を以て各種藥物を加へたる試料の腐敗に到りたる日數を除せる商を防腐耐久率となし以て各種檢品の防腐効力比較對照に便せり

| | | | | | | | | | | |
|----|------|--|--|--|--------|--------|--------|---|---|---|
| 32 | 29.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 33 | 29.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 34 | 28.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 35 | 29.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 36 | 30.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 37 | 31.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 38 | 29.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 39 | 29.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 40 | 30.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 41 | 29.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 42 | 29.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 43 | 30.0 | | | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 44 | 25.0 | | | | 黴にて覆はる | 黴を生ず | ” | ” | ” | ” |
| 45 | 25.0 | | | | 中止 | ” | ” | ” | ” | ” |
| 46 | 25.9 | | | | | ” | ” | ” | ” | ” |
| 47 | 27.0 | | | | | 黴にて覆はる | ” | ” | ” | ” |
| 48 | 28.0 | | | | 中止 | ” | ” | ” | ” | ” |
| 49 | 27.0 | | | | | | 黴を生ず | ” | ” | ” |
| 50 | 28.0 | | | | | | ” | ” | ” | ” |
| 51 | 26.0 | | | | | | ” | ” | ” | ” |
| 52 | 25.0 | | | | | | ” | ” | ” | ” |
| 53 | 24.0 | | | | | | 黴にて覆はる | ” | ” | ” |
| 54 | 25.0 | | | | | | 中止 | ” | ” | ” |

備考 フルアクリル酸を一石に付き 85g 及 95g 割合に加へたるもの並にペタナフトール 0.005% 添加の試料は何れも試験著手後70日を経過せるも黴を生ぜざりき

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 |
|----------------|-----------|-------|-----------------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 6 日 | 1.0 | フルアクリル酸(石) 75g | 53 日以上 | 8.8 |
| フルアクリル酸(石) 35g | 16 日 | 2.7 | ” 85g | 70 日以上 | 10 以上 |
| ” 45g | 20 日 | 3.4 | ” 95g | 70 日以上 | 10 以上 |
| ” 55g | 44 日 | 7.3 | ペタナフトール(石) 9g(0.005%) | 70 日以上 | 10 以上 |
| ” 65g | 47 日 | 7.8 | | | |

第2表 腐敗醬油を加入せるもの

甲 表

| 日 數 | 溫 度 | 對 照 | 醬油1石に對するフルアクリル酸の添加量 | | | | | | 0.005%添加 |
|-----|------|--------|---------------------|------|------|------|------|------|----------|
| | | | 35g | 45g | 55g | 65g | 75g | 85g | |
| 1 | 30.0 | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし |
| 3 | 30.0 | 黴を生ず | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 4 | 28.0 | 黴にて覆はる | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 5 | 30.0 | 中止 | 黴を生ず | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 6 | 30.0 | | ” | 黴を生ず | ” | ” | ” | ” | 黴を生ず |

| 日 数 | 温 度 | 對 照 | 醬油 1 石に對するフルアクリル酸の添加量 | | | | | ベタナフトール 0.005%添加 | | |
|-----|------|-----|-----------------------|--------|--------|--------|--------|---------------------|------|--------|
| | | | 35 g | 45 g | 55 g | 65 g | 75 g | | 85 g | 95 g |
| 8 | 31.0 | | 黴にて覆はる | 黴を生ず | 黴を生ず | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 黴を生ず |
| 9 | 23.0 | | 中 止 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 11 | 26.0 | | ” | 黴にて覆はる | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 12 | 26.0 | | 中 止 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | 黴にて覆はる |
| 18 | 31.0 | | ” | ” | 黴にて覆はる | 黴を生ず | ” | ” | ” | 中 止 |
| 20 | 27.0 | | ” | ” | 中 止 | ” | ” | ” | ” | ” |
| 21 | 28.0 | | ” | ” | ” | 黴にて覆はる | ” | ” | ” | ” |
| 25 | 32.0 | | ” | ” | ” | 中 止 | ” | ” | ” | ” |
| 26 | 32.0 | | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 29 | 30.0 | | ” | ” | ” | ” | 黴を生ず | ” | ” | ” |
| 39 | 29.0 | | ” | ” | ” | ” | 黴にて覆はる | 黴を生ず | ” | ” |
| 40 | 30.0 | | ” | ” | ” | ” | 中 止 | ” | ” | ” |
| 46 | 25.0 | | ” | ” | ” | ” | ” | 黴にて覆はる | ” | ” |
| 47 | 27.0 | | ” | ” | ” | ” | ” | 中 止 | ” | ” |

備考 本試験中の温度は第1表と全く同一なるを以つて必要とせざるものは之を省略せり醬油 1 石に對し檢體 95 g 添加せるものは試験著手後70日を経過せるも黴を生ぜざりき

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日数 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日数 | 防腐耐久率 |
|-----------------|-----------|-------|-----------------|-----------|--------|
| 對 照 試 料 | 4日 | 1.0 | フルアクリル酸(石) 75 g | 38日 | 9.0 |
| フルアクリル酸(石) 35 g | 8日 | 2.0 | ” 85 g | 46日 | 13.0 |
| ” 45 g | 11日 | 2.8 | ” 95 g | 70日以上 | 17.0以上 |
| ” 55 g | 20日 | 5.0 | ベタナフ 石 9 g | | |
| ” 65 g | 25日 | 6.2 | トール 0.005% | 11日 | 2.8 |

前表に示す如くフルアクリル酸は稍多量を用ふるときは腐敗醬油を加へたる場合と然らざるとに論なくよく其腐敗を防止し得るものにして石 50 g 以上より著るしく其防腐能力を高むるものゝ如く或は製造者の唱ふるが如く石 65 g を以て充分防腐の目的を遂げ得べきものならんか

2. 安息香酸の防腐効力試験

第3表 腐敗醬油を加へざるもの

甲 表

| 日 数 | 温 度 | 對 照 | 醬油 1 石に對する安息香酸の添加量 | | | | |
|-----|------|------|--------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | | | 45 g(12%) | 60 g(15%) | 75 g(20%) | 94 g(25%) | 113g(30%) |
| 1 | 30.0 | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし |
| 2 | 31.0 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 3 | 23.0 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |

| | | | | | | | |
|----|------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 4 | 23.0 | 黴を生ず | ” | ” | ” | ” | ” |
| 5 | 26.0 | ” | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず |
| 6 | 28.0 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 7 | 32.0 | 黴にて覆はる | ” | ” | ” | ” | ” |
| 8 | 31.0 | 中止 | ” | ” | ” | ” | ” |
| 9 | 31.0 | | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | ” | ” |
| 10 | 31.0 | | 中止 | 中止 | 中止 | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる |
| 11 | 29.0 | | | | | 中止 | 中止 |

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 |
|--------------|-----------|-------|--------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 6 日 | 1.0 | 安息香酸(石) 75 g | 9 日 | 1.5 |
| 安息香酸(石) 45 g | 9 日 | 1.5 | ” 94 g | 10 日 | 1.7 |
| ” 60 g | 9 日 | 1.5 | ” 113 g | 10 日 | 1.7 |

第4表 腐敗醬油を加入せるもの

甲 表

| 日 數 | 溫 度 | 對 照 | 醬 油 1 石 に 對 する 安 息 香 酸 添 加 量 | | | | |
|-----|------|--------|------------------------------|-------------|-------------|-------------|--------------|
| | | | 45 g (12 匁) | 60 g (15 匁) | 75 g (20 匁) | 94 g (25 匁) | 113 g (30 匁) |
| 1 | 30.0 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし |
| 2 | 21.0 | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | ” | ” | ” |
| 3 | 23.0 | 黴にて覆はる | ” | ” | 黴を生ず | ” | ” |
| 4 | 23.0 | 中止 | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | ” | ” | ” |
| 5 | 26.0 | | | | ” | 黴を生ず | ” |
| 6 | 28.0 | | | | ” | ” | 黴を生ず |
| 7 | 32.0 | | | | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | ” |
| 8 | 31.0 | | | | 中止 | 中止 | 黴にて覆はる |
| 9 | 31.0 | | | | | | 中止 |

乙 表

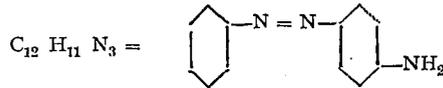
| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 |
|--------------|-----------|-------|--------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 3 日 | 1.0 | 安息香酸(石) 75 g | 7 日 | 2.3 |
| 安息香酸(石) 45 g | 4 日 | 1.3 | ” 94 g | 7 日 | 2.3 |
| ” 60 g | 4 日 | 1.3 | ” 113 g | 8 日 | 2.7 |

前記の如く安息香酸は其添加量の増加に比例して防腐効力を増大せず比較的効力微弱なり

3. パラアミドアツォベンツォールの防腐効力試験

本品はテール色素にして黄褐色の粉末状を呈し水には極めて微量に酒精にはよく溶

解し次の構造を有す



本品は衛生的無害なる醤油防腐劑として栗山捨三氏によりて報告（九州帝國大學工學彙報第2卷第2號,昭和2年6月）せらるゝところにして酒精溶液又は重曹と混和細粉狀となして混入するときは1萬分の1添加程度にて防腐の目的を達し得と云ふ

前記調製醤油にパラアミドアツォベンツォールを細粉末狀となし1石に對し18g, 45g, 60g, 90g 及び 180g の割合に加へ更に重曹混和物として送附せられたる檢體を其の指示するところに従ひ1升につき1匁即ち石100匁(375g)の割合に添加し更に對照としてベタナフトールを石9g 添和せるものを試験せり

第5表 腐敗醤油を加入せざるもの

甲 表

| 日數 | 對 照 | 醤油1石に對するパラアミドアツォベンツォール添加量 | | | | | 重曹添加檢體 | ベタナフトール |
|----|-------------|---------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | | 18g(0.01%) | 45g(0.025%) | 60g(0.032%) | 90g(0.05%) | 180g(0.1%) | 石375g | 石9g(0.005%) |
| 1 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし |
| 3 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 6 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 9 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 13 | 邊緣に黴 物發生 | 邊緣に黴 物發生 | 邊緣に黴 物發生 | 邊緣に黴 物發生 | " | " | " | " |
| 15 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 18 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 21 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 23 | 同上著明 | 同上著明 | 同上著明 | 同上著明 | 邊緣に黴 物發生 | 邊緣に黴 物發生 | 邊緣に黴 物發生 | " |
| 27 | " | " | " | " | 同上著明 | 同上著明 | " | " |
| 30 | " | " | " | " | " | " | 同上著明 | " |
| 33 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 36 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 39 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 43 | " | " | " | " | " | " | " | " |

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 |
|-----------------------|-----------|-------|-----------------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 23 日 | 1.0 | パラアミドアツォベンツォール(石) 90g | 27日 | 1.2 |
| パラアミドアツォベンツォール(石) 18g | 23 日 | 1.0 | " 180g | 27日 | 1.2 |
| " 45g | 23 日 | 1.0 | " 重曹(石)375g | 30日 | 1.3 |
| " 60g | 23 日 | 1.0 | " 混和物 | | |
| | | | ベタナフトール(石) 9g(0.005%) | 43日以上 | 1.9以上 |

第6表 腐敗醬油を加入せるもの

甲 表

| 日數 | 對 照 | 醬油1石に對するバラアミドアツォペンツォール添加量 | | | | | 重曹添加 檢體(石)375g | ベタナフトール(石) 9g(0.005%) |
|----|--------|---------------------------|-------------|-------------|------------|------------|-------------------|--------------------------|
| | | 18g(0.01%) | 45g(0.025%) | 60g(0.033%) | 90g(0.05%) | 180g(0.1%) | | |
| 1 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | |
| 2 | " | " | " | " | " | " | " | |
| 3 | 黴を生ず | 黴を生ず | " | " | " | " | " | |
| 4 | " | " | " | " | " | " | " | |
| 5 | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 殆んど黴にて覆はる | 殆んど黴にて覆はる | 殆んど黴にて覆はる | 殆んど黴にて覆はる | " | |
| 6 | 中 止 | 中 止 | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴を生ず | |
| 7 | | | 中 止 | 中 止 | 中 止 | 中 止 | " | |
| 8 | | | | | | 殆んど黴にて覆はる | " | |
| 9 | | | | | | 黴にて覆はる | " | |
| 15 | | | | | | 中 止 | 黴を生ず | |
| 16 | | | | | | | 殆んど黴にて覆はる | |
| 17 | | | | | | | 黴にて覆はる | |
| 18 | | | | | | | 中 止 | |

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 |
|-----------------------|-----------|-------|-----------------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 5 日 | 1.0 | バラアミドアツォペンツォール(石) 90g | 6 日 | 1.2 |
| バラアミドアツォペンツォール(石) 18g | 5 日 | 1.0 | " 180g | 6 日 | 1.2 |
| " 45g | 6 日 | 1.2 | " 重曹混和物(石)375g | 9 日 | 1.8 |
| " 60g | 6 日 | 1.2 | ベタナフトール(石) 0.005% 9g | 17 日 | 3.4 |

前記試験成績に於けるが如くバラアミドアツォペンツォールを單獨に使用せるものは石 180g の大量に於ても殆んど効果を認め難く重曹混和物として調製者の提出に係はる檢體も石 375g に於て僅に防腐効力を認め得たるに過ぎず

第7表 腐敗醬油を加へざるもの

甲 表

バラアミドアツォペンツォールに等量の重曹を加へて粉末狀となせるものを次の如く加ふ

| 日數 | 對 照 | 醬油1石に對する檢體添加量 | | | | |
|----|----------|---------------|------|------|------|------|
| | | 18g | 36g | 90g | 120g | 180g |
| 1 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし |
| 13 | 邊緣に黴様物發生 | " | " | " | " | " |
| 16 | " | 邊緣に黴様物發生 | " | " | " | " |

| | | | | | | |
|----|------|------|----------|----------|----------|----------|
| 19 | ” | ” | 邊緣に黴様物發生 | ” | ” | ” |
| 21 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 23 | 同上著明 | ” | ” | ” | ” | ” |
| 28 | ” | 同上著明 | 同上著明 | 邊緣に黴様物發生 | 邊緣に黴様物發生 | 邊緣に黴様物發生 |
| 32 | ” | ” | ” | 同上著明 | 同上著明 | 同上著明 |

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | |
|--------------------|-----------|-------|--------------------|-----------|-------|-----|
| 對 照 試 料 | 23日 | 1.0 | バラアミドアツオペ ンツオール | 90 g | 32日 | 1.4 |
| バラアミドアツオペ ンツオール | 18 g | 28日 | 等量重曹混和物(石) | 120 g | 32日 | 1.4 |
| 等量重曹混和物(石) | 36 g | 28日 | ” | 180 g | 32日 | 1.4 |

第8表 腐敗醬油を加へせるもの

甲 表

| 日數 | 對 照 | 醬 油 1 石 に 對 す る 檢 體 添 加 量 | | | | |
|----|----------|---------------------------|----------|----------|----------|--------|
| | | 18 g | 36 g | 90 g | 120 g | 180 g |
| 1 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし |
| 2 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 3 | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | ” | ” |
| 4 | 殆ど黴にて覆はる | 殆ど黴にて覆はる | 殆ど黴にて覆はる | 殆ど黴にて覆はる | 黴を生ず | ” |
| 5 | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 殆ど黴にて覆はる | 黴を生ず |
| 6 | 中 止 | 中 止 | 中 止 | 中 止 | ” | ” |
| 7 | | | | | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる |
| 8 | | | | | 中 止 | 中 止 |

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | |
|--------------------|-----------|-------|--------------------|-----------|-------|-----|
| 對 照 試 料 | 5日 | 1.0 | バラアミドアツオペ ンツオール | 90 g | 5日 | 1.0 |
| バラアミドアツオペ ンツオール | 18 g | 5日 | 等量重曹混和物(石) | 120 g | 7日 | 1.4 |
| 等量重曹混和物(石) | 36 g | 5日 | ” | 180 g | 7日 | 1.4 |

前表に於けるが如く等量の重曹を加へて細末狀となせる檢體を加へたる試験成績に於ても亦更に効力を増加することなく其防腐効力を認め難し

4. 桂皮酸及桂皮酸曹達の防腐効力試験

第9表 腐敗醬油を加へざるもの

甲 表

| 日 數 | 對 照 | 醬油 1 石に對する桂皮酸添加量 | | | 醬油 1 石に對する桂皮酸曹達添加量 | | |
|-----|----------|------------------|------|------|--------------------|------|------|
| | | 18 g | 45 g | 90 g | 18 g | 45 g | 90 g |
| 1 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし |
| 6 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 9 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 13 | 邊緣に黴様物發生 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 15 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 18 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 21 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 23 | 同上著明 | ” | ” | ” | 邊緣に黴様物發生 | ” | ” |
| 27 | ” | ” | ” | ” | 同上著明 | ” | ” |
| 30 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 33 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 36 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 39 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 43 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 |
|------------|-----------|-------|--------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 23日 | 1.0 | 桂皮酸曹達(石) 18g | 27日 | 1.2 |
| 桂皮酸(石) 18g | 43日以上 | 1.9以上 | ” 45g | 43日以上 | 1.9以上 |
| ” 45g | 43日以上 | 1.9以上 | ” 90g | 43日以上 | 1.9以上 |
| ” 90g | 43日以上 | 1.9以上 | | | |

第10表 腐敗醬油を加入せるもの

甲 表

| 日數 | 對 照 | 醬油 1 石に對する桂皮酸添加量 | | | 醬油 1 石に對する桂皮酸曹達添加量 | | |
|----|----------|------------------|------|------|--------------------|------|------|
| | | 18 g | 45 g | 90 g | 18 g | 45 g | 90 g |
| 1 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし |
| 3 | 黴を生ず | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 5 | 黴にて覆はる | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 6 | 中 止 | ” | ” | ” | 黴を生ず | ” | ” |
| 8 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 9 | ” | ” | ” | ” | 黴にて覆はる | ” | ” |
| 10 | ” | ” | ” | ” | 中 止 | ” | ” |
| 15 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 16 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 17 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 26 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 33 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 37 | 邊緣に黴様物發生 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 43 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |

乙 表

| 検 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 検 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 |
|------------|-----------|-------|--------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 5日以上 | 1.0 | 桂皮酸曹達(石) 18g | 9日 | 1.8 |
| 桂皮酸(石) 18g | 37日以上 | 7.4 | ” 45g | 43日以上 | 8.6以上 |
| ” 45g | 43日以上 | 8.6以上 | ” 90g | 43日以上 | 8.6以上 |
| ” 90g | 43日以上 | 8.6以上 | | | |

前表の如く桂皮酸及其曹達鹽は腐敗醬油を添加せる場合に在りても亦比較的少量に於てよく防腐効力を發揮するを認め得べし而して兩者1石につき45g以上の場合には其防腐効力殆んど同様なるも18g程度に於ては桂皮酸は曹達鹽に比して遙かに強し之れ其曹達鹽18gは桂皮酸として15.7gに相當するを以つて2.3gだけ微量なるに基因するやも計り難し

5. 芥 子 油

第11表 腐敗醬油を加へざるもの

甲 表

| 日數 | 對 照 | 醬油1石に對する芥子油の添加量 | | | 日數 | 對 照 | 醬油1石に對する芥子油の添加量 | | |
|----|----------|-----------------|------|------|----|----------|-----------------|----------|------|
| | | 18g | 45g | 90g | | | 18g | 45g | 90g |
| 1 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 21 | 邊緣に黴標物發生 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし |
| 6 | ” | ” | ” | ” | 23 | 同上著明 | 邊緣に黴標物發生 | ” | ” |
| 9 | ” | ” | ” | ” | 30 | ” | ” | 邊緣に黴標物發生 | ” |
| 13 | 邊緣に黴標物發生 | ” | ” | ” | 34 | ” | 同上著明 | 同上著明 | ” |
| 15 | ” | ” | ” | ” | 33 | ” | ” | ” | ” |
| 18 | ” | ” | ” | ” | 43 | ” | ” | ” | ” |

乙 表

| 検 體 | 腐敗に至りたる日數 | 防腐耐久率 | 検 體 | 腐敗に至りたる日數 | 防腐耐久率 |
|------------|-----------|-------|------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 23日 | 1.0 | 芥子油(石) 45g | 34日 | 1.5 |
| 芥子油(石) 18g | 34日 | 1.5 | ” 90g | 43日以上 | 1.9以上 |

第12表 腐敗醬油を加入せるもの

甲 表

| 日數 | 對 照 | 醬油1石に對する芥子油添加量 | | | 日數 | 對 照 | 醬油1石に對する芥子油の添加量 | | |
|----|----------|----------------|------|------|----|------|-----------------|----------|-----|
| | | 18g | 45g | 90g | | | 18g | 45g | 90g |
| 1 | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 異狀なし | 26 | 同上著明 | 邊緣に黴標物發生 | 異狀なし | |
| 3 | 黴を生ず | ” | ” | ” | 29 | ” | ” | 邊緣に黴標物發生 | |
| 5 | 黴にて覆はる | ” | ” | ” | 33 | ” | 同上著明 | ” | |
| 6 | 中 止 | ” | ” | ” | 37 | ” | ” | ” | |
| 17 | 邊緣に黴標物發生 | ” | ” | ” | 43 | ” | ” | 同上稍著明 | |

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に至りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に至りたる日數 | 防腐耐久率 |
|----------------|-----------|-------|----------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 5日 | 1.0 | 芥 子 油 (石) 45 g | 33日 | 6.6 |
| 芥 子 油 (石) 18 g | 26日 | 5.2 | ” 90 g | 43日 | 8.6 |

上記調製供試醬油に芥子油を添加せるものは何れも其の直後強烈なる催涙性の刺戟臭を有するも翌日より漸次之を消失し數日後には全く異臭を留めず又腐敗醬油を添加せるもの、試験に於て其の黴の發生状態を見るに最初聚落を生じ漸次液面を覆ふに至るが如き一般の徑路をとることなく恰も腐敗醬油を添加せる試験に於けるが如く器壁より極めて徐々に黴様物質の發生を見るは興味ある事實にして芥子油は添加せる腐敗菌を殺滅する一種の殺菌作用を呈するものに非ざるやの感を懷かしむべく桂皮酸に亞ぐ防腐効力を認め得べし

6. 樹脂酸の蒼鉛及石灰化合體の防腐効力試験

樹脂酸の蒼鉛化合體は「リット」と稱し清酒防腐劑として創製せられたるものにして灰白色水に難溶性の粉末なり尙之を石灰鹽となしたるものと共に之を試験せり

第 13 表 腐敗醬油を加へざるもの

甲 表

| 日數 | 對 照 | 醬油 1 石に對する樹脂酸蒼鉛添加量 | | | 醬油 1 石に對する樹脂酸石灰の添加量 | | |
|----|----------|--------------------|----------|----------|---------------------|----------|----------|
| | | 18 g | 45 g | 90 g | 18 g | 45 g | 90 g |
| 1 | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし |
| 13 | 邊緣に黴様物發生 | 邊緣に黴様物發生 | 邊緣に黴様物發生 | 邊緣に黴様物發生 | 邊緣に黴様物發生 | 邊緣に黴様物發生 | 邊緣に黴様物發生 |
| 18 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 23 | 同上著明 | 同上著明 | 同上著明 | 同上著明 | 同上著明 | 同上著明 | 同上著明 |
| 30 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 38 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 43 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |

乙 表

| 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 | 檢 體 | 腐敗に到りたる日數 | 防腐耐久率 |
|-------------------|-----------|-------|-------------------|-----------|-------|
| 對 照 試 料 | 23日 | 1.0 | 樹 脂 酸 石 灰(石) 18 g | 23日 | 1.0 |
| 樹 脂 酸 蒼 鉛(石) 18 g | 23日 | 1.0 | ” 45 g | 23日 | 1.0 |
| ” 45 g | 23日 | 1.0 | ” 90 g | 23日 | 1.0 |
| ” 90 g | 23日 | 1.0 | | | |

第 14 表 腐敗醬油を加入せるもの

甲 表

| 日数 | 對 照 | 醬油1石に對する樹脂酸蒼鉛の添加量 | | | 醬油1石に對する樹脂酸石灰の添加量 | | |
|----|--------|-------------------|--------|--------|-------------------|---------|---------|
| | | 18g | 45g | 90g | 18g | 45g | 90g |
| 1 | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし | 異状なし |
| 3 | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず | 黴を生ず |
| 5 | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 殆黴にて覆はる | 殆黴にて覆はる | 殆黴にて覆はる |
| 6 | 中 止 | 中 止 | 中 止 | 中 止 | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる | 黴にて覆はる |
| 7 | | | | | 中 止 | 中 止 | 中 止 |

乙 表

| 檢 | 體 | 腐敗に到りたる日数 | 防腐耐久率 | 檢 | 體 | 腐敗に到りたる日数 | 防腐耐久率 |
|--------------|-----|-----------|-------|--------------|-----|-----------|-------|
| 對 照 | 試 料 | 5日 | 1.0 | 樹 脂 酸 石 灰(石) | 18g | 6日 | 1.2 |
| 樹 脂 酸 蒼 鉛(石) | 18g | 5日 | 1.0 | ” | 45g | 6日 | 1.2 |
| ” | 45g | 5日 | 1.0 | ” | 90g | 6日 | 1.2 |
| ” | 90g | 5日 | 1.0 | | | | |

上表に於けるが如く樹脂酸蒼鉛並に樹脂酸石灰は醬油に對しては殆んど何等の防腐効力を認め難し

今上記各種試験に於て得たる防腐耐久率を總括して比較對照すれば次の如し

第15表 防腐耐久率比較表

| 檢 | 體 | 腐敗醬油を加へざる者 | 腐敗醬油を加入せる者 | 檢 | 體 | 腐敗醬油を加へざる者 | 腐敗醬油を加入せる者 |
|------------------------|------|------------|------------|----------------|------|------------|------------|
| フルアクリル酸(石) | 35g | 2.7 | 2.0 | パラアミドアツオベンツオール | 18g | 1.2 | 1.0 |
| ” | 45g | 3.4 | 2.8 | 等量重曹混和物(石) | 36g | 1.2 | 1.0 |
| ” | 55g | 7.3 | 5.0 | ” | 90g | 1.4 | 1.0 |
| ” | 65g | 7.8 | 6.2 | ” | 120g | 1.4 | 1.4 |
| ” | 75g | 8.8 | 9.0 | ” | 180g | 1.4 | 1.4 |
| ” | 85g | 10.0以上 | 13.0 | 桂 皮 酸 (石) | 18g | 1.9以上 | 7.4 |
| ” | 95g | 10.0以上 | 17.0以上 | ” | 45g | 1.9以上 | 8.6以上 |
| ベタナフトール(石) (0.005%) | 9g | 10.0以上 | 2.8 | ” | 90g | 1.9以上 | 8.6以上 |
| 安息香酸(石) | 45g | 1.5 | 1.3 | 桂皮酸曹達(石) | 18g | 1.2 | 1.8 |
| ” | 60g | 1.5 | 1.3 | ” | 45g | 1.9以上 | 8.6以上 |
| ” | 75g | 1.5 | 2.3 | ” | 90g | 1.9以上 | 8.6以上 |
| ” | 94g | 1.7 | 2.3 | 芥子油(石) | 18g | 1.5 | 5.2 |
| ” | 113g | 1.7 | 2.7 | ” | 45g | 1.5 | 6.6 |
| パラアミドアツオベンツオール(石) | 18g | 1.0 | 1.0 | ” | 90g | 1.9以上 | 8.6 |
| ” | 45g | 1.0 | 1.2 | 樹脂酸蒼鉛(石) | 18g | 1.0 | 1.0 |
| ” | 60g | 1.0 | 1.2 | ” | 45g | 1.0 | 1.0 |
| ” | 90g | 1.2 | 1.2 | ” | 90g | 1.0 | 1.0 |
| ” | 180g | 1.2 | 1.2 | 樹脂酸石灰(石) | 18g | 1.0 | 1.2 |
| ” 重曹混和物(石) | 375g | 1.3 | 1.8 | ” | 45g | 1.0 | 1.2 |
| ベタナフトール(石) | 9g | 1.9以上 | 3.4 | ” | 90g | 1.0 | 1.2 |

4. 總 括

上記試驗成績中第1表より第4表に到るフルアクリル酸及安息香酸に關するものは盛夏の時期に於て可及的腐敗し易き状態に保ち室温に放置せるものにして其の腐敗状態は腐敗醬油を加へざるものに於ても極めて著明なりしと雖も第5表より第14表に到る試驗成績は冬季寒冷の時期に於て孵卵器内に於て30°に保ちて試驗せるものなるが故に腐敗醬油を加へざるものに於ては其の腐敗の程度状況は前者に比し極めて不明瞭にして液面は微にて覆はるゝか又は微様聚落の浮遊を認むること少く器壁より漸次微様類白色物質の發生を看るのみにして其の増殖極めて徐々なりしも腐敗醬油を添加せるものにありては之に反し其の腐敗の状態夏季に行ひたるものと冬季に於けるものと兩者殆ど相一致せりこの現象は前者は夏季腐敗に最も適應せる時期に於て試驗せるものなるを以て室温に於て空中に散在せる多種多量の腐敗菌混入の機會多きを想像し得べく後者は冬季腐敗作用の最も衰へたる時期に於て且つ孵卵器内に放置せるものなるを以て其混入の機會も少く従つて前者に比して著しく腐敗現象の衰微せるを推測し得べし

前述の如く自然状態に保ち外界より腐敗菌類の混入を待ちて行ひたる試驗成績にありては時期及試驗方法によりて其の腐敗程度に著しき差異を生ずべきも一定の腐敗菌即ち腐敗醬油を混加せる試料を以て行ひたる成績にありては時期並に方法等によりて其腐敗程度に差異を生ずること比較的尠し故に醬油の防腐効力を正確に試験すべき方法としては最も腐敗し易く且つ比較試験に便せんがため水にて稀釋しボーマ15度(比重約1.120)となせる醬油に純粹培養によりて得たる數種の腐敗菌を一定量添加すべきを理想とすと雖も其の實施に當りては到底其繁に堪えざるべきを以て成るべく同一種類の腐敗醬油を綿にて濾過せるもの1/10量を加へ30°に於て其の腐敗に到りたる迄の日數を檢定し防腐耐久率を求め相互比較對照するを可とすべし勿論上記試験に於ける1石に對する各種藥物の添加量は腐敗し易き稀釋試料を用ひたるものなるを以て實際上醬油其物に對する防腐日數は當然延長すべく又供試醬油の種類によりても多少の相違を來すべきは免れ難しと雖前記稀釋醬油を標準とし試験するを以て最も安全なりと思考す

5. 結 論

上記試験成績により桂皮酸、桂皮酸曹達、芥子油、フルアクリル酸等は明に防腐効力を認め得べきも其の他のものに於ては殆ど其効力を認め難し

昭和三年一月

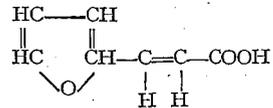
フルアクリル酸並桂皮酸の毒力に関する 調査試験報告

技 師 久 保 田 實
囑 託 一ノ倉英二郎

昭和2年7月2日附衛發第261號を以て衛生局長より照會に依るフルアクリル酸の調査事項中其防腐効力に就きては既に衣笠技師が調査報告したれども其毒力に就いては本官等が爾來調査續行中の處次の成績を得たり尙ほ参考の爲め同時に桂皮酸に就きても實驗したるを以て併て之が成績を報告せん

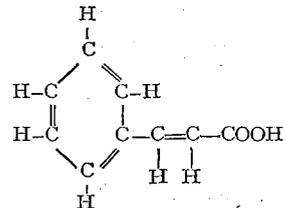
第一章 緒 論

フルアクリル酸は化學的に次の構造を有し白色にして水には僅かに溶解する性質有り光線に依りて徐々に着色する



缺點有るに依り之を防ぎ且つ溶解性を大ならしむる爲め曹達鹽として販賣せらる本官

等は此フルアクリル酸曹達を以て實驗したり、此フルアクリル酸の構造を看るに次の如き桂皮酸の化學構造式を聯想せしむ



兩者の構造式を比較するに側鎖は全く同一にして核に於てベンツォール核及フラン核の差有るのみなり、故に藥理的にも多少類似の作用有る可きは想像するに難からず、掌つて本官がサリチール酸及安息香酸の比較研究(引用文獻1)を施行したる時も構造上より藥理作用を類推したるがフルアクリル酸及桂皮酸の關係と異なり核が同一にして側鎖が異なるものなり、此の如く側鎖が同一にして核の異なる場合に於て其核に於て著しき變化の無き限り作用も稍似通ひ居るならんも側鎖の僅かなる變化に依る作用の差よりも著しき變化は免ぬかれざる可し

以上は構造上よりの比較研究に桂皮酸を對照とせるものなれども尙ほ桂皮酸は多少防腐効果を有するものなれば(引用文獻2, 3, 4)彼我對照して研究しフルアクリル酸

の毒性の位置を決定するも亦便法なりと信す

第二章 試験方法及試験成績

フルアクリル酸曹達(古川製)及桂皮酸曹達(メルク製)の水溶液を以て南京鼠(皮下及腹腔)及家兔(静脈内及内服)に對する致死量を比較決定せり而して其結果のみを記述すれば次の如し

第 1 表 南京鼠に對する皮下注射試験成績

| | | 體重 1g 當り mg 量 | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------------------|--------|------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 | 0.6 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 1.3 | 1.4 | 1.5 | 1.6 | 1.7 |
| フルア クリル 酸曹達 | 實驗總數 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | | | | | | | |
| | 右の内生存數 | 6 | 6 | 5 | 2 | 2 | | | | | | | | | | | | |
| | 右の内死亡數 | | | 1 | 4 | 4 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | | | | | | | |
| 桂皮酸 曹達 | 實驗總數 | | | | | 3 | 3 | 6 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 7 | 4 | 1 |
| | 右の内生存數 | | | | | 3 | 3 | 6 | 7 | 7 | 7 | 6 | 3 | 2 | | | | |
| | 右の内死亡數 | | | | | | | | | | | 1 | 4 | 5 | 7 | 7 | 4 | 1 |

第 2 表 南京鼠に對する腹腔内注射試験成績

| | | 體重 1g 當り mg 量 | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------------------|--------|------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 | 0.6 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 1.3 | 1.4 | 1.5 | 1.6 | 1.7 |
| フルア クリル 酸曹達 | 實驗總數 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | | | | | | | |
| | 右の内生存數 | 5 | 5 | 4 | 1 | 3 | | | | | | | | | | | | |
| | 右の内死亡數 | | | 1 | 4 | 2 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | | | | | | | |
| 桂皮酸 曹達 | 實驗總數 | | | 1 | 1 | 5 | 5 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 3 | | |
| | 右の内生存數 | | | 1 | 1 | 5 | 5 | 6 | 6 | 4 | 2 | 2 | | | | | | |
| | 右の内死亡數 | | | | | | | | | 2 | 4 | 4 | 6 | 6 | 6 | 3 | | |

第 3 表 家兔に對する内服試験成績(1 回投與に依る)

| | | 體重 1kg 當り g 量 | | | | | | | | | | | | | | |
|-----------------|--------|------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|--|
| | | 1.0 | 1.1 | 1.2 | 1.3 | 1.4 | 1.5 | 1.6 | 1.7 | 1.8 | 1.9 | 2.0 | 2.5 | 3.0 | 5.0 | |
| フルア クリル 酸 | 實驗總數 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | | 1 | | |
| | 右の内生存數 | 1 | 1 | 1 | | | 1 | | | | | | | | | |
| | 右の内死亡數 | | | | 1 | 1 | | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | | 1 | | |
| 桂皮酸 曹達 | 實驗總數 | | | | | | 1 | | | | | 2 | 1 | 1 | 1 | |
| | 右の内生存數 | | | | | | 1 | | | | 2 | | | | | |
| | 右の内死亡數 | | | | | | | | | | | | 1 | 1 | 1 | |

第 4 表 家兔に對する静脈内注射試験

| | | 體重 1kg 當り g 量 | | | | | |
|-------------------|--------|------------------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | 0.5 | 0.6 | 0.7 | 0.8 | 0.9 | 1.0 |
| フルア クリル 酸曹達 | 實驗總數 | 3 | 2 | 6 | 4 | 4 | 4 |
| | 右の内生存數 | 3 | 2 | 5 | 2 | 2 | |
| | 右の内死亡數 | | | 1 | 2 | 2 | 4 |

第 1 表南京鼠に對する皮下注射試験成績に據ればフルアクリル酸曹達の最少致死量は體重 1g に對し 0.6

mg, 桂皮酸曹達の夫は 1.4mg にしてフルアクリル酸曹達は桂皮酸曹達よりも毒性強

し而して其中毒症状を見るに 0.05—0.08 mg にては何等認む可き症状なけれども 0.1—0.3 mg に到れば正常時に比して運動緩慢となり尙ほ増量するに従ひ運動不活潑となり 2 時間後には横位となせば直ちに正常位に復すれども歩行自由ならず 4 時間後に到りて運動全く止む 0.8—1.0 mg にては動物は 3 時間前後にて急劇なる運動を起し横轉して 1,2 分にして呼吸中止す

第 2 表南京鼠の腹腔内注射試験の成績に依ればフルアクリル酸曹達の最少致死量は體重 1g に對し 0.6 mg, 桂皮酸曹達の夫は 1.2 mg なり此成績は皮下注射試験成績と殆んど一致し唯桂皮酸のみ稍少なき値を得たり一般に皮下及腹腔の適用の差違に依りて多少致死量に差を生ずべき筈なるにフルアクリル酸曹達は兩者同一なるは奇なり以上は南京鼠に對する試験成績なるも此處に擧げたる致死量は 100% 致死せしむる量にして致死量以下にても動物に依りて致死せしめ得る場合も有るものなれど此點に關しては記述を省略せり

第 3 表家兎に對する内服試験成績に依ればフルアクリル酸曹達の最少致死量は體重 1 kg に對し 1.3 g にして桂皮酸曹達の致死量は 2.0—2.5 g の間にありて毒性フルアクリル酸より弱し靜脈内注射試験(第 4 表)にてはフルアクリル酸曹達の最少致死量は體重 kg 當り 1.0 g にして内服の場合より稍なし桂皮酸曹達の靜脈内注射試験は尙ほ多量の藥液を注入せざる可らざるを以て致死量を簡單に決定し得ざりき

第三章 總 括

以上少數の實驗成績に依るにフルアクリル酸の毒力は桂皮酸より強し而して其結果のみを再録すれば次の如し

第 5 表

| 動物種類 | 注射液種類 | 皮下注射 | 腹腔内注射 | 内服 | 靜脈内注射 |
|------|---------|------|-------|-----|-------|
| 南京鼠 | フルアクリル酸 | 0.6 | 0.6 | | |
| | 桂皮酸 | 1.4 | 1.2 | | |
| 家兎 | フルアクリル酸 | | | 1.3 | 1.0 |
| | 桂皮酸 | | | 2.5 | |

第 5 表の數字は動物の體重 1kg に對する藥物の g 數を示すものなり

之に依れば化學構造上より類推したる毒性と少しく隔りあるも之は即ちフラン核とベンツォール核との差違に依るものにして即ち側鎖の同一なる時は

フラン核を有するものが毒性強きものなる事判明せり而して毒性と防腐効果は常に必

すしも併行するにあらず衣笠技師の調査試験に依ればフルアクリン酸は桂皮酸に劣るが如しと言ふ

次にフルアクリル酸を醤油の防腐剤として使用し日常人體中に攝取する場合に慢性中毒を起こすや否やに就きては其試験を施行せざれば何等斷定的に言及し得ざるも以上の動物試験に依れば蓋しフルアクリル酸は決して劇烈なる毒性を有するものに非ず家兎の體重 1 kg に對しフルアクリル酸 1 g を内服せしむる時は動物を殆んど致死せしむるが故に人體と家兎とは其抵抗力異なるも假に同一とすれば 50 kg の人一人を致死せしむるに 50 g を要する計算となるものなりフルアクリル酸を醤油の防腐剤として使用する量を 1 石に對し 65 g とし人一日約 7 勺の醤油を攝取するとせばフルアクリル酸曹達 0.05 g を攝取する事となり此量は致死量の約 1000 分の 1 に當れり故に量的の關係に於ては恐らく人體に對して障害を起こす事無からんか

引用文獻

1. 衛生試験所彙報 第 28 號 大正 15 年 3 月
2. Th. Bokorny, Chem. -Ztg. 28, 989. (1904).
3. Y. Kozai, Chem. Zentralblatt 1906, I, 1758.
4. H. Serger, „ „ 1914, I, 1516.

昭和二年十二月

水の鹽素消毒と菌量の問題に就て

技 師 佐 藤 徠 作

1894年ローベルト、コッホ及びトラウベに依りて漂白粉に於ける鹽素の消毒に就き始めて報告せられてより、鹽素消毒の實驗に關しては多數の報告出でたり、余も亦職責上日々種々なる消毒藥の優劣可否の檢定に従事せるが故に此鹽素消毒に關して種々なる實驗を行へり、其經驗に依れば他の消毒藥に比較して鹽素の如何に有効なるか、又特に水の消毒に於て上水は勿論、河水或は井水等各種の水に對し鹽素の大いに有効なる事實を認めたるのみならず、其他諸種の飲食物例へば魚類、野菜、果實等並に食器の消毒に於ても亦有効なる事實を認め居れり、而も斯の如く有効なる消毒力を有する鹽素は毒物試験の結果に於ては毒性少くして、他の消毒藥に比較するも毒性極めて少量なるが故に日常吾人の使用すべき消毒藥として推奨するに足るものなるを認め居れり

然しながら鹽素消毒の效果のみ論ずるは時代遅れの感あり、何んとなれば既に鹽素消毒は今や研究室より街頭に出でて商人のパンフレットとなりて世に行はれる程の状態に在り、從ひて本報告は鹽素の一も二もなく有効なると云ふ點に止まらず、寧ろ鹽素消毒の實施に際して起り得べき危險を豫防するを主なる目的として行ひたる實驗上の知見を上水協議會の席上に於て講演せしものなり

前述せるが如く鹽素の實驗研究は既に多數の學者に依りて研究し盡され夫れ夫れ其學者の立場より之れを世上に紹介せられ廣く一般に應用せらるゝものゝ如し、然に鹽素消毒を實施するに當りては或は其實施方法に統一を缺ぐ所無しとせず、在來の鹽素に關する實驗の後を索るに多數の學者に依りて行れたる鹽素消毒の實驗に於ても亦其實驗方法並に實驗成績に或る場合には大なる相違あるを認め得るなり、其一例として茲に表示すること第1表の如し

表に依り極端なる實驗例を擧ぐれば第一に擧げたる Selter 及び Hilgers の實驗成績

| | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-----|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 0.5 | ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| 0.4 | ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| 0.3 | ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| 0.2 | ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| 0.1 | ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |

注釋 以下各表に於て菌量多き場合と記載せるはリデアル・ウオーカー試験法に於ける使用菌量を意味し、菌量少き場合と記載せるは同試験法に於ける使用菌量の 1000 萬倍稀釋菌量を意味す、菌種は凡て同一大腸菌株なり

上水に使用さるる鹽素量は普通 0.3—0.5 P.P.M. にして非常に多き場合と雖へども 1 P.P.M. を超えず、故に其 1 P.P.M. 以下の鹽素量を以て消毒力の實驗を行へり其成績は第 2 表に依りて明瞭なるが如く 24 時間までの作用時間に於ては一の消毒力をも現はし得ず、次に然らば幾何量の鹽素を以てすれば 24 時間以内に消毒力を現はし得るかを知らるる目的を以て普通上水に使用せらるる鹽素量よりも遙に多き鹽素量を以て實驗するに第 3 表の如き成績を得て、24 時間以内に消毒力を表はし來るは 10 P.P.M. 以上を使用したる場合なり、10 P. P. M. なる鹽素量は上水使用鹽素量に比較すれば少くとも 10 倍以上に相當せり

第 3 表 含有菌量多き上水の消毒に對する使用鹽素量測定試験成績

| 作用時間 有効鹽素量 | | 2.5' | 5' | 7.5' | 10' | 15' | 20' | 30' | 1° | 2° | 3° | 4° | 5° | 6° | 24° |
|---------------|---|------------|----|------|-----|-----|-----|-----|----|----|----|----|----|----|-----|
| | | 100 P.P.M. | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 80 ” | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 ” | + | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 40 ” | + | + | + | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 20 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | - | - | - | - | - | - | - |
| 10 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| 8 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 6 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 4 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |

即ちリデアル・ウオーカーの方法に従ふ時は第 3 表に示すが如く上水使用鹽素量に於ては 24 時間経過するも何等殺菌力、消毒力を現はし得ざる事實を認め得べし

如斯成績を得たるは勿論在來の實驗に比較して主として實驗方法の相違するが故にして而も菌量の問題に大なる關係あるを想像せり、依つてこの目的に向ひて本實驗を進めたり即ち菌量を種々變化して或は菌量の非常に多き場合或は菌量の非常に少なき場合等に據りて比較實驗せり其成績は第 4 表なり

第10表 B 低温(3—8°)に於て含有菌量少き上水の消毒に要する使用鹽素量測定試験成績

| 作用時間 有効鹽素量 | 1000 萬 倍 稀 釋 菌 液 | | | | | | | | | | | | | |
|---------------|------------------|----|------|-----|-----|-----|-----|----|----|----|----|----|----|-----|
| | 2.5' | 5' | 7.5' | 10' | 15' | 20' | 30' | 1° | 2° | 3° | 4° | 5° | 6° | 24° |
| 0.9 P.P.M. | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 0.7 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 0.5 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 0.3 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 0.1 ” | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| K | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |

第 10 表によりて明なるが如く、第一の事實は菌量の非常に少き場合には低温に於ても使用鹽素量は少量にて可なり、即ち 0.9 P.P.M. 以下に於ても消毒力を現はせり、第二の事實は菌量非常に多き場合には温度の影響は殆んど之を認めざるも菌量少なき場合には二次的に温度の影響を來す事實を認めたるなり

以上の諸實驗に依り水の消毒に際しては菌量の問題を輕視し得ざるものなることを認むるに足る可く即ち水を消毒せんとする場合には豫め水中に含有する菌量を知り其菌量に依りて水に幾何の鹽素を使用すべきかを決定するは水質によりては是非必要なる操作なりと云ふべし、隨て以上試験に使用したる各リデアル・ウオーカーの原液の稀釋液を平盤培養に附して其中に含まるゝ所の菌量を計算せり、第 11 表は即ち其成績

第11表 平板培養に依り水の含有菌量を測定せる試験成績

| 平板培養番號 | 菌液稀釋度 培養菌量 | 1000 萬 倍 稀 釋 菌 液 | | | | |
|----------------|---------------|------------------|-------|-------|-------|--------|
| | | 100 倍 | 1 萬倍 | 10萬倍 | 100萬倍 | 1000萬倍 |
| No. 1 | 1.0 ccm | ∞ | ∞ | 23868 | 3264 | 471 |
| 2 | ” | ∞ | ∞ | 27540 | 2128 | 393 |
| 3 | ” | ∞ | ∞ | 31672 | 4828 | 421 |
| 4 | ” | ∞ | ∞ | 26316 | 4556 | 377 |
| 5 | ” | ∞ | ∞ | 25092 | 3954 | 306 |
| 1 ccm 中平均集落數 | | ∞ | ∞ | 26897 | 3946 | 393 |
| 6 | 0.1 ccm | ∞ | 25344 | 2992 | 280 | 33 |
| 7 | ” | ∞ | 22464 | 10404 | 420 | 39 |
| 8 | ” | ∞ | 25344 | 4876 | 370 | 46 |
| 9 | ” | ∞ | 24768 | 6320 | 435 | 49 |
| 10 | ” | ∞ | 25920 | 10404 | 435 | 49 |
| 0.1 ccm 中平均集落數 | | ∞ | 24768 | 6999 | 265 | 43 |
| 1ccm 中總平均集落數 | | ∞ | | 48949 | 3801 | 413 |

昭和三年二月

なり

該表に従ふ時は 1000 萬倍稀釋液の菌數は 413 に相當せり即ち消毒せんとする水が平盤培養に於て 413 以下の菌數を現はす場合初めて現在上水に使用さるゝ鹽素量に於ても消毒完全なりと稱し得べきものなりと信す

市販乳酸菌製劑の細菌學的試験報告

技 師 佐 藤 徠 作
 技 手 小 西 隆 平
 同 川 端 男 勇
 嘱 託 林 倉 一
 技 生 廣 羽 利 根 夫

目 次

| | |
|------------------|------------------------|
| 第一章 緒 論 | 第五節 牛乳培地通過に依る分離試験 |
| 第二章 乳酸菌の記載並に其分類法 | 第六節 酸性培地通過に依る分離試験 |
| 第一節 乳酸菌の記載に就て | 第四章 分離乳酸菌の分類及動物實驗 |
| 第二節 乳酸菌の分類に就て | 第一節 一般生物學的性狀に依る分類 |
| 第三章 乳酸菌の分離 | 第二節 糖類分解能力に依る分類 |
| 第一節 在來の乳酸菌分離法に就て | 第三節 分離乳酸菌の毒性に關する試 驗 |
| 第二節 余等の乳酸菌分離法に就て | 第五章 總 括 |
| 第三節 試験材料に就て | 文 獻 |
| 第四節 直接分離試験 | |

第一章 緒 論

歐洲，亞細亞，阿弗利加等の遊牧人種は古來乳酸菌乳を愛用し之を常食として食卓に供へたりと言ふ，而して其多くは牛乳，山羊乳等を自然に醗酵せしめたるものにして其名稱も亦地方によりて異れり，例へば埃及に於ける *Leben raib*，バルカン半島に於ける *Yoghurt*，ロシアの高原地方に於ける *クームス kumys*，高索地方に於ける *ケフェール Kefir* 等の乳酸菌乳出でたれ共何れも牛乳或は馬乳を醗酵せしめたるものなり，その他アルメニアに於ては *メザン Majun*，羅馬及希臘に於ては *オキシガラ* 及び *キストン Oxygala und Chiston*，アルゼリヤ地方の *レート Rayet*，印度の *ダディ Dadhi* 等あり。

乳酸菌乳に就て在來の細菌検査成績を見るに有害なる細菌を分離したる例皆無なるには非ざれ共大體に於ては能く乳酸菌の分離證明に成功したるものの如し

然るに現今市場に於ける乳酸菌製劑中に往々乳酸菌の検出の有無によりて其の製劑の眞價竝に含有菌の人體に及ぼす價值を論せらるゝもの無しとせず、製劑の應用大なるに従ひ及ぼす衛生上の影響も亦小ならざるが爲ならん、當路者の注意を要すべきところなりと信ず、今諸種乳酸菌乳及乳酸菌製劑等に於ける在來の細菌検査成績例の大略を記すれば下の如し、Rist u. Khoury⁽¹⁾ は 1902 年エヂプトの Leben より *Streptococcus lebnis*, *Bacillus lebnis*, *Mycoderma lebnis* 等の細菌を分離し、1906 年 Dügge⁽²⁾ は Majun より *Coccus*, *Long bacillus*, *Bacterium Majun* 等を得たり、1906 年 Grixoni⁽³⁾ はサルヂニヤの Gioddu より *Bact. sarodus* を分離し、1908 年 Luerssen u. Kühn⁽⁴⁾ は Yoghurt より *Bacillus bulgaricus*, *Bacillus granuleux* 及び *Diprococcus* を分離し、Beijerinck⁽⁵⁾ は Kefir より *Bacillus caucasicus* を検出し得たり、轉じて我國に於ける成績を見るに、大正 7 年石黒氏⁽⁶⁾ は當時の市販乳酸菌製劑四種類と米國マルフォード會社のブルガヤ製品とに就て分離試験を行ひたるに日本製品に於てはブルガリヤ菌検出悉く陰性に終り、獨りマルフォード製品のみにてブルガリヤ菌を検出證明せりと報告す、但し *Streptococcus lactis acidii* 類似菌は日本製品よりも易く分離し得たりと言ふ、大正 12 年植木氏⁽⁷⁾ は内務省衛生試験所に於て市販乳酸菌製劑の 4 種に就て分離試験を行ひ、乳酸形成菌として Grotenfeld 氏の乳酸連鎖球菌に屬する双球菌及びヂュクロー氏チロトリックスに近似せる枯草菌屬桿菌の兩者か或は其の内何れかを分離したりと報告せり、然るに翌大正 13 年菱刈氏⁽⁸⁾ は Yoghurt, Lactostase, Biocaltin, Calpis, Bulgarin, Glycolactin, Biolaxin 及 Lactin の諸製劑に就て細菌試験を行ひたるに、或る種の乳酸菌製劑よりは毎常乳酸菌を分離し得れども、乳酸桿菌は枯草菌屬の雜菌に妨害せられ、ブルガリヤ桿菌と一致するものを認め得ず、技術の未熟なるを悲み或は果して製劑中に眞の乳酸菌存在するやを疑ひ一時分離を放棄せんとさへ窮したるも、熟練するに従ひて、前記材料よりブルガリヤ桿菌及多數の類似菌並に顆粒桿菌を分離し得たりと發表せり又大正 14 年鐵道省衛生試験所⁽⁹⁾ は Hepalactin, Glycolactin, Lactostase, Biofermin, Entherol, Biolaxin より乳酸菌の分離試験を行ひ大略次の結論を下せり

(1) 札幌鐵道病院使用の Entherol 中には乳酸菌は全く死滅し、Hepalactin, Glycolactin, Lactostase 中には一種の乳酸菌のみ生存す

- (2) 東京鐵道病院使用の Lactostase 中には乳酸菌は全く死滅し, Biofermin には一種の乳酸菌生存す
- (3) 神戸鐵道病院使用の Lactostase 中には乳酸菌全部死滅し, Biofermin には乳酸菌一種生存す
- (4) 仙臺鐵道病院使用の Lactostase 中には乳酸菌は全く死滅し, Biofermin には乳酸菌一種生存す
- (5) 神戸鐵道病院大阪分院使用の Lactostase 中には乳酸菌全く死滅し, Biofermin には乳酸菌一種生存す
- (6) 門司鐵道病院使用の Biofermin には乳酸菌一種生存す
- (7) ブルガリヤ菌は各病院使用中の製劑より一つも認むるを得ず, 唯僅かに衛生試験所保存のものに認めしのみ
- (8) 主體とせる乳酸菌以外の菌種大多數は枯草菌屬にして次で双球菌とす
- (9) 乳酸桿菌の形態は乳酸菌の一種バチルス, ラクナックス, エロゲネスに類似せるも鑑別上の斷定難し
- (10) 検出乳酸菌と其他の検出雑菌との共棲試験を行ひたるに全部發育せり
- (11) 以上検査せる乳酸菌製劑中全部が菌の生存せるものは一種類にして, 甚しきものは全滅し單に雑菌のみなるは治療上使用に際しては顧慮すべきものにして時々検査を反復し生存を確認するを要す

而して吾々の試験に使用したる材料は現在の市販品として集め得る全部の品に就て在來の試験者の成績に鑑み實驗方法にも留意し分離し得たる乳酸菌に就ては進でその生物學的性狀の試験並に動物試験を行ひ更に免疫血清學的の試験にも移りつゝあれども茲には其第一報を發表するものなり

第二章 乳酸菌の記載並に其分類法

第一節 乳酸菌の記載に就て

乳酸菌に關する細菌検査例へば分離試験或は進で本菌に關する實驗又は研究を行はんとするに當りて最も留意すべきは乳酸菌に關する在來の記載並に其分類法なりと信ず, 何となれば乳酸菌として在來報告記載せられたるものゝ數實に多く 100 種類を越

ゆべしと稱せられ其間に大いに統一を缺き異名同菌株なるものあり、或は異菌同名のもの無しとせず、或は細菌學的系統及性狀闡明ならざるものあり、或は同一菌種にして學者によりて菌の性狀に関する記載に相違あり、假に誤りたる記載に従ふときは思はざる實驗の誤謬を來すべければなり、乃ち茲に特に本章を設けたる所以なり、今乳酸菌に関する記載の主要なるもののみを概記するに次の如し

第一 乳酸鏈菌屬

1. *Streptococcus pyogenes* seu *erysipileatos* Flügge⁽¹⁰⁾

該菌は著しく固形及液體培養基に於て酸を形成す、バセット氏は乳酸の他揮發性脂肪酸を證明せり

2. *Streptococcus acidilactici* Grotenfeld⁽¹¹⁾, *Streptococcus acidilactici* Kruse, Bact. Günther u. Thierfelder⁽¹²⁾, Bact. lactis acidilactici Leichmann⁽¹³⁾, *Bacillus acidicus* Kruse, *Streptolacticus* Kruse⁽¹⁴⁾, Kosai⁽¹⁵⁾ *Bacillus acidilactici*

固有運動なき連鎖状菌にして嫌氣性條件に於て發育尤も佳良なり、其形態短桿菌にして概して Ovalkokken として長さ 1μ 幅 $0.5-0.6\mu$ 多數の小さき連鎖状をなし其兩端稍々尖型若くは圓形を示す、グラチン刺穿培養は其刺穿溝に於てのみ厚き白色絲狀の菌形を發育せしむ、グラチン平面培養は點樣聚落をなし無糖培地に於ては其聚落 0.5 mm 以下なり、加糖培地に於ては幾分の増大を認む、而して加糖培地中乳糖培地に於て酸形成最も顯著なり、寒天平板培養に於ては恰も小さき雨滴狀を呈し透明なるも臆て酸の形成による白色濁濁に依りて蔽はる、ブイヨン培養基に於ては無糖の場合は其濁濁微弱なるも加糖の場合は著明なり、されど菌膜を生ぜず牛乳培養基にては凝固強度にして葡萄糖及乳糖より右施性乳酸を形成し而して乗除の酸を形成することなし、瓦斯、アルコール共に發生せず、其他尙マルトローゼ、サッハローゼ、アラビノーゼ、マンニト、グリセリンは培養盛なる時は醱酵す、然し同一培養を長期繼續せる場合には之に影響を與ふ、馬鈴薯培養基上には發育僅微而してシーエルベツケ⁽¹⁶⁾氏 (Schierbeck) は酸形成の曲線及酸形成微弱の種族の培養に就て研究せり、シュワイツエル氏によれば酸形成 $0.37-0.47\%$ 容量と稱す

3. *Streptococcus brassicae* Wehmer⁽¹⁷⁾

酸菜より得たる菌株並に牛乳より得たる菌株は其沈降性の凝固能力が乳糖を醱酵し牛乳を凝固せしめるものにして特記すべきものなり、蔗糖葡萄糖は共に醱酵佳良なり酸菜醱酵の際に發生する瓦斯は本菌に因るに非ず、アデルボルド氏に據れば該菌は非光施性乳酸を產生す

4. Streptokokken der Euterentzündung der Rinder Kitt ⁽¹⁸⁾

形態並に生物學的性狀は著しく鏈菌屬に類似せる所多し、勿論これは一の變形なるものとして記載せらる、グラーチン培養上にては其表面に細小美麗なる帶白色をなせるものにして、僅に擴がれる被覆を有し其刺穿溝に於ては羽毛狀をなす、牛乳凝固に於ては往々汚黄白色塊を生ず、モルケの黄色若しくは赤色化するは之れ故なり、牛乳及葡萄糖を分解し右施性乳酸及炭酸を、アルブミン、ペプトンを分解し、醋酸、酪酸アンモニヤ等の痕跡形成す

5. Streptokokken der Langenwei ⁽¹⁹⁾

該菌は絲狀粘稠性牛漿より分離せらる其牛漿はケーゼ製造に當りて應用せらるるものなり

又本菌培養基の粘稠性質には種々差異あり、而してシュミット、ミュンヘン氏によりて粘稠性牛乳より本菌を見出せり、Sohau は之を *Streptohollandicus* の名稱を附せり、該菌は運動なくグラム染色陽性、牛乳或は牛乳ペプトン加グラーチンに於てのみ發育す、牛乳培地に在りては 25° に 13—15 時間培養後に於て既に絲狀粘稠性となり而して酸形成と沈澱を起し恰も少量の血清が甚しく絲狀粘稠性なると同様なり（グラーチン液化に關して何等の記載なし）

6. Streptokokken Hagenberg Weigmann ⁽²⁰⁾

該菌は酸性牛乳より發見せらる、グラーチン培養基にては凹凸光輝あり且周縁焰火様をなせる菌型なり、牛乳培地に於ては酸形成除々にして均等に凝固す瓦斯形成をなし寒天培養牛乳培養基に於ての菌生存期間は長きものにあらずして牛乳酸性化速やかなるに因る

7. Streptokokken von Laxa ⁽²¹⁾

好氣性培養に於て其發育佳良、グラーチン平板培養は聚落最小にして鋭き光澤を有す

る白色の斑點様にして液化せず、ゲラチン刺穿培養に於ては小球體よりなる白色線條の Impfstich を示す即ち其表面更に發育せるを認めず、ブイヨン培養基は白色の溷濁且つ沈澱を生ず、牛乳培養基を 2-3 日にて凝固せしむ、該菌は胡桃様の香氣有り

8. *Streptokokken a. v. Freudenreich* ⁽²²⁾

該菌はケフィール中に存し大なる厚き球菌にして其古き培養にありては長き連鎖状を呈す、普通ブイヨン培地にては發育微弱にして屢々發育を認めざることあり、馬鈴薯培地にては概して其發育なく牛乳培地に於ては 35°, 48 時間後にて乳酸形成牛乳凝固し 22° にては 4 日なり

9. *Streptococcus acidi paralactici* Nencki und Sieber ⁽²³⁾

ケフィール中に存し牛乳凝固せず然れども乳酸形成す

10. *Streptococcus acidi paralactici non liquifaciens*, Hashimoto ⁽²⁴⁾

該菌は小圓形をなし一對の連鎖 4-12, 稀には塊状バクセット型をなす、運動なく嫌氣好氣の兩性にしてゲラチン平板培養にては 1-2 日後表面及内部に美麗なる灰白色圓形の點をなし鋭き光輝を有し、鮮黃帶青の核を形成し稍々溶解するも培養基液化せず、ゲラチン刺穿培養に於ては 24-48 時間後穿溝に沿ひて白色絲狀生じ 3-4 日後眞珠様絲狀連鎖を形成し、普通寒天に尙最小集落を生ず、加糖寒天に於ける發育は概して變化なく依然集落小なり瓦斯發生なし、馬鈴薯培養上の發育は 24-48 時間後にも擴大鏡に據らざれば認むることを得ざる程度のものなり、ブイヨン培地は著しく溷濁し 4 ヶ月陳舊培養にてインドール反應著明なり、牛乳は 37°, 2-3 日室温 5-1 日にて凝固、右施性乳酸を形成す

11. *Diplostreptococcus von Maze*, ⁽²⁵⁾

半圓球菌にして其大さ及形態は *Diplococcus catarrhalis* に似て 2 個或は長短の連鎖状をなす事あり運動なく莢膜を認めずグラム染色に良く染色せられ集落は牛乳含有培養基、乳糖培養基に僅かに發育する故に認め難し 24 時間にて 1 mm 大となる、爾後僅かに表面滑なる黄色、可成透明なる小平圓面となるに過ぎず、22° に發育せず、37°, 45° にて發育佳良 50° にて可成牛乳を凝固す、瓦斯發生なし、2 日經て凝固せる牛乳は黄色となる、されど液化することなし、沈澱せるカゼイン塊片は過剰ならざれ

ば牛乳葡萄糖寒天平面に於て集落の周縁に溶解せらる、Grigoroff は Bertrand Weiswiler に對し *Bacillus bulgaricus* に或るヨードフォルム反應を取扱しことは特記すべきなりこれが區別は驚異すべきものなり、恐らくこれは既に注目せられつゝある分類法に對し多くの探究者を導くべきものならんと稱せり

12 *Streptococcus Kefir* (*Strept. Kefir* b. v. Freudenreich,) ⁽²⁶⁾

該菌は *Bact. Diagono*, von T. Matsushita 1902 年に於て次の事項に依り區別せり稍々其球型小にして莢膜を有す乳糖ゲラチン平板には可成集落少さく乳糖ブイオンは發育速かにして牛乳凝固せず併し酸形成あり而して酸形成増加するに従ひ瓦斯の發生盛なり

13. *Streptococcus hollandicus* Weigmann ⁽²⁷⁾

30—40° 培養に發育し 14° に發育せず、50° にて死滅す、適當なる培地は牛乳、牛乳ペプトン、ゲラチンのみにして、後者に於ける發育徐々なり、ゲラチン液化せず小球白色の集落滅菌牛乳中にては 35°, 12—15 時間にて絲狀を呈す然れども酸を形成しカゼインの沈澱を生ず

第二 乳酸桿菌屬

1. *Bact. acidi lactici* Hueppe ⁽²⁸⁾⁽²⁹⁾

該菌は固有運動鞭毛なし嘗て大腸菌族との鑑別困難を感せしことありグラム染色陽性と稱するも染色は困難なるが如しゲラチン培養に於ては扇狀の集落を形成す該菌は *Trigonella* (*Krauterkäse*) に依りて強き或臭氣を發生す、葡萄糖乳糖に依り瓦斯發生し、乳酸、醋酸及び微量のアルコールを形成す、陳舊培地のものは酸形成能力を失ふ、無糖培養に於てはインドール反應困難、硫化水素形成なし、ゲラチン液化せず芽胞形成し牛乳凝固 37°, 發育佳良

2. *Bacillus acidi laevolacticis* Chardinger ⁽³⁰⁾

ヒュツペ氏の乳酸桿菌の大きさに相似たり、稀に長き波狀の絲狀體をなす、ゲラチン培養に於ては陶磁性白色をなし上部は隆起し、其周圍に粘稠性の縁を有す、而して其周圍よりゲラチンは赤褐色に染色せらる、牛乳より小なる塊狀のカゼインを分離す形成せられたる乳酸は左旋性乳酸なり

3. *Bacillus Trigonella* Bürri u. Duggeli ⁽³¹⁾

葡萄糖乳糖に依り盛に瓦斯を形成す、乳酸、醋酸及び少量の酒精を形成す、陳舊ゲラチン寒天培養基のものは乳酸形成及牛乳凝固の能力を失ふ無糖培地に於てはインドル反応無く硫酸形成を缺く

4. *Bact. diatrypticum* Casi Baumann ⁽³²⁾

該菌は *Bact. acidi lactici* Hueppe に極めて近似せる乳酸菌として Lehmann u. Neumann は記載せり而して莢膜を有し瓦斯發生盛なり

5. *Bacterium neapolitanum* Fmmerich ⁽³³⁾

ブフネル Buchner 氏に依れば本菌の規則的震動運動は分子運動なりと云ふ、鞭毛なし若し鞭毛を有するときは大腸菌に數へらるべきなり、牛乳中に於て乳酸及醋酸を形成す、又痕跡の蟻酸、鞣酸、酒精を證明す

6. *Bact. Casei* (Leichmann,) Lehmann u. Neumann ⁽³⁴⁾

酪乳に於ける 24 時間経過の Naturlab より分離す、運動なし、長さ 3—6 μ 幅 0.6—0.9 μ 而して屢々連鎖状をなす、乳糖加寒天にて瓦斯形成なし、ゲラチン培養にては大腸菌、チフス菌様の型態をなす馬鈴薯培養基に發育すれども認め難く、ブイヨン培養は全く透明、牛乳は 24—30 時間にて凝固す。Duggeli u. Kuntze に據れば本菌は *Bact. mazun* に類似すと云ふ、Durri u. Thoni に據れば Freudenreich の *Bact. Casei* E. の普通型が粘液型に變化するものならんと云ふ、Rodella は *Bact. bifidus*, Boasopplerscher *Bacillus*, *Bacillus lactis acidi*, *Bact. gastrophilum*, *Bact. Casei* E は同種なりと稱せり

7. *Bacillus acidophilus* Finkelstein, ⁽³⁵⁾⁽³⁶⁾

長形乳酸菌に屬し其短形なるものはデフテリー桿菌様なり、グラム染色陽性、芽胞無し、運動なく、普通寒天、ゲラチン培養基には殆んど發育せず嫌氣性培養に發育佳良、適温は 37° にして酸形成量少し、牛乳培養基を凝固すと稱する者と然らざるものとあり、本菌は母乳、獸乳營養兒の糞便中に發見せらる

8. *Bacillus bifidus* ⁽³⁷⁾

該菌は哺乳兒の糞便中より Tissier の分離せるものなり、牛乳を凝固せず、嫌氣性菌

にして又酸の形成大なり

9. *Bacillus parvus liquifaciens anaerobicus* ⁽³⁸⁾

Imgano の分離せる菌にして *Bacillus bifidus* に類似す

10. *Bacillus gastrophilum* Standberg ⁽³⁹⁾

本菌は胃癌患者の胃液中より Kaufmann u. Strass の発見せるものにして Lehmann u. Neumann に依りて名稱せられたり、Standburg に據れば長絲狀にして粗糲なる集落即ち枯草桿菌様のものと厚き孤立性の集落とあり俱に芽胞不明にして乳酸形成 6%，鹽酸 0.5% なり

11. *Bacillus Delbrücki* Leichmann ⁽⁴⁰⁾

本菌は麥芽、麥粉及胃等に存在せる長型乳酸桿菌なり、長さ 2.8—7 μ 幅 0.4—0.7 μ 集族又は孤立す時に絲狀を取ることありて人工培地に發育不良、牛乳培地には發育せず、適温 45°、限界温度 50—18° 葡萄糖、蔗糖よりは右施性乳酸を形成す、然し乳糖よりは形成せず、

12. *Körnchenbazillus* nach Luerssen und Kühn ⁽⁴¹⁾

ヨーグルト (Yoghurt) より分離す、運動なく、グラム染色陽性、ナイセル染色により顆粒染色す、粗糲なる集落を有し透明平坦にして恰も痺脱疽桿菌様集落を呈す、糖加培地には發育不良普通培地には發育せず、牛乳培養によく發育し凝固形成、瓦斯を生せず而して乳酸は右施性乳酸なり適温 37—40° なり、22° にて發育止む、馬鈴薯上に發育せず

13. *Bacillus bulgaricus* Luerssen u. Kühn ⁽⁴²⁾

ヨーグルトより Luerssen u. Kühn の分離せるものなり、運動性なく絲狀をなせる桿菌、グラム染色陽性、顆粒染色を示さず、菌型は多くの變易性を有す、即ち空胞棍棒、短大彎曲狀をなす、好氣性に發育微弱なり、糖加培養には 40—45° 最も佳良、22° にて發育止む、馬鈴薯培養にては帶黄白色の集落を生ず、牛乳は酸形成によりて凝固す然れども瓦斯發生せず、カゼインのペプトン化作用無し乳酸は右施性なり、集落は帶黄白色比較的透明なり

14. *Bacterium Mazun Dügge* Huss ⁽⁴³⁾

Mazun より Düggeli の分離せる長桿菌なり, Gruber u. Huss に據れば牛乳中にて其長さ $1.7-2.1\mu$ 幅 $1-1.2\mu$ 運動なくグラム染色陽性, 嫌氣性及好氣性培養に發育す 20° にては發育止む, 37° にては發育佳良, グラチン, 乳精グラチン, ペプトン乳精グラチン, 乳糖加グラチン, 葡萄糖グラチン, 寒天, 乳糖, 寒天ブイヨン馬鈴薯等培地に良く發育す, 乳精寒天には多くの葉狀の集落をなす, 其集落は粗糙にして邊緣に毛狀放線狀突起を生ず, 牛乳は硬く凝固し強酸性, 乳清ペプトン寒天には種々の變異型態を生ず

15. *Bact. sardous Grixoni* ⁽⁴⁴⁾

サルヂニヤの Giodu より Grixoni の分離せる乳酸桿菌なり, 顆粒染色をなし且根狀集落を示す.

16. *Streptobacillus lebenis*, 埃及のレーベン(Leben)より Rist u. Khoury⁽⁴⁵⁾ 氏等分離せり, *Bacillus lebenis* と名稱せらる, 本菌は Kefir よりも分離せられたり, これを其後 *Lactobacillus Caucasicus* と名稱せり, 運動なく又無芽胞なり, 高温に於てのみ發育す, 而して Freudenreich ⁽⁴⁶⁾ に據れば稍々運動性を有し 25° にて發育すと稱せり

Nikolazewa ⁽⁴⁷⁾ *Bact. Caucasicum* は幅 $0.4-0.5\mu$ 長さ不同, 運動なく, 無芽胞の桿菌, 牛乳を凝固し瓦斯を形成せず, 糖加培地及乳糖に發育佳良

17. *Scheidenbazillus Döderlein* ⁽⁴⁸⁾

婦人の腔分泌物中より Döderlein の分離せる一種の乳酸桿菌にして *Bact. caucasicum* に類似す, 運動無く普通固形培地に發育せず, 加糖ブイヨンに 24 時間 37° にて發育せしめたる後グリセリン寒天に移植せる時のみ發育す其集落は雨滴狀にして 27° 以下にては發育せず糖分含有培地に於て乳酸を形成す

第三 乳酸球菌屬

1. *Micrococcus lactici* Hüppe ⁽⁴⁹⁾

Hashimoto ⁽⁵⁰⁾ 氏に據れば該菌は食物並に口腔粘液中に存在し, グラチン平板培養基には全く細小白色の集落を形成す. 牛乳培地には瓦斯發生無く嫌氣性培養佳良なり

2. *Pediococcus acidi lactici* Lindner ⁽⁵¹⁾

多くは双球菌狀の配列をなし加糖培地にては乳酸の多量を形成す

3. *Micrococcus* No. V. Adametz ⁽⁵²⁾

グラチン培養基に細小圓形の集落を生じ、帶黄色なり、牛乳培地にては、35—38°にて2,3時間に既にカゼインを沈澱す、形成せる酸は乳酸なり

4. *Micrococcus gelatinogenus* ⁽⁵³⁾

糖よりは乳酸を形成す其際痕跡の醋酸も亦生ず

5. *Micrococcus Sornthalii* Adametz, Braütigem ⁽⁵⁴⁾

牛乳及ケーゼ中に存在し醗酵現像非常に異る、形成せる酸は乳酸なり

6. *Streptococcus lactis acidi* Marpmann ⁽⁵⁵⁾

牛乳中に存在す嫌氣性培養よりも好氣性培養の方發育佳良、何故ならばグラチン刺穿溝に主として表面に近く發育す、牛乳培地に於て乳酸を形成し同時に微量の酒精を證明す瓦斯は此際發生せず

7. *Micrococcus lactis acidi* Marpmann ⁽⁵⁶⁾

牛乳中に存在す、グラチン刺穿溝に於ては斜草様集落のみ表面に發育し刺穿溝に於ては其發育止む、牛乳培地には乳酸形成し牛乳を凝固す、同時に酒精を發生すれ共瓦斯を認めず

8. *Micrococcus gummosus* Happ ⁽⁵⁷⁾

Senega-Infus 中に存在す、加糖グラチンに發育佳良、糖分解に依り粘稠性を増す、醗酵の際に副産物としてマンニト、乳酸、酪酸、炭酸を生ず

9. *Micrococcus lactis acidi* Leichmann ⁽⁵⁸⁾

自然凝固の牛乳中に發見す、本菌は高温 40—48°にて發育佳良、乳糖又は葡萄糖加培地によく發育し酸を形成す、然れども瓦斯發生を認めず、形成せる乳酸は右施性なり

10. *Micrococcus acidi laevo* Leichmann ⁽⁵⁹⁾

自然凝固牛乳中に見出さるグラチン刺穿培養には其刺穿溝によく發育を認む、表面の發育微弱なり、牛乳は徐々に凝固す乳酸は右施性にして瓦斯を發生す、尙糖加ブイヨンに於ても瓦斯發生す

11. *Micrococcus mucilaginosus* Migula Ratz ⁽⁶⁰⁾

粘稠性牛乳より分離す、グラチン刺穿培養にては其刺穿溝に速かに且つ其上表に發

育を見る、長期間この集落直徑膨大せずして硝子様透明の小球體狀を呈す、ブイヨン中には發育せず、牛乳培地は、22°, 30—48. 時間にて發育し凝固微弱なり、凝固せる状態は粘液性にして、乳酸形成量は多量なり

12. *Micrococcus acidi lactici* Krüger ⁽⁶¹⁾

Käsig Butter より分離す、本菌は双球菌狀又は四連菌狀の配列を營む、されど連鎖狀又ハバケット型態を取ることなし、グラチン平板培養には3日目より後表面上に細小白色の集落を認め、其刺穿溝に沿ひて溷濁を液化す、上方の集落は光澤なき白色を呈し後沈降す、牛乳培地には20—25°にて3日、15°に於てはにて5日にして凝固す乳酸形成あり、14日経過のものは固有の臭氣を生ず、其凝固状態は粘液性となる

13. *Micrococcus von Fokker* ⁽⁶²⁾

酸乳より Fokker に依りて見出さる本菌は前述のものより一層嫌氣性的發育を示す、グラチン刺穿培養に於ては穿溝に發育す

14. *Micrococcus Freudenreichii* Guillebéa ⁽⁶³⁾

粘稠性牛乳より分離す、牛乳培地は特に22°にて速かに絲狀となり且乳酸を形成す

15. *Micrococcus Casei Amari*, Freudenreich ⁽⁶⁴⁾

苦味性ケイゼより分離す、グラチン刺穿培養にては除々に廣大漏斗様となる、加糖培地にては乳酸を形成す。同時に牛乳は苦味を生ず

16. *Micrococcus acidi paralactici liguifaciens* Kozai ⁽⁶⁵⁾

自然凝固牛乳より分離す、本菌は主として双球菌狀の形態を示す、莢膜を有す、任意嫌氣性菌にして普通加糖ブイヨンに發育佳良なり、グラチン平板培養にては細小圓形な鋸齒狀の集落を形成し寒天にはこれに反し大なる粘稠性の集落を形成す、グラチン刺穿培養にては表面部液化す、其の際液化せられたるグラチンは透明なり、馬鈴薯上にては厚き白色粘液状態の菌苔を示す、牛乳培地は37°, 2—3日にて硬く凝固す、室温にて10—12日後肉眼を以てしても確然たる變化の生ぜざるを認む、凝固カゼインの上に多量の乳精を析出し且この中にペプトンを證明す

第二節 乳酸菌の分類に就て

乳酸菌の研究は醫學者のみに限らず工業上、農業上、醸造上又藥學的方面に於ても

各専門の立場より部分的には相當に詳細に研究されたるものもあれ共未だ統一せる研究無きが如く乳酸菌の分類法も亦専門の學者に依りて區々別々にして後學者の取捨選擇に迷ふ所大にして不便亦少からず、例へば Henneberg⁽⁶⁶⁾ の分類法あり、Kruse⁽⁶⁷⁾ の分類法あり、鈴木氏及び湯川⁽⁶⁸⁾ 氏の分類法あり、齊藤⁽⁶⁹⁾ 氏の分類法等ありて各趣を異にせり、而して在來の乳酸菌の一大整理を行ひ比較的精細に研究を重ねたるものに Lönis⁽⁷⁰⁾ の分類法あり勿論同氏による記載竝に分類法も未だ完全なるものなりと言ひ難き點を發見すれども、現今比較的多數の學者に認めらるる同氏の分類法の記載を下に抄録することとせり

レーニスの乳酸菌分類法に就て

第一類 フリードレンデル氏肺炎菌類似乳酸菌屬

I. Die Gruppe des *Bacterium pneumoniae* Frlddr. (Gruppe des *Bact. acidi lactici* Hüppe)

形態

非常に不定なり、往々二つの連結せる短桿菌なり、幅は $\frac{3}{4}$ — 1μ 長さ $\frac{1}{2}\mu$ のものが定型的のものなりとす、移型的のものは幅 $\frac{1}{2}$ — 2μ 、長さ $\frac{3}{4}$ — 15μ のものさへありて、或は球菌状を呈し、或は絲狀菌様のものあり、又連鎖状をなす場合も少からず、Wilde の觀察によると、培養上の集落がコリアと類似して、發育寧ろ不充分なる時は菌型も亦細長く定型的の *Pneumonie Auflagern* を呈する時には、菌型も亦強大なりと言ふ、Lönis によると菌型の相違は菌の榮養に由來するものと稱す

運動性 本菌種と大腸菌種と鑑別し得る唯一の特性にして固有運動陰性なり

芽胞 Hüppe, Scholl, Epstein 等に依る例外の記載はあれども、在來の經驗上芽胞は形成せず

グラム染色 例外の記載あれ共グラム染色亦陰性なり

營養 蛋白質培地、無蛋白質培地何れにも發育良好なり

但し Beijerinck に従へば最良窒素原たるペプトン及アスパラギン又はアスパラギンのみの培地に含水炭素分を混和せるものの中に於ては發育の程度は限定せらる

溫度 28—42° に於て發育す、發育の下限は Wilde に従へば 10° なりと言ふ、65° に於て 5—15 分間加熱する時は本菌は死滅す

空氣需要 大部分の菌株は空氣の有無に關らず發育するも、菌株によりては空氣の無きメヂウム中に於ては發育著しく害せらるるものもありと云ふ

ゲラチン 肉眼的觀察によれば、表面の集落は半球形、正圓形、粘稠性の集落を作るか又は平坦なる周圍不整なる大腸菌に近似せる集落を形成す、亦粘液性のもの膠性のもの、透明のもの、乳狀に溷濁せるもの、不透明にして陶磁器様のもの、黄色のものも認め得べし、深部の集落は白色又は茶褐色、圓形亦は研石狀のものあり、中にはゲラチンと試験管との間に薄き灰白色の圓形の皮膜を形成するものもあり、液化作用は極めて稀なる現象なりとす

顯微鏡的には表面の集落は黄色乃至褐色中央は暗黒にして周圍は透明、大腸菌の場合に於ける夫れとよく類似せり、圓形亦は砥石様の深部の集落は周縁整然たる黄褐色又は褐色、不透明の顆粒狀を帶ぶるの性質を有すゲラチン穿刺培養に於ては爪狀を呈す、即ち半球狀又は平坦なる頭部を有する爪狀の形を認む、表面部及び深部に於ける發育の程度は概して同様なれ其中には好氣性にして深部の發育不良のものもあり、液化作用は極めて稀にして穿刺口部に於ては往々にして褐色を帶ぶ、時によりゲラチンの中に一種の結晶を見出すことあり、之はメヂウムの性の變化による鹽類の析出したる結果なるものの如し

寒天斜面培養 粘液性又は膠質性の光澤ある發育盛なる菌苔を形成す、周縁は概して整然たれ共時には波狀を呈する事あり、白色、帶黄色或は灰白色等の色澤を有する集落を認む、粘液形成の異型菌株に於ては往々透明或は乳狀に溷濁する凝固水を認め、中に亦粘液狀の沈澱物を含有す、寒天は往々褐色を帶ぶる事あり

葡萄糖寒天穿刺培養 菌株によりてガス形成強度のもの中等度のもの或は全然陰性のものあり、溷濁は稀ならず

ブイヨン 發育良好にして溷濁強し、沈澱物は粘液性稀には絮狀なり、表面の菌膜は薄く粗糙なるが時には全然菌膜を缺除す、インドール反應は陰性なるが時には極めて僅かに陽性に之を證明す、又極めて稀には著明にインドール反應陽性なるもあり

馬鈴薯 發育の状態は一定せず、菌苔は普通厚くして白色、黄色ラーム狀にして時々氣胞を混じて褐色に染色す時には全然大腸菌の菌苔と一致せるが如きものあり、

時には菲薄にして無色なるが如く透明なるものあり、又帯灰白褐色にして不快なる臭氣を出すものもあり

牛乳 凝固は大部分は1-2日内に之を認む尙長き時間を要する菌株もあり全く凝固せざる菌株もあり、時には多量の粘液を形成す従ひて牛乳が強度に粘稠性の絲狀物を形成す

稀には不活動性の右施性乳酸を生ず、牛乳凝固温度の下限は15°なるが如く適温は30-40°なり上限は45°牛乳は往々にして不快なる臭氣又は味を與ふ、時には爲に嘔吐を誘起せしめ又毒性を示すことあり

化學作用 特有の臭氣を有し又刺戟性の物質例へば Malz, Preshefe, Kleister, Käse の如き臭氣を牛乳培地は勿論ブイヨン又は馬鈴薯培地に於て之を認む、糖分解作用としては Rohrzucker, Lävulose, Maltose, Galactose, Arabinose, Xylose, Mannit を分解す、此糖分解作用に因りて形成せらるるガスは炭酸ガス、水素ガス、稀にはメタンガスあり產生する酸は乳酸の外に酒石酸、醋酸、少量の蟻酸にして亦アルコールを產生する事もあり

病原性 不定にして全然病原性無きもの、又非常に病原性强きものありて同一菌株に於ても異動大なり

以上第1類に屬すべき菌株は次の如し

- | | |
|---|-------------------------|
| 1 Typus. Bact. acidi lactici Hüppe. | 5 Schleimiger Typus |
| 2 Typus. Bact. limbatum Marpmann. | 6 Rankenbildender Typus |
| 3 Typus. Bact. pneumoniae | 7 Verflüssigender Typus |
| 4 Typus. Bacillus lactis innocuus Wilde | 8 Coli-Varietäten. |

第二類 ローゼンバッハ氏乳酸鏈菌屬

II. Die gruppe des Streptococcus
pyogenes Rosenbach.

(Gruppe des Streptococcus Güntheri L. et N.)

形態

形態は一定せず、異動著明なり定型的のものは幅0.5 μ 長さ0.6-1 μ 橢圓形屢々一部分に於てランセット型に尖れり、屢々2個時には短く4-6個の連鎖を作る、然しながら幅は0.3 μ 迄下り長さは2 μ に及ぶものもあり、従ひて桿菌と間違ふ事あり、又時

によると菌形が球形のこともあり時には半球型にして連鎖状をなす事あり

ブイヨン中にては長軸の發育盛にして連鎖も亦長形をなし40以上に及ぶことあり又大ひに肥大し其幅 2—3 μ にも及ぶものあり或は球狀若くは橢圓形を呈するものあり即ち之等の形態は Adamez 氏の寫眞圖に於ても亦之を認め得べく時にコルペンの形狀を呈するものあり即ち Weigmann 氏の業績に於て尙ほ之を認むべし

運 動

非運動性但し Ellis のみは此類の内に運動性鞭毛を有する菌株を報告せり

莢 膜

ランセット型のものには特に莢膜をよく證明す、糖加ブイヨンの中に於ては殊によく證明す

芽 胞

證明せられず

グラム染色

陽性なり

營 養

窒素源としてペプトンは適し、アスパラギン、アムモニウム化合物又はニトリットは適當ならず發育を良好にせしむるには含水炭素必要にして牛肉培地に乳糖を加ふれば發育著しく良好なり

酸 素

酸素は菌の發育を阻碍する傾向あり、好氣性嫌氣性兩様の菌株あり

温 度

適温は此類の中非病源性のものは 30—35° 病源性のものは 37° なり、故に Pneumonie Gruppe より多少低し、非病源性のものは 42° に於ては發育停止す病源性のものは上限 47° のものあり下限は大抵 10—12° なり、表面の集落も深部の集落も肉眼的には小にして白色又は黄色なり表面の發育は少き方にして顯微鏡的には集落は灰色か又は黄色なり僅かに又は著明に顆粒を帶ぶ、中央は暗黒にして屢々正平圓板の形を呈す周圍は正圓形又は波狀に隆起す液化は非常に稀なり

ゲラチン穿刺培養

穿刺口に發育すること多ししかも繊弱なる絲狀の發育を營む、液化は稀にして糖含有による混濁は屢々あり

寒天斜面培養

微弱、灰白色にして透明の絲狀の發育をなす、凝固水は澄明なるが白色の沈澱物を含む

ブイヨン 菌株によりて異れり、一般の混濁著明なるもの清澄のものありて多量の沈澱物を含むもの等ありインドール反應は例外のもののみ陽性、糖加ブイオンは發育良好なり

馬鈴薯

屢々發育なきか又は極めて僅に發育す然も菲薄の透明の菌苔を形成す、稀には盛なる發育を見る事あり

牛乳

大部分は24時間以内に凝固す、一部は長時間を要し一部は凝固せず、或る菌株は粘液を多量に形成し産出するものは大低右施性のものなれども稀に非活動性又は左施性の乳酸なり、牛乳凝固の適温は上限下限共に菌の發育に對する夫れ等の温度と全く一致す、ガス形成は稀なり凝乳の味は酸性、臭氣は特有の芳香性又は之等の性状を缺く事もあり

化學作用

稀に黄色或は赤色の色素を形成する事あり、Milchzucker 及 Traubenzucker の外に Rohrzucker, Lävulose, Maltose, Galaktose, Glycerin を分解す、形成せらるるガスは炭酸ガス、水素ガス多し、他の酸特に醋酸は乳酸の他に全然證明せられざるか證明せらるるも極めて僅かなり

病源性

菌株によりて一定せず、酸は菌力を弱くす、(Hölling.) 又糞便より分離したる菌株は菌力高まりをると云ふ

以上第二類に屬する菌株は次の如し

- | | |
|---|---------------------------|
| 1. Typus. Streptococcus mastidis | 5. Schleimiger Typus |
| 2. Typus. Streptococcus Güntheri | 6. Rankenbildender Typus |
| 3. Typus. Streptococcus Kefir | 7. Verflüssigender Typus. |
| 4. Typus. Streptococcus lactis innocuus | |

第三類 カゼイ乳酸桿菌屬

[Die Gruppe des Bacterium caucasicum L. et. N.

(Gruppe des Bakterium casei)]

形態 異動大なり定型的のものは幅 $\frac{1}{2}\mu - \frac{3}{4}\mu$, 長さ $2-3\mu$ の細長き桿菌状なり幅は 0.3μ 乃至 1.2μ 迄のものもあり又時に 50μ 以上の長さ無連鎖の絲状菌を見る事あり或は連鎖を形成するものあり

メヂウムの状態悪き時は連鎖状球菌様の菌形を見る事あり、之に反して發育の條件良好の時には殊に嫌氣性の場合には菌形纖弱のもの多し、此の特有の圖は Freudenreich 及 Thöni 氏等發表し居れり

運動

非運動性

莢膜

極めて稀に見るのみなり

芽胞

無し

グラム染色

死滅せる菌又は變形菌の外は皆陽性なり

營養

Streptokokken の場合に類似して蛋白質化合物は窒素源となり且含水炭素の添加を必要とする事あり

酸素需要

多くのものは酸素を必要となすも嫌氣性として分離せらるるものもあり

温度

發育温度は一般に高し適温 40—50° のもの多し

ゲラチン寒天平板培養

集落は連鎖状球菌集落とよく類似し、大きさは留針頭位なり顕微鏡的には灰白乃至帶黄褐色の圓板状をなし一部は透明にして一部は不透明なり周圍は正圓平坦又は舌状にして根状の枝を出す、液化作用は皆無なり

ゲラチン穿刺培養

特徴は表面に菌苔なき事なり、穿刺線に沿ひて發育は中等度なり絲状を呈し、又側枝を出す

寒天穿刺培養

穿刺線に沿ひて極く僅に發生する菌苔を見る細長き絲状を呈す、或は單に點狀の菌苔を見る事あり、糖類を含有する時は寒天ゲラチン各れも溷濁を生ずブイヨンに發育する場合には清澄の液中に白色沈澱物あり、之に反して葡萄糖又は乳糖を加ふるときは溷濁強くなり沈澱も亦増加す

馬鈴薯

一般に發育なしもし發育するも僅に牛乳の如き菌苔を見るのみなり

牛乳

Streptokokken より凝固遲し此の屬中のあるものは牛乳中の發育弱きものもあり凝固に對する適温は 40—50° のもの多し、或る菌株は之より稍々低くして 30° なり形成せらるゝ乳酸は之迄の實驗に於ては大低左施性なり稀には非活動性の或は右施性のものあり揮發性の酸は發生せざるか或は極めて僅に發生す

化學作用

Glucose, Lävulose, Galactose は分解せらる、Rohrzucker, Maltose, Milchzucker は之を分解する菌株と分解せざる菌株とあり、形成せらるゝガスは炭酸ガス主なり、カゼインをペプトン化するもの多し

病原性

一定せず

右第三類に屬すべき菌株は次の如し

- | | |
|---|---|
| 1. Typus. Bacillus casei Freudenreich. | 4. Typus. Bacillus Delbrücki Leichmann. |
| 2. Typus. Bacterium casei Leichmann. | 5. Schleimiger Typus. |
| 3. Typus. Bacterium caucasicum L. et N. | 6. Rankenbildender Typus. |

第四類 ローゼンバツハ氏乳酸球菌類

[Die Cruppe des Micrococcus pyogenes Rosenbach (Gruppe des micrococcus lactis acidi)]

形態

個々の菌形は球形をなし大さは 0.8—1.6 μ の間にして稀には之より小なるもの又は大なるものあり、球菌は個々に存在する事あり二個宛並ぶ事あり又は不規則に集合せるもあり、屢々其の中に分列の爲めの裂溝を認むる事あり

運動

例外の外は非運動性なり

莢膜

比較的稀なり

芽胞

陰性

グラム染色

陽性

營養

容易にして無蛋白培地にも發育す

溫度

適温は攝氏 20—30° なり極めて少數のものは之より少し高し

酸素需要

第一類と同様にして好氣性によく發育す

ゲラチン平板培養

2—3mm の直徑を有する集落發生す其形状は圓形にして一部は平く一部は高く粘稠

性にして光澤あり，色澤は白色，帯白黄色，又は褐色或は橙赤色のものあり顯微鏡的には周縁整然たる圓形にして透明但し中央部は不透明なり，色澤は帶黄褐色又は黒色にして多くは著明に顆粒狀を呈す深部の集落は圓形なるか又は砥石狀なり

ゲラチン穿刺培養

平板培養と一致して一部は規則正しく正圓形にして一部は不整然として周圍の境界不明なり酸素の要求如何によりて穿刺線に沿ひて發育の強弱あり

寒天斜面培養

白色又は染色せる光輝ある菌苔を形成す凝固水は一部は澄明にして一部は溷濁す，内部に菌の沈澱を認む

ブイヨン

清澄なるあり又は中等度又は強度に溷濁す稀に菌膜を形成す沈澱物は絮狀なり

馬鈴薯

第二，第三類よりは發育良好なれ共第一類に比較すれば發育不良なり

牛乳

凝固す，或る菌株にありては一度凝固したる後に又之を溶解す牛乳は粘稠性を帯ぶるものあり又時には苦味を有するものあり發生する乳酸に就ての研究は未だ少し

化學作用

第一に色素形成を特徴となす即ち馬鈴薯の上又は寒天上に著明に證明せらるるゲラチンを液化するものあり寒天培養にして不快なる臭氣を出すものありガス形成は極めて稀なり乳酸の外に揮發性の酸を産出す

右第四類に屬すべき菌株は次の如し

- | | |
|---|--|
| 1. Typus. <i>Micrococcus pyogenes</i> Rosenbach. | 4. Typus. <i>Micrococcus candicans</i> Flügge. |
| 2. Typus. <i>Micrococcus lactis acidi</i> Marpmann. | 5. Schleimigender Typus. |
| 3. Typus. verflüssigender Enterokokken. | 6. Rankenbildender Typus. |
| | 7. Gasbildender Typus. |

第三章 乳酸菌の分離

第一節 在來の乳酸菌分離法に就て

グリーベル氏はヨーグルト乾燥製劑中よりブルガリヤ菌檢出法として下記の方法を推舉せり即ち脱脂乳中に製劑を1%の割合に加へ40—45°に置く事一日なれば膠狀凝固を來すべし、此際ペプトン化し又はガスを發生し或は酪酸臭を發生する事あらば他菌の混育せる證なり

更に之を2%葡萄糖寒天又はクンツエ氏牛乳寒天に塗抹して35—45°に置けば1日乃至2日半にして固有なるブルガリヤ菌集落を生ずべし若し雜菌混育する時は重ねて45°の牛乳培養を數回反覆せば雜菌の發育を抑壓してブルガリヤ菌を分離し得べしと云ふ、石黒氏は市販乳酸菌製劑竝にマルフォード製ブルガリヤ菌液體製劑よりブルガリヤ菌を分離する方法として次の如き處置を行へり、即ち嚴密なる注意の下に無菌的に操作し第一に各種製劑の一部を一旦牛乳培養1%乳糖加肉汁中に加へ37°の孵竈内に置き、次で牛乳寒天1%乳糖寒天斜面又は平板上に移植し更に24時間乃至48時間37°の孵竈に置き後釣菌し牛乳寒天乳糖寒天牛乳培養基及び乳糖肉汁に純粹に培養する方法を用ひマルフォード製品のみよりブルガリヤ菌を分離したりと報せり、尙ほ在來の乳酸菌分離法に就ては菱刈氏多くの文獻を抄録せり、其記載に従へば乳酸菌の分離法には未だ理想的の方法無くチフス菌分離法に應用する遠藤培地 (Centralbl. f. Bakt. 1. Abt, Orig. Bd. 35, 1904, S. 109.) を用ふるときは、大腸桿菌屬の酸產生菌を分離し得るもフクシンの爲に他の乳酸菌屬は發育不適當なり故に只だ *Bacillus lactis aerogenes*, 或は *Bac. acidi lactici* の分離にのみ適す

Streptococcus lacticus をも分離せむとせば Beyerinck (Centralbl. f. Bakt. Bd. 9. 1891, S 781.) の白堊寒天 (Kreideagar) を使用すべし即ち沈降炭酸石灰を試験管に入れ綿栓を行ひ乾熱滅菌器内にて滅菌を行ひ而して培養基として中性なる乳清寒天、麴寒天、麥芽寒天、糖加寒天を使用す、分離せむとするには先づ常法の如く培養基を熱液化し40°位に冷却するを待ち材料(滅菌水を和したる可檢菌液) を接種しペトリ一皿に注入するに先ち前記滅菌せる沈降炭酸石灰の少量 (凡そ 0.05 g 位) を加へ後ち寒天培養液

を注加し前後左右に動かして一樣ならしむ、加へたる炭酸石灰の爲めに培養基が僅に溷濁（決して白色を呈せしむべからず）を來せる程度を可とす、而して寒天凝固後皿を轉倒し殺菌せる吸取紙を置き1滴のグリセリンを加へ孵卵器内に置く數日後乳酸菌の集落發育するときは其の集落の周圍の炭酸石灰は溶解して透明となるにより其の集落より分離を行ひ純粹培養をなす然れども本法と雖も *Streptococcus lacticus* 及 *Bacillus acidi lactici* の分離には適すれど、未だ以て長桿狀乳酸桿菌屬の分離法としては不可なり、之れ長桿狀乳酸桿菌は一般に好酸性なれば遠藤培地及 Beyerinck 白堊寒天には發育不適なればなり、且つ長桿狀乳酸桿菌の多くは高温度の培養を好み通常嫌氣性菌なるを以て長桿狀乳酸桿菌を分離せむとせば先づ酸性乳糖肉汁或は牛乳中に材料を入れ40°内外の温度に一定時間培養し一旦増菌せしめたる後酸性糖加寒天培地に移植するを可とす、同時に又高層振盪培養法（嫌氣性菌分離法）をも行ふべきなり、今其の集落の鑑定に就ては多少の練習を要するも普通透明性の粗糙菲薄の集落なるを以て斯る集落より一々釣菌して各々其の性状を檢査するより他なし、即ち未だ長桿狀乳酸桿菌の分離法として特殊培養基無きが如し

第二節 余等の乳酸菌分離法に就て

在來の乳酸菌分離法を通覽すれば之を要するに乳酸菌の特性例へば高温發育、牛乳發育等の性状を利用して本菌を充分に發育せしめ且雜菌を除かんと試みたるものゝ如し、余等は右の方法に加ふるに乳酸菌の酸に抵抗する能力強大なる特性を應用せるときは一層有効なるべしと考へたり、勿論此酸を應用する分離法は既にアチドフェールス菌の分離法に應用したる人あり、余等の一人佐藤も亦アチドフェールス菌の分離に於て其經驗を有せり余等は尙一には分離法の優劣を比較し一には乳酸菌製劑の優劣をも知る目的を以て實驗には三種類の分離法を比較試験せり、即ち第一には製劑より直接に糖加寒天に普通行るゝ型の如き稀釋培養を行へり、製劑にして若し乳酸菌の純培養なるか或は大量の乳酸菌を含有するに於ては必ず本法によりて分離の目的を達し得べしと考へたるが爲めなり、第二には製劑の一定量を牛乳培地に移し一定時日間同培地を通過せしめたる菌を分離せんと試みたり、第三には製劑の一定量を糖加、強度の酸性液體培地に植え同培地を繰り返し通過して可及的雜菌を除去したるものより乳酸菌

のみを分離せむと試たり、而して各分離法に於て 37° 培養による分離法と 45° に於ける分離法とを並び行ひて兩者に於ける成績を比較せり、一には乳酸菌の發育適温は必しも高温ならざるものもあるが故なり、然るに實驗結果に於て最成績良好なるは第三の酸性培地通過法なりき、然かも在來の實驗者の經驗せるが如く乳酸球菌の分離は比較的容易なれ共乳酸桿菌の内特にブルガリヤ類似菌の檢出は相當に困難なるの事實を認めたり、余等も同菌の分離に成功する迄には數回の失敗を重ねたり

第三節 試驗材料に就て

試驗材料は現在市場に在る日本製の乳酸菌製劑及乳酸菌飲料合せて總數 11 種類にして營業者の爲に品名を茲に掲ぐる事は省略すれ共ブルガリヤ菌を主要含有菌となすもの多く、其他或は乳酸双球菌或は糖化菌と記載せるもの或は單に乳酸菌含有と稱するもの或は球菌に類似せる短桿菌と主張せるもの或はホルモン又は諸種の酵素をも加へたりと云へるもの等あり、試験には菌の死滅を慮りて可及的新鮮の材料を選択せり

第四節 直接分離試験

各乳酸菌製劑粉末又は乳酸菌飲料より無菌的に一白金耳を採りて PH 5.5, 2 % 葡萄糖斜面寒天三本に型の如く稀釋分離培養を行ひて 37° 及び 45° の孵籠に置き日々其發育の状況を觀察せむと試たり、然るに既に 24 時間後に於て 37—45° 何れの培養に於ても各稀釋培養基に雜菌一面に發育して孤立せる集落さへ認め難く況んや乳酸菌の集落と認むべきもの一もなく直接分離試験は失敗に終りたり乃ち各製劑は相當に多量の雜菌を含有するものなるを知れり而して雜菌の主要なるものは馬鈴薯菌にして次で枯草菌屬多く菌苔のみによりても之を認め得たり

第五節 牛乳培地通過に依る分離試験

各乳酸菌製劑及び同飲料より一白金耳を無菌的に採りて牛乳培養基に植えたるものを二組となし、一組は 37°, 他の一組は 45° の孵籠に置き乳酸菌の充分發育し得る期間として 3 日間の培養を繼續したる後牛乳の凝固状態をも觀察して大略製劑竝に含有菌の性状をも察するの参考となし次で PH 5.5, 2 % 葡萄糖寒天三本に型の如く稀釋培養を行へり、其成績は培養温度に於て大差無く直接分離試験の場合と同様に雜菌の發育殆ど全部を占むる位なりしが 45° 培養に於ては幸に一製劑より一乳酸菌株を分離し得たり、雜菌各培養温度に於ける分離成績の大要を表示すれば下の如し

(1.) 37° 培養に於ける分離試験成績

本試験成績の概要を表示すれば第1表の如し

第 1 表

| 製剤番號 | 分離培養基面の状況 | 孤立集落 發生の有 無 | 乳酸菌分 離の有無 | 牛乳培地所見 | | |
|------|-----------------------|-------------------|--------------|--------|-----|-------------|
| | | | | 凝 固 | 乳 清 | ペプトン 化作用 |
| 第1號 | チリメンジハの菌苔及灰白粘稠性菌苔にて蔽ふ | - | - | + | + | - |
| 第2號 | チリメンジハ菌苔及灰白粘稠性菌苔にて蔽ふ | - | - | + | + | - |
| 第3號 | チリメンジハの菌苔にて蔽ふ | - | - | + | + | + |
| 第4號 | 發育せず | | | | | |
| 第5號 | 灰白粘稠性の菌苔にて蔽ふ | - | - | + | + | - |
| 第6號 | チリメンジハ灰白色粘稠性菌苔にて蔽ふ | - | - | + | + | - |
| 第7號 | チリメンジハ灰白色粘稠性菌苔にて蔽ふ | - | - | - | - | + |
| 第8號 | チリメンジハ灰白色粘稠性菌苔にて蔽ふ | - | - | + | + | - |
| 第9號 | 灰白色粘稠性の菌苔にて蔽ふ | - | - | - | - | - |
| 第10號 | チリメンジハの菌苔全面を蔽ふ | - | - | - | + | + |
| 第11號 | チリメンジハの菌苔全面を蔽ふ | - | - | + | - | + |

(2.) 45° 培養に於ける分離試験成績

本試験に於ては乳酸菌1菌株を1製剤より分離せり而して分離培養基面の状況は37° 培養に於けるとよく一致せるが之を更に繰り返して稀釋分離培養を行ひて孤立集落を發生せしめ雜菌の種類及び其の性状をも検査して其成績の大要を第2表に表示し分離乳酸菌の性状のみは稍々詳細に別に記載せり、

分離乳酸菌の生物學的性状

第5號 A菌

形態 直徑 1.6 μ に達する双球菌なり

染色 アニリン色素に能く染色し グラム陽性なり

運動 無し

芽胞 ミヨレル氏法に依りて芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に依りて莢膜を證明せず

葡萄糖斜面寒天

37° 及び同 45° に於ける發育大差なく24時間の培養に於て半透明の小兩滴狀の集落

の集合せる菌苔を認め孤立せる集落は小雨滴状にして0.1—0.3 mm 位の大きさを有し正
 圓形にして僅かに隆起せり

第 2 表 牛乳培地通過(45° 培養)分離試験成績

| 製劑 番 號 | 分離 菌株 | 形態 グラム | 芽 胞 | 運 動 | 葡萄 糖 寒 天 | 葡 萄 糖 天 高 層 | | ゲ ラ チ ン | | ラ ク ム ス モ ル ケ | | ノ イ ト ラ ル ロ ー ト | | 馬 鈴 薯 | | 普 通 ブ イ ヨ ン | 普 通 寒 天 | 牛 乳 | | | 乳 酸 證 明 | | | |
|-----------|----------|-----------|--------|--------|--|----------------------------|--------|------------------|--------|---------------------------------|--------|--------------------------------------|--------|-------------|------------------|----------------------------|------------------|---------------|---------------|--------|------------------|---|---|---|
| | | | | | | 發 育 | 瓦 斯 | 發 育 | 液 化 | 發 育 | 赤 變 | 發 育 | 還 元 | 發 育 | 色 素 形 成 | | | 凝 固 | パ ン 化 | 乳 清 | | | | |
| 第1號 | 桿菌 | + | + | + | 白色の菌苔、チリメンシツ光澤一面を蔽ふ、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | チリメンシツハ | + | + | インドール(-) + | + | - | + | - | - |
| 第2號 | a 桿菌 | + | + | + | 不透明、菌苔全面を蔽ふ、光澤一、灰白色、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | チリメンシツハ | + | + | インドール(-) + | + | - | + | - | - |
| | b 桿菌 | + | + | + | 不透明菌苔全面を蔽ふ、光澤一、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | チリメンシツハ | + | + | インドール(-) + | + | - | + | - | - |
| 第3號 | 桿菌 | + | + | + | チリメンシツハ様白色の菌苔、全面を蔽ふ、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | チリメンシツハ | + | + | インドール(-) + | + | + | + | - | - |
| 第4號 | 桿菌 | + | + | - | 不透明菌苔全面を蔽ふ、光澤一、白色、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | チリメンシツハ | + | + | インドール(-) + | + | - | + | - | - |
| 第5號 | a 球菌 | + | - | - | 1/3—1mm. 圓形、不透明、菌苔白色、局線性、光澤あり、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | | | インドール(-) + | + | - | - | - | + | |
| | b 桿菌 | + | + | + | 棒状、不透明、菌苔白色、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | - | + | + | + | + | + | + | チリメンシツハ | + | + | インドール(-) + | + | + | - | + | - |
| 第6號 | a 桿菌 | + | - | - | 半透明、棒状、棒状、不透明、菌苔全面を蔽ふ、光澤一、白色、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | + | - | - | - | - | + | - | - | - | | | インドール(-) + | + | - | - | - | - | |
| | b 桿菌 | + | + | - | 不透明菌苔全面を蔽ふ、光澤一、灰白色、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | - | - | + | - | + | - | + | - | | | インドール(-) + | + | - | + | + | - | - |
| 第7號 | 桿菌 | + | + | + | 不透明、菌苔全面を蔽ふ、光澤一、灰白色、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | + | チリメンシツハ | + | + | インドール(-) + | + | - | + | - | - |
| 第8號 | a 桿菌 | + | + | + | 白色の菌苔全面を蔽ふ、光澤一、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | - | - | + | + | + | - | - | - | | | インドール(-) + | + | + | - | - | - | |
| | b 桿菌 | + | + | + | 灰白色の菌苔全面を蔽ふ、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | - | + | + | + | + | + | + | | | インドール(-) + | + | + | - | + | - | |
| 第9號 | 桿菌 | + | + | + | 半透明、菌苔、全部を蔽ふ、光澤一、白色、凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | | | インドール(-) + | + | + | - | + | - | |
| 第10號 | 桿菌 | + | + | + | 灰白色の菌苔、チリメンシツハ凝固に沈澱、粘稠度一 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | + | | | インドール(-) + | + | - | + | - | - | |

培養 48 時間に及ぶ時は集落の大きさを稍増し、透明度稍減少し稍白色を帯ぶるに至る、凝固水は中等度に濁濁して菌の沈澱亦相當に著明なり

ペプトン水

中等度に濁濁を呈し菌の沈澱も亦認む但し菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育不良なり

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて白色粗糙の周縁を呈する發育を認め、表面と深部に於ける發育の程度に差異なく特に放線狀の發育は之を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて白色棒狀の發育を呈し周縁比較的の不整ならず、粗糙なる放線狀若くは枝狀發育を呈することなし、表面と深部に於ける發育相違を認めず、液化なし

ラクムスモルケ

中等度の濁濁にして菌の沈澱をも認むる發育を營み、赤色反應陽性なり

ノイトラールロート寒天

穿刺線に沿ひて粗糙の發育を呈し、還元反應陰性なり

馬鈴薯

肉眼にて認め難き程度の微弱なる發育をなす、色素形成なし

普通ブイヨン

中等度に濁濁して菌沈澱を認むれ共菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育稍不良なり

普通斜面寒天

葡萄糖斜面寒天上に於ける發育に比較して發育微弱にして透明度は大なり、菌集落も亦少にして時間経過に隨ひて小雨滴狀の發育著明となる

牛乳

完全に凝固してペプトン化作用なく、乳清の分離亦陰性なり

第六節 酸性培地通過に於る分離試験

各乳酸菌製劑及び同飲料より無菌的に其一白金耳を採りて PH 5.5, 2% 葡萄糖ブイヨ

ンに植えたるものを二組となし一組は 37°, 他の一組は 45° の孵籠に 3 日間置きて酸性培地第一回通過を終り同培地より二白金耳を採りて更に新しき前記同様の酸性ブイヨン培地に移植を行ひ同様に前記各温度の孵籠に 3 日間培養を行ひて酸性培地第二回通過を終るが如く同様の操作を繰り返して酸性培地第四回通過迄繼續せり而して酸性培地第二回通過の終りと同第四回通過の終りに於て各 PH 5.5, 2% 葡萄糖寒天三本に型の如く稀釋分離培養を行ひ, 乳酸菌検出試験を行ひて兩者の成績をも比較觀察せり而して該酸性培地通過に依る分離試験に於ては前記直接分離試験並に牛乳培地通過に依る分離試験に比較して稍見るべき成績を納め得たり其大要は下の如し

酸性培地 2 回通過後の分離試験成績

本試験成績を更に 37° 培養に於ける分離試験成績と 45° 培養に於ける分離試験成績とに分つ

(1) 37° 培養に於ける分離試験成績

各分離菌株の性状は之を第 3 表に表示し分離乳酸菌のみに就ては以下之が記載を加へたり

分離乳酸菌の生物學的性状

第 1 號 A 菌

形 態 直徑 1.6 μ に達する双球菌なり

染 色 アニリン色素に能く染色し グラム陽性なり

運 動 證明せず

芽 胞 ミヨレル氏法に依り芽胞を認めず

莢 膜 ジョーン氏法に依りて莢膜を證明す

葡萄糖斜面寒天

37° 及び同 45° に於ける發育大差なく 24 時間の培養に於て半透明の小雨滴狀の集落の集合せる菌苔を認め孤立せる集落は小雨滴狀にして大さ 0.1—0.3 mm 位の大きさを有し正圓形にして僅に隆起せり培養 48 時間に及ぶ時は集落の大きさを稍益し透明度稍減少し稍白色を帯ぶるに至る, 凝固水は中等度に溷濁して菌の沈澱も亦相當に著明なり

ペプトン水

中等度の濁濁を呈し菌の沈澱も亦認む但し菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育不良なり

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて白色粗糙の周縁を呈する發育を認め表面と深部に於ける發育の程度に差異なく特に放線狀の發育を認むること無し

第 3 表

酸性培地 2 回通過(37°培養)分離試験成績

| 製劑 番 號 | 分離 菌株 | 形 態 | グラム 染色 | 芽 胞 | 運 動 | 葡 萄 糖 寒 天 | 葡 萄 糖 高 層 寒 天 | | ゲ ラ チ ン | | ラ ク ム ス モ ル ケ | | ノ イ ト ラ ー ル ロ ー ト 寒 天 | | 馬 鈴 薯 | | 普 通 ア イ ヨ ン | 普 通 寒 天 | 牛 乳 | | | 乳 酸 證 明 | |
|-----------|----------|-----|-----------|-----|-----|-------------------------------------|------------------|-----|---------|-----|------------------|-----|--------------------------|-----|-------|------------|----------------|------------|-----|-------|-----|------------|---|
| | | | | | | | 發 育 | 瓦 斯 | 發 育 | 液 化 | 發 育 | 赤 變 | 發 育 | 還 元 | 發 育 | 色 素 形 成 | | | 凝 固 | ペ ン 化 | 乳 清 | | |
| 第 1 號 | | 双球菌 | + | - | - | 樹尖大白色透明 圓形小菌落 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | + | - | - | + | |
| 第 2 號 | a | 短桿菌 | + | - | - | 0.5 mm 位の 帶白色小圓形 半面を蔽ふ | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | + | + | - | - | - | - | |
| | b | 桿 菌 | + | - | - | 0.3 mm 稍透 明粘濁性圓形 菌落 | + | - | + | - | - | + | - | + | - | + | + | + | - | - | - | - | |
| 第 3 號 | a | 桿 菌 | + | - | - | 帶黃白色不透明 粘濁性菌落 正圓形聚落 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | + | + | - | + | + |
| | b | 桿 菌 | + | + | + | 灰白色テリメ ンシワ粘濁性 菌落菌不正 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | - |
| | c | 桿 菌 | - | - | - | 0.3 mm 小菌 落圓形 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | + | - | - | + | - |
| | d | 桿 菌 | + | - | - | 帶黃白色不透明 粘濁性菌落 1 mm 位の圓 形聚落 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | + | + | + | - | + |
| 第 4 號 | | 桿 菌 | | | | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | - | - |
| 第 5 號 | a | 桿 菌 | + | + | + | 灰白色テリメ ンシワ粘濁性 菌落菌不正 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | - |
| | b | 桿 菌 | + | + | + | 灰白色乾線不 正菌落 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | - |
| 第 6 號 | | 桿 菌 | + | + | + | 灰白色テリメ ンシワ粘濁性 小サキ菌落 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | - |
| 第 7 號 | a | 桿 菌 | + | - | + | 0.5 mm 白 不平圓形凝固 水層 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | - | - | - |
| | b | 桿 菌 | + | - | - | 0.5 mm 不透明 粘濁性小菌 落凝固水層 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | - | - | - |
| 第 8 號 | | | + | - | - | 2mm 白色菌 落濁懸大圓 形 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | - | - | - |
| 第 9 號 | a | 短桿菌 | + | + | - | 灰白色テリメ ンシワ粘濁性 菌落 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | - |
| | b | 短桿菌 | + | + | + | 灰白色テリメ ンシワ小サキ 粘濁性菌落 菌不正 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | - |

ゲラチン

穿刺線に沿ひて白色様の發育を呈し周縁比較的不整ならず粗糙なる放線狀の枝狀發

育を呈することなし表面と深部に於ける發育相違を認めず、液化なし

ラクムスモルケ

中等度の溷濁にして菌の沈澱をも認め赤色反應陽性なり

ノイトラールロート寒天

穿刺線に沿ひて粗糙の發育を呈し還元反應陰性なり

馬鈴薯

肉眼にて認め難き程度の微弱なる發育をなす色素形成なし

普通ブイヨン

中等度に溷濁し菌沈澱を認めれ共菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育稍不良なり

普通斜面寒天

葡萄糖斜面寒天上に於ける發育に比較して發育微弱にして透明度は大なり、菌集落も亦小にして小雨滴狀の發育著明なり

牛乳

完全に凝固しペプトン化作用無く乳清の分離亦陰性なり

第3號A菌

形態 幅約0.8 μ 長さ2.4 μ の桿菌なり

染色 アニリン色素に能く染色しグラム陽性

運動 陰性

芽胞 ミヨレル氏法に依りて芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に依りて莢膜を證明す

葡萄糖斜面寒天

37°及45°に於ける發育に大差なく24時間の培養に於て既に發育良好の菌苔並に孤立集落を認め菌苔不透明帶黃白色にして粘稠性を帶ぶ相當に隆起し集落は直径1mm位の大きさの正圓形にして周縁整然たり、凝固水は軽度に溷濁す

ペプトン水

強度に溷濁し菌沈澱は比較的少き發育を示し菌膜の形成を認めず、糖加培地と比較

して大差なし

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて周縁粗糙の發育を示し表面に於て寒天面を蔽ひ厚き菌苔の發育を認めガスの發生極めて盛にして往々にして綿栓に達する程度なり

ゲラチン

穿刺線に沿ひ周縁整然たる圓柱狀の發育を示し表面に孤立せる集落をも形成し概して深部より發育良好にして相當に大なる氣泡を認む、穿刺の場合に作りたるものと認め難し、ゲラチン中の微量の糖を分解してガスを發生したるものならんか、液化作用なし

ラクムスモルケ

軽度に溷濁發育良好にして赤變したる後に脱色せんとする傾向著明なり此脱色反應は本菌の特殊作用なるが如し

ノイトラールロート寒天

穿刺線に沿ひ圓柱狀の發育を呈し表面に發育盛なる菌苔を示す、還元作用陽性、ガスの發生亦著明なり

馬鈴薯

表面に強度に隆起せる厚き飴狀粘稠性の菌苔を形成し色素形成を認めず

普通ブイヨン

強度に溷濁し菌の沈澱は少し菌膜を形成せず、糖加培地に於ける發育と比較して大差なし

普通寒天

糖加寒天に於ける發育状態と殆ど一致せり

牛乳

凝固し乳清の析出中等度なり

第3號D菌

形態 幅 0.8μ 長さ 2.4μ 位の桿菌なり

染色 メチレンブラウ染色不鮮明にして濃淡一樣ならざる染色を示す

運動無し

芽胞 ミヨレル氏法に依りて芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に依りて莢膜を證明す

葡萄糖斜面寒天

37° 及 45° に於ける發育に大差なく 24 時間の培養に於て既に發育良好の菌苔並に孤立集落を認め、菌苔は不透明帶黄白色にして粘稠性を帶び相當に隆起し集落は直径約 1 mm 位の大きさの正圓形にして周縁整然たり、凝固水は強度に涵濁す

ペプトン水

強度に涵濁し菌沈澱は比較的少き發育を示し菌膜の形成を認めず、糖加培地と比較して發育大差なし

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて周縁粗糙の發育を示し表面に於て寒天面を蔽ひて厚き菌苔の發育を認めガスの發生極めて盛にして往々にして寒天は綿栓に達する程度なり

ゲラチン

穿刺線に沿ひ周縁整然たる圓柱狀の發育を示し、表面に孤立せる集落を形成し概して深部より發育良好なり、相當に大なる氣泡を認む、穿刺の場合に作りたるものと認め難し、ゲラチン中の微量の糖を分解してガスを發生したるものならんか液化作用なし

ラクムスモルケ

強度に涵濁發育良好にして赤變したる後に褐色、脱色の傾向著明なり、此脱色反應は本菌株の特殊作用なるが如し

ノイトラールロート寒天

穿刺線に沿ひて圓柱狀の發育を呈し表面に發育盛なる菌苔を示す、還元作用陽性ガスの發生亦著明なり

馬鈴薯

表面に強度に隆起せる厚き飴色狀粘稠性の菌苔を形成し色素形成を認めず

普通プイヨン

第 4 表 酸性培地 2 回通過 45° 培養分離試験成績

| 製劑 番號 | 分離 菌株 | 形態 | グラム 染色 | 芽 胞 | 運 動 | 葡萄 糖 天 (斜面) | 葡 萄 糖 | | ゲラチン | ラクムス モルケ | | ノイトラ ール 天 | | 馬 鈴 薯 色素 形成 | 普通 ブイ ン | 普通 寒天 | 牛 乳 | | | 乳 酸 證 明 | | |
|----------|----------|-----|-----------|--------|--------|--|----------|------------------|------|-------------|--------|-----------------|--------|-------------------|---------------|----------|---------|--------|--------|------------------|-----------------------|--------|
| | | | | | | | 高層 發育 | 寒 天 瓦 斯 | | 發 育 | 液 化 | 發 育 | 赤 變 | | | | 發 育 | 還 元 | 凝 固 | | ペ ク チ ン 化 | 乳 清 |
| 第 1 號 | a | 短桿菌 | + | + | - | 乳白色を呈し、 發育旺盛、強固性 にして孤立せる ものは圓形にし て直径 1mm 位 中央僅かに突起 し、兩端に向ふ ゆるみ帯となる 凝濁水清澄に沈 澱す | + | - | - | - | + | - | + | - | + | + | - | - | - | - | - | |
| | b | 双球菌 | + | - | - | 乳白色極小き 圓形のコロニー を散布せるが 如く發育し凝濁 水清澄に沈澱す | + | - | + | - | + | + | - | + | - | + | + | + | - | - | + | |
| 第 2 號 | a | 短桿菌 | + | - | + | 乳白色圓形の コロニー直径 1.0 mm 位、強固性 發育旺盛にして 一面を以て基面 を孤立せるもの あり凝濁水清 澄に沈澱す | + | + | - | - | + | 脱色 | - | - | + | + | + | - | - | - | - | |
| | b | 短桿菌 | + | - | - | 乳白色圓形、發 育中等、強固性 を帯び凝濁水 清澄に沈澱す | + | - | - | - | + | - | - | - | + | - | 菌膜 + | + | - | - | - | |
| 第 3 號 | a | 短桿菌 | + | + | - | 乳白色直径 2m m 位の圓形の コロニー、強固性 を帯び凝濁水 を清澄にして沈 澱す發育中等 | + | - | - | - | + | - | - | - | - | - | 菌膜 + | + | - | - | - | |
| | c | 短桿菌 | + | - | - | 乳白色厚き圓形 直径 1.0mm 位、 強固性を帯び凝 濁水清澄にして 菌多量に沈澱す | + | - | - | - | + | - | - | - | + | + | + | + | - | - | - | |
| 第 4 號 | | 短桿菌 | + | - | + | 廻轉 乳白色 0.1mm 位の圓形コロ ー、光澤を有し 發育旺盛は集 合し孤立する ものを呈す、凝 濁水清澄にして 菌は沈澱す | + | - | - | - | + | - | - | - | - | + | + | + | - | - | - | |
| 第 5 號 | | 大桿菌 | + | + | + | 後面全部に發育 し孤立せるもの なし、強固性 を帯び凝濁水 を清澄にして沈 澱す | + | - | + | - | + | 脱色 | + | - | + | + | + | ± | - | - | - | |
| 第 6 號 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 第 7 號 | a | 短桿菌 | + | + | - | 直径 1.0mm 位 乳白色不透明 凝濁水清澄に 沈澱す | + | - | - | - | + | - | - | - | - | + | + | - | - | - | - | |
| | b | 短桿菌 | + | - | + | 乳白色圓形の コロニーにして 1.0mm 位の 大さを有し強 固性を帯び凝 濁水清澄にして 菌は沈澱す | + | - | - | - | + | - | - | - | + | + | + | - | - | - | - | |
| 第 8 號 | | 双球菌 | + | - | - | 乳白色極小き 圓形のコロニー を散布せるが 如く發育し凝濁 水清澄に沈澱 す | + | - | + | - | + | + | - | + | + | + | + | + | - | - | + | |
| 第 9 號 | | 短桿菌 | + | + | - | 白粉を散布せる が如く一面に 發育し下方に 菌を生ずる 凝濁水清澄に 入り凝濁水清 澄に沈澱す | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | 菌膜 + | + | + | - | - | |
| 第 10 號 | | 桿菌 | + | - | - | 1-1mm 位の 局所不正の半 透明乳白色の コロニー凝濁水 清澄に沈澱す | + | - | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + | + |

強度に溷濁し菌の沈澱は少し菌膜形成せず、糖加培地に於ける發育と比較して大差なし

普通寒天

糖加寒天に於ける發育状態と殆ど一致せり

牛乳

凝固し乳清の析出中等度なり

(2) 45° 培養に於ける分離試験成績

各分離菌株の性状は之を第4表に表示し、分離乳酸菌に就ては別に又記載を加へたり

分離乳酸菌の生物學的性状

第1號B菌

形態 直徑約 1.6 μ に達する双球菌なり

染色 アニリン色素に能く染色し、グラム陽性

運動 無し

芽胞 ミヨレル氏法に依りて芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に依りて莢膜陰性

葡萄糖斜面寒天

37° 及同 45° に於ける發育大差なく 24 時間の培養に於て半透明の小雨滴狀の集落の集合せる菌苔を認め、孤立せる集落は小雨滴狀にして大き 0.1—0.3 mm 位の大きさを有し正圓形にして僅に隆起せり、培養 48 時間に及ぶ時は集落の大きさを稍増し透明度減少し白色を帯ふるに至る、凝固水は中等度に溷濁して菌の沈澱亦相當に著明なり

ペプトン水

中等度の溷濁を呈し菌の沈澱を認む但し菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育不良なり

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて白色粗糙の周縁を呈する發育を認め、表面と深部に於ける發育の程度に差異なく特に放線狀の發育を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて白色棒狀の發育を呈し周縁比較的的正ならず粗糙なる放線狀の枝狀發育を呈することなく、表面と深部に於ける發育相違を認めず、液化なし

ラクムスモルケ

中等度の溷濁にして菌の沈澱をも認め發育すれ共赤色反應陽性なり

ノイトラールロート寒天

穿刺線に沿ひて粗糙の發育を呈し還元反應陰性なり

馬鈴薯

肉眼にて認め難き程度の微弱なる發育をなす色素形成なし

普通ブイヨン

中等度に溷濁し菌沈澱を認むれ共菌膜を形成せず糖加培地に比較すれば發育稍不良なり

普通斜面寒天

葡萄糖斜面寒天の場合に比較して發育微弱にして透明度大なり菌集落も亦小にして小雨滴狀の發育著明なり

牛乳

完全に凝固しペプトン化作用なく乳清の分離亦陰性なり

第8號菌

形態 直徑約 1.5 μ に達する双球菌なり

染色 アニリン色素に能く染色し、グラム陽性

運動 無し

芽胞 ミヨレル氏法に依りて芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に依りて莢膜を證明せず

葡萄糖斜面寒天

37° 及同 45° に於ける發育大差なく 24 時間の培養に於て半透明の小雨滴狀の集落の集合せる菌苔を認め孤立せる集落は小雨滴狀にして大き 0.1—0.3 mm 位の大きさを有し正圓形にして僅かに隆起せり培養 48 時間に及ぶ時は集落の大きさを稍増し透明度減少し、稍白色を帯ぶるに至る凝固水は中等度に溷濁して菌の沈澱亦相當に著明なり

ペプトン水

中等度の涵濁を呈し菌の沈澱を認む但し菌膜を形成せず、糖含有培地に比較すれば發育不良なり

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて白色粗糙の周縁を呈する發育を認め表面と深部に於ける發育の程度に差異なく特に放線狀の發育を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて白色棒狀の發育を呈し周縁比較的不正ならず、粗糙なる放線狀の枝狀發育を呈することなし、表面と深部に於ける發育相違を認めず、液化なし

ラクムスモルケ

中等度の涵濁を呈する程度に發育すれ共赤色反應陽性なり

ノイトラールロート寒天

穿刺線に沿ひて粗糙の發育を呈し、還元反應陰性なり

馬鈴薯

肉眼にて認め難き微弱なる發育を營み色素形成なし

普通ブイヨン

中等度に涵濁し菌沈澱を認むれ共菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育稍不良なり

普通斜面寒天

葡萄糖斜面寒天の場合に比較して發育微弱にして透明度は大なり菌集落も亦小にして小雨滴狀の發育著明なり

牛乳

完全に凝固してペプトン化作用なく、乳清の分離亦陰性なり

第10號菌

形態 幅 3.2μ 長さ $5-10\mu$ 位の長桿菌なり、時に長き連鎖をなす事あり

染色 アニリン色素に能く染色しグラム陽性

運動 無し

芽胞 ミヨレル氏法に依りて芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に依りて莢膜を證明す

葡萄糖斜面寒天

37—45° に於ける發育に大差なく、24 時間に於て 3 mm 位の周縁不正不透明帶黃白色の集落を形成し、菌苔厚く培養基面一面に發育良好なり、凝固水は殆ど透明にして菌は管底に沈澱す

ペプトン水

發育良好にして溷濁は寧ろ軽度にして主として管底に沈澱して發育す菌膜を形成せず

高層葡萄糖寒天

穿刺線に沿ひて帶黃白色周縁粗糙の絲狀の發育を營みガスを形成せず、表面部にも亦發育良好なる菌苔を認む

ゲラチン

穿刺線に沿ひて帶黃白色の周縁不正なる絲狀の發育を營み表面部と深部に於ける發育の程度には大差なく液化作用亦陰性

ラクムスモルケ

軽度に溷濁を呈し菌の沈澱多く發育良好にして赤色反應陽性

ノイトラールロート寒天

穿刺線に沿ひて周縁不整の絲狀の發育を營み軽度のガス發生あり。還元作用軽度に陽性表面部にも發育良好なる菌苔を認む

馬鈴薯

稍濕性、發育良好なる厚き菌苔を認め色素形成なし

ブイヨン

ペプトン水の場合に於けると殆ど一致す

普通斜面寒天

葡萄糖寒天の場合と殆ど同じ

酸性培地四回通過後の分離試験成績

第 5 表

酸性培地 4 回通過 37° 培養離分試験成績

| 製劑 雷號 | 分離 菌株 | 形態 | 芽 胞 | 運 動 | 葡 萄 糖 寒天(斜面) | 葡 萄 糖 寒天(高層) | | ゲラチン | | クラムス モルケ | | ノイトラ ロト寒天 | | 馬 鈴 薯 色 素 成 | | 普 通 プイ ン | | 牛 乳 | | 乳 酸 證 明 | | |
|----------|----------|-------------|--------|--------|---|-----------------|-----|------|-----|-------------|-----|--------------|-----|----------------|-----|----------------|------------|-----|---|------------|---|---|
| | | | | | | 發 育 | 瓦 斯 | 發 育 | 液 化 | 發 育 | 赤 變 | 發 育 | 還 元 | 發 育 | 形 成 | 凝 固 | ペ ー ト 化 | 乳 清 | | | | |
| 第 1 號 | a | 中等大桿菌 | - | + | 2m.m. 位の 不透明形帶白色、凝固水濁菌沈 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | - | + | + | - | - | - | - | |
| | b | 大桿菌 | + | + | 灰白色の半面を 鏡よ不透明灰白色の菌苔菌形凝性を帯び凝固水濁菌沈 | - | - | + | + | | | | | | | | | + | + | - | | |
| 第 2 號 | a | 重球菌 | + | - | 0.8m.m. 位前 端透明小菌形凝固水濁菌沈 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | - | - | - | - | |
| | b | 長桿菌 | + | + | | + | - | + | - | + | + | + | + | + | - | + | + | - | - | - | - | |
| | c | 長桿菌は 綫状菌 | + | - | 凝塊状菌不 透明凝固水濁菌 糸状 | + | - | + | - | - | - | + | - | + | - | + | + | + | - | - | + | |
| 第 3 號 | | 中等大桿菌 | + | + | 灰白色粘濁性不 透明の菌苔凝固 水濁菌沈 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | + | - | - | |
| 第 4 號 | a | 重球菌 | + | - | 0.8m.m. 位の 重球状菌形凝固 水濁菌沈 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | + | + | - | - | + |
| | b | 長桿菌 | + | - | 凝塊状菌不 透明凝固水濁菌 糸状 | + | - | - | - | - | - | + | - | + | - | + | + | + | + | - | - | + |
| 第 5 號 | a | 双球菌 | + | - | 0.1-0.8m.m. 位の小雨滴状透 明菌形凝固水濁 菌沈 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | - | - | - | - | |
| | b | 四連菌 | + | - | 0.8m.m. 位の 小雨滴状透明菌 形凝固水濁菌沈 | + | - | + | - | | | | | | | | | | | | | |
| 第 6 號 | | 葡萄状球菌 | - | - | 小雨滴状透明菌 形凝固水濁菌沈 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | - | - | - | - | |
| 第 7 號 | 發育 セズ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 第 8 號 | | 中等大桿菌 | - | + | 2m.m. 位の帶 白色不透明菌形 の凝固水濁菌沈 | + | - | + | + | + | + | + | + | + | - | + | + | - | - | - | - | |
| 第 9 號 | a | 短桿菌 | + | + | 綫状菌帯白色粘 濁性菌苔、凝固 水濁菌沈 | ± | - | + | + | + | + | + | + | + | - | + | + | - | + | - | - | |
| | b | 中等大桿菌 | - | + | 胎内に一面に 帯る過性半透明 菌苔 | ± | - | + | + | + | + | + | + | + | - | + | + | - | - | - | - | |
| 第 10 號 | | 双球菌 | + | - | 0.4m.m. 位の 透明菌形の凝 固水濁菌沈 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | + | + | - | - | + |
| 第 11 號 | | 短桿菌 | - | - | 小雨滴状透明後 白色菌形凝固水 濁菌沈 | - | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | - | - | - | - | |

本試験成績を更に 37° に於ける分離培養試験成績と 45° 度培養に於ける分離試験成

績とに分つ

(1) 37° 培養に於ける分離試験成績

各分離菌株の性状は之を第5表に表示し、分離乳酸菌のみに就ては以下記載を加へたり

分離乳酸菌の生物學的性状

第2號C菌

形態 幅1.6長さ6—9 μ の長桿菌なり

染色 グラム染色陽性單染色鮮明

運動 なし

芽胞 證明せず

莖膜 證明せず

葡萄 糖寒天

37—45°各れの培養に於ても發育すれども兩者に於ける發育の相違を比較すれば37°に於ては一般に集落小なる代りに其數多く、45°に於ては集落大なるに反て數少なし、一般に二四時間の培養に於ては僅かに塵埃を附着せるが如き集落を生じ透見して辛じて其發育を認むることあり、培養四時間にして稍著明なる集落を認め得べし、其集落は塵埃狀の直徑1mm以下の大きさの周縁不整菲薄平坦灰白色を呈し培養日數の經過するに従ひて不透明の度を増し集落を明かに認め得ると同時に乾燥の度を増加す、大きさも直徑3mm以上に達するものありて集落の周圍漸く明に限局し來り内外兩層の區別明になるものあり

ペプトン水 發育せず

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて周縁粗糙なる線狀の微弱なる發育を營み瓦斯を發生せず、表面部と深部に於ける發育の程度には相違を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて周縁不整粗糙なる線狀の極めて微弱なる發育を營む、液化作用なし

ラクムスモルケ 發育を認めず

ノイtralロート寒天

穿刺線に沿ひて周縁粗造なる多數の突起を有する線狀の發育を營む、瓦斯を形成し色素の還元作用なし表面と深部に於ける發育の程度には差異あるを認めず

馬鈴薯

發育は肉眼的に認め得ざれども移植試験に於ては發育を證明す

普通ブイヨン

肉眼的に發育を認めざれども移植試験にては發育を證明す

普通斜面寒天

發育の狀態は葡萄糖斜面寒天の場合に類似すれども發育の程度は之より微弱なり

牛乳

凝固す

第4號A菌

形態 直徑約 1.5μ 位に達する双球菌なり

染色 アニリン色素に能く染色しグラム陽性

運動 なし

芽胞 ミヨレル氏法によりて芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に依りて莢膜を證明せず

葡萄糖斜面寒天

37° 及 45° に於ける發育は大差なく 24 時間の培養に於て半透明の小雨滴狀集落の集合せる菌苔を認め孤立せる集落は小雨滴狀にして $0.1-0.3\text{mm}$. 位の大きさを有し正圓形にして僅かに隆起せり、培養 48 時間に及ぶ時は集落の大きさを稍増し透明度稍減少し白色を帯ぶるに至る、凝固水は中等度に溷濁して菌の沈澱亦相當に著明なり

ペプトン水

中等度の溷濁を呈し菌の沈澱を亦認む、但し菌膜を形成せず糖加培地に比較すれば發育不良なり

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて白色粗造の周縁を呈する發育を認め表面と深部に於ける發育の程度

に差異なく特に放線狀の發育を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて白色粗糙の周縁を呈す、粗糙なる放線狀の枝狀發育を呈すること無し表面と深部に於ける發育相違を認めず液化なし

ラクムスモルケ

中等度の溷濁にして沈澱を認め發育す 赤色反應陽性なり

ノイトラルロート寒天

穿刺線に沿ひて粗糙の發育を呈し還元反應陽性なり

馬鈴薯

肉眼にて認め難き程度の微弱なる發育をなす色素形成なし

普通ブイヨン

中等度に溷濁し菌沈澱を認むれ共菌膜を形成せず糖加培地に比較すれば發育稍不良なり

普通斜面寒天

葡萄糖斜面寒天上に於ける發育に比較して發育微弱にして透明度は大なり菌集落も亦小にして小雨滴狀の發育著明なり

牛乳

完全に凝固しペプトン化作用無く乳清の發生陰性なり

第4號B菌

形態 幅 0.8μ 長さ $8-16\mu$ の長桿菌

染色 グラム染色陽性單染色鮮明なり

運動 なし

芽胞 ミヨレル氏芽胞染色法に據り陰性

莢膜 デヨン氏莢膜染色法に依り之を認めざりき

葡萄糖斜面寒天

37° 及 45° 其何れの培養に於ても發育すれども兩者に於ける發育の相違を比較すれば 37° に於ては一般に集落小なる代りに數多く、 45° に於ては集落大なるに反して數

少なし、一般に 24 時間の培養に於ては僅かに塵埃を附着せるが如き集落を生じ時に透見して僅かに其發育を認むることあり、培養 48 時間にして稍著明なる集落を認め得べし、其集落は塵埃狀の直徑 1 mm 以下の大きさの周縁不整菲薄平坦灰白色を呈す、培養日數増加するに従ひて不透明の度を増し明かに之を認め得ると同時に乾燥の度を増加す、大きさも直徑 3 mm 以上に達するものあり、従ひて集落の周圍鮮明に局限し來り内外兩層の區別可能なり

ペプトン 發育せず

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて周縁不整粗雜なる絲狀の微弱なる發育を營み瓦斯を發生せず表面部と深部に於ける發育の程度には相違を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて周縁不整粗糙線狀の極めて微弱なる發育を營む、液化作用なし

ラクムスモルケ 發育を認めず

ノイトラルロート寒天

穿刺線に沿ひて周縁粗糙なる多數の突起を有する絲狀の發育を營む、瓦斯を形成し色素の還元作用なし、表面と深部に於ける發育の程度には差異あるを認めず

馬鈴薯

發育は肉眼的に認め得ざれども移植試験に於て之をを證明す

普通ブイヨン

肉眼的に發育を認め得ざれども移植試験に於て之をを證明す

普通斜面寒天

發育の状態は葡萄糖斜面寒天に類似すれども發育の程度は之より微弱なり

牛乳 凝固す、但し充分量の菌量を植えるに非ざれば凝固時間大ひに遅る

第 10 號菌

形態 直徑 1.6 μ に達する双球菌なり

染色 アニリン色素に能く染色してグラム陽性

運動 なし

芽胞 ミヨネル氏法に依りて芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に依りて莢膜を證明せず

葡萄糖斜面寒天

37° 及同45°に於ける發育大差なく 24 時間の培養に於て半透明の小雨滴狀の集落の集合せる菌苔を認め孤立せる集落は小雨滴狀にして 0.1—0.3 mm 位の大きさを有し正圓形にして僅かに隆起せり、培養 48 時間に及ぶときは集落の大きさを稍増し透明度減少し白色を帯ぶるに至る、凝固水は中等度に溷濁して菌の沈澱亦相當に著明なり

ペプトン水

中等度の溷濁を呈し菌の沈澱を亦認む、但菌膜を形成せず糖加培地に比較すれば發育不良なり

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて白色粗糙の周縁を呈する發育を認め表面と深部に於ける發育の程度に差異なく特に放線狀の發育を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて白色狀の發育を呈し周縁比較的平整ならず粗糙なる放線狀の枝狀發育を呈することなし表面と深部に於ける發育相違を認めず、液化なし

ラクムスモルケ

中等度の溷濁を呈する程度に發育すれ共赤色反應陰性なり

ノイトラルロート寒天

穿刺線に沿ひて粗糙の發育を呈し還元反應陰性なり

馬鈴薯

肉眼にて認め難き程度の微弱なる發育を營み色素形成なし

普通ブイヨン

中等度に溷濁し菌沈澱を認むれ共菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育稍不良なり

普通斜面寒天

葡萄糖斜面寒天の場合に比較して發育微弱にして透明度は大なり。菌集落

も亦小なれ共 小雨滴状にして著明なり

第 6 表

酸性培地 4 回通過 45° 培養分離試験成績

| 製 劑 番 號 | 分 離 菌 株 | 形 態 | グ ラ ム 染 色 | 芽 胞 | 運 動 | 葡 萄 糖 寒 天 | 葡 萄 糖 | | ゲ ラ チ ン | ラ ク ム ス モ ル ケ | ノ イ ト ラ ル ト 酸 | マ 鈴 薯 色 素 成 形 | 普 通 フ ィ ン | 牛 乳 | | | 乳 酸 證 明 | |
|------------|-------------|------------------|-----------------------|--------|--------|---|----------------------------|------------------|------------------|---------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|-----------------------|--------|-------------|--------|------------------|---|
| | | | | | | | 高 層 寒 天 發 育 | 瓦 斯 發 育 | | | | | | 凝 固 | ペ ン 化 | 乳 清 | | |
| 第 1 號 | a | 中等大桿 | - | - | - | 1-2mm位の圓形不透明聚落 凝固水濁澄菌沈 | + | - | + | - | + | + | - | + | - | - | - | - |
| | b | 長桿菌 | + | - | - | 塵埃狀黒線不正 稍透明聚落 | + | - | + | - | - | + | - | + | + | + | - | + |
| | | 短桿菌 | + | + | + | 1-2mm 圓形 白色不透明聚落 凝固水濁 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | - | - |
| 第 2 號 | a | 長桿菌 | - | - | - | 黒線不正の圓形 白色不透明聚落 凝固水濁澄菌沈 | - | - | - | + | + | + | - | + | + | - | - | - |
| | b | 長桿菌 | + | - | - | 黒線不正の塵埃 狀聚落凝固水濁 澄菌沈 | + | - | ± | - | + | + | - | + | + | - | - | - |
| | c | 長桿菌 又は 絲狀菌 | + | - | - | 円錐不正塵埃狀 聚落凝固水濁澄 菌沈 | + | - | + | - | - | + | - | + | + | + | - | - |
| 第 3 號 | | 中等大桿 | + | + | + | 灰白色チリメン シフ粘糊性菌苔 凝固水濁澄菌沈 | ± | - | + | + | - | + | + | + | + | + | + | - |
| 第 4 號 | a | 絲狀菌 | + | - | - | 0.3mm 位灰白 色圓形半透明 凝落凝固水濁 澄菌沈 | + | - | + | - | - | + | - | + | + | 卅 | - | + |
| | b | 葡萄狀球 | + | - | - | 0.8mm 位帶 黄の聚落凝固 水濁澄菌沈 | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - |
| | c | 双球菌 | + | - | - | 0.3mm 位小雨 滴狀透明圓形 凝落凝固水濁 澄菌沈 | + | - | + | - | + | + | - | + | + | + | ± | + |
| 第 5 號 | | 四連菌 | + | - | - | 初メ透明後灰白 色0.8mm 位の 圓形聚落凝固 水濁澄菌沈 | + | - | + | + | + | - | + | + | - | - | - | |
| 第 6 號 | 發 育 ズ | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 第 7 號 | " | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 第 8 號 | " | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 第 9 號 | | 短桿菌 | - | - | - | 小雨滴狀透明 白色透射の圓形 水濁澄菌沈 | - | - | + | - | + | + | - | + | - | - | - | - |
| 第 10 號 | 發 育 ズ | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 第 11 號 | | 双球菌 | + | - | - | 0.3mm 位の殆 んど透明圓形 凝落凝固水濁 澄菌沈 | + | - | + | - | + | + | - | + | + | + | - | + |

牛乳

完全に凝固しペプトン化作用無く乳清の發生亦陰性なり

(2.) 45° 培養に於ける分離試験成績

各分離菌株の性状は之を第6表に表示し、分離乳酸菌のみに就ては以下の記載を加へたり

分離乳酸菌の生物學的性状

第1號B菌

形態 幅0.8 μ 長さ3 μ の長桿菌にして絲狀連鎖をなす事あり

染色 グラム染色陽性

運動 なし

芽胞 ミヨレル氏芽胞染色法に依り之を證明せず

莢膜 デョーン氏莢膜染色法に依り之を認めざりき

葡萄糖斜面寒天

37° 及 45° 其何れの培養に於ても發育すれども兩者に於ける發育の相違を比較すれば37°に於ては一般に集落小なる代りに數多く、45°に於ては集落大なるに反して數少し、一般に24時間の培養に於ては僅かに塵埃を附着せるが如き集落を生じ時に透見して其發育を認むることあり、培養48時間にして稍著明なる集落を認め得べし其集落は塵埃狀の直徑1mm以下の大きさの周縁不整菲薄平坦灰白色を呈す培養日數増加するに従ひて不透明の度を増し集落を明かに認め得ると同時に乾燥度も亦増加す、大きさも直徑3mm以上に達するものもあり従ひて集落の周圍漸く明に限局し來り内外兩層の區別明になるものあり

ペプトン 發育せず

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて周縁不整粗糙なる發育を營み瓦斯發生せず、表面部と深部に於ける發育の程度には相違を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて周縁不整粗糙の極めて微弱なる發育を營む、液化作用なし

ラクムスモルケ 發育を認めず

ノイトラルロート寒天

穿刺線に沿ひて周縁粗糙多數の突起を有する線狀の發育を營む，瓦斯を形成し色素の還元作用なし，表面と深部に於ける發育の程度には差異を認めず

馬鈴薯

發育は肉眼的に認め得ざれども移植試験に於て之を證明す

普通ブイヨン

肉眼的に發育を認めざれども移植試験に於て之を證明す

普通斜面寒天

發育の状態は葡萄糖斜面寒天の場合に類似すれども發育の程度は之より微弱なり

牛乳

凝固す，但し充分量に植えるに非ざれば凝固時間大に遅る

第2號C菌

形態 幅1 μ 長さ2.4 μ 位の桿菌

染色 グラム染色陽性

運動 なし

芽胞 ミヨレル芽胞染色法に依り之を認めず

莢膜 デョーン氏莢膜染色に依り陰性なり

葡萄糖斜面寒天

37° 及 45° 其何れの培養に於ても發育すれども兩者に於ける發育の相違を比較すれば37° に於ては一般に集落小なる代りに數多く，45° に於ては集落大なるに反して數少し，一般に24時間の培養に於ては僅かに塵埃を附着せる程度の集落を生じ透見して辛じて之を認むることあり培養48時間にして稍著明なる集落を認め得べく，該集落は塵埃狀の直徑1mm以下の大きさにして周縁不整菲薄平坦灰白色を呈す，培養日數の増加するに従ひて不透明の度竝に乾燥度を増加す，大きさも直徑3mm以上に達するものあり，又集落の周圍漸く明に限局し來り内外兩層の區別明かになるものあり

ペプトン水 發育せず

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて周縁不正粗糙にして絲狀微弱なる發育を營む瓦斯を發生せず、表面部と深部に於ける發育の程度は相違を認めず

ゲラチン

穿刺に沿ひて周縁不整粗糙にして絲狀の極めて微細なる發育を營む液化作用なし

ラクムスモルケ 發育を認めず

ノイトラルロート寒天

穿刺線に沿ひて周縁粗糙の突起を有する線狀の發育を營む瓦斯を形成し、色素の還元作用なし、表面と深部に於ける發育の程度には差異あるを認めず

馬鈴薯

發育は肉眼的に不明なれ共移植試験に於て之を證明す

普通ブイヨン

肉眼的に發育を認めざれども移植試験に於て之を證明す

普通斜面寒天

發育の状態は葡萄糖斜面寒天の場合に類似すれども其の程度は之より微弱なり

牛乳

凝固す、但充分量の菌量を移植するに非ざれば凝固時間大ひに遅る

第4號A菌

形態 巾1 μ 長さ2—4 μ の桿菌

染色 グラム染色陽性

運動 なし

芽胞 ミヨレル氏法に依り芽胞を認めず

莢膜 デョーン氏法に據り陰性なり

葡萄糖斜面寒天

37° 及 45° 其何れの培養に於ても發育すれども兩者に於ける發育の相違を比較すれば37°に於ては一般に集落小なる代りに其數多く45°に於ては集落大なるに反し其數少し、一般に24時間の培養に於ては僅かに塵埃を附着せるが如き集落を生じ透見して辛

じて其發育を認むることあり培養 48 時間にして稍著明なる集落を得べし、其集落は塵埃狀の直徑 1 mm 以下の大きにして周縁不整菲薄平坦灰白色を呈す、培養日數増加するに従ひて不透明の度を増し集落を明かに認め得ると同時に乾燥の度を増加す大さも直徑 3 mm 以上に達するものあり、集落の周圍も漸く明に限局し來り内外兩層の區別明かになるものあり

ペプトン 發育せず

葡萄糖高層寒天.

穿刺線に沿ひて周縁不正粗糙なる線狀の微弱なる發育を營む瓦斯發生せず表面部と深部に於ける發育の程度は相違を認めず

グラチン

穿刺線に沿ひて周縁不正粗糙絲狀の極めて微細なる發育を營む液化作用なし

ラクムスモルケ 發育せず

ノイトラルロート寒天.

穿刺線に沿ひて周縁粗糙なる多數の突起を有する線狀の發育を營む、瓦斯を形成し色素の還元作用なし、表面と深部に於ける發育の程度には差異あるを認めず

馬鈴薯

發育肉眼的に認め得ざれども移植試験に於て之を證明す

普通ブイヨン

肉眼的に發育を認めざれども移植試験に於て發育を證明す

普通斜面寒天.

發育の狀態は葡萄糖斜面の場合に類似すれども其の程度は之より微弱なり

牛乳.

凝固す、但し充分量を植えるに非ざれば凝固時間大ひに遅る

第 5 號 C 菌

形態. 直徑約 1.6 μ に達する双球菌なり

染色. アニリン色素に能く染色しグラム陽性

運動. なし

芽胞. ミヨレル氏法に依りて芽胞を認めず

莢膜. デョーン氏法に依りて莢膜を證明せず

葡萄糖斜面寒天

37° 及 45° に於ける發育大差なく 24 時間の培養に於て半透明の小雨滴狀の集落の集合せる菌苔を認め孤立せる集落は小雨滴狀にして 0.1—0.3 mm 位の大さを有し正圓形にして僅かに隆起せり、培養 48 時間に及ぶ時は集落の大さを稍増し透明度稍減少し白色を帯ぶるに至る、凝固水は中等度に溷濁して菌の沈澱亦相當に著明なり

ペプトン水

中等度の溷濁を呈し菌の沈澱も亦認む但菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育不良なり

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて白色粗糙の周縁を呈する發育を認め表面と深部に於ける發育の程度に差異なく特に放線狀の發育を認むる事なし

ゲラチン

穿刺線に沿ひて白色棒狀の發育を呈し周縁比較的不正ならず、粗糙なる放線狀の枝狀發育を呈することなし、表面と深部に於ける發育の相違を認めず、液化なし

ラクムスモルケ

中等度の溷濁にして菌の沈澱を認めむる程度に發育すれ共赤色反應陽性なり

ノイトラールロート寒天

穿刺線に沿ひて粗糙の發育を呈し還元反應陰性なり

馬鈴薯

肉眼にて認め難き程度の微弱なる發育をなす色素形成なし

普通ブイヨン

中等度に溷濁し菌沈澱を認むれ共菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育稍不良なり

普通斜面寒天

葡萄糖斜面寒天の場合に比較して發育微弱にして透明度は大なり、菌集落も亦小に

して小雨滴状の發育著明なり

牛乳

完全に凝固しペプトン化作用なく乳清の發生も亦陰性なり

第11號菌

形態、直徑約 1.6μ 位の双球菌なり

染色、アニリン色素に能く染色しグラム陽性

運動、なし

芽胞、ミヨレル氏法に依り芽胞を認めず

莢膜、デヨーン氏法に依り莢膜を證明せず

葡萄糖斜面寒天

37° 及 45° に於ける發育に大差なく24時間の培養に於て半透明の小雨滴状の集合せる菌苔を認め孤立せる集落は小雨滴状にして $0.1-0.3 \text{ mm}$ 位の大きさを有し正圓形にして僅に隆起せり、培養48時間に及ぶ時は集落の稍益し透明度稍減少し白色を帯ぶるに至る、凝固水は中等度に溷濁して菌の沈澱亦相當に著明なり

ペプトン水

中等度の溷濁を呈し菌の沈澱を亦認む但菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育不良なり

葡萄糖高層寒天

穿刺線に沿ひて白色粗糙の周縁を呈する發育を認め、表面と深部に於ける發育の程度に差異なく特に放線状の發育を認めず

ゲラチン

穿刺線に沿ひて白色棒状の發育を呈し周縁比較的不正ならず、粗糙なる放線の枝状發育を呈することなし表面と深部に於ける發育相違を認めず液化なし

ラクムスモルゲ

中等度の溷濁にして菌の沈澱を認め發育す赤色反應陽性なり

ノイトラルロート寒天

穿刺線に沿ひて粗糙の發育を呈し還元反應陰性なり

馬鈴薯

肉眼にて認め難き程度の微細なる發育をなす、色素形成なし

普通ブイヨン

中等度に溷濁し菌沈澱を認めれ共菌膜を形成せず、糖加培地に比較すれば發育稍不良なり

普通斜面寒天

葡萄糖斜面寒天に於ける場合に比較して發育微弱にして透明度は大なり、菌集落も亦小にして小雨滴狀の發育著明なり

牛乳

完全に凝固し、ペプトン化作用無く乳清の分離も亦陰性なり

第四章 分離乳酸菌の分類及動物實驗

在來の乳酸菌の分類法は概ね同菌の一般生物學的性狀のみに依るものにして未だ以て完全なる分類法なりと云ひ難し、余等も亦分離乳酸菌の分類を試み、先づ第一に分類諸菌株の一般生物學的性狀に依る分類を行ひ、第二には糖分解能力の比較實驗によりて分類を行ひ、進で血清學的反應に依る分類法の可能なるや否やをも確めんと欲したれども實驗未了なるが爲に之は省略せり、因て單に動物に對する毒性の有無に關する比較試験成績のみを本章に追加記載せり、便宜上全分離試験に於て得たる乳酸菌株を總括的に列記すれば次の如し

牛乳培地通過に依り分離し得たる乳酸菌

第5號A菌 双球菌 便宜上A双球菌となす

酸性培地2回通過37°培養分離乳酸菌

第1號A菌 双球菌 便宜上B双球菌となす

第3號A菌 桿菌 便宜上A桿菌となす

第3號D菌 桿菌 便宜上B桿菌となす

酸性培地2回通過45°培養分離乳酸菌

第1號B菌 双球菌 便宜上C双球菌となす

第8號菌 双球菌 便宜上D双球菌となす

第10號菌 桿菌 便宜上C桿菌となす

酸性培地4回通過37°培養分離乳酸菌

第2號C菌 長桿菌又は絲狀菌 便宜上Aブルガリヤ類似菌となす

第4號A菌 双球菌 便宜上E双球菌となす

同 B菌 長桿菌 便宜上Bブルガリヤ類似菌となす

第10號菌 双球菌 便宜上F双球菌となす

酸性培地4回通過45°培養分離乳酸菌

第4號C菌 双球菌 便宜上G双球菌となす

第11號菌 双球菌 便宜上H双球菌となす

第一節 一般生物學的性狀に依る分類

前章に記載したる各分離乳酸菌株の一般生物學的性狀のみに依る時は分離乳酸菌株は大體3種の乳酸菌株に分類せらるるものなり、即ち第1種類は双球菌屬にして前記分離乳酸双球菌全部は一致して此屬の内に加入せしめ得べし、第2種類は乳酸桿菌屬A種とB種とに分類せられA種には前記A桿菌竝にB桿菌之に屬しB種には前記C桿菌之に屬す第3種類はブルガリヤ類似菌株にしてAブルガリヤ類似菌よりDブルガリヤ類似菌迄之に屬す

第二節 糖類分解能力に依る分類

糖類分解能力を各分離乳酸菌株に就き比較試験を行ひたるに、他の一般生物學的性狀のみに依りて同種屬なるものも更に之を分類することを得たり、使用培地としては1%ウイッテペプトン水培養基、諸種糖類2%蒸留水溶液及メルク製ラクムス溶液を用意し、各材料を別々に滅菌して、 $N/4$ 苛性曹達にて反應を $P_{H}70$ に補正したる後無菌的に混和してラクムス及2%糖加ペプトン水培養液となせり、而して酸の加入を防ぐ爲めに菌株培養基は $P_{H}7$ の2%葡萄糖寒天を使用し、同培地37°,48時間培養の各乳酸菌の充分菌量2-3白金耳を糖加ペプトン水に植え前後1週間に亘りて糖分解の有無の成績を観察したり、尙ブルガリヤ類似菌の如きは中性培地には發育不良なるが故に肉眼的には發育の有無を判断し難き故に糖分解陰性のものに就ては移植試験を行ひて發育を證明せり

本試験成績の概要は第7表より第9表に示せり、表によりて明なるが如く、他の一般生物學的性狀のみによりて同種なりと認めたる乳酸双球菌屬もサッハローゼの分解の相異のみによりて2型に分ち得べし、而して第1型はサッハローゼを分解するA双球菌、B双球菌、E双球菌、F双球菌等にして第2型はサッハローゼを分解し得ざる菌株、C双球菌、D双球菌、G双球菌、H双球菌等なり(第7表参照)

第 7 表

分離乳酸双球菌の糖類分解比較試験成績

| 菌 株 | 培養期日 | 各水炭素類 | | | | | | | | | | |
|----------------|---------|---------|------------|-----------|----------|--------|-----------|--------|---------|----------|----------|--------|
| | | Glucose | Saccharose | galactose | Man-nose | Stärke | Laevulose | Sorbit | Dextrin | Glycogen | Mal-tose | Inulin |
| A 乳 酸 双 球 菌 | 同 24 時間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 3 日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 5 日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 7 日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| B 乳 酸 双 球 菌 | 同 24 時間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 3 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 5 日間 | + | ± | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 7 日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| C 乳 酸 双 球 菌 | 同 24 時間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 3 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 5 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 7 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| D 乳 酸 双 球 菌 | 同 24 時間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 3 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 5 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 7 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| E 乳 酸 双 球 菌 | 同 24 時間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 3 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 5 日間 | + | ± | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 7 日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| F 乳 酸 双 球 菌 | 同 24 時間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 3 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 5 日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 7 日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| G 乳 酸 双 球 菌 | 同 24 時間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 3 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 5 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 7 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| H 乳 酸 双 球 菌 | 同 24 時間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 3 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 5 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 同 7 日間 | + | - | + | + | + | + | - | + | - | + | - |

次に分離乳酸桿菌も他の一般生物學的性狀による分類法に従へば2種類にしてA桿菌とB桿菌は一致し、C桿菌のみ異なるが如く見ゆれ共糖分解に於てはA桿菌、B桿菌の間にも亦相違ありてB桿菌はマンノーゼ、ソルビット及イヌリンを分解し得ざる點

に於てA桿菌と異れり、即ち糖分解の形成よりすれば分離桿菌は3種類となれり

而してA桿菌、B桿菌及びC桿菌に共通せる現象は糖分解の傍ら盛に脱色反應を營むことにして又A桿菌とB桿菌は糖培地に菌を培養して24時間目位に盛に瓦斯を發生せるを認めたり (第8表参照)

第 8 表
分離乳酸桿菌糖類分解比較試驗成績

| 菌 株 | 含水炭素類 | Glucose | Saccha-rose | Galac-tose | Maan-ose | Stärke | Laevu-lose | Sorbit | Dext-rin | Glyco-gen | Mal-tose | Inulin |
|--------------|---------------|---------|-------------|------------|----------|--------|------------|--------|----------|-----------|----------|--------|
| | 培養期日 | | | | | | | | | | | |
| A 乳 酸 桿 菌 | 培 養 24 時 間 | 瓦斯發生+ | + | + | + | + | + | + | - | - | ± | - |
| | 3 日 間 | 脱 色+ | + | + | + | + | + | + | ± | ± | + | ± |
| | 5 日 間 | 脱 色+ | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| | 7 日 間 | 脱 色+ | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| B 乳 酸 桿 菌 | 24 時 間 | 瓦斯發生+ | + | - | - | - | + | + | - | - | ± | - |
| | 3 日 間 | 脱 色+ | + | + | - | + | + | - | + | ± | + | ± |
| | 5 日 間 | 脱 色+ | + | + | - | + | + | - | + | ± | + | - |
| | 7 日 間 | 脱 色+ | + | + | - | + | + | - | + | + | + | - |
| C 乳 酸 桿 菌 | 24 時 間 | 脱 色+ | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - |
| | 3 日 間 | 脱 色+ | - | - | - | - | - | - | + | - | + | - |
| | 5 日 間 | 脱 色+ | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| | 7 日 間 | 脱 色+ | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + |

最後に分離ブルガリヤ類似菌5菌株に就て見るに各菌株共通なる性状はグリコーゲン及びイヌリンを分解する點に在り、而してAブルガリア菌株、Cブルガリア菌株、Dブルガリヤ菌株は、ソルビット、グリコーゲン及びイヌリンを分解せざるのみにして他の糖類を悉く分解する點に於て全然一致して同一屬と見なし得べし、而してB菌株及びE菌株共に糖分解作用の型式に依りて分離ブルガリヤ類似菌は3種類に分類し得べし、(第9表参照)然るに在來の乳酸菌分類法中に於て比較的多くの學者に依りて認められたるレーニス氏の分類法に比較して予等の分離せる各乳酸菌株が如何なる關係に在るかを觀察するに分離各乳酸双球菌はレーニスの *Streptococcus pyogenes* Rosenbach 類に能く一致すれ共レーニス氏の糖分解試験成績に関する記載簡單なるが爲めに全然一致せる菌株なりと断定し難し、故に予等の分離せる乳酸双球菌は之を單に

第 9 表

分離ブルガリヤ類似菌糖類分解比較試験成績

| 菌 株 | 培養期日 | 含水炭素類 | | | | | | | | | | |
|-----------------------------|------|---------|------------|-----------|----------|--------|-----------|--------|---------|----------|----------|--------|
| | | Glucose | Saccharose | Galactose | Man-nose | Stärke | Laevulose | Sorbit | Dextrin | Glycogen | Mal-tose | Inulin |
| A ブル ガ 類 似 菌 | 24時間 | + | + | - | + | ± | - | - | + | - | - | - |
| | 3日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 5日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 7日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| B ブル ガ 類 似 菌 | 24時間 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 3日間 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 5日間 | + | ± | + | - | - | - | - | - | - | ± | - |
| | 7日間 | + | + | + | - | - | - | - | - | - | + | - |
| C ブル ガ 類 似 菌 | 24時間 | - | + | - | - | ± | - | - | - | - | - | - |
| | 3日間 | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 5日間 | ± | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 7日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| D ブル ガ 類 似 菌 | 24時間 | + | + | ± | - | ± | - | - | + | - | - | - |
| | 3日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 5日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| | 7日間 | + | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - |
| E ブル ガ 類 似 菌 | 24時間 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 3日間 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | ± | - |
| | 5日間 | ± | - | + | - | - | ± | + | - | - | + | - |
| | 7日間 | + | - | + | - | + | + | + | - | - | + | - |

乳酸双球菌と呼び、糖分解の型式により前記の如く便宜上第1型第2型に分ちて記載するを適當なりと認めたり乳酸桿菌屬中 A 桿菌はレーニス氏の *Bacterium casei* 屬に一致し、B 桿菌はレーニス氏の *Bacterium pneumoniae* Frldr. 屬に能く一致し、C 桿菌はレーニス氏の *Bacterium casei* 屬に類似すれ共糖分解の型式に於て菌株各相異せり、最後に記載せる各ブルガリヤ類似菌株は其名の如くブルガリヤ菌に極似すれ共尙在來の記載に一致せざる點もあるが故に便宜上特にブルガリヤ類似菌と命名せるなり

第三節 分離乳酸菌の毒性に関する試験

分離乳酸菌株が動物に對して毒性を有するか否かを知らんと欲して試験動物として健康なるマウス及び家兔を各菌株に就き各2頭宛使用して各菌株培養一定量を動物に接種し経過日數7日間に亘りて動物の體重の變化生死の有無を觀察し死亡したるものに就ては解剖的所見をも調査し心臟血よりの菌培養の有無をも検査せり

(1) マウスに於ける試験成績 (第10表参照)

各分離乳酸菌株の PH 5.5, 2% 葡萄糖寒天 37°, 48 時間培養 1/5 白金耳生理的食鹽水浮

第 10 表
分離乳酸菌のマウスに対する毒性試験成績

| 菌 株 | 投與菌液量 | 菌液投動番 與部位物號 | 觀察時間内に於ける動物體重の變化 | | | | | 轉 歸 | 摘 要 | |
|----------------|---|----------------|------------------|-------------|------|------|------|--------|-----|-------------------|
| | | | 16/I | 18/I | 20/I | 22/I | 24/I | | | |
| A ブルガリア 類似菌 | PH 7.0, 2% 葡 萄糖寒天 48 時 間培養 1/50 倍 | 腹腔内 | 1 | 20.0 | 20.0 | 19.2 | 19.5 | 19.3 | 生 | } 心血より乳酸菌分 離陰性 |
| 2 | | | 24.4 | 24.4 | 22.5 | 21.8 | 22.2 | 生 | | |
| B ブルガリア 類似菌 | " | " | 3 | 169.9 ぼや | 19.9 | 死 | | | 死 | |
| 4 | | | 25.95 | 25.95 | 25.8 | 26.2 | 26.0 | 生 | | |
| C ブルガリア 類似菌 | " | " | 5 | 26.2 | 26.2 | 24.5 | 24.5 | 24.0 | 生 | |
| 6 | | | 24.1 | 24.1 | 23.2 | 23.0 | 23.3 | 生 | | |
| D ブルガリア 類似菌 | " | " | 7 | 14.5 | 14.5 | 14.5 | 14.3 | 15.3 | 生 | |
| 8 | | | 26.5 | 26.5 | 24.7 | 25.3 | 25.0 | 生 | | |
| E ブルガリア 類似菌 | " | " | 9 | 23.5 | 23.5 | 23.0 | 24.0 | 24.0 | 生 | |
| 10 | | | 19.7 | 19.7 | 死 | | | 死 | | |
| A 乳 酸 双 球 菌 | " | " | 11 | 13.4 | 13.4 | 12.2 | 11.7 | 12.5 | 生 | } 心血より乳酸菌分 離陰性 |
| 12 | | | 15.5 | 15.5 | 14.5 | 13.5 | 14.5 | 生 | | |
| B 乳 酸 双 球 菌 | " | " | 13 | 22.7 | 22.7 | 23.0 | 23.0 | 23.0 | 生 | |
| 14 | | | 18.2 | 18.2 | 18.0 | 17.5 | 17.7 | 生 | | |
| C 乳 酸 双 球 菌 | " | " | 15 | 24.6 | 24.6 | 23.2 | 22.7 | 23.0 | 生 | |
| 16 | | | 18.3 | 18.3 | 17.2 | 16.2 | 16.6 | 生 | | |
| D 乳 酸 双 球 菌 | " | " | 17 | 18.2 | 18.2 | 17.9 | 18.3 | 19.0 | 生 | |
| 18 | | | 17.2 | 17.2 | 16.7 | 16.5 | 17.0 | 生 | | |
| E 乳 酸 双 球 菌 | " | " | 19 | 19.5 | 19.5 | 17.9 | 17.0 | 18.0 | 生 | |
| 20 | | | 22.7 | 22.7 | 21.3 | 21.7 | 22.6 | 生 | | |
| F 乳 酸 双 球 菌 | " | " | 21 | 23.3 | 23.3 | 21.7 | 20.3 | 21.7 | 生 | |
| 22 | | | 16.1 | 16.1 | 16.2 | 16.2 | 16.7 | 生 | | |
| G 乳 酸 双 球 菌 | " | " | 23 | 13.7 | 13.7 | 13.1 | 13.2 | 13.5 | 生 | |
| 24 | | | 17.7 | 17.7 | 17.5 | 17.6 | 18.3 | 生 | | |
| H 乳 酸 双 球 菌 | " | " | 25 | 25.2 | 23.2 | 22.5 | 22.6 | 23.0 | 生 | |
| 26 | | | 15.8 | 15.8 | 14.8 | 14.5 | 14.7 | 生 | | |
| A 桿 乳 酸 菌 | " | " | 27 | | 14.8 | 14.5 | 14.5 | 14.2 | 生 | |
| 28 | | | | 16.3 | 16.5 | 15.3 | 15.3 | 生 | | |
| B 桿 乳 酸 菌 | " | " | 29 | | 21.7 | 21.0 | 21.3 | 21.6 | 生 | |
| 30 | | | | 19.3 | 19.3 | 21.2 | 20.6 | 生 | | |
| C 桿 乳 酸 菌 | " | " | 31 | | 16.4 | 17.0 | 16.9 | 16.5 | 生 | |
| 32 | | | | 13.7 | 14.0 | 14.3 | 15.9 | 生 | | |
| チ フ ス 菌 | " | " | 33 | | 22.4 | 21.0 | 20.5 | 20.5 | 生 | |
| 34 | | | | 17.4 | 16.0 | 17.0 | 17.2 | 生 | | |

游液をマウスの腹腔内に注射して前記の觀察を行ひたり、其成績の概要は第10表にして本試験に依れば各分離乳酸菌株はマウスに対して毒性を有せざるものの如し

2. 家兎に於ける試験成績 (第11表参照)

各分離乳酸菌株の PH 5.5, 2% 葡萄糖寒天 37°, 48 時間培養 1/50 白金耳生理的食鹽水浮游液を家兎の耳靜脈内に注射して前記の觀察を行へり、其成績の概要は第11表にして各分離乳酸菌株は家兎に対して毒性を有せざるものの如し

第五章 總 括

以上の實驗成績を總括すれば次の如し

第 11 表
分離乳酸菌の家兎に對する毒性試験成績

| 菌 株 | 投與菌液量 | 菌液投與部位 | 動物番 物號 | 觀察期間に於ける動物體重の變化 | | | | | 摘 歸 | 摘 要 |
|----------------|--|--------|-----------|-----------------|--------|--------|--------|--------|--------|-----------------------------|
| | | | | 17/I | 19/I | 21/I | 23/I | 25/I | | |
| A ブルガリア 類似菌 | PH7.0, 2% 菌液 斜面寒天 48時 菌培養 1/50cc | 耳靜脈 | 1 | 2636.0 | 2730.0 | 2686.0 | 2750.0 | 2670.0 | 生 | |
| | | | 2 | 2730.0 | 2565.0 | 2595.0 | 2565.0 | 2550.0 | 生 | |
| B ブルガリア 類似菌 | " | " | 3 | 2270.0 | 2360.0 | 2335.0 | 2355.9 | 2360.0 | 生 | |
| | | | 4 | 2940.0 | 2915.0 | 2890.0 | 2860.0 | 2830.0 | 生 | |
| C ブルガリア 類似菌 | " | " | 5 | 2820.0 | 2850.0 | 2840.0 | 2820.0 | 2875.0 | 生 | |
| | | | 6 | 2870.0 | 3410.0 | 3315.0 | 3345.0 | 3325.0 | 生 | |
| D ブルガリア 類似菌 | " | " | 7 | 2690.0 | 2740.0 | 2715.0 | 2725.0 | 2690.0 | 生 | |
| | | | 8 | 2500.0 | 2545.0 | 2585.0 | 2570.0 | 2575.0 | 生 | |
| E ブルガリア 類似菌 | " | " | 9 | 2090.0 | 2215.0 | 2075.0 | 2035.0 | 2125.0 | 生 | } 19/I-20/I迄食欲不進 なりしも恢復す |
| | | | 10 | 2085.0 | 2120.0 | 1935.0 | 1935.0 | 2115.0 | 生 | |
| A 乳球 双球菌 | " | " | 11 | 2040.0 | 2075.0 | 1915.0 | 2025.0 | 2085.0 | 生 | |
| | | | 12 | 2245.0 | 2285.0 | 2290.0 | 2280.0 | 2295.0 | 生 | |
| B 乳球 双球菌 | " | " | 13 | 2130.0 | 2185.0 | 2135.0 | 2045.0 | 1985.0 | 生 | |
| | | | 14 | 2345.0 | 2485.0 | 2405.0 | 2415.0 | 2450.0 | 生 | |
| C 乳球 双球菌 | " | " | 15 | 2510.0 | 2495.0 | 2520.0 | 2485.0 | 2510.0 | 生 | |
| | | | 16 | 2000.0 | 2200.0 | 2175.0 | 2185.0 | 2210.0 | 生 | |
| D 乳球 双球菌 | " | " | 17 | 2145.0 | 2360.0 | 2285.0 | 2355.0 | 2375.0 | 生 | |
| | | | 18 | 1950.0 | 2035.0 | 2060.0 | 2050.0 | 1990.0 | 生 | |
| E 乳球 双球菌 | " | " | 19 | 2070.0 | 2050.0 | 2115.0 | 2095.0 | 2095.0 | 生 | |
| | | | 20 | 1865.0 | 2015.0 | 1890.0 | 1805.0 | 1875.0 | 生 | |
| F 乳球 双球菌 | " | " | 21 | 2185.0 | 2275.0 | 2190.0 | 2185.0 | 2150.0 | 生 | } 19/I-23/I迄食欲不進 なりしも恢復す |
| | | | 22 | 2120.0 | 2230.0 | 2030.0 | 1840.0 | 1820.0 | 生 | |
| G 乳球 双球菌 | " | " | 23 | 2085.0 | 1970.0 | 2085.0 | 2075.0 | 2035.0 | 生 | |
| | | | 24 | 1950.0 | 1940.0 | 1990.0 | 2030.0 | 2030.0 | 生 | |
| H 乳球 双球菌 | " | " | 25 | 2465.0 | 2330.0 | 2380.0 | 2410.0 | 2400.0 | 生 | |
| | | | 26 | 2540.0 | 2480.0 | 2495.0 | 2530.0 | 2535.0 | 生 | |
| A 乳球 桿菌 | " | " | 27 | 2385.0 | 2570.0 | 2345.0 | 2360.5 | 2370.0 | 生 | |
| | | | 28 | 2195.0 | 2200.0 | 2190.0 | 2185.0 | 2185.0 | 生 | |
| B 乳球 桿菌 | " | " | 29 | 2655.0 | 2660.0 | 2650.0 | 2750.0 | 2660.0 | 生 | |
| | | | 30 | 2486.0 | 2455.0 | 2490.0 | 2500.0 | 2495.0 | 生 | |
| C 乳球 桿菌 | " | " | 31 | 2800.0 | 2750.0 | 2780.0 | 2770.0 | 2790.0 | 生 | |
| | | | 32 | 1930.0 | 1930.0 | 1950.0 | 1910.0 | 1920.0 | 生 | |
| チフス菌 | " | " | 實驗せず | | | | | | | |

1. 供試乳酸菌製剤及び同飲料總數 11 種類には馬鈴薯菌又は枯草菌の如き雜菌の混入せるもの多きが爲めに乳酸菌の分離も比較的困難にして余等の行ひたる試験の範圍内に於ては直接分離法に依りては乳酸菌の分離不可能にして牛乳培地通過後に於ける分離法に依りては分離困難にして酸性培地通過後に於ける分離法に依りて比較的良なる分離成績を得たり

2. 分離せる乳酸菌は乳酸球菌最多く次で乳酸桿菌及び同絲狀菌なるが、レーニスの分類法に従ふ時は分離双球菌の大多數は *Streptococcus pyogenes* Rosenbach 屬に最能く一致すれ共、糖分解の型式によりて異なるものなるが故に單に乳酸球菌となし、分

離乳酸桿菌及同絲狀菌はレーニスの分類法に従へばブルガリヤ菌に類似すれ共、尙在來の記載に一致せざる點あるが故に便宜上此種の菌株はブルガリヤ類似菌となし、他の分離乳酸桿菌の内にはレーニスの分類法に従ふ時は *Bacterium pneumoniae* Frldr. 屬又は *Bacterium casei* 屬に近似せるものあれ共、同氏の糖分解作用に関する記載簡單なるが爲めに同菌屬の何れの菌株に一致するか不明なる點あり、因つて此種の菌株は之を一括して乳酸桿菌となせり

3. 右の分類記載法に従ひて各乳酸菌製劑及び同飲料より乳酸菌を分離し得たる成績を適記すれば次の如し

牛乳培地通過 45° 培養分離乳酸菌

第5號製品より乳酸双球菌 1 菌株

酸性培地 2 回通過 37° 培養分離乳酸菌

第1號製品より 乳酸双球菌 1 菌株

第3號製品より 乳酸桿菌 3 菌株

酸性培地 2 回通過 45° 培養分離乳酸菌

第1號製品より 乳酸双球菌 1 菌株

第8號製品より 乳酸双球菌 1 菌株

第10號製品より 乳酸桿菌 1 菌株

酸性培地 4 回通過 37° 培養分離乳酸菌

第2號製品より ブルガリヤ類似菌 1 菌株

第4號製品より 乳酸双球菌 1 菌株

ブルガリヤ類似菌 1 菌株

酸性培地 4 回通過 45° 培養分離乳酸菌

第1號製品より ブルガリヤ類似菌 1 菌株

第2號製品より ブルガリヤ類似菌 1 菌株

第4號製品より ブルガリヤ類似菌 1 菌株

乳酸双球菌 1 菌株

第11號製品より 乳酸双球菌 1 菌株

糖分解試験によりて分離乳酸球菌は2型に分類せられ、ブルガリヤ類似菌及びその他の乳酸桿菌は糖分解の形式によりて各3種類の菌型に分類し得べし

5. 各分離乳酸菌株は家兎及びマウスに對して毒性を證明せず

文 献

1. *Rist u. Khoury*, Etudes sur un lait fermenté comestible Le "Leben" d'Egypte (Annal de L'Inst. Pasteur T. 16.)
2. *Düggeli*, bakteriologische Untersuchungen über das armenische Mazun. (Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 15, 1906.)
3. *Grixoni*, Nuovo latte fermentato facile a prepararsi nei servizi ospedalieri "Gioddu" (Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 15, S. 750, 1906.)
4. *Luerssen u. Kühn*, Yoghurt, die bulgarische Säuremilch. (Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 20, S. 234, 1908.)
5. *Beijerinck, J. F.* Spiritus Industrie, Bd. 25, S. 533.
6. 石黒, ブルガリヤ乳酸菌の研究, 海軍軍醫學會誌 21 卷 26 頁
7. 植木氏, 市販乳酸菌粉末試験報告, 衛生試験所彙報 22 號大正 12 年, 175 頁
8. 菱刈實雄氏, 長桿乳酸桿菌の研究, 日本微生物學會雜誌 18 卷 2 號大正 13 年, 243 頁
9. 鐵道省衛生試験所, 各乳酸菌製劑の細菌検査成績に就て, 日本鐵道醫協會雜誌 11 卷, 30 號, 大正 14 年, 46 頁
10. *Flügge*, Mikroorganismen, No. 4, S. 121-135.
11. *Grotenfeld*, Fortschr. d. Med., 122, S. 1889.
12. *Günther u. Thierfelder*, Archiv. f. Hygiene, Bd. 25, S. 164.
13. *Leichmann*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Org. S. 737, 1902, 6, 25, 1899.
14. *Kruse*, Centralbl. f. Bakt. Abt. 1, Org. S. 737, 1902.
15. *Kováč*, Zeitschr. f. Hygiene, S. 372, 1917.
16. *Schierbeck*, Archiv f. Hygiene, Bd. 38, S. 294.
17. *Wehmer*, Centralbl. f. Bakt., Abt. II, Bd. 10, S. 625.
18. *Kütt*, Deutsche Zeitsch. f. Thiermed., Bd. 12, 1885.
19. *Lehmann u. Neumann*, Bakt. Diagnostik. 6 Aufl. S. 305, 1920.
20. *Weigmann*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 5, S. 830, 1899.
21. *Laxa*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 5, S. 755, 1899.
22. *Freudenreich*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 3, S. 90, 1897.
23. " " " "
24. *Hashimoto*, Hygien. Rundschau. Bd. XI, S. 884, 1901.
25. *Luerssen u. Kühn*, Centralbl. f. Bakt. u. Parasitenkunde, Bd. 30, S. 243, 1908.
26. *Freudenreich*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 3, S. 92.
27. *Weigmann*, Bakt. in ihren Beziehungen zu Landwirtschaft etc., 111, 25, 1890.
28. *Höppe*, Mitteilungen aus dem Kaisrl. Gesundheitsamt. Bd. 2, S. 309, 1884.
29. *Escherich*, Die Darmbakterien d. Säuglings. S. 572, 1889.
30. *Grotenfeld*, Fortschritte d. Medizin, Nr. 2. u. 4, 1889.
31. *Bürki u. Düggeli*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 15, S. 709, 1906.
32. *Baumann*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, S. 600, 1909.
33. *Lehmann*, u. *Neumann*, Bakt. Diagnostik, 6 Aufl., S. 303, 1920.
34. " " " "
35. *Kuntze*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 21, S. 737, 1908.
36. *Mereszkowsky*, Centralbl. f. Bakt. Abt. 1, Org., S. 380, 1905.
37. *Lehmann u. Neumann*, Bakt. Diagnostik, Bd. 2, 6 Aufl., S. 304.
38. *Immano*, Centralbl. f. Bakt., Referat, 43, 663.
39. *Standberg*, Zeitschr. f. Kl. Med., Bd. 51, 1903.
40. *Lehmann u. Neumann*, Bakt. Diagnostik. 6 Aufl., Bd. 2, S. 306.
41. *Luerssen u. Kühn*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 20, S. 234, 1908.
42. " " " "

43. *Huss*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 15, S. 577, 1906.
44. *Grixoni*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 15, S. 500, 1906.
45. *Rist* u. *Khoury*, Annales de L'Institut Pasteur Paris, 16, p. 65, 1903.
46. *Freudenreich*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 3, S. 545, 1897.
47. *Nikolajewa*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 21, S. 429, 1908.
48. *Dödelein*, Das Scheidensekret u. Seine Bedeutung f. d. Puerperalfieber, Leipzig, 1892.
49. *Hüppe*, Deutsche Med. Wochenschr. S. 777, 1884.
50. *Hashimoto*, Hygienische Rundschau, S. 58, 1901.
51. *Lindner*, Die Sarcina-Organismen der Gährungsgewebe, Berlin, 1888.
52. *Adametz*, Landwirtschaft. Jahrbücher, Bd. 18, S. 241, 1889.
53. *Adametz*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 1, S. 465, 1895.
54. *Brütigem*, Pharm. Centralbl. Bd. 32, S. 427, 1891.
55. *Marpmann*, Ergänzungshefte z. Centralbl. f. Bakt. allg. Ges.-pfl., Bd. 11, Heft 12, S. 117, 1886.
56. " " "
57. *Happ*, Bakteriologisch u. Chemische Untersuchungen über schleimige Gährung., S. 247, 1893.
58. *Leichmann*, Milchzeitung, S. 67, 1896.
59. *Leichmann*, Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 22, S. 777, 1896.
60. *Ratz*, Archiv. f. Thierheilk., Bd. 16, 1890.
61. *Kruger*, Centralbl. f. Bakt., Abt. 1, Bd. 7, S. 465, 1890.
62. *Fokker*, Zeitschr. f. Hygiene, Bd. 9, S. 43, 1890.
63. *Freudenreich*, Landwirtschaftl. Jahrb., 442, 1891.
64. " " "
65. *Kozai*, Zeitschr. f. Hyg., Bd. 31, S. 359-361.
66. *Henneberg*, Gährungsbakteriologisches Praktikum, Betriebsuntersuchungen u. Pilzkunde.
67. *Kruse*, Allgemeine Mikrobiologie, Leipzig, 1910, S. 286-290.
68. 鈴木及湯川, 農業醸造細菌研究法及檢索法 335 頁—373 頁
69. 齋藤賢道, 醱菌類檢索便覽 18—43 頁
70. *Lönis*, Versuch einer Gruppierung der Milchsäurebakterien. (Centralbl. f. Bakt. Abt. II, Bd. 18, S. 97, 1907.)
71. *Wilde*, Diss. Boun., 1896.
72. *Löhms*, Centralbl. f. Bakt., Abt. II, Bd. XIV, P. 582, 1905.
73. *Hüppe*, Mitt. a. d. Kais. Ges.-Amt., Bd. 11. P. 309, 1884.
74. *Scholl*, Die Milch etc., 1891.
75. *Epstein*, Arch. f. Hygiene. Bd. XXXVII. H. 4, 1900.
76. *Bejerink*, Centralbl. f. Bakt. etc., Abt. II, Bd. VI, P. 198, 1900.
77. *Adametz*, Centralbl. f. Bakt. etc., Abt. II, Bd. 1, P. 465, 1895.
78. *Weigmann*, Centralbl. f. Bakt. etc., Abt. II, Bd. V. P. 325, 1899.
79. *Ellis*, Centralbl. f. Bakt. etc. Abt. II, Bd. IX, P. 557, 1902.
80. *Höllig*, Diss. Boun, 1904.
81. *Freudenreich* u. *Thöni*, Landw. Jahrb. d. Schweiz, Bd. XVII, P. 525, 1904.

昭和三年二月

クレゾール石鹼液の消毒力に就て

技 師 佐 藤 徠 作

技 手 川 端 勇 男

囑 託 林 倉 一

技 生 廣 羽 利 根 夫

第一節 緒 言

河合、奥和田⁽¹⁾兩氏に依り巷間販賣せらるゝクレゾール石鹼液は其製造所を異にするに従ひ大差あり且日本藥局方規定の内には消毒力強きクレゾール石鹼液の製造を阻害するのものが故に之が改正を要すと論じて細菌學雜誌 371 號に報告せられたり、兩氏の言の如く市販クレゾール石鹼の消毒力に大差ありとすれば防疫上影響を及ぼす所尠からず因て余等は兩氏の試験を追試し合せて余等の意見を述べんとす但し化學的試験の方面は今野技師等擔當せられたるを以て余等は消毒試験のみを分擔せり

第二節 試験材料及試験方法

試験材料次の如し

(1)市販品

化學的試験終了後今野技師より提供せられたる自第1號製品至第8號製品8種類の市販クレゾール石鹼液なり

(2)純品クレゾール

カールバウム製純品オルト・クレゾール、パラ・クレゾール、メタ・クレゾールを使用せり

(3)試製クレゾール石鹼液

一は余等の實驗室に於てカールバウム製純品クレゾール各種異性體に藥局方石鹼又は工業用石鹼を等量に配合して試製純品クレゾール石鹼液を作りて使用し、一は粗製クレゾールの原料なる中油に隔温分餾を施して得たるクレゾールに石鹼を加へたる試製クレゾール石鹼液にして此操作は今野技師の下に於て行はれ余等は其の供給を得た

る試製品に就て消毒試験のみを行へり

(4) 試験方法

試験方法の詳細は後に亦記載すれ共大體に於て追試の目的に適する爲に豫備試験に於ては河合、奥和田兩氏の試験法に従ひたるが、本試験に於ては Rideal and Walker 兩氏の改良石炭酸係數測定法に依る消毒檢定法を採用せり

第三節 豫備試験

(1) 試験方法

河合、奥和田兩氏の試験を追試する目的を以て可及的同氏の試験方法に一致せしめたり、即ち供試菌種は白色葡萄狀球菌、チフス菌、赤痢本型(志賀)菌、コレラ弧菌を選び各供試菌種20時間寒天斜面培養を搔取り肉汁培養基を10%に加へたる0.85%滅菌食鹽水1.0cc中2.0mgの菌量を含む菌浮游液を作れり、而して豫め試験管に可檢液2.0ccm宛を入れ置き滅菌毛細ピペットにて該菌液を管壁に觸れざる様に2滴を滴下し直ちに手を以て試験管を振盪混和し作用時間毎に其1白金耳(直徑約0.5cm)の渦卷白金耳を肉汁培地に移し37°の孵籠に48時間培養して菌發育の有無を檢査せり、但し河合、奥和田兩氏は作用時間10秒のみを採用せられたるが10秒の如き短時間の内に消毒實驗の操作を繰り返し行ふ事は實に困難にして余等の經驗を以てしては3—4人の手數を要しても尙往々にして10秒以上の時間を經過する事ありて試験誤差の爲めに正確なる成績を得ざる恐れあるを以て作用時間は10秒時間の外に2分半、10分、30分、60分の各作用時間をも採用し各作用時間に於ける消毒試験成績を比較して試験誤差を少からしむる事に力めたり

(2) 市販クレゾール石鹼液の消毒試験

本試験成績は之を第1表(大腸菌に對する消毒力試験成績)より第2表(葡萄狀球菌に對する消毒力試験成績)、第3表(チフス菌に對する消毒力試験成績)第4表(コレラ菌に對する消毒力試験成績)に至る四表に於て表示せり、各表を一覽して明なるが如く供試菌種に對しては市販クレゾール石鹼液8種に於ては其相互間に消毒力に大なる差異あるを認め得ず、又市販クレゾール石鹼液に對する各菌種の抵抗力を見るにコレラ菌最弱く、チフス菌之に次ぎ、葡萄狀球菌、大腸菌の順序に抵抗力を増加する事他の

第 3 表

市販クレゾール石鹼液の
チフス菌に對する消毒試験成績

| 2.5%クレゾール石鹼液 | 第一號 | 第二號 | 第三號 | 第四號 | 第五號 | 第六號 | 第七號 | 第八號 | 對石炭酸 |
|--------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| 作用時間 10 秒 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 2%クレゾール石鹼液 | | | | | | | | | |
| 作用時間 10 秒 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1%クレゾール石鹼液 | | | | | | | | | |
| 作用時間 10 秒 | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 0.5%クレゾール石鹼液 | | | | | | | | | |
| 作用時間 10 秒 | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 2.5 分 | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 10 " | - | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | + |

第 4 表

市販クレゾール石鹼液の
コレラ菌に對する消毒試験成績

| 2.5%クレゾール石鹼液 | 第一號 | 第二號 | 第三號 | 第四號 | 第五號 | 第六號 | 第七號 | 第八號 | 對石炭酸 |
|--------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| 作用時間 10 秒 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 2%クレゾール石鹼液 | | | | | | | | | |
| 作用時間 10 秒 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1%クレゾール石鹼液 | | | | | | | | | |
| 作用時間 10 秒 | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 0.5%クレゾール石鹼液 | | | | | | | | | |
| 作用時間 10 秒 | - | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - |

第 5 表

純品クレゾールの大腸菌に
對する消毒試験成績

| クレゾール 異性体 | オルト、 クレゾール | | | パラ、 クレゾール | | | メタ、 クレゾール | | | 石炭酸 | | |
|--------------|---------------|-----|------|--------------|-----|------|--------------|-----|------|-----|---|-----|
| | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 2 | 1 | 0.5 |
| 作用時間 10 秒 | - | + | + | - | + | + | - | + | + | - | + | + |
| 2.5 分 | - | + | + | - | + | + | - | + | + | - | + | + |
| 5 " | - | + | + | - | - | + | - | + | + | - | + | + |
| 10 " | - | + | + | - | - | + | - | + | + | - | + | + |
| 15 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | + | + |
| 20 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | + | + |
| 30 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 60 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |

第 6 表

純品クレゾールの葡萄状球菌に
對する消毒試験成績

| クレゾール 異性体 | オルト、 クレゾール | | | パラ、 クレゾール | | | メタ、 クレゾール | | | 石炭酸 | | |
|--------------|---------------|-----|------|--------------|-----|------|--------------|-----|------|-----|---|-----|
| | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 2 | 1 | 0.5 |
| 作用時間 10 秒 | - | + | + | - | + | + | - | + | + | - | + | + |
| 2.5 分 | - | + | + | - | + | + | - | + | + | - | + | + |
| 5 " | - | + | + | - | - | + | - | + | + | - | + | + |
| 10 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 15 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 20 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 30 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 60 " | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |

第 7 表

純品クレゾールのチフス菌に
對する消毒試験成績

| クレゾール 異性體 | オルト、 クレ ゾール | | | パラ、 クレ ゾール | | | メタ、 クレ ゾール | | | 石炭酸 | | |
|--------------|-------------------|-----|------|------------------|-----|------|------------------|-----|------|-----|---|-----|
| | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 2 | 1 | 0.5 |
| 作用時間 | | | | | | | | | | | | |
| 10 秒 | - | + | + | - | + | + | - | + | + | - | + | + |
| 2.5 分 | - | + | + | - | - | + | - | + | + | - | + | + |
| 5 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 10 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 15 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 20 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 30 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 60 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |

第 8 表

純品クレゾールの赤痢菌に
對する消毒試験成績

| クレゾール 異性體 | オルト、 クレ ゾール | | | パラ、 クレ ゾール | | | メタ、 クレ ゾール | | | 石炭酸 | | |
|--------------|-------------------|-----|------|------------------|-----|------|------------------|-----|------|-----|---|-----|
| | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 2 | 1 | 0.5 |
| 作用時間 | | | | | | | | | | | | |
| 10 秒 | - | + | + | - | + | + | - | + | + | - | + | + |
| 2.5 分 | - | + | + | - | - | + | - | + | + | - | + | + |
| 5 ” | - | + | + | - | - | + | - | + | + | - | + | + |
| 10 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | + | + |
| 15 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 20 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 30 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 60 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |

第 9 表

純品クレゾールのコレラ菌に
對する消毒試験成績

| クレゾール 異性體 | オルト、 クレ ゾール | | | パラ、 クレ ゾール | | | メタ、 クレ ゾール | | | 石炭酸 | | |
|--------------|-------------------|-----|------|------------------|-----|------|------------------|-----|------|-----|---|-----|
| | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 1 | 0.5 | 0.25 | 2 | 1 | 0.5 |
| 作用時間 | | | | | | | | | | | | |
| 10 秒 | - | + | + | - | + | + | - | + | + | - | + | + |
| 2.5 分 | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 5 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 10 ” | - | - | + | - | - | + | - | - | + | - | - | + |
| 15 ” | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 20 ” | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 30 ” | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 60 ” | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |

にしてフェノール混入せし量によりて斯の如き消毒力の差異を示すものにして化學的純粹なるクレゾール同質異性體間には消毒力に差異を認めずと主張せり、余等も亦クレゾール石鹼液の消毒力の差異を試験するに當り、先づ此同質異性體の消毒力の比較試験を行ふの必要なるを認め Schneider の主張せるが如く化學的純品としてカールバウム製品を使用して豫備試験を施行せり

本試験成績の大要は之を第 5 表(大腸菌に對する試験成績) 第 6 表(葡萄狀球菌に對する消毒試験成績) 第 7 表(チフス菌に對する消毒力試験成績) 第 8 表(赤痢菌に對する消毒力試験成績) 第 9 表(コレラ菌に對する消毒力試験成績) に表示せり、表によりて明なるが如くカールバウム製純品オルト、パラ及びメタの各同質異性體クレゾール相互間には強て消毒力に差異ありとは認め得ず、獨り大腸菌及び赤痢菌に對する消毒力試験成績に於て極めて僅かに同質異性體間に消毒力の差異あるが如く見ゆれ共之は寧ろ避け得ざる試験誤差と認めたり、又各菌種の各純品クレゾールに對する抵抗力は概し

菌に對する消毒試験成績) 第13表(同石鹼液の葡萄狀球菌に對する消毒試験成績) 第14表(同石鹼液のコレラ菌に對する消毒試験成績)に表示せり

各表を通覽して大體に於て認め得る點は各試製純品クレゾール石鹼液相互間に著しき消毒力の差異なき事實とキシレノール石鹼液の他のクレゾール石鹼液に比較して消毒力強く之に反してフェノールが著しく消毒力弱き事實なり、純品クレゾール石鹼液と粗製クレゾール石鹼液との消毒力は差異ある成績と差異無き成績とあり、又藥局方石鹼と工業用石鹼とは消毒力に認むべき影響を及ぼす成績と然らざるものとありて成

第 14 表

試製クレゾール石鹼液のコレラ菌に對する消毒試験成績

| %クレゾール石鹼液 | 作用時間 | オルト、クレゾール | オルト、クレゾール | ハラ、クレゾール | メタ、クレゾール | メタ、クレゾール | 日本粗製クレゾール | 日本粗製クレゾール | 獨逸クレゾール | キシレノール | キシレノール | 石炭酸 |
|-----------|-------|-----------|-----------|----------|----------|----------|-----------|-----------|---------|--------|--------|--------|
| | | 藥局方石鹼液 | 工業用石鹼液 | 藥局方石鹼液 | 工業用石鹼液 | 藥局方石鹼液 | 工業用石鹼液 | 藥局方石鹼液 | 工業用石鹼液 | 藥局方石鹼液 | 工業用石鹼液 | 工業用石鹼液 |
| 0.5% | 10 秒 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| | 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 0.25% | 10 秒 | - | + | - | - | - | + | - | + | - | - | + |
| | 2.5 分 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| | 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| | 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 0.16% | 10 秒 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| | 2.5 分 | - | - | + | - | + | - | + | - | - | - | + |
| | 10 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| | 30 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| | 60 " | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |

績の一致を缺けり、思ふに實驗回数も一回宛にして小なる試験成績の差異は避け得ざる試験誤差なるか、又は眞に消毒力の差異あるものなるかの判別の困難なるものもあり、又供試石鹼液の稀釋の範圍も狭き爲めに小なる消毒力の差異は成績として現はれ得ざる點もあるべく、要するに消毒力の小なる差異の有無を判定するに試験方法を變更すべき必要を認めたり、而して各菌種の試製消毒液に對する抵抗力は依然として大腸菌、葡萄狀球菌等比較的強く、チブス菌赤痢菌等之に次ぎコレラ菌最弱き成績を示せり

第四節 本試験

以上行ひたる豫備試験に於ては追試験の目的を以て河合、奥和田兩氏の試験法に従ひて、クレゾール又はクレゾール石鹼液の消毒試験を行ひ、大體の試験成績は知り得たるも兩氏の試験方法の如き作用時間10秒の試験は操作困難にして往々試験誤差を招

き易く、消毒液の稀釋度の範圍狭き爲めに消毒力の小なる差異は成績として現れ得ざるものあり、又消毒試験に於ては小なる試験成績の差異は同一人の操作に於ても必ずしも避け得ざる所にして、試験回数も一回宛にては不充分なりと信ず且つ消毒力の差異を+又は-を以て表示して或者は大差ありと稱し、他の者は大差なしと主張するも何れが果して真に近きものなるや決し難き事もあるべし、因て余等は種々なる試験方法の不備を補ふべく本試験に於ては先づ Rideal and Walker 兩氏改良の石炭酸係數測定法に依る消毒力檢定試験方法を採用して消毒力の差異の有無及び程度を石炭酸係數を以て現す事となし、作用時間をも可及的延長し試験誤差を考慮して少く共同様の試験を5回以上繰返し其平均値を採り、其の値と試験誤差の平均値と比較して嚴密なる消毒力の差異の有無及程度を決定せり、而して各使用菌種の他は消毒薬に對すると同様にクレゾールに對する抵抗力にも一定の形式を認めたるを以て各菌種を試験毎に繰返す繁を避け、リデアル及ウォーカー兩氏の如くチフス菌のみに就て試験を行へり

(1)市販クレゾール石鹼の石炭酸係數測定法に依る消毒試験

第 15 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係數測定法に依る第一回消毒力試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 120 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | + |
| 1: 130 | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 140 | + | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 150 | + | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 160 | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | - | + | + | - | - | - | + |
| 1: 170 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | - | - | + | + | - | - | - | + |
| 1: 180 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | - | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | - | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係數 | 1.85 | | 1.97 | | 1.88 | | 2.07 | | 2.20 | | 1.62 | | 2.22 | | 2.24 | | | |

第 16 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第二回消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | + |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 120 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 130 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 140 | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | + | - | - | - | + |
| 1: 150 | + | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | + | - | - | - | + |
| 1: 160 | + | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | - | + | + | - | - | - | + |
| 1: 170 | + | - | + | + | + | + | - | - | - | - | - | + | - | + | + | - | - | + |
| 1: 180 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - | + | + | + | + | - | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 2.09 | | 2.05 | | 2.14 | | 2.42 | | 2.47 | | 2.34 | | 1.53 | | 2.47 | | | |

第 17 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第三回消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 90 | - | - | + | - | + | - | - | - | + | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 100 | - | - | + | - | + | - | - | - | + | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 110 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 120 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 130 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 140 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 150 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 160 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 170 | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 180 | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 190 | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 1.87 | | 1.21 | | 1.21 | | 1.45 | | 1.12 | | 1.36 | | 1.21 | | 1.72 | | | |

第 18 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第四回消毒試験成績

| 稀 釋 度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - |
| 1: 90 | - | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - |
| 1: 100 | - | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - |
| 1: 110 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | + | - |
| 1: 120 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | + | - |
| 1: 130 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | + | - |
| 1: 140 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 150 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 160 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 170 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 1.51 | | 1.11 | | 1.07 | | 1.37 | | 1.29 | | 1.37 | | 1.33 | | 1.62 | | | |

第 19 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第五回消毒試験成績

| 稀 釋 度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - |
| 1: 100 | - | - | + | - | - | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | - | + | - |
| 1: 110 | + | - | + | - | + | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | + | - |
| 1: 120 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | + | - |
| 1: 130 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | + | - | - | - | + | + |
| 1: 140 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + | + | - | - | - | + | + |
| 1: 150 | + | - | + | - | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - | - | - | + | + |
| 1: 160 | + | - | + | + | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + |
| 1: 170 | + | - | + | + | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 1.48 | | 1.27 | | 1.22 | | 1.16 | | 1.36 | | 1.63 | | 1.42 | | 1.86 | | | |

第 20 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第六回消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 100 | - | - | + | - | - | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 110 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 120 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 130 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 140 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 150 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + | + | - | + | - | - | + |
| 1: 160 | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | - | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 1.80 | | 1.50 | | 1.64 | | 1.50 | | 1.55 | | 1.45 | | 1.86 | | 2.32 | | | |

第 21 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第七回消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 100 | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 110 | - | - | + | - | - | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 120 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 130 | - | - | + | - | + | - | + | + | + | + | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 140 | - | - | + | - | + | - | + | + | + | + | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 150 | - | - | + | - | + | - | + | + | + | + | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 160 | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - | - | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 2.25 | | 1.69 | | 1.86 | | 1.59 | | 1.59 | | 1.75 | | 1.86 | | 2.32 | | | |

第 22 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第八回消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 100 | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 110 | - | - | + | - | - | - | - | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 120 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 130 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 140 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 150 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 160 | + | - | + | + | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 1.73 | | 1.38 | | 1.59 | | 1.59 | | 1.52 | | 1.52 | | 1.58 | | 1.88 | | | |

第 23 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第九回消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 100 | - | - | + | - | + | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 110 | - | - | + | - | + | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 120 | - | - | + | - | + | - | - | - | + | - | - | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 130 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 140 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | - | - | + |
| 1: 150 | - | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 160 | + | - | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | - | + | - | + | + |
| 1: 170 | + | - | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + |
| 1: 180 | + | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 1.57 | | 1.18 | | 1.14 | | 1.41 | | 1.53 | | 1.41 | | 1.31 | | 1.61 | | | |

第 24 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係數測定法に依る第十回消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 第1號 | | 第2號 | | 第3號 | | 第4號 | | 第5號 | | 第6號 | | 第7號 | | 第8號 | | 石炭酸 | |
|--------------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| | 2.5分 | 15分 |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 120 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 130 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 140 | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 150 | - | - | + | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 160 | - | - | + | - | + | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | + |
| 1: 170 | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | + | - | - | + |
| 1: 180 | + | - | + | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - | + | + | + | - | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係數 | 1.90 | | 1.67 | | 1.73 | | 1.90 | | 1.79 | | 1.90 | | 1.54 | | 2.02 | | | |

第 25 表

市販クレゾール石鹼液の石炭酸係數測定法に依る
自第1回至第10回消毒試験成績總括(石炭酸係數の比較)

| | 第1號 | 第2號 | 第3號 | 第4號 | 第5號 | 第6號 | 第7號 | 第8號 |
|--------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 第1回 | 1.85 | 1.97 | 1.88 | 2.07 | 2.20 | 2.22 | 1.62 | 2.27 |
| 第2回 | 2.09 | 2.05 | 2.14 | 2.42 | 2.47 | 2.34 | 1.53 | 2.47 |
| 第3回 | 1.87 | 1.21 | 1.21 | 1.45 | 1.12 | 1.36 | 1.21 | 1.72 |
| 第4回 | 1.51 | 1.11 | 1.07 | 1.37 | 1.29 | 1.37 | 1.33 | 1.62 |
| 第5回 | 1.48 | 1.27 | 1.22 | 1.16 | 1.36 | 1.63 | 1.42 | 1.86 |
| 第6回 | 1.80 | 1.50 | 1.64 | 1.50 | 1.55 | 1.45 | 1.72 | 1.97 |
| 第7回 | 2.25 | 1.69 | 1.86 | 1.59 | 1.59 | 1.75 | 1.86 | 2.32 |
| 第8回 | 1.73 | 1.38 | 1.59 | 1.59 | 1.52 | 1.52 | 1.58 | 1.88 |
| 第9回 | 1.57 | 1.18 | 1.14 | 1.41 | 1.53 | 1.41 | 1.31 | 1.61 |
| 第10回 | 1.90 | 1.67 | 1.73 | 1.90 | 1.79 | 1.90 | 1.54 | 2.02 |
| 最高 | 2.25 | 2.05 | 2.14 | 2.42 | 2.47 | 2.34 | 1.86 | 2.47 |
| 最低 | 1.48 | 1.11 | 1.07 | 1.46 | 1.12 | 1.36 | 1.21 | 1.88 |
| 平均 | 1.80 | 1.50 | 1.55 | 1.65 | 1.64 | 1.70 | 1.51 | 1.97 |
| 最高最低差額 | 0.77 | 0.94 | 1.07 | 1.26 | 1.35 | 0.98 | 0.65 | 0.59 |

差額平均
0.94

前項試験方法に於て記載

せるが如く Rideal and Walker 兩氏改良石炭酸係數測定法に従ひ、市販クレゾール石鹼液自第1號製品至第8號製品8種に就て前後10回に亘る消毒試験を行ひたり、作用時間は2分半、5分、7分半、10分、12分半、15分等を採用せるが、混雜を避けるが爲めに各表には2分半と15分に於ける成績のみを記載せり、10回に亘る試験成績は第15表より

亙り之を第 24 表に表示し全試験成績を總括して第 25 表に示せり、第 25 表に依りて明なるが如く市販クレゾール石鹼液の消毒力を示す石炭酸係数は前後 10 回の試験に於て全然一致せるものは一もなき程にして相當の試験誤差あり、表には各製品に就き各試験の石炭酸係数を掲げ、その下に最高、最低の石炭酸係数竝に 10 回試験に於ける石炭酸係数の平均値を記し、最下列に全試験に於ける最高石炭酸係数と最低石炭酸係数との差額をも記載せり而して最下列の最右行には全石炭酸係数の差額平均値を附記せり、即ち此の値は 10 回の試験に於ける平均試験誤差と認め得べし、今各市販クレゾール石鹼液の平均石炭酸係数のみを比較する時は、製品に依りて多少の消毒力の差異あるが如くなれ共、その差は全試験の試験誤差の平均値よりも小なるが故に各市販クレゾール石鹼液の消毒力には大差無しと認むるが至當なりと信す

(2) 試験クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法による消毒試験

純品クレゾールを材料とせる各種試製クレゾール石鹼液相互間の消毒力に相違無き事實は既に豫備試験に於て確め得たり、然るに普通使用せらるゝクレゾール石鹼液は中油に劃温分餾を施して得たるクレゾールに石鹼を混じて製造せられたるものなり、因て余等も亦本試験に於ては今野技師の下に於て試製せられたる隔温分餾クレゾール石鹼液の消毒試験を行ひ粗製クレゾールの原料なる中油に隔温分餾を施して得べき低温分餾物質と、高温分餾物質との間に於ける消毒力の相違の有無及程度を知らんと試みたり、而して中油より 187—189° に於て分餾せらるゝ物質をオルト、クレゾール、197—199° に於て分餾せらるゝ物質をバラ、クレゾール、200—202° に於て分餾せらるゝ物質をメタ、クレゾールと見做し更に高温蒸餾物質を 204—207° 分餾物質及 207—240° 分餾物質に分ち、右の各種クレゾール竝に高温分餾物質に等量の日本薬局方石鹼を配合して試製クレゾール石鹼液及高温分餾物質石鹼液を作り、各試製品相互間の消毒力の相違を試験せり

右の試験方法は前項と同様にして試験回数は 5 回繰り返して施行せり試験成績の概要は第 26—55 表に説明を加へて表示せり而して第 55 表に全成績の總括的の記載を表示せり

第 55 表によりても明なるが如く 5 回の試験を通じて同一製品に於ても其の石炭酸

第 26 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る
第 1 回消毒試験の内

石炭酸消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 50 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 90 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 100 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 110 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 120 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 130 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |

第 27 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る
第 1 回消毒試験の内

オルトクレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 130 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 140 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 160 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係数 1.66

第 28 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る
第 1 回消毒試験の内

バラ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 130 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 140 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 150 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 160 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 170 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係数 1.97

第 29 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る
第 1 回消毒試験の内

メタ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 130 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 140 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 150 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 160 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 170 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 210 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 220 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 230 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 240 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 250 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係数 2.25

第 30 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第1回消毒試験の内

204—207°分留物質石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1 : 150 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 160 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 170 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 180 | + | - | - | - | - | - |
| 1 : 190 | + | + | - | - | - | - |
| 1 : 200 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 210 | + | + | + | + | - | - |
| 1 : 220 | + | + | + | + | + | - |
| 1 : 230 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 240 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 250 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 260 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 270 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 280 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 290 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 300 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 2.13 | | | | | |

第 31 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第1回消毒試験の内

207—240°分留物質石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1 : 220 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 230 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 240 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 250 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 260 | + | - | - | - | - | - |
| 1 : 270 | + | + | - | - | - | - |
| 1 : 280 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 290 | + | + | + | + | - | - |
| 1 : 300 | + | + | + | + | + | - |
| 1 : 310 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 320 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 330 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 340 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 350 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 360 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 3.74 | | | | | |

第 32 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第2回消毒試験の内

フェノールの消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1 : 50 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 60 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 80 | + | - | - | - | - | - |
| 1 : 90 | + | + | - | - | - | - |
| 1 : 100 | + | + | + | + | + | - |
| 1 : 110 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 120 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 130 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 150 | + | + | + | + | + | + |

第 33 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数測定法に依る第2回消毒試験の内

オルト、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1 : 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 110 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 120 | + | - | - | - | - | - |
| 1 : 130 | + | + | - | - | - | - |
| 1 : 140 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 150 | + | + | + | + | - | - |
| 1 : 160 | + | + | + | + | + | - |
| 1 : 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 200 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係数 | 1.59 | | | | | |

第 34 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第 2 回消毒試験の内

バラ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 130 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 140 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 150 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 160 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係數 | 1.76 | | | | | |

第 35 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第 2 回消毒試験の内

メタ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 130 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 140 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 150 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 160 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 170 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 180 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 190 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 200 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 210 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 220 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 230 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 240 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 250 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係數 | 2.44 | | | | | |

第 36 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第 2 回消毒試験の内

204°—207° 分留物質石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 150 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 160 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 170 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 180 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 190 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 200 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 210 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 220 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 230 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 240 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 250 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 260 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 270 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 280 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 290 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 300 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係數 | 2.39 | | | | | |

第 37 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第 2 回消毒試験の内

207°—240° 分留物質石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 220 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 230 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 240 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 250 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 260 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 270 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 280 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 290 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 300 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 310 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 320 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 330 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 340 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 350 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 360 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸係數 | 3.46 | | | | | |

第 38 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第 3 回消毒試験の内
フェノールの消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 50 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 100 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 110 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 120 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 130 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |

第 39 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第 3 回消毒試験の内
オルト、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 100 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 120 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 130 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 160 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係數 1.27

第 40 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第 3 回消毒試験の内
バラ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 130 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 160 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係數 1.55

第 41 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第 3 回消毒試験の内
メタ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 130 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 140 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 160 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 210 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 220 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 230 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 240 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 250 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係數 1.59

第 42 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数
測定法に依る第 3 回消毒試験の内

204—207° 分留物質石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 150 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 160 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 170 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 180 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 190 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 200 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 210 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 220 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 230 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 240 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 250 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 260 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 270 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 280 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 290 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 300 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸 係数 | 2.46 | | | | | |

第 43 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数
測定法に依る第 3 回消毒試験の内

207—240° 分留物質石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 220 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 230 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 240 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 250 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 260 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 270 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 280 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 290 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 300 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 310 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 320 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 330 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 340 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 350 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 360 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸 係数 | 3.32 | | | | | |

第 44 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数
測定法に依る第 4 回消毒試験の内

フェノールの消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 50 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 90 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 100 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 110 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 120 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 130 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸 係数 | 1.55 | | | | | |

第 45 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数
測定法に依る第 4 回消毒試験の内

オルト、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 稀釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 130 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 160 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |
| 石炭酸 係数 | 1.55 | | | | | |

第 46 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第4回消毒試験の内

バラ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 種釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1 : 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 110 | + | - | - | - | - | - |
| 1 : 120 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 130 | + | + | + | + | + | - |
| 1 : 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 150 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 160 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 200 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係數 1.55

第 47 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第4回消毒試験の内

メタ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 種釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1 : 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 110 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 120 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 130 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 140 | + | - | - | - | - | - |
| 1 : 150 | + | + | - | - | - | - |
| 1 : 160 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 170 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 180 | + | + | + | + | - | - |
| 1 : 190 | + | + | + | + | + | - |
| 1 : 200 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 210 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 220 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 230 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 240 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 250 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係數 2.14

第 48 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第4回消毒試験の内

204—207°分留物質石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 種釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1 : 150 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 160 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 170 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 180 | + | - | - | - | - | - |
| 1 : 190 | + | + | - | - | - | - |
| 1 : 200 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 210 | + | + | + | + | - | - |
| 1 : 220 | + | + | + | + | - | - |
| 1 : 230 | + | + | + | + | + | - |
| 1 : 240 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 250 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 260 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 270 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 280 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 290 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 300 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係數 2.69

第 49 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係數
測定法に依る第4回消毒試験の内

207—240°分留物質石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 種釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1 : 220 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 230 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 240 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 250 | - | - | - | - | - | - |
| 1 : 260 | + | - | - | - | - | - |
| 1 : 270 | + | + | - | - | - | - |
| 1 : 280 | + | + | - | - | - | - |
| 1 : 290 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 300 | + | + | + | - | - | - |
| 1 : 310 | + | + | + | + | - | - |
| 1 : 320 | + | + | + | + | + | - |
| 1 : 330 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 340 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 350 | + | + | + | + | + | + |
| 1 : 360 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸係數 3.86

第 50 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数
測定法に依る第 5 回消毒試験の内

フェノールの消毒試験成績

| 作用時間 種釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 50 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 60 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 70 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 90 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 100 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 110 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 120 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 130 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |

第 51 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数
測定法に依る第 5 回消毒試験の内

オルト、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 種釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 130 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 160 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸
係数

1.55

第 52 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数
測定法に依る第 5 回消毒試験の内

バラ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 種釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 70 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 80 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 90 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 130 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 140 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 150 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 160 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 170 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸
係数

1.55

第 53 表

試製クレゾール石鹼液の石炭酸係数
測定法に依る第 5 回消毒試験の内

メタ、クレゾール石鹼液の消毒試験成績

| 作用時間 種釋濃度 | 2.5分 | 5.0分 | 7.5分 | 10.0分 | 12.5分 | 15.0分 |
|--------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 1: 100 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 110 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 120 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 130 | - | - | - | - | - | - |
| 1: 140 | + | - | - | - | - | - |
| 1: 150 | + | + | - | - | - | - |
| 1: 160 | + | + | + | - | - | - |
| 1: 170 | + | + | + | + | - | - |
| 1: 180 | + | + | + | + | + | - |
| 1: 190 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 200 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 210 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 220 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 230 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 240 | + | + | + | + | + | + |
| 1: 250 | + | + | + | + | + | + |

石炭酸
係数

2.08

係数は多少の異動を免れざるものゝ如し、表には各試製品に就き各試験回数に於ける石炭酸係数を掲げその下に最高、最低石炭酸係数並に石炭酸係数の平均値を記し最下行には最高、最低石炭酸係数の差額即試験誤差と認むべきものを記載し最下列最右行に各石炭酸係数の差額の平均値即試験誤差の平均値と認むべき数字を附記せり

今各試製品の平均石炭酸係数の差額と平均試験誤差の値とを比較する時は確實に消毒力に差異あり而してその消毒力差異の程度は數字的に知る事を得べし、例へば試製オルト、クレゾールの石鹼液消毒力に比して 207—240° 分餾物質石鹼液は 2.4 倍の消毒力を有す

第五節 結 論

以上の試験成績より結論を下す事次の如し

(1) 消毒試験に於ては試験方法に注意を要す

然らざれば嚴密なる消毒力差違の有無を認め難き事あるべし

(2) 余等の試験せる市販クレゾール石鹼液八種類相互間には消毒力に大差ありとは認め得ず

(3) 純品クレゾール同質異性體、オルト・クレゾール、パラ・クレゾール及びメタ・クレゾール相互間には消毒力に差異無く又同上各異性體を材料として試製せるクレゾール石鹼液相互間にも消毒力の差異を認めず

(4) 然るにクレゾール石鹼液は粗製クレゾールの原料なる中油より試製せる場合には低温に於て蒸餾し來るものよりも高温に於て蒸餾し來るものを以て製造したる方消毒力強き事實は確實に認め得べし、例へば試製オルト・クレゾール(蒸餾温度187—189°)石鹼液の消毒力を示す石炭酸係數に比して 207—240° 分餾物質石鹼液の消毒力を示す石炭酸係數は約 2.4 倍に相當せり

(5) 普通使用せらるゝクレゾール石鹼液の製造法と結論(4)の事實に鑑み巷間販賣せらるゝクレゾール石鹼液に對しては其消毒力の檢定を行ふが完全なりと信す

文 獻

1. 巷間販賣せらるる「クレゾール」石鹼液の消毒力に就て併せて日本藥局方規定に對する意見 河合實人 奥和田正一(細菌學雜誌 371 號)
2. Steenhauer, A. J., Das Desinfectionsvermögen des Ortho-, Meta-, Para-Kresols sowie des Quecksilberoxycyanids. Pharm. Weekblad, 1916, p. 78. Centralbl. f. Bakt, 1. Abt. Ref. Bd. 68, 1919.

3. *C. Fränkel*, Die desinficierenden Eigenschaften der Kresole, ein Beitrag zur Desinfectiornsfrage. Zeitschr. f. Hyg. Bd. 6, S. 521.
4. *A. Henle*, Ueber creolin und seine wirksamen Bestandtheil. Archiv. f. Hyg. Bd. 9, S. 188.
5. *Rapp*, Ueber Kresole und Kresolseifenlösungen mit besonderer Berücksichtigung ihres Desinfektionswertes. Desinfektion. Jah. 2, H.11, 1909, S. 617-670. Centralbl. f. Bakt. Ref. 1. Apt. Bd. 45, 1910.
6. *Kanao*, Zur Desinfektionswirkung der Kresole. Arch. f. Hyg. 92, Bd. S. 139, 1924.
7. *H. Schneider*, Ueber den Desinfektionswert der drei Kresol-Isomeren in Gemischen mit Seife., Arch. f. Hyg. 67, Bd., S. 1, 1908.

昭和三年二月

| | | | | | | | | | | |
|-------------------------------|---------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|---|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| クレゾール の含有量 | 11.37 ^g | 10.66 | 11.51 | 10.97 | 11.01 | 11.67 | 11.23 | 11.11 | 11.35 | 10.96 |
| 分別クレゾールの 180—202° 迄の抽出分 | 40.7 ^{c.c.} | 40.65 | 41.35 | 41.45 | 41.8 | 41.8 | 42.2 | 38.85 | 40.4 | 40.5 |
| 稀ナトロン 溶液に 溶解の状 | 潤濁する も析出物 なし | 潤濁する も析出物 なし | 潤濁する も析出物 なし | 殆ど透明 なるも僅少 析出物有 | 絮状物の 析出多し | 絮状物の 析出多し | 潤濁する も析出物 なし | 潤濁する も析出物 なし | 潤濁する も析出物 なし | 潤濁する も析出物 なし |
| 前溶液より 析出せるク レゾール量 | 9.0 ^{c.c.} | 8.5 | 9.0 | 9.0 | 9.0 | 9.0 | 9.0 | 9.0 | 9.0 | 9.0 |
| 過クロール 鐵溶液に對 する反應 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 | 藍紫色 汚濁 |
| 適否判定 | 不適 | 不適 | 不適 | 不適 | 不適 | 不適 | 不適 | 不適 | 不適 | 不適 |
| 不適理由 | 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 | 比重高く 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 | 比重高く 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 | グリセリン に油工 二テルに 濁を起し クレゾール の抽出分 不足 | 比重高く 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 | 比重高く 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 | 比重高く 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 | 比重高く 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 | 比重高く 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 | 比重高く 分離クレ ゾールの 抽出分不 足 |

以上試験中第6項食鹽水に對する反應とはクレゾール石鹼中に炭化水素、樹脂石鹼の夾雜を検するものにして各種クレゾール石鹼液3滴をクロールナトリウム溶液(1:100)6ccmに和する際局方は微に蛋白石濁を呈する程度まで之を認容せり

第8項クレゾール含有量とは各種クレゾール石鹼液20ccmを取り稀硫酸を以て微酸性となし水蒸氣蒸餾によりて得るクレゾール分は10g以上たるべく其の分離クレゾールは局方粗製クレゾールの試験に適合せざるべからざる規定なり

第9項は分離クレゾールの蒸餾試験にして局方はその50ccmを蒸餾するに180—200°に於て約46ccmを餾出すべき規定なり此試験は細菌試験に材料提供の爲め割温蒸餾を施行せる關係上180—202°に於て蒸餾せる分を表示せり

第10項稀ナトロン溶液に溶解の試験は粗製クレゾール中ナフタリン等の夾雜を検する條にして本品10ccmをナトロン溶液及水各50ccmと共に内容200ccmの有栓刻度圓筒中に於て振盪し30分時間放置するに僅少の絮状物を析出するに過ぐるべからざる規定なり

第11項及第12項は前條稀ナトロン溶液に溶解せるクレゾール分を再び析出定量して實性反應を検せるものにして前記の絮状物を検せる後之に鹽酸30ccm及クロールナトリウム10gを和し振盪したる後静置するに8.5—9.0ccmの油様クレゾール層を分離すべく茲に分離せるクレゾール5ccmに水300ccmを加へて振盪し之に過クロール鐵溶液0.5ccmを和するに藍紫色を呈すべき規定なり

判 定

以上の試験成績に依りて見れば巷間販賣せらるゝクレゾール石鹼液及局方指定の方法によりて製造したるクレゾール石鹼液は何れも日本薬局方に適合するものなしその理由は單に市販品が品質粗悪なる爲めのみには非ずして現局方規定が本品試験に妥當ならざる點あるに由ることを知り得べし

局方判定参考試験

クレゾール石鹼液消毒力試験の結果に依れば粗製クレゾール製造の際蒸餾温度高きに進むに従ひその石鹼液の消毒力は漸次強大となりクレゾールの各成分たるオルト、メタ、バラ體の各の間には石鹼液として消毒力に大なる差を認めずと聞く又本品に就き北里研究所の調査(細菌學雜誌第371號參照)に依ればクレゾール中高温に餾出するバラ及メタクレゾール並に尙ほ高温餾出物を多量に含有すれば消毒力強大となれども食鹽水に對し濁濁度を増すを以て局方の規定を改正する必要ありと述ぶ

市販並試製クレゾール石鹼液の試験成績及び以上の調査事項により局方判定参考の爲め次の如き實驗を施行せり即ち純オルト、バラ、メタクレゾールを原料としてクレゾール石鹼液を試製する外局方規定より高温に餾出するクレゾール及尙ほ高温に餾出する部分を以て下記7種の石鹼液を試製して比較試験を施行せり但し高温餾出原料は市場には販賣せられざるを以て石炭瓦斯製造の際の副産物なる中油を精餾して次の4種を得たり

日本薬局方粗製クレゾールの主要蒸餾温度に餾出する部分

獨逸薬局方粗製クレゾールの主要蒸餾温度に餾出する部分

尙ほ高温に餾出する部分2種(内1種は北里研究所に於て試験に供せる部分)

以上の品を以て石鹼液を試製す又純オルト、バラ、メタクレゾールは獨逸 Kahlbaum 製藥會社製品を使用せり

供 試 品(7種)

| | |
|------|-------------|
| 第11號 | オルトクレゾール石鹼液 |
| 第12號 | メタクレゾール石鹼液 |
| 第13號 | バラクレゾール石鹼液 |

- 第14號 180—200° 餾出分石鹼液(日本局方)
- 第15號 199—204° 餾出分石鹼液(獨逸局方)
- 第16號 204—207° 餾出分石鹼液(北研試驗)
- 第17號 204—240° 餾出分石鹼液

以上7種に就き比較試験を施行したる成績次の如し

| | 第11號 | 第12號 | 第13號 | 第14號 | 第15號 | 第16號 | 第17號 |
|---------------|--------|--------------|--------------|-------|----------|------------------------|---------------------------|
| 比 重 | 1.044 | 1.037 | 1.037 | 1.048 | 1.039 | 1.037 | 1.034 |
| 食鹽水に對する反應 | 殆ど變化せず | 潤 濁 す | 著しく潤濁す | 僅微の蛋濁 | 潤 濁 す | 潤 濁 す | 潤 濁 す |
| 1容量を水5容量に溶解の狀 | 清 溶 | 清 溶 | 清 溶 | 清 溶 | 清 溶 | 潤 濁 | 強 濁 |
| 適否判定 | 不 適 | 不 適 | 不 適 | 不 適 | 不 適 | 不 適 | 不 適 |
| 不適理由 | 比重高し | 比重低く食鹽水に濁度強し | 比重低く食鹽水に濁度強し | 比重高し | 食鹽水に濁度強し | 比重低し水6ccmにて清溶す食鹽水に濁度強し | 比重低し水10.5ccmにて清溶す食鹽水に濁度強し |

以上の實驗成績を綜合し余等は次述の如き意見を以て我藥局方の改正を希望するものなり

藥局方改正に對する希望

比 重

以上の試験に依りて見るに原料及製法局方指定の如くにして試製せるクレゾール石鹼液第9號及第10號はその比重局方に適せざるの不合理を生ぜり蓋し日本藥局方はクレゾール石鹼液の製造法並に原料使用量に就ては範を獨逸藥局方に取れ共原料なる粗製クレゾールに關しては瑞國藥局方の品と同様にして獨逸局方原料と其蒸餾溫度に於て異なるものを使用せる爲ならん而して前表を以て見るに比重は蒸餾溫度高きものを使用する程漸次に低下するを以て粗製クレゾール成分中最も高溫にて餾出するメタクレゾールを使用して石鹼液を試製せる場合即ち第12號の比重を最低位に取り日本藥局方粗製クレゾールを使用せる場合即ち第14號程度の比重を最高位に取りても大なる過誤なき物と信ず故に局方比重 1.038—1.041 は 1.037—1.048 と改正されむ事を希望す

クロールナトリウム溶液に對する反應

前表第12號及第13號即ち純メタ及バラクレゾール石鹼液が食鹽溶液に對し局方規定に抵觸するはその消毒力の關係より見るも矛盾せるものにして獨逸藥局方に於てはメ

タクレゾールを本品の主効成分と見做しその定量試験を規定したるに見るも明かなり而して獨逸局方は此反應試験を第6版(現行)に於て削除せり試みに純オルト、メタ及バラクレゾールよりの製品を同容量宛種々に混合して此試験を施行するに次の如し

| 食鹽溶液に對する反應 | | 食鹽溶液に對する反應 | |
|------------|---------|---------------|------|
| 第11及第12號混合 | 僅微の蛋白石濁 | 第12及第13號混合 | 強濁 |
| 第11及第13號混合 | 僅微の蛋白石濁 | 第11第12及第13號混合 | 蛋白石濁 |

此表に見るが如く純品に於ても此反應が多少の濁を呈するは免れざるが如し北里研究所の調査報告に於ても工業的製造上粗製クレゾールより 195° 以上に於て蒸餾し來るものを多量に混入せしむれば此食鹽水反應の規定に適し難く日本藥局方の此規定は消毒力強き本劑製造を阻害すと論ず而して此場合の夾雜物たる炭化水素類の試験は局方試験表第10項に於て檢する事を得るを以て局方の此試験條項は削除されて可なるべし

粗製クレゾールの蒸餾溫度

クレゾール石鹼液中の粗製クレゾールの定量試験並に分離クレゾールの蒸餾試験に就て記述するに先立ち之が基本となるべき粗製クレゾールの蒸餾溫度改正の必要を述べべし粗製クレゾール中クレゾール含量試験は局方に於て示すが如くその50 ccmを蒸餾するに 180—200° に於て約 46 ccm を餾出すべき規定なるも文献に徴するにメタクレゾールはその沸騰點 202° 前後に餾出するものにして 200° 以上の餾出物をも粗製クレゾールとして認めざるべからず況んやメタクレゾールを以て消毒力最も強き部分たるを認めたる獨逸局方あるに於ておや

外國藥局方中の粗製クレゾールの蒸餾溫度を見るに

瑞國局方 180—200° に於て殆ど全部餾出

獨逸局方 199—204° に於て 50 g より少くも 46 g 餾出

英國局方 195—205° に於て少くも 90% 餾出

米國局方 195—205° に於て少くも 90容量% 餾出

次に試製クレゾール石鹼液の原料に供したる局方粗製クレゾールの蒸餾成績を見るに 180—200° に於て

第9號 48.9 ccm

第10號 46.8 ccm

以上の諸事項に徴し局方は次の如く改正さるゝを適當と認む即ち

本品 50 ccm を蒸餾するに 180—205° に於て少くも 46 ccm を餾出せざるべからず

クレゾール石鹼液より分離せるクレゾールの定量

前記局方試験表に於て見れば水蒸氣蒸餾によりて得たる分離クレゾール分は凡て局方の規定量以上を示し適合せるが如きもその量は原料に使用せる粗製クレゾールより多し此理由はクレゾール分の蒸餾に於て見るが如く此のクレゾール分中には未だ溶劑に使用せるエーテル分及水分を溶和殘留せるが爲なり此不純分は局方に示すが如き40分時間 100° に於て乾燥の程度にては脱除する事能はず然れども乾燥時間を延長すれば實驗上漸次にクレゾールを氣散せしめて止まる所を知らず又水蒸氣蒸餾に際し局方の如く餾液に食鹽 20 g を溶和せるのみにては不定なる餾水量より油分を析出せしむるには甚だ尠し且食鹽溶液の濃度によりてクレゾール中に溶和殘留せる水分の量も區々なるが如し又クレゾールの溶劑なるエーテルを以て水液を只一回振盪するのみにては水液中尙ほクレゾール分殘留するものなきやの懸念あり故に定量の誤差を可成的尠なからしめんが爲には獨逸局方の如くに改正さるゝを可と認む但し獨逸局方に於ては溶劑に石油エーテルを使用し實驗上其試験成績に甚だ良結果を得たれども巷間販賣せらるゝ石油エーテルは凡てその蒸餾溫度甚だ廣汎にして且高溫餾出の部分比較的多く到底正規の蒸餾溫度を有するものを得る事能はず市販石油エーテルをその儘使用せる場合はエーテルを使用せる時より不良なる結果を得故に局方は次の如く改むるを適當と認む

本品 20 ccm を硝子壺に取り水 60 ccm を加へて稀釋しメチルオランジュ溶液 2—3滴を加へ之に稀硫酸を滴加して微に紅色を呈するに至り水蒸氣を通じて蒸餾し餾液のクレゾール臭を有せざるに至り蒸餾を止め其餾液(此迄局方通り) 100 ccm 毎にクロールナトリウム 20 g を加へ始め 100 ccm 次に 2 回各 50 ccm のエーテルを加へ毎回強く振盪したる後靜置し澄明のエーテル液を集め蒸餾してエーテルを去り殘渣を40分時間 100° に於て乾燥するに其重量少くも 10 g ならざるべからず

分離クレゾールの餾出分

分離クレゾールの蒸餾試験は 180—200° 迄の餾出分を定量する規定なれども實驗の

都合上 180—202°迄を取りたり然れども局方試験表に示すが如く市販品に於ても試製品に於ても凡て局方規定の約 46 ccm に達せず全部不適なり試製品の分離クレゾール 50 ccm に就き劃温蒸餾を試みるに次の如し

| | 180°迄 | 180—185° | 185—195° | 195—202° | 202—204° | 204°以上 | 残留分 | 180—202° |
|--------|--------|----------|----------|----------|----------|--------|--------|----------|
| 第 9 號 | 6.2 cc | 1.3 cc | 38.1 cc | 1.0 cc | — | — | 0.3 cc | 40.4 cc |
| 第 10 號 | 5.5 | 0.6 | 30.0 | 9.8 | 0.1 | — | 0.3 | 40.5 |

前條に述べたるが如く分離クレゾール中には水分及エーテル分を混有し 180°迄に表示の如き餾出分あり且つ實驗上分離クレゾールに就き粗製クレゾールと同様なる餾出量を望む事は不可能なるが如し故に局方末尾『茲に分離したるクレゾールの試験は粗製クレゾールの條に掲ぐる所に準據すべし』なる項も改正の必要あり獨逸局方に於ては茲に相當すべき試験はメタクレゾールの定量を以てせり即ちメタクレゾールの定量に於て得るトリニトロメタクレゾールの最少限は粗製クレゾールにありてはその 10g より 8.7g にしてクレゾール石鹼液より分離せるクレゾールにありてはその 10g より 7.4g となり分離クレゾールに於て約 15% の不純を認めたり此程度を我局方に引用せば蒸餾液 46 ccm は約 39ccm となり實驗の結果と殆ど一致するを見る而して前述粗製クレゾール試験の蒸餾温度を 180—205° と改正さるゝ事を得ば此分離クレゾールの餾液は約 40 ccm たるべしとして差支なからん故に局方は次の如く改正されん事を望む即ち

茲に分離したるクレゾールは之を蒸餾するに 180—205° に於て 100 容量に付少くも 80 容量を餾出せざるべからず其他の試験は粗製クレゾールの條に掲ぐる所に準據すべし

終りに北里研究所研究調査報告中本劑の消毒作用に及ぼすアルカリの影響に就てはその試験中弱アルカリ溶液を加ふる時は消毒力を減殺すれども本劑をクロールナトリウム溶液に和して起る溷濁は消失すべしと述ぶ實驗に徴するも然る場合多しかくの如きアルカリ性强き場合は粗悪なる石鹼を原料とする製品と見做して可なるべく獨逸局方に於てはアルカリ性を制限して本劑 1g に付定規鹽酸 2 滴以上を消費せざるものたらしむ試みに市販品及試製品に就き同様試験を行ひたるに次の如き結果を得たり

| | 第1號 | 第2號 | 第3號 | 第4號 | 第5號 | 第6號 | 第7號 | 第8號 | 第9號 | 第10號 |
|------|-----|-----|-----|------|-----|-----|------|------|-----|------|
| 定規鹽酸 | 1 滴 | 1 滴 | 1 滴 | 變化せず | 5 滴 | 2 滴 | 變化せず | 變化せず | 半滴 | 半滴 |

又同研究調査報告中石鹼の消毒力に就き記述する所に由れば石鹼其物の消毒力は極めて微弱なれども之をクレゾールに加ふればクレゾールの消毒力は2倍となり且亞麻仁油石鹼とクレゾールとを混合したるものは菜種油石鹼とクレゾールとを和したるものより消毒力著しく強し(Schneider)とあり之を以て見れば本劑が正規の原料を使用せるや否を檢する項目も亦必要たるべし獨逸局方に於ては石鹼試験として脂肪酸量を規定せり即ち 40g の本劑を使用してクレゾールを定量しその水蒸氣蒸餾殘渣より少くも 9.5g の脂肪酸を得べしとなす是れ同局方本劑の冒頭に掲ぐる如き約 25% の脂肪酸に相當する石鹼液なりや否やを試験せるものなり故に試みに市販品及試製品に就き同様試験を行ひたるに次の如き成績を得たり但し我局方に於ては石鹼液 20 ccm を使用してクレゾールを定量するを以てその水蒸氣蒸餾殘渣より得る脂肪酸は約 4.8g 以上たるべきなり

| | 第1號 | 第2號 | 第3號 | 第4號 | 第5號 | 第6號 | 第7號 | 第8號 | 第9號 | 第10號 |
|------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 脂肪酸量 | 5.59 g | 4.76 g | 4.70 g | 3.84 g | 4.11 g | 5.54 g | 4.63 g | 6.16 g | 6.36 g | 6.47 g |

上記の試験に由れば試製品の脂肪酸量最も多し之を要するに他日局方を改正せんとする場合には此等の點も考慮に入れて調査されむ事を併て希望するものなり

昭和三年二月

酒精性飲料並薬局方製劑中メチールアルコールの試験法に就て

技 師 衣 笠 豊
 技 手 服 部 安 藏
 技 生 秋 山 勝 治

目 次

| | |
|------------------------------------|----------------------------------|
| 第一章 緒 言 | 第八章 過硫酸アムモニウム酸化に依るメチールアルコール試験に就て |
| 第二章 酸化方法並呈色反應試験に就て | 第九章 酒精中のメチールアルコールの試験法に就て |
| 第三章 日本公定法、ライト氏法及米國局方規定法の比較試験 | 第十章 丁幾及酒精製劑中メチールアルコールの試験法に就て |
| 第四章 メチールアルコール 新試験法の研究 | 第十一章 メチールアルコール試験法の一改正案に就て |
| 第五章 果實類より醸造せる酒精性飲料中メチールアルコールの成因に就て | 第十二章 總 括 引用文献 |
| 第六章 高級アルコールに依るメチールアルコール類似反應に就て | |
| 第七章 天然に生成せるメチールアルコール含量の限界に就て | |

第一章 緒 言

1911年獨逸ベルリン市に於てメチールアルコールを以て混成したる火酒類の飲用により一時に多數の中毒患者を出し其翌年本邦に於ても東京市内に於てブランデー等の飲用に依るメチールアルコール中毒患者を出せし以來メチールアルコールの恐るべき毒性を有すること分明し衛生上の一大問題となり終に明治45年内務省訓令第7號を以て其取締規則制定せらるるに至れり爾來一般衛生思想の向上と該取締規則の勵行とによりて今日に於ては該規則制定當初に於けるが如き恐るべき多量のメチールアルコールを混入せる酒精飲料を市場に認めざるに至れるは保健衛生上喜ぶべきことなりとす然るに歐米各國に於ても亦夫々法規を設け之れが取締を施しつつあるに拘はらず獨逸の如きは1922年及び1926年に又々憂ふべき中毒患者を出せり而してメチールアルコールの試験法に關しては其文献報告の類枚舉に違あらずと雖もこれを大別すれば

(1)メチールアルコールを酸化してフォルムアルデヒドとなし呈色反應に依るか或は更に進んでヘキサメチレンテトラミンを形成せしめ之を證明する方法、(2)之を酸化して蟻酸或は炭酸となし之を證明する方法、(3)直接メチールアルコールよりヨード化合物を形成せしめ之を證明する方法(4)レフラクトメーターを用ひ直接之を檢定する方法等にして就中第一法は最も廣く應用せらるゝ所にして其方法は熱灼せる銅線により或は過マンガン酸カリウム、重クロム酸、過酸化曹達又は過硫酸アムモニウム等の如き酸化劑を以てメチールアルコールよりフォルムアルデヒドを化生せしめ其反應を試験するに在り然れどもメチールアルコールの試験は殆ど總ての場合多量のエチールアルコール中に共存するものなるを以て酸化の程度によりエチールアルコールよりも直接フォルムアルデヒド又はアセトアルデヒド若くは其他類似的揮發性物質を生成し以て類似反應を呈することあるを以て特に注意を要すべし即ち銅線酸化法の如き先年小官等の一人(衣笠)⁽¹⁾之を試験せる結果エチールアルコールよりフォルムアルデヒドを化生することを確證せし所にして今日に於ては既に歴史的方法として葬られんとするに至れり而して現今に於ても尙ほ最も簡易確實なるものとして種々の試験方法の根源をなすものは1910年ゲーデニゼー氏⁽²⁾によりて發案せられたる方法なり本試験法は過マンガン酸カリウムが一定の條件の下に於てはエチールアルコールを酸化してアセトアルデヒドのみに變じメチールアルコールをフォルムアルデヒドに酸化するの性能に基けるものにして茲に化生したるフォルムアルデヒドは假令アセトアルデヒドの多量存在すとも適度の硫酸の共存に於てフクシン亞硫酸に由て能く之を證明し得べし、1912年アウエング氏⁽³⁾はデニゼー氏の方法を應用し之の改良法を發表せり即ちデニゼー氏法によりて陽性反應を呈したるときは多量の檢體を取りて酸化し次に之を蒸餾し實際リミニー氏反應によりてアセトアルデヒドを分餾除別したる後餾液よりウロトロピンを製出し昇汞復鹽を形成せしめて證明せり

小官等の一人(衣笠)⁽¹⁾は前述東京市内に於てメチールアルコール中毒患者を出せし際之れが試験法を研究し前記デニゼー並アウエング氏の方法に準據し酒精並酒精性飲料中メチールアルコール検査法を案出報告せり現行公定法は即ち本法を採用せるものなり

小官等は曩きに衛生局より滋賀縣知事の報告に係る葡萄酒及ウヰスキー中メチールアルコール試験方法の効果並に該法と現行公定法との適否比較調査方照會ありたるを以て之に就き調査試験し且つ最近に於ける本問題に關する各國の研究狀勢に鑑み其短を捨て缺を補ひ改善研究の結果一新改良法を案出せり本法は其呈色反應比較的鋭敏にしてメチールアルコールの含量 0.05% に於ても能く現出し又其酸化作用緩和なるを以て夾雜すべき他のアルデヒド類の生成を制限し以て其類似反應を少からしめ且つ操作簡易にして其檢體量は 10—20 ccm の少量にて足るの便あり次に果實酒類中メチールアルコールの試験に際し屢々天然に發現するメチールアルコール反應に就て之を研究し其果實酒類中に發生するメチールアルコールは本試験法によれば通例 0.1% 未滿に該當することを確定し其限界量認定法を定め以て天然發生のメチールアルコールと故意に混入せられたるメチールアルコールとの識別を明にせり

次に本改良法は酒精又は丁幾類或は酒精製劑に對しても亦之を應用し得べし現時の如く檢體中に認めらるゝメチールアルコールの含量微量にして結晶法等に依りて確定すること困難なる狀況に於ては本法を以て殆ど確定試験法として採用し得べし勿論本法によりて極めて著明にメチールアルコールの反應を生起するものに於ては從來の結晶法による確定試験法を併用するも可なるべし

今之れが研究の經過並に試験成績を示せば次の如し

第二章 酸化方法並に呈色反應試験に就て

前述の如く酒精性飲料中に混入せられたるメチールアルコールの檢出は専ら種々なる酸化劑の酸化によりて生成せるフォルムアルデヒドを特種の呈色反應に依りて檢知するものなるが故に單に純酒精中にメチールアルコールの混入せる場合はフォルムアルデヒドの外にアセトアルデヒドを生成するに止るべきも種々なる醱酵性飲料中には多數の揮發性成分を含有するを以て其酸化劑の強弱其他種々の條件によりてフォルムアルデヒドと類似反應を惹起すべき成分の傍生を思はざるべからず此の點に關しザルコウスキー氏⁴⁾は種々なるアルコール即ちエチール、プロピール、イソブチール及イソアミールアルコール等を同一條件のものに過マンガン酸カリにて酸化し茲に得たる酸化液に就きリミニー、ペプトン鐵及モルフェン反應等を試験せるに何

れも陽性反應を呈することを明にせり

果酒又は果實蒸餾酒中にはメチールアルコールに類似せる反應を生起する物質の存在することは既にパウエル及びエングラー氏⁽⁶⁾によりて知られたるところにしてフェレンベルグ氏⁽⁹⁾は天然に果實中のメチール基を有するセルローゼ、ペクチン、リグニン其他メトオキシール基を有する香料等の分解によりてメチールアルコール類似反應を生起する物質の生成に就て詳細なる研究を發表せり

之等の諸反應中フォルムアルデヒドに對し比較的鋭敏に作用し傍生する諸アルデヒドに對し鑛酸の存在に於て不鋭敏なるはデニゼー氏のフクシン亞硫酸反應にしてこれ本反應の現今最も多く使用せられ種々改良研究せらるゝ所以なりとす

メチールアルコールの檢出に際しては殆ど總ての場合酒精と共存するを以て酒精の酸化によりて生成する酸化物によりても亦呈色するが如き反應は本試験法として甚だ不適當なることは論を俟たず以下純酒精或は一定量のメチールアルコールを混和せる酒精に就き各種の酸化法即ち日本公定法⁽⁷⁾、ライフ氏等の方法⁽⁸⁾、ライト氏法⁽¹⁰⁾、米國局方規定法⁽¹¹⁾及過硫酸アムモニウム酸化法及トリラト氏法⁽¹²⁾を應用して得たる酸化液を以てフォルムアルデヒドの定性的試験法として從來最も屢々使用せらるゝところの次の數種の呈色反應を試験せり

1. リミニー氏反應 フェニールヒドラチンとニトロプルシットナトリウムは強アルカリ性に於て赤色を呈し此赤色は溫時に於ては久しく持續せざるもフォルムアルデヒドを現存するときは同一狀況に於て著しく藍色を呈す此藍色も亦久しく持續せずして漸次赤色に變ず

本反應の實施に當りては檢液凡そ 15 ccm に對し 4% 鹽酸フェニールヒドラチン溶液 1ccm 及新製の 0.5% ニトロプルシットナトリウム溶液 3—4 滴を注加し後濃厚ナトロン鹼液を加へて強アルカリ性となすときは直に藍色を呈す

2. ザィタリー氏反應 檢液 5 ccm に前記鹽酸フェニールヒドラチン溶液 1 ccm を加へ次に 4% 過クロール鐵溶液を數滴々下し鹽酸にて酸性となすときはフォルムアルデヒドの存在に於ては赤色を呈し漸次橙黄色に變ず稀薄溶液にありては只微紅色を呈して久しく持續す

3. ペプトン鐵反應 檢液 5 ccm に 2% のペプトン溶液 5 ccm を加へ鹽酸 1 L 中に 5% 過クロール鐵溶液 1 ccm を加へたるもの 10 ccm を加へ煮沸熱湯中に 5 分間放置するときはフォルムアルデヒド存在に於ては紫色を呈す

4. ヘーネル氏反應 檢液 5 ccm に同量の水を以て稀釋せる牛乳 5 ccm を加へよく混和し次に過クロール鐵含有硫酸 (90—94% 硫酸 100 ccm 中に 5% 過クロール鐵溶液 1 ccm を加へたるもの) 5 ccm を注意して加ふるときはフォルムアルデヒド存在に於ては兩液層の接界面に紫色の輪帶を生じ陰性の場合には僅に黄色を呈するのみなり

5. フクシン亞硫酸反應 酸化液を取り硫酸 1 ccm を加へたる後之にフクシン亞硫酸溶液 (公定法規定のもの) 5 ccm を加へ試験管を栓塞し軽く搖盪したる後放置するときはフォルムアルデヒドの存在に於ては 1 時間後に於て紫紅色を呈す

6. グアヤコール反應⁽⁸⁾⁽⁹⁾ グアヤコール 0.02 g を濃硫酸 10 ccm に溶解したる試薬を用意し檢液 0.1 ccm を白紙上に置ける時計硝子上に容れ之に前記試薬 0.5 ccm を滴下するときはフォルムアルデヒド存在に於ては鮮明なる暗赤色を呈し陰性の場合には微黄色を呈す

7. アポモルフィン反應⁽⁵⁾ 鹽酸アポモルフィン 0.02 g を濃硫酸 10 ccm に溶解したる試薬を用意し檢液 0.1 ccm を白紙上に置ける時計硝子上に取り之に前記試薬 0.5 ccm を滴下するときはフォルムアルデヒド存在に於ては暗灰紫色を呈し陰性の場合には微弱灰紫色を呈す

8. シュリーフェル氏反應⁽¹³⁾ 檢液 10 ccm に新製の鹽酸フェニールヒドラチン溶液 2 ccm 及新製の 5% 赤血鹽溶液 1 ccm を加へ更に濃鹽酸 5 ccm を加ふるときはフォルムアルデヒド存在に於てはフクシン紅色を呈す

9. ザバリツェカ、リーゼンベルグ兩氏反應⁽¹⁴⁾ 0.1% フロログルチン溶液 1 ccm 及 10% 苛性カリ 1 ccm を混和せる後之に可檢液 2 ccm を加へよく振盪するときはフォルムアルデヒド存在に於ては微薔薇紅色乃至深赤色を呈す

前記呈色反應を各種の酸化法に従ひ酸化して得たるものに就き試験せる成績次の如し

1. 日本公定法に準して処理せるものを以てせる試験

下記 12 種検體に就き日本公定法に準據して處理して得たる酸化液を以て前記諸反應を試験せるに其成績次の如し

- A. 純酒精
- B. 0.1%メチールアルコール含有純酒精
- C. 1%メチールアルコール含有純酒精
- D. 純酒精 100 ccm の餾液(約 70 ccm を蒸餾す)
- E. 0.1%メチールアルコール含有純酒精 100 ccm の餾液(同上)
- F. 1%メチールアルコール含有純酒精 100 ccm の餾液(同上)
- G. 46% 酒精 50 ccm に水 70 ccm を加へて約 18% に稀釋せるものゝ餾液
- H. 0.1%メチールアルコール含有 46% 酒精 50 ccm に水 70 ccm を加へて約 18% に稀釋せるものゝ餾液
- I. 1%メチールアルコール含有 46% 酒精 50 ccm に水 70 ccm を加へて約 18% に稀釋せるものゝ餾液
- J. 46% 酒精 100 ccm に水 140 ccm を加へて約 18% に稀釋せるものゝ餾液
- K. 0.1%メチールアルコール含有 46% 酒精 100 ccm に水 140 ccm を加へ約 18% に稀釋せるものゝ餾液
- L. 1%メチールアルコール含有 46% 酒精 100 ccm に水 140 ccm を加へ約 18% に稀釋せるものゝ餾液

試 験 成 績 第 1 表

| 檢 體 | リミニー 氏反應 | ヴィタリ ー氏反應 | ペプトン 鐵反應 | ヘーネル 氏反應 | フクシン亞 硫酸反應 | グアヤコ ール反應 | アボモルフ イン反應 | シュリーフ エル氏反應 | ザバリツェ カ氏反應 |
|-----|-------------|--------------|-------------|-------------|---------------|--------------|---------------|----------------|---------------|
| A | 白濁赤 | 呈色せず | 汚 | 紫 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | フクシン紅 | 淡 黄 |
| B | " | " | " | " | " | " | " | " | " |
| C | " | 赤 | 淡 | 紫 | 淡 紫 | " | 殆呈色せず | " | 橙 赤 |
| D | 淡橙赤 | 呈色せず | 汚 | 紫 | 呈色せず | 微 藍 | 呈色せず | " | 淡 黄 |
| E | 白濁赤 | " | " | " | 微 藍紫 | " | 淡紫紅 | " | " |
| F | " | 赤 | 淡 | 紫 | 紫 | 淡 紫 | " | " | 橙 赤 |
| G | 淡橙赤 | 呈色せず | 汚 | 紫 | 呈色せず | 呈色せず | " | 呈色せず | 淡 黄 |
| H | 白濁橙赤 | " | " | " | 殆呈色せず | " | " | " | " |
| I | 白濁赤 | 赤 | 淡 | 紫 | 紫 | 紫 紅 | 淡紫紅 | " | 橙 赤 |
| J | " | 呈色せず | 汚 | 紫 | 呈色せず | 淡紫紅 | 呈色せず | " | 淡 黄 |
| K | " | " | " | 微紫褐 | 淡紫紅 | " | 淡紫紅 | " | " |
| L | " | 赤 | 淡 | 紫 | 紫 紅 | " | " | " | 橙 赤 |

前記成績に據れば現行公定法を準用し酸化せるものに在りてはリミニー、グアヤコール、シュリーフェル及ペプトン鐵の諸反應は何れも其用に堪へざるを認むべくヴィタリー、ヘーネル、及ザバリツユカの3反應はメチールアルコールの含量1%以上の場合には著明に陽性反應を呈するも0.1%程度に於ては何れも陰性なり然るにアポモルフィン及フクシン亞硫酸反應は0.1%の場合に於ても亦陽性反應を呈し爾他の諸反應に比し最も鋭敏なるを認むべし

2. ライフ氏試験法に依りて處理せるものを以てせる試験

ライフ氏⁽⁴⁾に従ひ内容25—50 ccmの小コルベンを取り之に直角に2回屈曲せる長さ70 ccmの蒸餾硝子管を緊密に連結し其管の中央部は幾分流下口に向つて傾斜せしめ小コルベンをアスベスト板上に置き小火焰にて徐々に熱し其際蒸餾管の下降部分に熱を帶はざる様注意し20%以上の酒精含量のものにありては10 ccm其以下のものに在りては20 ccmを量取し共に其餾液1 ccmを氷冷せる割度小圓筒中に餾取す次に前記餾液に20%硫酸4 ccmを混和し混液を氷冷しつゝ之に過マンガン酸カリウム粉末1gを4—5回に分ち徐々に加へ毎回強く振盪し酸化せしむ酸化作用の完結には少くとも15分間を要す茲に析出せる褐石を濾過し微薔薇紅色を呈する澄明の濾液を室温に放置し全く脱色したるものを試験に供す

前記試験法に従ひ試験せる檢體の種類次の如し

- A. 純酒精 10 ccm
- B. 0.1% メチールアルコール含有純酒精 10 ccm
- C. 1% メチールアルコール含有純酒精 10 ccm
- D. 46% 酒精 10 ccm
- E. 0.1% メチールアルコール含有 46% 酒精 10 ccm
- F. 1% メチールアルコール含有 46% 酒精 10 ccm
- G. 18% 酒精 20 ccm
- H. 0.1% メチールアルコール含有 18% 酒精 20 ccm
- I. 1% メチールアルコール含有 18% 酒精 20 ccm

試 験 成 績 第 2 表

| 検 體 | リミニー 氏反應 | ヴィタリー ー氏反應 | ペプトン 鐵反應 | ヘーネル氏 反應 | フクシン亞 硫酸反應 | グアヤコー ル反應 | アポモルフ イン反應 | シュリーフ エル氏反應 | ザバリツェ カ氏反應 |
|-----|-------------|---------------|-------------|-------------|---------------|--------------|---------------|----------------|---------------|
| A | 白濁淡赤 | 橙 赤 | 暗 紫 | 淡 紫 褐 | 淡 紫 藍 | 呈色せず | 殆呈色せず | フクシン紅 | 淡 黄 |
| B | 淡 藍 | 赤 | ” | ” | 淡 紫 藍 | ” | ” | ” | ” |
| C | ” | ” | ” | ” 稍強 | 藍 紫 | ” | 淡 紫 紅 | ” | ” |
| D | 白濁淡橙 | 橙 赤 | ” | 淡 紫 褐 | 紫 紅 | ” | 殆呈色せず | 橙 赤 | ” |
| E | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| F | 淡 藍 | 赤 | ” | ” 稍強 | ” | 淡 紫 紅 | 紫 紅 | フクシン紅 | ” |
| G | 白濁淡赤 | 橙 赤 | ” | 淡 紫 褐 | ” | 呈色せず | 呈色せず | 橙 赤 | ” |
| H | 白濁赤 | 赤 | ” | ” | 紫 藍 | ” | 殆呈色せず | ” | ” |
| I | 藍 | ” | ” | ” 稍強 | 紫 紅 | 紫 紅 | 紫 紅 | フクシン紅 | ” |

前記成績によればヴィタリー、ペプトン鐵、ヘーネル、フクシン亞硫酸及シュリーフェル諸反應は酒精のみに於ても亦陽性を呈し之に反しザバリツェカ反應は全部陰性を示し何れも其用に堪へず然るにリミニー、グアヤコール及アポモルフイン反應はメチールアルコール1%以上の場合には之を應用し得べきを認めしむ蓋し本酸化法は純酒精よりも微量のフォルムアルデヒドを化成するものゝ如し

3. ライト氏酸化法に依りて處理せるものを以てせる試験

ライト氏⁽¹⁰⁾に従ひ檢液 0.1 ccm を試験管に取り水を加へて 2 ccm となし次にカメレオン溶液 1 ccm を加へ 10 分間放置せる後稀酸溶液 1 ccm を加へ脱色し之に就き前記諸反應を試験せり

カメレオン溶液の調製

過マンガン酸カリウム 3g を豫め過マンガン酸カリウムを加へて再餾せる蒸餾水 100 ccm に溶解し之に 15 ccm の磷酸を加へて製す

稀酸溶液の調製

稀酸 5g を硫酸(比重 1.84) 50 ccm を水にて 100 ccm とせるものゝ中に溶解す

前記試験法に従ひ試験せる檢體の種類次の如し

- A. 純酒精
- B. 0.1% メチールアルコール含有純酒精
- C. 1% メチールアルコール含有純酒精
- D. 46% 酒精
- E. 0.1% メチールアルコール含有 46% 酒精

F. 1% メチールアルコール含有 46% 酒精

D',E',F' は検液 D,E,F を 0.25 ccm 宛取り水を加へて 2 ccm とさせるものなり

試験成績第3表

| 検 體 | リミニー氏 反 應 | ヴィタリ ー氏反應 | ペプトン 鐵反應 | ヘーネル 氏 反 應 | フクシン亞 硫酸反應 | グアヤコ ール反應 | アポモルフ イン反應 | シュリーフ エル氏反應 | ザバリツユ カ氏反應 |
|-----|--------------|--------------|-------------|---------------|---------------|--------------|---------------|----------------|---------------|
| A | 白濁淡橙赤 | 呈色せず | 汚 紫 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 淡 黄 | 白 濁 |
| B | " | " | " | 殆呈色せず | 淡 藍 紫 | " | " | " | " |
| C | " | 赤 | 紫 | 紫 | 紫 紅 | " | 淡 紫 | フクシン紅 | " |
| D | " | 呈色せず | 汚 紫 | 呈色せず | 呈色せず | " | 呈色せず | 淡 黄 | " |
| E | " | " | " | 殆呈色せず | 淡 藍 紫 | " | " | " | " |
| F | " | 橙 黄 | 紫 | 紫 | 紫 紅 | " | 淡 紫 | フクシン紅 | " |
| D' | " | 呈色せず | 汚 紫 | 呈色せず | 呈色せず | " | 呈色せず | 汚 橙 黄 | " |
| E' | " | " | 紫 | 褐 紫 | 淡 藍 紫 | " | " | 橙 褐 | " |
| F' | " | " | " | 紫 | 紫 紅 | 淡 紫 | 淡 紫 | フクシン紅 | " |

前記成績によればリミニー、ヴィタリー、ペプトン鐵、グアヤコール及ザバリツユカの 5 反應は何れも其用をなさずヘーネル、アポモルフィン及シュリーフェル 3 反應はメチールアルコール 1% 以上の場合には陽性を呈しフクシン亞硫酸は 0.1% に於ても亦陽性反應を示せるを認むべし

4. 過硫酸アムモニウム酸化法に依りて処理せるものを以てせる試験

本法はヒンケル氏⁽¹⁵⁾及パチェント氏⁽¹⁶⁾等の方法に基き滋賀縣技師中井氏の施行せる方法にして検液 50 ccm—100 ccm を蒸餾し其初餾液 5 ccm を取り之に純過硫酸アムモニウム 4g 及稀硫酸 (1:5) 15 ccm を加へ更に水 80 ccm を加へアスピスト板上に加熱蒸餾し各 10 ccm 宛 5 個に分餾し之に就き前記諸反應を試験せり

試験成績第4表

A. 18% 酒精 100 ccm.

| 餾 液 | リミニー氏 反 應 | ヴィタリ ー氏反應 | ペプトン 鐵反應 | ヘーネル 氏 反 應 | フクシン亞 硫酸反應 | グアヤコ ール反應 | アポモルフ イン反應 | シュリーフ エル氏反應 | ザバリツユ カ氏反應 |
|-----|--------------|--------------|-------------|---------------|---------------|--------------|---------------|----------------|---------------|
| 1 | 白濁赤 | 卵 黄 | 暗 紫 | 濃 紫 褐 | 汚 綠 | 呈色せず | 呈色せず | 汚 黄 褐 | 濃 橙 赤 |
| 2 | " | 白濁赤 | " | 淡 紫 褐 | 殆呈色せず | " | " | フクシン紅 | 淡 橙 赤 |
| 3 | 赤 | " | 淡 暗 紫 | " | 淡 藍 | " | " | " | 微 橙 赤 |
| 4 | " | " | " | " | " | " | " | " | 僅 微 橙 赤 |
| 5 | " | " | " | 淡 褐 紫 | " | " | " | " | " |

B. 0.1% メチールアルコール含有 18% 酒精 100 ccm.

| 餾 液 | リミニー氏 反 應 | ヴィタリ ー氏反應 | ペプトン 鐵反應 | ヘーネル 氏 反 應 | フクシン亞 硫酸反應 | グアヤコ ール反應 | アポモルフ イン反應 | シュリーフ エル氏反應 | ザバリツユ カ氏反應 |
|-----|--------------|--------------|-------------|---------------|---------------|--------------|---------------|----------------|---------------|
| 1 | 白濁赤 | 卵 黄 | 暗 紫 | 濃 紫 褐 | 汚 綠 | 呈色せず | 呈色せず | 汚 黄 褐 | 濃 橙 赤 |
| 2 | " | " | " | 淡 紫 褐 | 呈色せず | " | " | フクシン紅 | 淡 橙 赤 |
| 3 | 赤 | 赤 | 淡 汚 紫 | " | 淡 紫 | " | " | " | 微 橙 赤 |
| 4 | 極 微 藍 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 5 | 淡 汚 綠 | " | 淡 紫 | 淡 褐 紫 | " | " | " | " | " |

C. 46% 酒精 50 ccm.

| 餾液 | リミニー氏反應 | ヴィタリ氏反應 | ペプトン鐵反應 | ヘーネル氏反應 | フクシン亞硫酸反應 | グアヤコール反應 | アボモルフィン反應 | シュリーフェル氏反應 | ザバリツユカ氏反應 |
|----|---------|---------|---------|---------|-----------|----------|-----------|------------|-----------|
| 1 | 白濁赤 | 淡赤 | 暗紫 | 濃紫褐 | 藍 | 呈色せず | 呈色せず | 汚黄褐 | 濃橙赤 |
| 2 | 淡汚緑 | ” | ” | 微紫 | 藍 | ” | 殆呈色せず | フクシン紅 | 淡橙赤 |
| 3 | ” | 橙赤 | 汚紫 | 淡紫 | 淡藍 | ” | 呈色せず | ” | 微橙赤 |
| 4 | ” | 微橙赤 | ” | 淡紫稍強 | ” | ” | ” | ” | 僅微橙赤 |
| 5 | ” | ” | 紫 | 淡紫 | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” |

D. 0.1% メチールアルコール含有46% 酒精 50ccm.

| 餾液 | リミニー氏反應 | ヴィタリ氏反應 | ペプトン鐵反應 | ヘーネル氏反應 | フクシン亞硫酸反應 | グアヤコール反應 | アボモルフィン反應 | シュリーフェル氏反應 | ザバリツユカ氏反應 |
|----|---------|---------|---------|---------|-----------|----------|-----------|------------|-----------|
| 1 | 白濁赤 | 白濁赤 | 暗紫 | 濃紫褐 | 紫藍 | 呈色せず | 呈色せず | 汚黄褐 | 濃橙赤 |
| 2 | 淡汚緑 | 橙赤 | ” | 微紫 | 淡紫藍 | ” | 殆呈色せず | フクシン紅 | 淡橙赤 |
| 3 | ” | 赤 | 紫 | 淡紫 | ” | ” | 淡紫 | ” | 微橙赤 |
| 4 | ” | 橙赤 | ” | ”稍強 | ” | ” | ” | ” | ” |
| 5 | ” | ” | ” | ”稍強 | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” |

前記成績によれば本酸化法にありてはヴィタリ、ペプトン鐵、ヘーネル、シュリーフェル及ザバリツユカの諸反應は純酒精のみの場合に於ても陽性を示すを以て全然之を應用するを得ずリミニー氏反應も亦極めて不明瞭にしてグアヤコール反應は何れの場合も陰性を示し尙ほアボモルフィン反應も其成績一致せず故に之等の諸反應は何れも其用に堪へずフクシン亞硫酸は酒精のみに於ては微に藍色を呈しメチールアルコール0.1% 含有の場合には藍紫色を呈するを以て兩者間の區別を認め得べきが如しと雖も稍もすれば過誤に陥り易きを保し難し之を要するに本酸化法に於ては酒精よりも稍著量のフォルムアルデヒドを化生するものゝ如く之に就き中井氏の如くリミニー、ヴィタリ及ヘーネル反應を以てメチールアルコール有無檢定をなさんとするは甚だ危険なるを認むるに足るべし

5. 米國藥局方の規定⁽¹⁾に従ひ酸化せるものを以てせる試験

本法に於ては檢液中の酒精含量を5容量%に相當するまで水にて稀釋せるもの5 ccmを内容約20 ccmの試験管に容れ磷酸0.5 ccmを加へ次に3% カメレオン溶液2 ccmを加へ混液を10分間放置したる後10%の植酸溶液1 ccmを混じ透明なる褐色溶液となるに到り稀硫酸(硫酸1容量と蒸餾水3容量との混液)5 ccmを加へ之に就き前記諸反應を試験せり

A. 純酒精 0.25 ccm をとり水を加へて 5 ccm とす

- B. 0.1% メチールアルコール含有純酒精 0.25 ccm を取り水を加へて 5 ccm とす
- C. 1% メチールアルコール含有純酒精 0.25 ccm を取り水を加へて 5 ccm とす
- D. 46% 酒精 0.55 ccm を取り水を加へて 5 ccm とす
- E. 0.1%メチールアルコール含有 46%酒精 0.55 ccmを取り水を加へて 5 ccmとなす
- F. 1% メチールアルコール含有 46% 酒精 0.55 ccm を取り水を加へて 5 ccm とす

試験成績第5表

| 餾液 | リミニー氏反應 | ヴィタリー氏反應 | ペプトン鐵反應 | ヘーネル氏反應 | フクシン亞硫酸反應 | グアヤコール反應 | アポモルフィン反應 | シュリーフェル氏反應 | ザバリツェカ氏反應 |
|----|---------|----------|---------|---------|-----------|----------|-----------|------------|-----------|
| A | 白濁淡赤 | 呈色せず | 汚紫 | 紫褐 | 極微藍紫 | 呈色せず | 呈色せず | 淡赤 | 白濁 |
| B | " | 殆呈色せず | " | " | 淡紫 | " | 微紫 | " | " |
| C | " | 橙赤 | " | 紫 | 紫 | " | 淡紫 | 赤 | " |
| D | " | 呈色せず | " | 紫褐 | 極微藍紫 | " | 呈色せず | 淡赤 | " |
| E | " | 殆呈色せず | " | " | 淡紫 | " | 淡紫紅 | " | " |
| F | " | 赤 | " | 紫 | 紫紅 | " | " | 赤 | " |

上記の成績によればリミニー、グアヤコール及ザバリツェカ氏反應は何れも陰性を示し之に反しペプトン鐵、ヘーネル、フクシン亞硫酸及シュリーフェル氏反應は酒精のみに於て類似反應を生起するを以て以上の諸反應は何れも其用に堪へずヴィタリー及アポモルフィン兩反應はメチールアルコール1%以上に於ては之を應用し得べきを思惟せしむ

6. トリラト氏酸化法に依りて處理せるものを以てせる試験

トリラト氏法⁽¹²⁾は重クロム酸と硫酸を以てする酸化法にして檢液 50 ccm に同量の水を加へ次に消石灰 8g を混じグリンスキー氏蒸餾管を附して劃温蒸餾をなし初餾液 15 ccm を 150 ccm に稀釋し重クロム酸カリ 15g 及び稀硫酸(1+5) 70 ccm を混和し時々振盪しつゝ1時間放置したる後之を蒸餾し初餾液 25 ccm を除き次に 100 ccm を餾取し之に就き前記諸反應を試験せり

試験成績第6表

| 檢體 | リミニー氏反應 | ヴィタリー氏反應 | ペプトン鐵反應 | ヘーネル氏反應 | フクシン亞硫酸反應 | グアヤコール反應 | アポモルフィン反應 | シュリーフェル氏反應 | ザバリツェカ氏反應 |
|-----|---------|----------|---------|---------|-----------|----------|-----------|------------|-----------|
| 純酒精 | 藍 | 赤 | 紫 | 紫 | 紫紅 | 呈色せず | 微紫 | 紅 | フクシン紅 |

前記試験成績を見るに本法は其酸化作用強烈にして既に純酒精の試験に於て何れの

反應も陽性を示すを以て全然之を應用し得ざることを知れり

前記各酸化法に於ける各種反應の成績を比較對照に使せんが爲め更に一覽表を示せば次の如し

試 験 成 績 第 7 表

| | 木 精 含 量 | リミニ ー氏反 應 | ヴィタ リー氏 反應 | ペプト ン鐵反 應 | ヘーネ ル氏反 應 | フクシ ン亞硫 酸反 應 | グアヤ コール 反應 | アポモ ルフィン 反應 | シュリー フェル氏 反應 | ザバリ ツェカ氏 反應 |
|-------------|------------|-----------------|------------------|-----------------|-----------------|-----------------------|------------------|-------------------|--------------------|-------------------|
| 現行公定法 | 對 照 | 陰 性 | 陰 性 | 陽 性 | 陰 性 | { 陰 性 陽 性 | 陰 性 | { 陰 性 陽 性 | 陽 性 | 陰 性 |
| | 0.1 % | " | " | " | { 陰 性 陽 性 | " | " | { 陰 性 陽 性 | " | " |
| ライフ氏法 | 對 照 | 陰 性 | 陰 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陰 性 | 陰 性 | 陽 性 | 陰 性 |
| | 0.1 % | " | 陽 性 | " | " | " | { 陰 性 陽 性 | " | " | " |
| ライト氏法 | 對 照 | 陰 性 | 陰 性 | 陽 性 | 陰 性 | 陰 性 | 陰 性 | 陰 性 | 陰 性 | 陰 性 |
| | 0.1 % | " | { 陰 性 陽 性 | " | " | 陽 性 | { 陰 性 陽 性 | " | " | " |
| 過硫酸ア モン法 | 對 照 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 極微陽性 | 陰 性 | 陰 性 | 陽 性 | 陽 性 |
| | 0.1 % | " | " | " | " | 陽 性 | " | { 陰 性 陽 性 | " | " |
| 米國局方法 | 對 照 | 陰 性 | 陰 性 | 陽 性 | 陽 性 | 極微陽性 | 陰 性 | 陰 性 | 陽 性 | 陰 性 |
| | 0.1 % | " | " | " | " | 陽 性 | " | 陽 性 | " | " |
| トリラト氏 法 | 對 照 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 | 陽 性 |
| | 1.0 % | " | 陽 性 | " | " | " | " | " | " | " |

以上の外瑞西飲食物検査法所載の酸化法は日本現行公定法と同様なるを以て之を省略せり、今前記6種の酸化方法に就き之を觀るに過硫酸アモン及び重クロム酸カリ應用による方法は共に酸化作用劇烈にして酒精よりも著量のフォルムアルデヒド若くば之と類似の反應を呈する物質を化生するを認むべく従つて之等兩法は殆ど應用上の價值なきものなるべし尙ほライフ氏酸化法によりても亦微量のフォルムアルデヒドを生成するものゝ如く現行公定法及ライト氏法の2酸化法は爾他の諸法に比し遙かに優秀にして米國局方規定法之に次ぐを認むるに足るべし而して各種呈色反應中ペプトン鐵反應は各酸化法に於て酒精のみの場合にも常に陽性を示すを以て全然價值なきは勿論にしてザバリツェカ氏反應も亦多くの場合陰性を呈し之れ亦全く其用に堪へずグアヤコール反應も木精含量1%程度に於ては殆ど用をなさずシュリーフェル氏反應は獨りライト氏酸化法に於てのみ多少有効なるを認むるのみリミニー氏反應はライフ氏酸化法に於て木精含量1%以上の場合に又ヴィタリー氏反應は木精含量1%以上の場

合には過硫酸アムモン及トリラト氏兩法を除く各酸化法に於て之を應用し得べきを思惟せしむ尙ほヘーネル氏反應は公定法、ライト氏法及米國局方の三法にて1%以上の場合に又アポモルフィン反應は各酸化法に於て0.5—1%の場合有効なるを認めしむ然るにフクシン亞硫酸は現行公定法及ライト氏酸化法に於ては0.1%の場合にも陽性を呈し對照物は陰性を示すを以て之等9種の反應中最も優秀なることを首肯せしむるに足るべし

前上の試験に使用せるフクシン亞硫酸は現行公定法に準據して調製せるものなるも該試薬はデニゼー、フェレンベルグ其他の諸氏により種々調製方法を異にするを認む今

各種試薬中フクシンと亞硫酸との關係を表示すれば右の如し

ザルコウスキー氏⁽⁴⁾はグロースポール氏液とフェレンベルグ氏液とにつき比較研究の結果後

| 1L中の含量 | フクシン | 亞硫酸(SO ₂) | 鹽酸 |
|------------|------|-----------------------|-------------------|
| デニゼー氏液 | 約 1g | 約 6.5 g | 20ccm(1.18) |
| グロースポール氏液 | ” 1g | ” 6.34g | 15ccm |
| フェレンベルグ氏液 | ” 5g | ” 3.0 g | 100ccm(定規硫 酸液) |
| 端西衛生試験法規定液 | ” 5g | ” 2.6 g | 不 明 |
| 米國藥局方規定液 | ” 1g | ” 5.1 g | 10ccm |
| 日本公定法規定液 | ” 1g | ” 4.3 g | 12.5ccm |

者は呈色反應少しく鋭敏なりと雖も無色なる試薬を調製すること困難なるの缺點を指摘し又ライフ氏⁽⁹⁾はフェレンベルグ氏の處方に従ひ各1%のフクシン及び亞硫酸溶液を混和せるものは稍長時の觀察時間を要したるも良果を得たり之に反しフクシン 5g及亞硫酸ナトリウムを水に溶解し定規硫酸 100 ccmを加へ全量を1Lとなしたるものは満足の結果を得る能はざりき

最近ライト氏⁽¹⁰⁾はフクシンの代りにロスアニリン(バラロスアニリン又はバラフクシン)を使用し從來のフクシン試薬に比し鋭敏なりと推奨せり之を米國藥局方規定のフクシン試薬と共に日本公定法の試薬に對照して試験したるに夫々其特徴を有し各指定せる酸化法に對しては各特定の試薬を以て最も優れることを認めたり即ち次章に於て之を詳述すべし

尙ほフクシンとしてはグリュール製細菌用フクシン、同社製結晶性ダイヤモンドフクシン及メルク製粉末狀フクシンの3種に就き試験せるにグリュール製ダイヤモンドフクシンの稍優れるを認めたり

第三章 日本公定法、ライト氏法及米國局方規定法の比較試験

1. 日本公定法

前記試験成績に徴するにフクシン亞硫酸溶液を試薬とする日本公定法は他の試験法に比し最も正確なるを認むべし元來本法はデニゼー氏の試験法を基礎とせるも其フクシン亞硫酸は (Pharm. Zentralh. 1912. S. 88) 所載の處方を採用せるものにしてフェンベルグ氏によりて紹介せられたるデニゼー氏の試薬と少しく其内容を異にす而して各種檢體の酒精含量を約 18% としたるもの 200 ccm を取りて劃溫蒸餾管を附して蒸餾し豫試験にありては其 0.1 ccm を以て試験するにあるも供試量, 酸化時間, 酸化時の溫度, 硫酸の濃度等に就き之を追試すべき幾多の問題を残せり依て此等の諸點につき順次試験せるに次の成績を得たり

(イ) 供試量を増加したる場合

檢液 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 及 1.0 ccm を各試験管に取り公定法に従ひ 1% カメレオン溶液 5 ccm 及硫酸 0.2 ccm を加へ 2 分間酸化の後 8% 鞣酸溶液 1 ccm を加へて脱色し混液黄色を呈するに至り更に硫酸 1 ccm を加へて振盪し全く脱色したる後之にフクシン亞硫酸溶液 5 ccm を加へ試験管を栓塞し軽く搖動し能く混和したる後 1 時間放置す之と同時にライト氏ロスアニリン亞硫酸試薬及米國局方フクシン亞硫酸溶液を用ひ比較對照せり

ロスアニリン亞硫酸溶液の製法

グリュール製ロスアニリン粉末 0.2 g を溫湯 120 ccm に溶解し冷後之に重亞硫酸ナトリウム 2 g を水 20 ccm に溶解せるものを加へ次に濃鹽酸 2 ccm を加へ總量を 200

試験成績第 8 表

| 檢 體 | 供 試 量 ccm | 公定法フク シン亞硫酸 | ロスアニリ ン亞硫酸 | 米局方フク シン亞硫酸 |
|------------------------|--------------|----------------|---------------|----------------|
| 日本藥局方純酒精 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 殆と呈色せず | ” | ” |
| | 0.3 | 微 藍 | ” | ” |
| | 0.5 | 淡 藍 | ” | ” |
| | 1.0 | ” | ” | ” |
| 0.1%メチールアル コホル含有純酒精 | 0.1 | 殆と呈色せず | 呈色せず | ” |
| | 0.2 | 極微紫藍 | 微 藍 | ” |
| | 0.3 | 微 紫 藍 | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” |
| | 1.0 | 淡 紫 藍 | ” | ” |

ccm となす

米國局方フクシン亞硫酸
溶液の製法

フクシン 0.2 g を溫蒸餾
水 120 ccm に溶解し冷後無
水亞硫酸ソーダ 2 g を 蒸餾
水 20 ccm に溶解せるもの
を加へ次に濃鹽酸 2 ccm を

和し蒸餾水を以て總量を 200 ccm となし調製 1 時間後使用に供す

以上は純酒精を直ちに試験せる成績にして之によれば公定法フクシン亞硫酸によりては供試量 0.3 ccm 以上に及ぶときは酒精のみにても類似反應を呈し酒精量増加するに従ひ益々顯著なり之に反して 0.1 及 0.2 ccm にありては殆ど陰性なるも 0.1% メチールアルコール含有のものも亦反應顯著ならざる嫌あり然るにロスアニリン試薬は酒精のみに於ては何れも呈色せず然れども 0.1% メチールアルコール含有の場合に於ても亦反應極て微弱なるを免れず米國局方フクシン亞硫酸溶液は此關係更に一層甚だし次に日本公定法に従ひ劃温蒸餾法を行ひて得たる餾液につきて試験せる結果を示すべし

試験成績第 9 表

| 檢 體 | 供試量 ccm | 10 分 後 | | | 20 分 後 | | | 1 時 間 後 | | | 2 時 間 後 | | |
|--|------------|--------------------|-------------------|--------------------|--------------------|-------------------|--------------------|--------------------|-------------------|--------------------|--------------------|-------------------|--------------------|
| | | 公定法 フクシン 亞硫酸 | ロス アニリン 亞硫酸 | 米局方 フクシン 亞硫酸 |
| 18%酒精 200 ccm の餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | |
| | 0.2 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | |
| | 0.3 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | |
| | 0.5 | " | " | " | " | " | " | " | " | " | " | " | |
| | 1.0 | " | " | " | " | " | " | " | " | " | " | " | |
| 0.1 %木精含 有 18 %酒精 200ccm の餾液 | 0.1 | 微 藍 紫 | 殆 呈 色 | 極 微 藍 | 淡 藍 紫 | 殆 呈 色 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | |
| | 0.2 | " | 極 微 藍 | " | 淡 藍 紫 | 微 藍 紫 | " | " | 淡 藍 紫 | " | " | " | |
| | 0.3 | 淡 藍 紫 | " | " | " | " | " | " | " | " | " | 淡 藍 紫 | |
| | 0.5 | " | " | " | " | 淡 藍 紫 | " | " | " | " | " | " | |
| | 1.0 | " | 微 藍 紫 | " | " | " | " | " | " | " | " | " | |
| 0.1 %木精含 有純酒精 50 ccm 及水 150 ccm の混液の 餾液 | 0.1 | 極 微 藍 紫 | 殆 呈 色 | 呈 色 せ | 微 藍 紫 | 呈 色 せ | 呈 色 せ | 淡 藍 紫 | 呈 色 せ | 呈 色 せ | 呈 色 せ | 呈 色 せ | |
| | 0.2 | " | " | 極 微 藍 | " | " | 微 藍 | " | " | 殆 呈 色 | " | " | |
| | 0.3 | 微 藍 紫 | " | " | 淡 藍 紫 | " | " | " | " | " | 淡 藍 紫 | " | |
| | 0.5 | 淡 藍 紫 | " | 微 藍 | " | " | " | 淡 藍 紫 | " | 極 微 藍 紫 | " | " | |
| | 1.0 | " | " | " | " | " | " | " | " | " | " | " | |
| 0.1 %木精含 有 46 %酒精 80 ccm 及水 120 ccm との混液 の餾液 | 0.1 | 殆 呈 色 | 呈 色 せ | 呈 色 せ | 極 微 藍 紫 | 呈 色 せ | 呈 色 せ | 極 微 藍 紫 | 呈 色 せ | 呈 色 せ | 淡 藍 紫 | 呈 色 せ | |
| | 0.2 | 極 微 藍 紫 | " | " | 微 藍 紫 | " | " | 微 藍 紫 | " | " | " | " | |
| | 0.3 | 微 藍 紫 | " | 殆 呈 色 | " | " | " | 淡 藍 紫 | " | 殆 呈 色 | " | 極 微 藍 紫 | |
| | 0.5 | 淡 藍 紫 | " | " | 淡 藍 紫 | " | " | " | " | " | " | " | |
| | 1.0 | " | " | " | " | " | " | " | " | " | " | " | |

前記成績によれば公定法の試薬は餾液 0.1 ccm の場合は 1 時間後に於ては酒精のみにては呈色せず然るに木精 0.025% 含有するものゝ餾液に於ては淡藍紫色を呈し稍之を識別し得べく其反應極めて鋭敏なるを認めしむるも餾液 0.2 ccm 以上に及ぶときは既に純酒精のみにても類似反應を生起し之を識別するに困難なるを免れずロスアニリ

ン試薬は酒精のみに於ては各供試量の場合共に呈色せざるを以て良好なるもメチールアルコール含有の場合反應の鋭敏度は公定法の試薬に及ばず次に米局方試薬はロスアニリン試薬と殆ど同様の關係を有するも反應鋭敏度は前者に比し更に幾分劣るものゝ如し

(ロ) 酸化時間並に酸化時に於ける溶液の溫度

フクシン亞硫酸反應はアルコールの酸化成績體なるアルデヒドの反應なるを以て酸化と呈色との間に密接の關係を有することは論を俟たず即ち酒精と共存するメチールアルコールの酸化に充分なる最短時間を以て理想とすべし此點に關しフェレンベルク氏⁽⁶⁾は1mgのメチールアルコール含有の液をカメレオン溶液及硫酸にて酸化し其の酸化に適當なる時間を檢したるに5分並に10分間酸化せるものは却つて2分間酸化せるものに比し呈色劣れるを認めたり依つて小官等も亦此の酸化時間と呈色反應との關係を知らんがため次の試験を施行せり、而して公定法によれば酸化に際し濃硫酸0.2ccmを使用するにあるも之を正確に量取すること困難なるの缺點あると共に之がため混液の溫度上昇して酸化劇烈に陥る虞れあり故に酸化に際し氷水等を以て冷却して比較試験を施したるに純酒精の場合に供試量0.1, 0.2, 及0.3ccmに於ては特に氷水を以て冷却せるものと然らざるものとの間に著るしき區別を認めざりしも0.5ccm以上に於ては冷却せるものは類似反應微弱となれるを以て濃硫酸0.2ccmの代りに50%硫酸0.4ccmを用ひて試験するに特に氷冷するの必要を認めざるに至れり依て以下の試験に於ては何れも50%硫酸を使用せり

試 験 成 績 第 10 表

| 檢 體 | 酸化時間 供試量ccm | 2 分 | | 3 分 | | 5 分 | | 10 分 | |
|----------------------|----------------|------------|-----------|------------|-----------|------------|-----------|------------|-----------|
| | | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 |
| 日本藥局 方純酒精 | 0.1 | 殆呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 微 藍 | 微 藍 | 微 藍 | 微 藍 | 微 藍 | 微 藍 | 微 藍 | 微 藍 |
| | 0.3 | " | " | " | " | 淡 藍 | " | 淡 藍 | " |
| | 0.5 | 淡 藍 | " | " | " | 淡 藍 紫 | 淡 藍 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 |
| | 1.0 | " | " | " | " | " | " | " | " |
| 0.1 %木 精含有純 酒精 | 0.1 | 殆呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 極微 藍 | 呈色せず | 極微 藍 | 呈色せず |
| | 0.2 | 極微紫藍 | 微 藍 | 微紫藍 | 微 藍 | 微紫藍 | 微 藍 | 淡紫藍 | 微 藍 |
| | 0.3 | 微紫藍 | " | " | " | " | " | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | 淡紫藍 | " | " | " |
| | 1.0 | 淡藍紫 | " | 淡藍紫 | " | " | " | " | " |

前記の成績に徴するに酸化時間の長短によりて大差を認め難く寧ろフェレンベルグ氏の如く最短時間2分を以て最も適當なるを思考せしめたるを以て以下總ての試験に於て此の時間を採用せり而して前記成績に於て公定法により純酒精を試験せる場合供試量 0.1 ccm の際は類似反應を呈することなく 0.1% メチールアルコール含有のものは 2—3 分間酸化に於ては呈色せず 5—10 分間酸化後に至りて極めて微弱の反應を現はせり 0.2 ccm 以上に於ては前記の成績と同様に純酒精に於て既に類似反應を呈せりロスアニリン試薬に於ける成績も亦殆ど同様なり之を要するに純酒精を直接公定法に従ひ酸化するときは 0.1% メチールアルコール含有の場合之を識別すること困難なり故に約之を 18% に稀釋したる後其 200 ccm を蒸餾し其餾液 0.1 ccm を取りて試験するを可とすべきを首肯せしむるに足るべし今更にメチールアルコール 0.2 及 0.5 % 含有純酒精並に 0.1% メチールアルコール含有 46% 酒精につき試験せる成績を示せば次の如し

試験成績第 11 表

| 檢 體 | 供試量 ccm | 公定法フ クシン亞 硫酸 | ロスアニ リン亞硫 酸 | 米局方フ クシン亞 硫酸 | 檢 體 | 供試量 ccm | 公定法フ クシン亞 硫酸 | ロスアニ リン亞硫 酸 | 米局方フ クシン亞 硫酸 |
|--|------------|--------------------|-------------------|--------------------|---|------------|--------------------|-------------------|--------------------|
| 0.2 % 木精含有 純酒精 | 0.1 | 淡紫紅 | 淡紫 | 極微藍 | 0.5 % 木精含有 純酒精 | 0.1 | 紫紅 | 紫 | 淡紫藍 |
| | 0.2 | " | " | " | | 0.2 | " 稍強 | " | " |
| | 0.3 | " | " | 呈色せず | | 0.3 | " | " | 微紫藍 |
| | 0.5 | " | " | " | | 0.5 | " | " | 微藍 |
| | 1.0 | " | " | " | | 1.0 | " | " | " |
| 46% 酒精 50ccm を水にて稀釋し 18% となし公定 法により蒸餾せ る餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 0.1 % 木精含有 46% 酒精を水 にて稀釋し 18 % となし公定 法に従ひ蒸餾 せる餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | | 0.2 | 微紫藍 | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | | 0.3 | " | " | 呈色せず |
| | 0.5 | " | " | " | | 0.5 | " | " | " |
| | 1.0 | " | " | " | | 1.0 | " | " | " |

備考 前表中の色相の變化は 1 時間後に看取せるものなり

前記成績により純酒精中 0.2% 以上メチールアルコール含有の場合には公定法、ロスアニリン及米國局方試薬を以て之を検出し得べきを認めしむ

2. ライト氏法

本試験法は最近ライト氏⁽¹⁰⁾によりて報告せられたるものにして從來のカメレオン酸化法に改善を加へフクシン色素に代ふるにロスアニリン色素溶液を以てし在來の諸他試験方法に比し最も精確なりと稱せらるゝものなり即ち前記酸化法に依りて得たる酸

化液にロスアニリン亜硫酸溶液 2 ccm を加ふるときはメチールアルコール存在に於ては紫色を呈すべし

次に各検液 0.1 ccm 乃至 2.0 ccm をとり本法に従ひて酸化せるものに就きロスアニリン試薬並に公定法及米局方フクシン試薬を以て試験せる成績を示せば次の如し

試験成績第 12 表

| 検 體 | 供試量 ccm | 稀 釋 水 量 | 10 分 後 | | 20 分 後 | | 1 時 間 後 | |
|-------------------------------|------------|------------|---------------|----------------|---------------|----------------|---------------|----------------|
| | | | ロスアニリン 亜硫酸 | 公定法フク シン亜硫酸 | ロスアニリン 亜硫酸 | 公定法フク シン亜硫酸 | ロスアニリン 亜硫酸 | 公定法フク シン亜硫酸 |
| 日本薬局方純酒精 | 0.1 | 1.9 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 1.8 | ” | 極微藍紫 | 殆呈色せず | ” | ” | ” |
| | 0.3 | 1.7 | ” | 微 藍 紫 | 極 微 藍 | ” | 微 藍 | 殆呈色せず |
| | 0.5 | 1.5 | 殆呈色せず | 淡 紫 | ” | 淡 紫 | ” | ” |
| | 1.0 | 1.0 | 極 微 藍 | ” | 微 紫 藍 | ” | 淡 藍 | 微 紫 |
| | 2.0 | 0 | 微 紫 | ” | 淡 紫 | ” | 淡 紫 | 淡 紫 |
| 0.1% 木精含有 純酒精 | 0.1 | 1.9 | 微 藍 | 殆呈色せず | 淡 紫 藍 | 極微藍紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.2 | 1.8 | ” | 極微藍紫 | ” | 微 藍 紫 | ” | ” |
| | 0.3 | 1.7 | ” | 微 紫 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 1.5 | ” | 淡 紫 | ” | 淡 紫 | ” | ” |
| | 1.0 | 1.0 | 淡 藍 紫 | 淡 赤 紫 | 淡 紫 | 淡 赤 紫 | ” | ” |
| | 2.0 | 0 | ” | ” | ” | 淡 紫 紅 | ” | ” |
| 0.2% 木精含有 純酒精 | 0.1 | 1.9 | 淡 藍 紫 | 極 微 藍 紫 | 淡 紫 | 微 藍 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.2 | 1.8 | ” | 淡 藍 紫 | ” | 淡 藍 紫 | ” | ” |
| | 0.3 | 1.7 | ” | 淡 紫 | ” | 淡 紫 | ” | ” |
| | 0.5 | 1.5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | 1.0 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 2.0 | 0 | 淡 紫 | 淡 紫 紅 | ” | 淡 紫 紅 | ” | 淡 紫 紅 |
| 0.5% 木精含有 純酒精 | 0.1 | 1.9 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 極 微 藍 | 殆呈色せず | 淡 紫 | 微 藍 紫 |
| | 0.2 | 1.8 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | ” | ” | 淡 藍 紫 |
| | 0.3 | 1.7 | ” | 微 藍 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 1.5 | ” | ” | ” | ” | ” | 淡 紫 |
| | 1.0 | 1.0 | 微 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 藍 紫 | ” |
| | 2.0 | 0 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 46% 酒精 ライフ氏溜液 | 0.1 | 0 | 殆呈色せず | 微 藍 紫 | 殆呈色せず | 極 微 藍 | 殆呈色せず | 殆呈色せず |
| | 0.2 | 1.9 | ” | 淡 藍 紫 | ” | 微 藍 | ” | ” |
| | 0.3 | 1.8 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 1.7 | 極 微 藍 | 淡 紫 | ” | 淡 紫 藍 | 極 微 藍 | 微 藍 紫 |
| | 1.0 | 1.5 | 淡 藍 | ” | 淡 藍 | ” | 淡 藍 | 淡 紫 |
| | 2.0 | 1.0 | ” 稍強 | ” | ” | ” | ” | ” |
| 0.1% 木精含有 46% 酒精 ライフ氏溜液 | 0.1 | 0 | 極 微 藍 | 微 紫 | 微 藍 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.2 | 1.9 | ” | 淡 紫 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | 1.8 | 微 紫 | ” | 淡 紫 | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 1.7 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | 1.5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 2.0 | 1.0 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |

| 檢 體 | 供試量 ccm | 稀釋水量 ccm | 10 分 後 | | | | 20 分 後 | | | | 1 時 間 後 | | | | | | |
|---------------------------|------------|-------------|-----------------|---------------|------------------------------|--------------------|----------------------------------|-----------------|---------------|------------------------------|--------------------|----------------------------------|-----------------|---------------|------------------------------|--------------------|----------------------------------|
| | | | 公定法 クシ 硫酸 | フ クシ 硫酸 | 米 局 方 フ クシ 硫酸 | 方 フ クシ 硫酸 | ロ ス ア ニ ク シ 硫酸 | 公定法 クシ 硫酸 | フ クシ 硫酸 | 米 局 方 フ クシ 硫酸 | 方 フ クシ 硫酸 | ロ ス ア ニ ク シ 硫酸 | 公定法 クシ 硫酸 | フ クシ 硫酸 | 米 局 方 フ クシ 硫酸 | 方 フ クシ 硫酸 | ロ ス ア ニ ク シ 硫酸 |
| 0.1% 木精含有46%酒精10ccmライフ氏餾液 | 0.1 | 4.9 | 殆ど呈色せず | 呈色せず | 微 藍 紫 | 呈色せず | 極 微 藍 | 淡 藍 紫 | 殆ど呈色せず | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 微 藍 | 淡 紫 | 淡 紫 | 微 藍 |
| | 0.2 | 4.8 | 微 呈色 | 紫 淡 | 紫 | ” | 淡 紫 | 淡 紫 | 極 微 藍 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | 4.7 | 淡 | 紫 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 4.5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | 4.0 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | 微 藍 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 2.0 | 3.0 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |

試 験 成 績 第 15 表

| 檢 體 | 供試量 ccm | 稀釋水量 ccm | 10 分 後 | | | | 20 分 後 | | | | 1 時 間 後 | | | | 2 時 間 後 | | | |
|-----------------------------------|------------|-------------|-----------------|---------------|------------------------------|--------------------|----------------------------------|-----------------|---------------|------------------------------|--------------------|----------------------------------|-----------------|---------------|------------------------------|--------------------|----------------------------------|------|
| | | | 公定法 クシ 硫酸 | フ クシ 硫酸 | 米 局 方 フ クシ 硫酸 | 方 フ クシ 硫酸 | ロ ス ア ニ ク シ 硫酸 | 公定法 クシ 硫酸 | フ クシ 硫酸 | 米 局 方 フ クシ 硫酸 | 方 フ クシ 硫酸 | ロ ス ア ニ ク シ 硫酸 | 公定法 クシ 硫酸 | フ クシ 硫酸 | 米 局 方 フ クシ 硫酸 | 方 フ クシ 硫酸 | ロ ス ア ニ ク シ 硫酸 | |
| 18%酒精200ccmの餾液 | 0.1 | 4.9 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | |
| | 0.2 | 4.8 | 殆ど呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | 極 微 藍 | ” | ” | 極 微 藍 | ” | ” | |
| | 0.3 | 4.7 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | |
| | 0.5 | 4.5 | 極 微 藍 | ” | ” | ” | 極 微 藍 | ” | ” | ” | ” | 微 藍 | ” | ” | 微 藍 紫 | ” | ” | |
| 0.1% 木精含有18%酒精200ccmの餾液 | 0.1 | 4.9 | 殆ど呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 殆ど呈色せず | 微 藍 紫 | 淡 紫 | 殆ど呈色せず | 殆ど呈色せず | 淡 紫 | 淡 紫 | 微 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.2 | 4.8 | 淡 呈色 | 極 微 藍 紫 | 極 微 藍 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.3 | 4.7 | ” | 微 藍 紫 | 淡 紫 | ” | ” | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.5 | 4.5 | 淡 紫 | 淡 紫 | ” | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| 0.1% 木精含有純酒精50ccm及水150ccmの混液の餾液 | 0.1 | 4.9 | 極 微 藍 | 呈色せず | 呈色せず | 極 微 藍 | 殆ど呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 微 藍 | 殆ど呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 4.8 | 微 紫 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | 極 微 藍 | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | 4.7 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 4.5 | 淡 紫 | ” | ” | 淡 紫 | 極 微 藍 | 殆ど呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 淡 紫 | 微 紫 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.1% 木精含有46%酒精80ccm及水120ccmの混液の餾液 | 0.1 | 4.9 | 殆ど呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 殆ど呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 微 藍 紫 | 極 微 藍 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 4.8 | 極 微 藍 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | 4.7 | 微 藍 紫 | ” | ” | 微 藍 紫 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 4.5 | ” | 殆ど呈色せず | 呈色せず | ” | ” | 極 微 藍 | 呈色せず | 呈色せず | 淡 藍 紫 | 微 藍 紫 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 1.0 | 4.0 | ” | ” | ” | 淡 藍 紫 | 微 藍 紫 | ” | ” | ” | ” | 淡 藍 紫 | 微 藍 紫 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | |

上記成績中米局方フクシ試薬の場合は同局方規定に従ひ10分後の呈色状態を看るに純酒精、ライフ氏餾液並に公定法餾液を以てせる試験共に何れの供試量に於ても殆ど呈色することなく之に木精を0.1%含有するときは陽性を現はし良好の反應なるを認め得べし但し純酒精の場合には20分以上経過するときは酒精のみにても亦類似反應を現はすを以て10分経過後の觀測を嚴守する必要あり然るに日本公定法に従ひ蒸餾せる餾液を以てするときは同反應の鋭敏度は増加し酒精のみにては2時間の後に

於ても呈色することなく一層良好なりライフ氏法に於ける餾液の場合も亦殆ど同様の關係を示せり次に公定法フクシン試薬は供試量 0.1 ccm に於ては米局方試薬の場合と同様なるも 0.2 ccm 以上にては酒精のみの際類似反應を呈する場合多く寧ろ少しく劣るやの感あり、ロスアニリン試薬は日本局方試薬と同様に酒精のみにては各供試量の場合共に呈色することなく之に木精含有の場合には他の 2 試薬に比し稍不鋭敏なるが如きも而かも微量の存在に於ても之を検出し得べきを認めしむ

前記各種の呈色反應試験は盛夏の際之を施行し酸化後當該溶液の温度高きものは流水にて冷却せる後試薬を加へて室温に放置し觀測せり然るに冬季之を再試し反應液を室温に放置するに夏季に比し反應稍遲鈍にして 1 時間乃至 2 時間後に至れば同様の結果を示せり依て純酒精 0.1 ccm 宛を取り前記の試験法に従ひて處理しフクシン又はロスアニリン試薬を加へたる後 13° 及 23° に於て放置したるに反應の狀況次の如し

試験成績第 16 表

(1) 公定法酸化液

| 時間 | 試薬 | 1 3° | | | 2 3° | | |
|--------|----|------------|-----------|------------|------------|-----------|------------|
| | | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 米局方フクシン亞硫酸 | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 米局方フクシン亞硫酸 |
| 10 分 後 | | 微 紫 | 微 綠 藍 | 呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 20 分 後 | | 殆呈色せず | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” |
| 1 時間 後 | | ” | 呈色せず | ” | 極 微 藍 | ” | ” |

(2) ライト氏法酸化液

| 時間 | 試薬 | 1 3° | | | 2 3° | | |
|--------|----|------------|-----------|------------|------------|-----------|------------|
| | | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 米局方フクシン亞硫酸 | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 米局方フクシン亞硫酸 |
| 10 分 後 | | 淡 藍 紫 | 紫 | 極 微 藍 紫 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず |
| 20 分 後 | | 微 藍 | 淡 藍 | ” | ” | 呈色せず | ” |
| 1 時間 後 | | 極 微 藍 | 呈色せず | ” | 極 微 藍 | ” | 殆呈色せず |

(3) 米局方規定法酸化液

| 時間 | 試薬 | 1 3° | | | 2 3° | | |
|--------|----|------------|-----------|------------|------------|-----------|------------|
| | | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 米局方フクシン亞硫酸 | 公定法フクシン亞硫酸 | ロスアニリン亞硫酸 | 米局方フクシン亞硫酸 |
| 10 分 後 | | 殆呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 20 分 後 | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 1 時間 後 | | ” | ” | ” | ” | ” | ” |

以上の成績によればライト氏のロスアニリン試薬は温度低きときはフォルムアルデヒド以外他の成分による類似反応消失し難きを認むべく他の二法に在りては温度の如何により著しき差異を認めずと雖も大體に於て反應液の温度は何れも 20—25° を以て適度とすべし

以上 3 試験法に就き之を觀るに何れも純酒精其儘の場合よりも公定法及びライフ氏に従ひ蒸餾して得たる餾液を以てせる成績の一層良好なるを認むべし公定法に於ては供試量 0.2 ccm 以上を使用するときは酒精のみにても類似反應を現はすこと多く之を應用し得ざるも 0.1 ccm に於ても 0.025% 木精含有の場合にも之を検出し得るを以て供試量 0.1 ccm を嚴守するときは極めて鋭敏なる良好の檢出法たるを失はず本法に對してライト及米局方試薬を代用するときは共に公定法試薬に比し稍不鋭敏なるを免れず次にライト氏法にありては公定法餾液を使用するときは供試量 0.5 ccm まで殆ど呈色することなく公定法の場合と殆ど同様の鋭敏度を示し之に公定法及米局方試薬を代用するに前者に比し寧ろ良好ならず更に米局方規定法に在りては酒精のみにては 2 ccm に至る迄各供試料共に呈色せず且つ公定法餾液を使用するときは 0.025% に該當する木精も亦之を検出し得るを以て本法も亦良法と謂ふを得べし公定法試薬を之に代用するときは供試量 0.2 ccm 以上に及ぶときは酒精により類似反應を現出すライト氏試薬は米國局方試薬の場合に比し鋭敏度少しく劣るも酒精により類似反應を現はさざるを以て之を應用し得べきを思考す之を要するに 3 試験法は夫々特徴を有し各酸化法に對しては各特定の試薬を以て試験するを以て最も優れるを首肯せしむ

第四章 メチールアルコール新試験法の研究

前記各種の試験成績を通覽するに小官等の理想とするところの條件即ち純酒精のみの場合には全く類似反應を生起せず且つ少量の檢體を以て試験し得ること、而かも微量のメチールアルコール存在に於て鋭敏に呈色すること、操作の比較的簡便なること、等の條件に遠し故に以下更に稀釋、酸化等に就き數項に分ちて研究せり

(1) メチールアルコール檢出法 其の一

檢體に水を加へて稀釋し總容量を 2 ccm となし公定法に準據し過マンガン酸カリウム溶液 5 ccm を加へ次に公定法原法による濃硫酸 0.2 ccm の代りに 50% 硫酸 0.4 ccm

本試験法に於ては檢體 0.1 ccm の場合には酒精のみにては殆ど呈色せず0.1% 木精添加のものは50% 硫酸 2ccm 使用の場合陽性を示し稍兩者の鑑別をなし得るも同上硫酸3 ccm の場合には兩者共に陰性にして檢體 0.2 ccm 以上の場合にありては酒精のみと0.1% 木精添加の場合との識別明かならず

(3) メチールアルコール検出法 其の三

本法に於ては檢體を水にて稀釋し總量を3 ccm とし其他の操作は公定法に準じ過ンガン酸カリウム溶液5 ccm 及50% 硫酸0.4 ccm を添加し2分の後稀酸溶液1ccm を加へ脱色したる後50% 硫酸3 ccm 及び2 ccm を加へて試験せり

試験成績第20表

| 檢 體 | 供試量 ccm | 50% 硫酸 3ccm 添加 | | | | 50% 硫酸 2ccm 添加 | | | |
|------------------|------------|----------------|-------|-------|-------|----------------|-------|-------|-------|
| | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
| 日本薬局方 純酒精 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず |
| | 0.2 | ” | ” | 極微藍紫 | 極微藍紫 | ” | ” | 極微藍紫 | 極微藍紫 |
| | 0.3 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 微藍紫 | 微藍紫 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.5 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | ” | ” | 極微藍紫 | 極微藍紫 | ” | 淡藍紫 |
| | 1.0 | 微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | ” |
| 0.1% 木精 含有純酒精 | 0.1 | 殆呈色せず | 極微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 | 殆呈色せず | 極微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.2 | 極微藍紫 | ” | ” | 淡藍紫 | 極微藍紫 | ” | ” | 淡藍紫 |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 微藍紫 | 微藍紫 | ” | ” | 微藍紫 | 微藍紫 | ” | ” |
| | 1.0 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | ” | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | ” |

本試験法に於ても亦前法に於けると同様に檢體 0.2 ccm 以上の場合には純酒精と木精含有ものとの識別を認め難し

(4) メチールアルコール検出法 其の四

本法に於ては檢體を水にて稀釋し總量を5 ccm とし酸化法等は總て公定法に準じカメレオン溶液5 ccm 50% 硫酸0.4 ccm を混じ2分間の後稀酸溶液1 ccm を以て脱色し濃硫酸1 ccm と2 ccm とを用ひて試験せり

試験成績第21表

| 檢 體 | 供試量 ccm | 濃硫酸 1ccm 添加 | | | | 濃硫酸 2ccm 添加 | | | |
|--------------|------------|-------------|-------|-------|-------|-------------|------|------|------|
| | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
| 日本薬局方 純酒精 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | ” | ” | ” | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | ” | ” | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | ” | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” | ” |

| 検 體 | 供試量 ccm | 濃硫酸 1ccm 添加 | | | | 濃硫酸 2ccm 添加 | | | |
|-------------------|------------|-------------|--------|------|------|-------------|--------|------|------|
| | | 10 分 後 | 20 分 後 | 1時間後 | 2時間後 | 10 分 後 | 20 分 後 | 1時時後 | 2時時後 |
| 0.1% 木精 含有純酒精 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 殆呈色せ | 極微藍 | 極微藍紫 | 微藍紫 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | 極微藍 | 微藍紫 | ” 稍強 | ” 稍強 | 殆呈色せ | 殆呈色せ | 極微藍紫 | 極微藍紫 |
| | 0.5 | 微藍紫 | 微紫 | 微紫 | 微紫 | ” | ” | 微紫褐 | 微紫褐 |
| | 1.0 | ” | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | ” | ” | ” | ” |
| 0.05% 木精 含有純酒精 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せ | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | ” | ” | ” | 極微藍 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | 極微藍 | 極微藍 | 微藍 | 極微藍紫 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 微藍紫 | 微藍 | ” | 微藍紫 | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | ” | 微藍紫 | 微藍紫 | 微紫 | ” | ” | ” | ” |

前記の成績に徴するに本稀釋法によりては純酒精のみにありては檢體の供試量 0.1 ccm より 1.0 ccm に至る迄全く陰性を示し之に 0.05% を添加せるものは硫酸 1 ccm 添加の場合供試量 0.2 ccm 以上に於て陽性を現はせり而して硫酸量 2 ccm は 1 ccm に比し反應の鋭敏度を遲鈍ならしむる傾きあり尙ほ米國局方規定フクシン試薬を以て同様に試験したるに純酒精及び之に 0.1% の木精を混じたるものも共に硫酸 1 ccm 及び 2ccm の添加に於て 0.1 ccm より 1.0 ccm に至る各供試量の場合何れも 2 時間の後に在りても全く呈色せず故に同試薬は本法には適當せざるを認めしむ

今種々の含量に於ける酒精をライフ氏並に公定法に従ひ蒸餾せる餾液につき本法を應用したるに次の成績を得たり

試験成績第 22 表 (ライフ氏餾液)

| 検 體 | 供試量 ccm | 濃硫酸 1 ccm 添加 | | | | 検 體 | 供試量 ccm | 濃硫酸 1 ccm 添加 | | | |
|---------------------------------------|------------|--------------|--------|------|------|---|------------|--------------|--------|------|------|
| | | 10 分 後 | 20 分 後 | 1時間後 | 2時間後 | | | 10 分 後 | 20 分 後 | 1時間後 | 2時間後 |
| 46%酒精 ライフ氏 餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 46%酒精 に水を加へて18% に稀釋せるものに 對するライフ氏餾 液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | ” | ” | ” | ” | | 0.2 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | ” | 殆呈色せ | 殆呈色せ | 殆呈色せ | | 0.3 | ” | ” | ” | 殆呈色せ |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | 0.5 | 殆呈色せ | 殆呈色せ | 殆呈色せ | ” |
| | 1.0 | 殆呈色せ | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |
| 0.1% 木 精含有 46%酒精 ライフ氏 餾液 | 0.1 | ” | 極微藍紫 | 淡紫 | 淡紫 | 0.1% 木 精含有 46%酒精 同上ライフ 氏餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 極微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.2 | 極微藍紫 | 淡藍紫 | ” 稍強 | ” 稍強 | | 0.2 | 殆呈色せ | 殆呈色せ | 淡藍紫 | 淡紫 |
| | 0.3 | ” 稍強 | ” 稍強 | ” | ” | | 0.3 | ” | ” | ” 稍強 | ” 稍強 |
| | 0.5 | 微藍紫 | ” | ” | ” | | 0.5 | 微紫 | 淡藍紫 | 淡紫 | ” |
| | 1.0 | ” 稍強 | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |
| 0.05% 木 精含有 46%酒精 ライフ氏 餾液 | 0.1 | 呈色せず | 殆呈色せ | 極微藍紫 | 微紫 | 0.05% 木 精含有 46%酒精 同上ライフ 氏餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せ | 極微藍紫 |
| | 0.2 | 殆呈色せ | 極微藍 | 微藍紫 | 淡紫 | | 0.2 | ” | ” | 極微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.3 | ” | 微藍紫 | ” 稍強 | ” 稍強 | | 0.3 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | 0.5 | 極微藍 | 極微藍 | 微藍紫 | 淡紫 |
| | 1.0 | ” | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | ” 稍強 | ” 稍強 | ” 稍強 |

試験成績第23表 (公定法 餾液)

| 検 體 | 供試量 ccm | 濃硫酸 1 ccm 添加 | | | | 検 體 | 供試量 ccm | 濃硫酸 1 ccm 添加 | | | | |
|---|------------|--------------|--------|--------|--------|---|------------|--------------|--------|------|------|-----|
| | | 10 分 後 | 20 分 後 | 1時間後 | 2時間後 | | | 10 分 後 | 20 分 後 | 1時間後 | 2時間後 | |
| 18%酒精 200ccmの 餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 殆ど呈色せず | 0.1% 木 精含有純 酒精 50ccm 及 水150ccm の混液の 餾液 | 0.1 | 殆ど呈色せず | 殆ど呈色せず | 極微紫 | 微紫 | 微紫 |
| | 0.2 | ” | 殆ど呈色せず | 殆ど呈色せず | ” | | 0.2 | 微紫 | 微藍紫 | 微紫 | 淡紫 | 紫 |
| | 0.3 | 殆ど呈色せず | ” | ” | ” | | 0.3 | ” | 淡紫 | 淡紫 | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | 0.5 | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | 微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 | | 1.0 | 淡紫 | ” | ” | ” | ” |
| 0.1% 木 精含有 18%酒精 200ccmの 餾液 | 0.1 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡紫 | 0.1% 木 精含有46 %酒精80 ccm 及水 120 ccm の混液の 餾液 | 0.1 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.2 | ” | 淡紫 | ” | ” | | 0.2 | 微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 藍紫 |
| | 0.3 | 淡紫 | 紫 | ” | ” | | 0.3 | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | 0.5 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | ” |
| | 1.0 | ” | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” | ” |

上記の成績により検體に水を加へて5 ccm としたるものは純酒精のみの場合は殆ど類似反應を呈することなくメチールアルコールを 0.05% 含有せる検體に於ては明に之を認識し得たり故に此の稀釋法を最も適當と認めたり、又 46% 酒精に 0.1 及 0.05% のメチールアルコールを混入せしめたる検體 10 ccm を直接ライフ氏蒸餾法に依りて蒸餾せるもの及び検體 10 ccm を水にて稀釋し其酒精濃度を 18% となし同じくライフ氏蒸餾法に依りて得たる餾液につき試験せるに後者は前者に比し呈色鋭敏度恰も一段宛低下するが如き感あるも其判定上に於て殆ど影響なきことを確證せり

(5) メチールアルコール検出に對する一新改良法に就て

前記の試験成績を通覽するにメチールアルコール検出法其の四に述べたる方法は其結果最も良好にして純酒精のみの試験に於ては殆ど類似反應を呈することなく 0.05% メチールアルコール含有純酒精にては 1 時間經過後の比較に於て明に前者と識別し得べし更に 46% 酒精を蒸餾法によりて試験する場合検體少量なるライフ氏の蒸餾法によりて完全に其目的を達し得べく本蒸餾法は下記葡萄酒、清酒、燒酎等に對し公定法に依りて蒸餾せる餾液に對する成績と全く同一にして殆ど理想に近きメチールアルコール検出法なりと信ずるを以て更に其試験方法に就き詳述すべし

試 験 方 法

ウヰスキー、ブランデー、燒酎等の酒精含量 20% 以上のものに在りては検體 10ccm を取り又清酒、葡萄酒等酒精含量 20% 未滿のものに在りては其 20 ccm を取り炭酸石

灰 0.1—0.5 g を加へ前記ライフ氏蒸餾法に従ひ蒸餾し水冷せる割度管中に注意して 1ccm を餾取し斯くして得たる餾液 0.1 ccm, 0.2 ccm, 0.3 ccm, 0.5 ccm 及 1.0 cccm に至る 5 種に就きて試験せり、而して實際の場合に於ては 0.1 ccm, 0.2 ccm 及 0.3 ccm の 3 種に就て比較試験を施すときは充分所期の目的を達し得べし

前記餾液を試験管中に分取し各水を加へて總量を 5 ccm となし之に 1% 過マンガン酸カリウム溶液 5 ccm 及 50% 硫酸 0.4 ccm を加へたる後 2 分間放置し次に 8% 鞣酸溶液を加へ脱色せしめ濃硫酸 1 ccm を添加せる後公定法フクシン亞硫酸溶液 5 ccm を加へ 1 時間乃至 2 時間後の色相を觀測すべし多くの場合は 1 時間に著明に呈色すと雖も其含量僅微となるに従ひ 2 時間後に於て著明に呈色する事あり又豫め本反應を呈せざる純良酒精に所要量のメチールアルコールを含有せしめたる標準溶液を調製し其呈色反應と比色するときは檢體中に含有するメチールアルコールの含量を概測し得べし

以下葡萄酒、清酒及燒酎に就き公定法並にライフ氏蒸餾法によりて得たる餾液を以て比較試験を施行したるに兩者全く同一成績を示せり

試験成績第 24 表

| 檢體 | 供試量 ccm | 硫酸 1 ccm 添加 | | | | 檢體 | 供試量 ccm | 硫酸 1 ccm 添加 | | | | |
|---|------------|-------------|------|------|-------|-----------------------------------|------------|-------------|-------------|------|------|-----|
| | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | |
| 本印葡萄酒 200 ccm 公定法餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 本印葡萄酒 ライフ氏餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | " | " | " | |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " | |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | " | " | " | |
| | 1.0 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | " | " | | 1.0 | " | " | " | " | |
| 0.1% 木精 含有 本印葡萄酒 200 ccm 公定法餾液 | 0.1 | 淡紫紅 | 淡紫紅 | 紫紅 | 紫紅 | 0.1% 木精 含有 本印葡萄酒 ライフ氏餾液 | 0.1 | 微藍紫 | 淡紫 | 淡紫 | 紫紅 | 紫紅 |
| | 0.2 | " 稍強 | " 稍強 | " 稍強 | " 稍強 | | 0.2 | " 稍強 | " 稍強 | 紫紅 | " | |
| | 0.3 | " " | " " | " " | " 濃紫紅 | | 0.3 | 淡藍紫 | " " | " " | " " | |
| | 0.5 | " " | " " | " " | " " | | 0.5 | " " | " " | " " | " " | |
| | 1.0 | " " | " " | " " | " " | | 1.0 | " " | " " | " " | " " | |
| 0.1% 木精 含有 本印葡萄酒 100 ccm 公定法餾液 | 0.1 | 極微藍紫 | 微藍紫 | 紫紅 | 紫紅 | 0.05% 木精 含有 本印葡萄酒 ライフ氏餾液 | 0.1 | 呈色せず | { 殆呈色 せず | 微藍紫 | 微紫 | 紫 |
| | 0.2 | 微藍紫 | 淡藍紫 | " 稍強 | " | | 0.2 | { 殆呈色 せず | 極微藍紫 | 淡藍紫 | 淡紫 | 紫 |
| | 0.3 | " 稍強 | " 稍強 | " " | " " | | 0.3 | 極微藍 | 微藍紫 | " 稍強 | " | " |
| | 0.5 | " " | " " | " " | " " | | 0.5 | " 稍強 | " 稍強 | " " | " " | " " |
| | 1.0 | " " | " " | " " | " " | | 1.0 | " " | " " | " " | " " | " " |
| 0.05% 木精 含有 本印葡萄酒 100 ccm 公定法餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 微藍紫 | 微紫 | 清酒月桂冠 200 ccm 公定法餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | |
| | 0.2 | " " | 極微藍紫 | 淡藍紫 | 淡紫 | | 0.2 | " " | " " | " " | " " | |
| | 0.3 | { 殆呈色 せず | 微藍紫 | " 稍強 | " 稍強 | | 0.3 | " " | " " | " " | " " | |
| | 0.5 | 極微藍 | " 稍強 | " " | " " | | 0.5 | " " | " " | " " | " " | |
| | 1.0 | " " | " " | " " | " " | | 1.0 | " " | " " | " " | " " | |

| 検 體 | 供試量 ccm | 硫酸 1 ccm 添加 | | | | 検 體 | 供試量 ccm | 硫酸 1 ccm 添加 | | | |
|-----------------------------------|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|--|------------|-------------|-------------|-------------|-------|
| | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
| 0.1% 木精含有清酒月桂冠100ccm 公定法餾液 | 0.1 | { 殆呈色 せず | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 微 紫 紅 | 0.1% 木精含有寶焼酎100 ccm を水にて18% に稀釋せるもの、公定法餾液 | 0.1 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.2 | 極微藍紫 | 淡 藍 紫 | ” 稍強 | 淡 紫 紅 | | 0.2 | 淡 藍 紫 | ” 稍強 | 紫 紅 | 紫 紅 |
| | 0.3 | 微 藍 紫 | ” | ” | ” | | 0.3 | ” 稍強 | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” 稍強 | ” | ” | ” | | 0.5 | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | ” | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |
| 0.05% 木精含有清酒月桂冠100 ccm 公定法餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 0.05% 木精含有寶焼酎100 ccm を水にて18% に稀釋せるもの、公定法餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 |
| | 0.2 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | 極微藍紫 | 微 藍 紫 | | 0.2 | { 殆呈色 せず | 極微藍紫 | 淡 藍 紫 | 淡 紫 |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | | 0.3 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 微 藍 紫 | ” | | 0.5 | 極 微 藍 | 微 藍 紫 | ” | ” |
| | 1.0 | ” | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |
| 清酒月桂冠ライフ氏餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 寶焼酎ライフ氏餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | ” | ” | ” | ” | | 0.2 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | | 0.3 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | 0.5 | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | ” | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | ” |
| 0.1% 木精含有清酒月桂冠ライフ氏餾液 | 0.1 | 極微藍紫 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 微 紫 紅 | 0.1% 木精含有寶焼酎ライフ氏餾液 | 0.1 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.2 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | ” 稍強 | 淡 紫 紅 | | 0.2 | 淡 藍 紫 | ” 稍強 | 紫 紅 | 紫 紅 |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | | 0.3 | ” 稍強 | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | 0.5 | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | ” | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |
| 0.05% 木精含有清酒月桂冠ライフ氏餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | 0.05% 木精含有寶焼酎ライフ氏餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 |
| | 0.2 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | | 0.2 | { 殆呈色 せず | 極微藍紫 | 淡 藍 紫 | 淡 紫 |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | | 0.3 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | ” | ” | | 0.5 | 極 微 藍 | 微 藍 紫 | ” | ” |
| | 1.0 | ” | ” | ” | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |
| 寶焼酎 100 ccm を水にて18% に稀釋せるもの、公定法餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 備考 本印葡萄酒とは當衛生試験所にて封緘せるものなり以下皆之に做ふ | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | ” | ” | ” | ” | | 0.2 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | | 0.3 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | 0.5 | ” | ” | ” | ” |
| | 1.0 | ” | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |

前記改良法に依り本印葡萄酒、清酒、焼酎等に就き又は此等に種々の割合にメチールアルコールを混入せしめたるものに就き試験せる成績に徴すればメチールアルコール不含の検體にありては呈色することなく之を混入せしめたるものにありては既に0.05%程度にて1時間後の觀察に於て明瞭に識別し得べし公定法及びライフ氏蒸餾法に於ける成績はよく一致し其間全く差異を認めず依つて酒精性飲料中のメチールアルコールの檢出法としてライフ氏蒸餾法によりて得たる餾液に本改良法を施するときは從來の諸多の試験法に比して簡便確實にして推奨すべきを信するものなり而して本改良法を以て市販の果實蒸餾酒、葡萄酒、焼酎、清酒、ウヰスキー等に就き試験せる成績次の如し

試験成績第25表

同一種類の検體中全く同一成績を示せるものは之を一括して其共通成績表を掲載せり

1. ブランデー類 検體 10 ccm. の餽液

| 検體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|--------------------|------------|-------------|-------------|------|-------------|------------------|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| 1. アプリコット ブランデー | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 4. 大黒天印 ブランデー | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | " | " | | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず |
| | 1.0 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | " | " | | 1.0 | 極微藍 | 極微藍 | 極微藍 | 極微藍 |
| 2. マンダリン | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 5. ミツワ ブランデー | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | { 殆呈色 せず | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | 極微藍紫 | 極微藍紫 | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | " | 微藍紫 | | 0.5 | 極微藍 | " | " | " |
| | 1.0 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | | 1.0 | " | { 殆呈色 せず | 極微藍 | 極微藍 |
| 3. チェリー ブランデー | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | | | | | | |
| | 0.2 | " | { 殆呈色 せず | 極微藍紫 | 極微藍紫 | | | | | | |
| | 0.3 | { 殆呈色 せず | 極微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 | | | | | | |
| | 0.5 | " | " | " | " | | | | | | |
| | 1.0 | 極微藍紫 | " | 淡藍紫 | " | | | | | | |

2. 葡萄酒類 検體 20 ccm. の餽液

| 検體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|--------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|---------------------------------------|------------|-------------|-------------|-------------|------|
| 1. 蜂印 香露葡萄 酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 5. 大黒天 印甲斐 産葡萄 酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色 せず | 極微紫 |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | { 殆呈色 せず | 微藍紫 | 微紫 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | 微紫 | " |
| | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | " | { 殆呈色 せず | | 0.5 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 淡紫 | 淡紫 |
| | 1.0 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | { 殆呈色 せず | 極微藍紫 | | 1.0 | 微藍紫 | 微藍紫 | " | " |
| 2. 赤玉 ポ ート ワイン | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 6. フラン ス産赤 葡萄 酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | { 殆呈色 せず | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | " | " | { 殆呈色 せず | 極微藍 | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | 極微紫 |
| 3. 信玄印 甲州園 葡萄 酒 | 1.0 | 極微藍 | 微藍 | 微藍 | 藍 | 1.0 | " | " | " | " | |
| | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色 せず | 7. 信玄印 甲州園 赤玉 ポ ート ワイン | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | | 0.2 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | 極微藍 | 微藍 |
| | 0.3 | " | " | " 稍強 | " 稍強 | | 0.3 | 極微藍 | 極微藍 | " | " 稍強 |
| 0.5 | " | " | " | " | 0.5 | | " | " | " | " | |
| 4. 牛久赤 葡萄 酒 | 1.0 | 微藍紫 | 微藍紫 | " | " | 1.0 | 微藍 | 微藍 | 微藍 | " | |
| | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 8. 甲州園 純赤 葡萄 酒 | 0.1 | 呈色せず | 極微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | 極微藍 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " 稍強 | " 稍強 |
| 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | 0.5 | | 微藍 | 淡藍紫 | " | " | |
| 1.0 | " | " | " | " | 1.0 | " | " | " | " | | |

| 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|------------------------------|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|--------------------------------|------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| 9. 大黒天 赤葡萄酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 13. 甲州圓 信玄印 人參規那 鐵葡萄酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | " | " | | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | 極 微 藍 |
| | 1.0 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | { 殆呈色 せず | " | | 1.0 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | " |
| 10. 大黒天 印人參 規那鐵 葡萄酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 14. ミツワ 甘味赤 葡萄酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | | 0.5 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | { 殆呈色 せず |
| | 1.0 | 極 微 藍紫 | 極 微 藍紫 | 極 微 藍紫 | 極 微 藍紫 | | 1.0 | " | " | " | " |
| 11. 大黒天 印規那 サフ 葡萄酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 15. ミツワ 甘味白 葡萄酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | | 0.5 | " | " | " | " |
| | 1.0 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | | 1.0 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | { 殆呈色 せず | " |
| 12. クキン 規那鐵 葡萄酒 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | | | | | | |
| | 0.2 | " | " | { 殆呈色 せず | 微 藍 | | | | | | |
| | 0.3 | " | " | 極 微 藍 | " | | | | | | |
| | 0.5 | { 殆呈色 せず | { 殆呈色 せず | " | 淡 藍 | | | | | | |
| | 1.0 | 微 藍 | 微 藍 | 微 藍 | " | | | | | | |

3. ウヰスキー類

檢體 10 ccm の餾液

1. フンツエキストラスコッチウヰスキー
2. ロッククリスタルスコッチウヰスキー
3. デプロマ印 ウヰスキー

5. クラウンオールドスコッチウヰスキー
6. ジョンプランススコッチウヰスキー
7. オールドウヰスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|------|------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | " | " | " | " |

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | " | " |

4. ハーヴェイストスコッチウヰスキー

8. マンローウヰスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | " | " | " |

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | " |

- 9. マンローウ_キスキー(赤口)
- 10. スペーローヤルスコッチウ_キスキー
- 11. 月十字印スペシャルスコッチウ_キスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|-------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず |

- 12. ライオン印トムリンスコッチウ_キスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|------|-------|-------|-------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 極微藍 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず |

- 13. パート50番スコッチウ_キスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 極微藍 | 極微藍 | 極微藍 |

- 14. マーキュリーウ_キスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|------|------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 極微藍 | 極微藍 | 極微藍 | 微 藍 |

- 15. ライオン印オールドウ_キスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|-------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず |
| 1.0 | 極微藍 | 極微藍 | 極微藍 | 極微藍 |

- 16. トムソンスコッチウ_キスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|-------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 極微藍紫 |
| 0.2 | " | " | 極微藍紫 | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | 殆呈色せず | 極微藍紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 |
| 1.0 | " | 微 藍 紫 | " 稍強 | " 稍強 |

- 17. ナポレオン スコッチウ_キスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|-------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず |
| 0.3 | " | " | 極微藍紫 | 極微藍紫 |
| 0.5 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 |
| 1.0 | " | " | " | " |

- 18. ヘルメスコッチウ_キスキー

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|-------|
| 0.1 | 呈色せず | 殆呈色せず | 極微藍紫 | 極微藍紫 |
| 0.2 | 殆呈色せず | 極微藍紫 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | 極微藍紫 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 |
| 1.0 | " 稍強 | " | " | " |

4. 清酒類 検體 20 ccm. の 餾液

- 1. 白鶴 2. 飛鳥山 3. 兩關 4. 花娘
- 5. 君萬歳 6. 稻卷 7. 日本橋
- 8. 虎之巻

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|------|------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | " | " | " | " |

9. 浅間錦

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | " | " | " |

10. 東薫正宗 11. 嵐山 12. 江戸關
13. 貞澄正宗 14. 喜代川 15. 常盤

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | " | " |

16. 日本盛 17. 富久娘

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | " |

18. 富士の雪

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|-------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず |

19. いろ娘

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|------|-------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 極微藍紫 | 殆呈色せず | " |

20. 越の松

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|------|------|-------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 極微藍 | 極微藍 | 殆呈色せず | " |

21. 大和錦

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|-------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | " | " |
| 1.0 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 殆呈色せず | " |

5. 焼酎類 檢體 10 ccm. の餽液

1. 忠盛

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|------|------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | " | " | " | " |

2. 萬歳 3. 無臭

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | " | " |

4. 麗玉

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|------|------|------|-------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| 0.2 | " | " | " | " |
| 0.3 | " | " | " | " |
| 0.5 | " | " | " | " |
| 1.0 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 殆呈色せず |

5. 花形

| 供試量 ccm. | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-------------|-------|-------|------|------|
| 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 微藍紫 | 淡藍紫 |
| 0.2 | " | 殆呈色せず | 淡藍紫 | " 稍強 |
| 0.3 | 殆呈色せず | 極微藍紫 | " 稍強 | " " |
| 0.4 | 極微藍紫 | " | " " | " " |
| 1.0 | 微藍紫 | 微藍紫 | " " | " " |

前記改良法によりて果實蒸餾酒 3 種葡萄酒 15 種ウヰスキー 18 種ブランデー 5 種清酒 21 種及燒酎 5 種に就きて施行せる成績を通覽するに餾液の供試量 0.1ccm に於て 1 時間後に類似反應を呈せるものは葡萄酒, ウヰスキー並に燒酎に於て各 1 種を認むるのみにして 0.2 ccm の場合に於ては葡萄酒最も多く其他ウヰスキー等に在りては果實類を原料とせるものと認むべき蒸餾酒中に多し而してウヰスキー 18 種中第 4 號, 7 號, 11 號, 12 號及 15 號の 5 種檢體は滋賀縣よりの送附品にして中井氏の報告によれば 4 號は 0.2% 11 號は少量 15 號は 2% のメチールアルコール含有と認定せられたるものなるも小官等の試験に於ては全部陰性を示せり

今前記檢體中より全く類似反應を呈せざるもの數種を選び之に 0.05% 及び 0.1% の割合にメチールアルコールを混入せしめたるものに就き試験せる成績次の如し

試験成績第 26 表

| 檢體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 檢體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-----------------|------------|------|------|------|---------|-------------------|------------|---------|---------|------|---------|
| 0.05% 木精含有清酒白鶴 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず | 0.05% 木精含有燒酎萬歳 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず |
| | 0.2 | 極微藍 | 極微藍 | 微藍紫 | 微藍紫 | | 0.2 | { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | 微紫藍 | 微藍紫 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | 微藍紫 | 極微藍紫 | " 稍強 | " | | 0.5 | 極微藍 | 極微藍 | " 稍強 | " |
| 0.1% 木精含有同上 | 0.1 | 極微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 微紫紅 | 0.1% 木精含有同上 | 0.1 | { 殆呈色せず | 極微藍紫 | 微藍紫 | 微紫紅 |
| | 0.2 | 微藍紫 | 淡藍紫 | " 稍強 | 淡紫紅 | | 0.2 | 極微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 淡紫紅 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | " | " 稍強 | " | " | | 0.5 | 微藍紫 | " 稍強 | " | " |
| 0.05% 木精含有清酒富久類 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず | 0.05% 木精含有大黒ブランデー | 0.1 | { 殆呈色せず | 極微藍 | 極微藍 | 極微藍 |
| | 0.2 | 極微藍 | 極微藍 | 微藍紫 | 微藍紫 | | 0.2 | 極微藍 | 極微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | " 稍強 | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| 0.1% 木精含有同上 | 0.1 | 極微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 微紫紅 | 0.1% 木精含有同上 | 0.1 | 極微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 微紫紅 |
| | 0.2 | 微藍紫 | 淡藍紫 | " | 淡紫紅 | | 0.2 | 微藍紫 | " 稍強 | 淡藍紫 | 淡紫紅 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | 淡藍紫 | " 稍強 | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | " | " | " |

| 檢體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 檢體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|------------------------------|------------|------|------|------|------|------------------------------------|------------|--------------|--------------|------|------|
| 0.05% 木精含有 ミツフ白 葡萄酒 | 0.1 | 微藍紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 0.05% 木精含有 牛久葡萄 酒 | 0.1 | 微紫藍 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡紫 | 淡紫 |
| | 0.3 | 淡藍紫 | " | " | " | | 0.3 | " | " | 淡紫 | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| 0.1% 木精含有 同上 | 0.1 | 淡藍紫 | 淡紫 | 淡紫 | 紫 | 0.1% 木精含有 同上 | 0.1 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡紫 | 紅紫 |
| | 0.2 | " 稍強 | " 稍強 | " 稍強 | " | | 0.2 | " | " | 紫 | 紅 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| 0.05% 木精含有 ミツフ赤 葡萄酒 | 0.1 | 淡藍紫 | 淡紫 | 淡紫 | 紫 | 0.05% 木精含有 デプロマ ウホスキ ー | 0.1 | { 殆呈色 しせず | { 殆呈色 しせず | 微藍 | 微藍 |
| | 0.2 | " 稍強 | " 稍強 | " 稍強 | " | | 0.2 | 極微藍 | 極微藍 | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | 微藍 | 微藍 | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| 0.1% 木精含有 同上 | 0.1 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡紫 | 淡紫 | 0.1% 木精含有 同上 | 0.1 | 極微藍 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 淡紫 |
| | 0.2 | " | " | 紫 | 紅紫 | | 0.2 | 微藍 | 淡藍紫 | " 稍強 | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | 淡藍紫 | " | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | " | " | " |

前記成績に徴すれば全くメチールアルコール類似反應を呈せざる各種の酒精飲料にメチールアルコールを0.05% 及 0.1% の割合に混入せしめたる場合明かに之を證明し得べし故に上記葡萄酒、ウホスキ、燒酎等中類似反應を呈するものは天然に生成せる微量のメチールアルコールに基因するか或は其他の原因に由來するか之を考究するの必要を認めたるを以て更に別に章を設けて之を追究せり

第五章 果實類より醸造せる酒精性飲料中メチールアルコールの成因に就て

諸種の果實の醱酵汁液中にメチールアルコールの存在することは既に古くより知られたる所にして1900年ウォルフ氏⁽¹⁷⁾はメチールアルコールは或特別の場合には醱酵以前に當り既に當該果實液中に存在することを發見すると共に又多くの果實にありては醱酵の際始めて之を生成するものなることを認めたり即ちアカスグリ Johannisbeeren の新鮮なる汁液中には微量のメチールアルコールを含有し其醱酵液には著しく之を増加することを驗知せり、同氏は次ぎの諸種果酒中のメチールアルコールの含量を試験したるに之等果實の醱酵汁液より得たる90% アルコール中發見せるメチールアルコール含量(容量%)は次の如し

アカスグリ 2%, 梨 1%, 李(卵形) 1%, 黄李 1%, 櫻實 0.5—1%, 林檎 0.2—0.3%.

葡萄(莖部と共に醱酵せしめたるもの) 0.15—0.6%

1913年パウエル及エングラール氏⁽⁵⁾等はウォルフ氏等の試験を追試しアカスグリ酒に就き精細なる試験を行ひて之を確證し其含量は極めて微量にして實際飲食物の化學的試験上特に顧慮を要せざるものにして其含量は年度、成熟及醱酵の状況等に由りて異なるものなることを附言せり

1917年瑞西國立衛生試験所に於てフェレンベルグ氏⁽⁶⁾は果實蒸餾酒殊に果汁を分離せる殘滓を更に醱酵蒸餾せるもの即ち絞滓火酒中には著量のメチールアルコール反應を生起する物質の存在することを認め之に關し精細なる論文を發表せり同氏はこのメチールアルコール反應の檢出に際しては氏の最も確實鋭敏なりと信じたるデニゼー氏フクシン亞硫酸試験法を採用せり而して同氏の採用せるフクシン亞硫酸溶液は次の如し即ち1%のフクシン溶液 1L にポーメ 38° の重亞硫酸ソーダ溶液 20 ccm を加へ 5—10 分の後比重 1.18 の鹽酸 20 ccm を加へて調製せり

フェレンベルグ氏が果實蒸餾酒に就き試験せる成績次の如し

| 番號 | 檢 體 | アルコ ル容量% | 火酒の酒精中に檢出せる含量 | | | | | | アルデ ヒード | フルフ ロール |
|----|-------------|-------------|---------------|-----------|-------------|--------------|-----------|-------------|--------------|------------|
| | | | 總 酸 | エステ ル數 | 高級酒精 容量% | 木 精 容量% | 青 酸 | | | |
| | | | | | | | 遊 離 | 結 合 | | |
| 1 | 林 檎 酒 留 液 | 38.1 | 0.65 | 0.60 | 3.7 | { 1%よ り少し | 0 | 0 | 痕 跡 | 0 |
| 2 | 同 上 | 31.2 | 0.36 | 0.67 | 4.2 | " | 0 | { 極めて 痕跡 | { 極めて 痕跡 | 0 |
| 3 | 林 檎 汁 製 火 酒 | 62.5 | 0.49 | 6.16 | 3.9 | " | — | — | 0 | 0 |
| 4 | 同 上 | 53.4 | 0.60 | 4.02 | 4.6 | " | — | — | 0 | 0 |
| 5 | 葡萄汁製火酒 | 55.5 | 0.83 | 2.63 | 2.7 | " | — | — | 0 | 痕 跡 |
| 6 | 同 上(青) | 62.1 | 0.90 | 1.80 | 3.1 | " | — | — | 痕 跡 | 稍強反應 |
| 7 | 林檎絞滓製火酒 | 51.3 | 2.00 | 6.90 | 3.4 | 42 | 極めて痕 跡 | 38 | 強 反應 | 強 反應 |
| 8 | 同 上 | 54.8 | 2.21 | 6.58 | 4.6 | 20 | 0 | 0 | " | 0 |
| 9 | 梨絞滓製火酒 | 53.4 | 1.93 | 7.11 | 4.2 | 23 | 0 | { 極めて 痕跡 | { 極めて 強反應 | 微弱反應 |
| 10 | 同 上 | 48.8 | 1.47 | 9.14 | 3.9 | 13 | 0 | 0 | " | 0 |
| 11 | 葡萄絞滓製火酒 | 51.9 | 0.25 | 1.52 | 7.6 | 13 | — | — | " | 弱 反應 |
| 12 | 同 上 | 46.6 | 0.28 | 1.87 | 5.0 | 12 | — | — | " | " |
| 13 | コ ン ニ ャ ク | 44.7 | — | — | — | { 1%よ り少し | — | — | — | — |
| 14 | ラ ム | 78.8 | — | — | — | " | — | — | — | — |
| 15 | 櫻 實 水 | 50.0 | — | — | — | 6 | — | — | — | — |
| 16 | 龍 膽 火 酒 | 47.0 | — | — | — | 4 | — | — | — | — |

備考 本試験は瑞西衛生試験法に準據し施行したるものにして其總酸は 1L 中醋酸としての g 量、エステル數はニチール醋酸エステルとしての g 量、高級酒精は容量%を示しコメロウスキ及フェレンベルグ氏の方法に據れり

前表中殊に第 7 號に於ける青酸の含量とメチールアルコール含量との關係は興味あ

ることにしてフェレンベルグ氏はベンツアルデヒドチアンヒドリン等の類似反應に依るに非らずやとの疑惑を生せしを以て前述の火酒に就き40% 酒精含有餾液 100ccmに對し定規硝酸銀溶液 2ccm及30% ナトロン鹼液 1ccmを加へ30分間加熱したる後再餾精製せり然るときはアルデヒド及テルペン類は酸化せられて酸類となりナトリウム鹽を形成して殘液中に保留せられ尙ほグリセリンも再度の蒸餾により除去せられたり之れザルコウスキー氏⁽¹⁸⁾の説く處に依ればグリセリンは過マンガン酸カリウム溶液の酸化の爲にフォルムアルデヒドを化生するを以てなり更に木精を確證せんが爲めには檢體を劃溫蒸餾に附し可及的高級アルコールを除別しヨード化合物とするにあり即ちヨードエチールは氣壓 760 mm に於て 72.2° に沸騰しヨードメチールは同一氣壓にて 43.8° に沸騰しデニゼー氏のフクシン亞硫酸反應を著明に生起す、フェレンベルグ氏は是等の試験により果實絞滓火酒中のメチールアルコール含有を確認せりされどヨードメチールの得量は極めて僅少にして劃溫蒸餾によりヨードエチールを區別すること能はざりき而して同氏は赤葡萄酒中には白葡萄酒よりも多量の木精を發見せり

火酒中メチールアルコールの成因は其絞滓中の或成分の醱酵に歸せざる可らず故にフェレンベルグ氏は人爲的に酸によりて加水分解をなさしめ以て之を證明せり即ち 1kg の林檎果を搗碎し布にて壓搾濾過し濾液と殘渣に分ち 10% 硫酸を加へて2時間加熱したる後之を水蒸氣蒸餾に附し更に之を再餾精製しデニゼー氏の方法によりて試験せるに何れも陽性を示せり但し殘渣部分の加水分解成績物は果汁部分成績物に比し約10倍の強度を示せり、鑛酸にて處理せざる果實にありては其殘渣部分より得たる餾液中之を検出せず再餾精製するに従ひ極めて微量を検出せり同氏は之を天然に存する林檎酸によりて痕跡のメチールアルコールの生成に起因すべしと説けり、是等果實絞滓中よりメチールアルコールの成因に關しチルヒ氏⁽¹⁹⁾は次の如き報告を發表せり即ち同氏は皮膜物質を化學的分類をなし各分類の代表者を 1—2g 取り 10% 硫酸 50 ccm を加へ30分間還流冷却器を附して加熱し其 25 ccm を蒸餾し之を硝酸銀ナトロン法によりて處理し數回再餾し其餾液に就きデニゼー氏の方法に依りて試験したるに葡萄、林檎、梨、椗、櫻實、梅杏、アカスグリ、グーズベリー、エゾイチゴ及犬イチゴの如きペニチノメンプラニンは最も強度の陽性反應を呈しゴムメンブラニンに屬するトラガカンタゴム

も亦稍著明に反應し縦、山毛櫨、櫛の如きリグノメンブラニンは僅微の反應を現はし其他の皮膜質(メンブラニン)は何れも陰性を示せり而して火酒類中メチールアルコールの由來は勿論夫のペクチノメンブラニン屬のみ關係することは明かにして成熟せる果實の汁液に酒精を加ふるときはペクチンを沈澱し此ペクチンは強き木精反應を呈するに對し其濾液は全く陰性なり斯るを以てペクチンは火酒中メチールアルコールの母體なることを認め得べし然らば火酒類中如何なる徑路を経てメチールアルコールを化生するやを考察せんにペクチンは未熟の果實中にはペクターゼなる不溶性物質(チルビ氏は之をプロトペクチンと稱せり)として存在し以て膜質部の主成分をなし果實の成熟に従ひ加水分解作用により其大部分コロイド狀に可溶性のペクチンに變ず即ちペクチンはペクチン酸のメチールエステルにして果實の過熟(例へば梨の生麵狀となれるが如き)或は腐敗に際してペクターゼなる酵素の作用によりてペクチン酸とメチールアルコールとに分解す、此分解作用は果汁を放置する時従つて又醱酵に際し屢生起す故に滅菌操作等によりてペクターゼを撲滅するときは長時日の放置によりメチールアルコールを化生せず

以上の關係によりて普通の葡萄酒中に化生する木精含量は僅微にしてアルコール總量の1%を超過することなく最も過熟せる果實より製せるものに在りても1%以下に止まるも絞滓葡萄酒に於ては然らず即ち葡萄酒製造の際得たる絞滓中には未だ變化せざるプロトペクチン全部を含有し其量は成熟の程度によりて異なり未熟果實は成熟果實よりも多量なり故に此絞滓の醱酵により其プロトペクチンよりペクチンを生じ續ひてペクチン酸とメチールアルコールに分解するを以て絞滓酒又は絞滓火酒中に比較的著量のメチールアルコールを存在するは之を當然とすべく絞滓中には糖分の含量少なきが爲め絞滓酒の酒精分に比しメチールアルコール含量著しく増大し殊に林檎、梨等の果實は葡萄に比し一層糖分僅少なるを以て生成する酒精に比し木精量を増大し甚しきに至りては前表第7號に於けるが如き現象を呈す要するに果實酒中のメチールアルコールは皮膜質中のペクチン質に由來するものにして果實の未熟と過熟等によりて左右せられ又原料中より皮膜質除去と否等に關するも果實其物の醱酵により天然に發生するメチールアルコールは酒精總量の1%に充たざるものなり小官等も亦次の實驗により之等の關係を明確ならしめ得たり

(1) 葡萄果を皮部、果汁、残渣或は果實其儘等各種に分類し等量の純酒精を加へ約10日間放置せる後壓搾濾過し其濾液に就き改良法により木精の試験をなす

試験成績第27表

| 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|----------|------------|---------|---------|---------|---------|----------|------------|---------|---------|---------|---------|
| 甲州産小粒葡萄果 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず | 極微藍紫 | 甲州産大粒葡萄果 | 0.5 | " | " | " | " |
| | 0.2 | " | " | { 殆呈色せず | 極微藍紫 | | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 微藍紫 |
| | 0.3 | { 殆呈色せず | 極微藍紫 | " 稍強 | " 稍強 | | 0.2 | " | " | { 殆呈色せず | " |
| | 0.5 | 微藍紫 | 微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | | 0.3 | " | " | 極微藍紫 | " |
| | 1.0 | " 稍強 | " | " 稍強 | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| 同果上部 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 極微藍紫 | 同果上部 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず | 微藍紫 |
| | 0.2 | " | " | { 殆呈色せず | 極微藍紫 | | 0.2 | " | " | 極微藍紫 | " |
| | 0.3 | { 殆呈色せず | 極微藍紫 | 微藍紫 | 淡藍紫 | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | 微藍紫 | 微藍紫 | " | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| | 1.0 | " | " | " | " | | | | | | |
| 同皮上部 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 同皮上部 | 0.1 | 呈色せず | { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | { 殆呈色せず |
| | 0.2 | " | " | { 殆呈色せず | " 極微藍紫 | | 0.2 | { 殆呈色せず | 極微藍紫 | 極微藍紫 | 極微藍紫 |
| | 0.3 | " | " | " 極微藍紫 | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | " | { 殆呈色せず | 極微藍紫 | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| 同果上汁 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 同果上汁 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 極微藍紫 | 極微藍紫 |
| | 0.2 | " | " | { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | | 0.2 | " | { 殆呈色せず | 微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.3 | " | { 殆呈色せず | 極微藍 | " 微藍 | | 0.3 | " | " | " | " 稍強 |
| | 0.5 | { 殆呈色せず | 極微藍 | " | 微藍 | | 0.5 | " | " | " | " |
| 同殘上渣 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 極微藍紫 | 同殘上渣 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 極微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.2 | 極微藍 | 微藍紫 | 淡藍紫 | 極微藍紫 | | 0.2 | " | { 殆呈色せず | 微藍紫 | 淡藍紫 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | | | | | | | 0.4 | " | " | " | " |

(2) 林檎果を搗碎し果汁と残渣とに別ち前項(1)に於けると同様に調製せるものに就き試験す

試験成績第28表

| 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|------|------------|------|------|------|------|------|------------|------|---------|---------|---------|
| 林檎果汁 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | | 同殘上渣 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず | { 殆呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | | | 0.2 | " | { 殆呈色せず | 極微紫 | 微紫 |
| | 0.3 | " | " | " | | | 0.3 | " | " | " | " 稍強 |
| | 0.5 | " | " | " | | | 0.5 | " | 極微藍 | 微藍紫 | 淡紫 |

(3) イチゴジャム及カラントゼリー 100g を各純酒精、46% 及 18% 酒精にて約10日間放置浸出せる後其透明濾液に就き試験せり

試 験 成 績 第 29 表

| 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|--|------------|---------------|---------------|---------------|---------------|--|------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| TK印イ チゴジャ ム純酒精 浸出液 | 0.1 | 微 藍 | 微 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 同 上 0.1%の 割合にメ チールア ルコホル 添加 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 微 紫 藍 | 淡 紫 藍 |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | " | 淡 紫 藍 | " 稍強 |
| | 0.3 | 淡 藍 | 淡 藍 | " | " | | 0.3 | " | { 殆呈色 せず } | " 稍強 | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| 同 上 46% 酒精浸液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 同 上 46%酒精 浸液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | { 殆呈色 せず } | " | " | " | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | 極 微 藍 | { 殆呈色 せず } | { 殆呈色 せず } | { 殆呈色 せず } | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | 微 藍 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | 極 微 藍 | | 0.5 | " | " | " | " |
| 同 上 18% 酒精浸液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | カラント ゼリー純 酒精浸液 | 0.1 | 呈色せず | { 殆呈色 せず } | 淡 藍 | 淡 藍 |
| | 0.2 | " | 極 微 藍 紫 | 極 微 藍 紫 | 極 微 藍 紫 | | 0.2 | { 殆呈色 せず } | 極 微 藍 紫 | " 稍強 | " 稍強 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | " | " |
| | 0.5 | 極 微 藍 | " 稍強 | " 稍強 | " 稍強 | | 0.5 | " 稍強 | 淡 藍 紫 | " | " |
| △印イ チゴジャ ム純酒精 浸液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 同 上 46%酒精 浸液 | 0.1 | 呈色せず | { 殆呈色 せず } | { 殆呈色 せず } | { 殆呈色 せず } |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | 極 微 藍 紫 | 微 藍 | 極 微 藍 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | { 殆呈色 せず } | " | " | 微 藍 |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | 極 微 紫 | 微 藍 紫 | " 稍強 | " 稍強 |
| 同上浸出 液に0.05 %の割合 にメチー ルアルコ ホル添加 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 同 上 18%酒精 浸液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色 せず } |
| | 0.2 | " | " | 極 微 藍 | 微 藍 | | 0.2 | " | " | { 殆呈色 せず } | 極 微 藍 紫 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | { 殆呈色 せず } | { 殆呈色 せず } | 極 微 藍 紫 | 微 藍 紫 |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | 極 微 藍 紫 | " | " |

(4) 林檎及葡萄を果實、果汁残渣等に別ちて加水分解せるものを以てせる試験

加水分解法 各調製検體 100 ccm 又は 100 g を取り 10% 硫酸 100 ccm を加へ還流冷却器を附して2時間煮沸したる後其 10 ccm を蒸餾せり

試 験 成 績 第 30 表

| 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|------------|------------|---------------|-------|---------------|---------------|---|------------|---------------|---------|---------|-------|
| 葡 萄 果 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 林 檎 果 汁 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | " | " | { 殆呈色 せず } | 極 微 紫 | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | " | 極 微 藍 | 微 藍 紫 | 微 紫 | | 0.5 | " | " | " | " |
| 同 上 果 汁 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 同 上 殘 渣 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 極 微 藍 紫 | 微 藍 紫 |
| | 0.2 | " | " | " | " | | 0.2 | " | 極 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 淡 赤 紫 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | { 殆呈色 せず } | 微 藍 紫 | 淡 紫 赤 | 紫 |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | 淡 藍 紫 | 紫 | 濃 赤 紫 |
| 同 上 殘 渣 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色 せず } | (5) 林檎及葡萄を果實、果汁、残渣 等に別ちて醱酵せしめたるものを以て せる試験 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | " | " | 微 藍 紫 | 微 赤 紫 | | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | { 殆呈色 せず } | 極 微 藍 | 微 紫 | 淡 赤 紫 | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | 極 微 藍 | 微 藍 紫 | 淡 赤 紫 | 赤 紫 | | 0.5 | " | " | " | " |

醱酵方法 各調製檢體を清淨なる硝子管に入れ放置するときは盛んに醱酵作用を營み約1週間にして醱酵止むに到り之を壓搾濾過し約1ヶ月間放置の後試験せり

試験成績第31表

| 檢體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 檢體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-----|------------|----------------|------|------|----------------|--|------------|------|------|------|----------------|
| 林檎汁 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 同果汁 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | ” | ” | ” | ” | | 0.2 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | | 0.3 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | 0.5 | ” | ” | ” | ” |
| 同殘渣 | 0.1 | 呈色せず {殆呈色せず | 極微紫 | 極微紫 | 極微紫 | 同殘渣 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず {殆呈色せず |
| | 0.2 | ” | 微紫 | 微紫 | 淡赤紫 | | 0.2 | ” | ” | ” | ” {殆呈色せず |
| | 0.3 | 極微紫 | 紫 | 紫 | 赤紫 | | 0.3 | ” | ” | ” | ” {殆呈色せず |
| | 0.5 | ”稍強 | ” | ” | 濃赤紫 | | 0.5 | ” | ” | ” | ” 極微藍紫 |
| 葡萄果 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず {殆呈色せず | 前記の試験に於ては各檢體共に炭酸カルチウムを以て中和したる後之を蒸餾せり而して酸化後硫酸1ccm(前記成績)の代りに2ccm加へたるものに在りては林檎殘渣製品以外は何れも呈色せざりしを以て之れが成績を省略し次に陽性反應を呈せるもののみを掲ぐべし | | | | | |
| | 0.2 | ” | ” | ” | ” {殆呈色せず | | | | | | |
| | 0.3 | ” | ” | ” | 極微藍紫 | | | | | | |
| | 0.5 | ” | ” | ” | ” | | | | | | |

前記の試験に於ては各檢體共に炭酸カルチウムを以て中和したる後之を蒸餾せり而して酸化後硫酸1ccm(前記成績)の代りに2ccm加へたるものに在りては林檎殘渣製品以外は何れも呈色せざりしを以て之れが成績を省略し次に陽性反應を呈せるもののみを掲ぐべし

試験成績第32表

| 檢體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|------|------------|--------|--------|------|------|
| 林檎殘渣 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | ” | {殆呈色せず | 微藍 | 微藍 |
| | 0.3 | {殆呈色せず | 微藍 | 淡藍 | 淡紫 |
| | 0.5 | 極微藍 | ” | ” | ” |

前記成績を通覽するに各果實の各部分に於ける檢體を直接種々の濃度の酒精にて浸出せるものに就き試験せる成績に於ては概して皮部並に絞滓部分にメチールアルコール性成分の存在を認め得べく更

に加水分解を施せるもの及び醱酵せしめたるものに就き施行せる成績に於ては明かに皮部並に殘滓中著明に其存在を認め得たり殊に林檎果に於て著しきはフェレンベルグ氏の所説と相一致するところなり

第六章 高級アルコールに依るメチールアルコール類似反應に就きて

一般に酒精性飲料中の夾雜成分たるフーゼル油は主としてアミールアルコール、プロピールアルコール及イソブチールアルコール等より成り是等の成分は酸化操作により當該アルデヒドを生成し著明にデニゼー氏によるフクシン亞硫酸反應を呈す今是等のアルコールに就き改良法に依りて試験せる成績を示せば次の如し

試験成績第33表

| 検体 | 供試量ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検体 | 供試量ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|----------------|--------|-----------|-----------|-----------|-----------|--|--------|-----------|------|------|------|
| メルク製アルコール | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 微藍 | 微藍紫 | メルク製ビールアルコール | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 極微藍 | 微藍紫 |
| | 0.2 | { 殆呈色せず } | { 殆呈色せず } | 微藍 | 微紅紫 | | 0.2 | { 殆呈色せず } | 極微藍 | 微紫 | 微紫 |
| | 0.3 | " | 極微藍 | " | " | | 0.3 | 極微藍 | 微藍 | 淡紫 | 淡紅紫 |
| | 0.5 | 極微藍 | 微藍 | 淡藍紫 | 淡紅紫 | | 0.5 | 微藍 | 微藍紫 | 濃紫 | 濃紅紫 |
| メルク製イソブチルアルコール | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず } | { 殆呈色せず } | 以上は各アルコールを直接試験せるものなるが次にライフ氏蒸餾法に従ひて蒸餾せる餾液に就き試験せるに次の成績を得たり | | | | | |
| | 0.2 | { 殆呈色せず } | 極微紫 | 極微紫 | 微紫 | | | | | | |
| | 0.3 | 極微紫 | 淡紅紫 | 淡紅紫 | 紅紫 | | | | | | |
| | 0.5 | 微紫 | 紅紫 | 紅紫 | 紅紫稍強 | | | | | | |

以上は各アルコールを直接試験せるものなるが次にライフ氏蒸餾法に従ひて蒸餾せる餾液に就き試験せるに次の成績を得たり

試験成績第34表

| 検体 | 供試量ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 検体 | 供試量ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|--------------------|--------|------|-----------|-----------|-----------|--|--------|------|-----------|-----------|------|
| 46%酒精中アルコール0.1%含有 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず } | 極微紫 | 46%酒精中アルコール0.1%含有 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず } | 極微紫 |
| | 0.2 | " | { 殆呈色せず } | 極微紫 | 微紫 | | 0.2 | " | { 殆呈色せず } | 極微紫 | 微紫 |
| | 0.3 | " | " | " | " | | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | | 0.5 | " | " | " | " |
| | 1.0 | " | " | 微紫 | 紫 | | 1.0 | " | " | 微紫 | 紫 |
| 同上イソブチルアルコール0.1%含有 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | { 殆呈色せず } | { 殆呈色せず } | 上記成績に徴するに高級アルコールは何れも46%アルコール0.1%に含有せしめたるものゝライフ氏蒸餾液に於ては極めて僅微に呈色しメチルアルコール含有46%酒精と比較するに0.05%未満に相當する然るに獨乙衛生局試験所に於けるセル氏の實驗に據れば市場に販賣する飲用火酒205種中のフーゼル油の含量は平均0.113容量%に相當し更にフェレンベルク氏 ⁽⁶⁾ に従へば火酒中の高級酒精(フーゼル油)の含量は約0.5%に相當しイタリー産酒精より得たるフーゼル油を試験せるに恰も純酒精に1%のメチルアルコールを混入せるものと同一程度の反應を呈せり故に0.005%のメチルアルコールに相當する類似反應を呈すべき割合にして斯かる微量のメチルアルコールは到底之を鑑識し得ざるべく従つて實際上高級アルコールの現存に依りてメチルアルコールの反應に及ぼす影響は殆んど顧慮するに足らずとせらる況んやセル氏の平均含量の場合の如きに於てはフーゼル油の共存によりて少しもメチルアルコールの反應を妨害せらるゝ事なるべし。 | | | | | |
| | 0.2 | " | { 殆呈色せず } | 極微紫 | 微紫 | | | | | | |
| | 0.3 | " | " | " | " | | | | | | |
| | 0.5 | " | " | " | " | | | | | | |
| | 1.0 | " | " | " | 淡紫 | | | | | | |

上記成績に徴するに高級アルコールは何れも46%アルコール0.1%に含有せしめたるものゝライフ氏蒸餾液に於ては極めて僅微に呈色しメチルアルコール含有46%酒精と比較するに0.05%未満に相當する然るに獨乙衛生局試験所に於けるセル氏の實驗に據れば市場に販賣する飲用火酒205種中のフーゼル油の含量は平均0.113容量%に相當し更にフェレンベルク氏⁽⁶⁾に従へば火酒中の高級酒精(フーゼル油)の含量は約0.5%に相當しイタリー産酒精より得たるフーゼル油を試験せるに恰も純酒精に1%のメチルアルコールを混入せるものと同一程度の反應を呈せり故に0.005%のメチルアルコールに相當する類似反應を呈すべき割合にして斯かる微量のメチルアルコールは到底之を鑑識し得ざるべく従つて實際上高級アルコールの現存に依りてメチルアルコールの反應に及ぼす影響は殆んど顧慮するに足らずとせらる況んやセル氏の平均含量の場合の如きに於てはフーゼル油の共存によりて少しもメチルアルコールの反應を妨害せらるゝ事なるべし。

極めて僅微に呈色しメチルアルコール含有46%酒精と比較するに0.05%未満に相當する然るに獨乙衛生局試験所に於けるセル氏の實驗に據れば市場に販賣する飲用火酒205種中のフーゼル油の含量は平均0.113容量%に相當し更にフェレンベルク氏⁽⁶⁾に従へば火酒中の高級酒精(フーゼル油)の含量は約0.5%に相當しイタリー産酒精より得たるフーゼル油を試験せるに恰も純酒精に1%のメチルアルコールを混入せるものと同一程度の反應を呈せり故に0.005%のメチルアルコールに相當する類似反應を呈すべき割合にして斯かる微量のメチルアルコールは到底之を鑑識し得ざるべく従つて實際上高級アルコールの現存に依りてメチルアルコールの反應に及ぼす影響は殆んど顧慮するに足らずとせらる況んやセル氏の平均含量の場合の如きに於てはフーゼル油の共存によりて少しもメチルアルコールの反應を妨害せらるゝ事なるべし。

第七章 天然に生成せるメチールアルコール含量の限界に就て

メチールアルコール取締規則制定當初にありては往々故意に多量のメチールアルコールを混和販賣するもの尠からざりしと雖も現今に於ては其恐るべき有害性の公知と衛生取締法の勵行とによりてかゝる例は尠し而して會々酒精性飲料中0.05—0.1%のメチールアルコール含量のものありとするも之を以て直ちに故意に混入せるものとは認め難く况んや前記の如く果實を原料とせる酒類に在りては果實中の或種成分の分解によりてメチール基を有する成分を生成することあり又酒精により木材の浸出等即ち其容器中の成分の移行によりて同一成分の生成なきを保し難し此見地より獨逸に於ては既に法律的に次の如く規定せり即ち1922年4月8日發布火酒專賣法第115條に於て木精含有の飲食物殊に酒精性飲料の製造販賣及輸入を禁止せられたり但し此等の飲食物の製造中之を含有するメチール化合物より化生するか或は製造に伴ひ自然に形成するが如き製造工業上避け難き微量のメチールアルコールを含有するものは此限りに在らずとせられたり然れども此除外例に屬するものは一定の火酒例へば絞滓酒より得たる火酒の如きものにしてしかも此場合に於ても衛生局に於て施行せる多數の試験の結果メチールアルコールの含量は一般に0.5—1.0%を超過すべからずとせらる而して此限界量決定の爲めにフクシン亞硫酸試薬に比して不鋭敏にして0.5—1.0%より以上の含量に於てよく呈色すべきグアヤコール反應を推奨せり

小官等は前記多數の實驗によりてメチールアルコール含量0.05%まで確實に檢知し得べき改良法を案出せりと雖も天然化生のメチールアルコール類似物質も亦よく呈色するを以て之等を類別除外せんが爲め次の方法を採用せり即ち前記改良法中酸化後フクシン亞硫酸溶液附加前濃硫酸 1ccm を

試験成績 第35表

2 ccm となすときは既に前掲成績に示すが如く 0.05%メチールアルコール含有純酒精にては呈色せざるを認めたり依て更に純酒精に 0.1, 0.2 及 0.5 %の割合にメチールアルコールを含有せしめ其 10 ccm をライフ氏法により蒸餾試験せるに其成績右の如し

| 檢 體 | 供試量ccm | 濃 硫 酸 2ccm 添 加 | | | |
|--------------|--------|----------------|---------|-------|-------|
| | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
| 0.1% 木精含有純酒精 | 0.1 | 呈色せず | { 殆呈色せず | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 |
| | 0.2 | " | " | " 稍強 | 淡 紫 |
| | 0.3 | 殆呈色せず | 極 微 藍 | 淡 紫 | " 稍強 |
| 0.2% 木精含有純酒精 | 0.1 | 殆呈色せず | 微 藍 紫 | 淡 紫 | 淡 紫 |
| | 0.2 | " | " 稍強 | " 稍強 | 紫 |
| | 0.3 | 極 微 藍 | " 稍強 | " 稍強 | " |
| 0.5% 木精含有純酒精 | 0.1 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 紫 | 紫 |
| | 0.2 | 淡 藍 紫 | " | 紫 紅 | 紫 紅 |
| | 0.3 | " | 淡 紫 | " | " |

前記の方法を以てメチールアルコール類似の反應を稍著明に現出せる甲州園赤葡萄酒、信玄印甲州園赤玉ポートワイン、大黒天印甲斐産葡萄酒、信玄印甲州園葡萄酒、ヘルメスコッチウキスキー及花形印焼酎の5種に就き之を試験したるに各檢體の縮液 0.1 ccm より 1.0 ccm に至る各供試量に於て2時間後に在りても何れも呈色せざりき即ち硫酸 1 ccm 添加によりて陽性を呈せるものも 2 ccm 混和によりて之れが反應を抑止し得たり依て此等各種の檢體に 0.1 及 0.2 % の割合にメチールアルコールを含ませしめたる後之を試験したるに次の成績を得たり

試験成績第36表

| 檢體 | 供試量ccm | 濃硫酸 2ccm 添加 | | | | 檢體 | 供試量ccm | 濃硫酸 2ccm 添加 | | | |
|----------------------|--------|-------------|---------|------|------|-----|--------|--------------|---------|------|------|
| | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
| 0.1% 木精含有信玄印赤玉ポートワイン | 0.1 | { 殆呈色せず | 極微藍 | 淡藍紫 | 淡紫 | 紫 | 0.1 | 淡藍 | 淡藍紫 | 淡紫紅 | 紫紅 |
| | 0.2 | 淡藍 | 淡藍 | " | " | " | 0.2 | 淡藍紫 | " | " 稍強 | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | " | 0.3 | 淡紫 | 淡紫 | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | " | 0.5 | " | " | " | " |
| | 0.1 | 淡藍 | 淡藍紫 | 淡紫 | 紫 | 紫紅 | 0.1 | 淡紫 | 淡紫 | 紫紅 | 紫紅 |
| 0.2% 木精含有同上 | 0.2 | " | " | " | " | " | 0.2 | " | " | " | " |
| | 0.3 | 淡藍紫 | " | " | " | " | 0.3 | " | " | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | " | 0.5 | " | " | " | " |
| | 0.1 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.1 | 呈色せず { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | 淡藍紫 | 淡藍紫 |
| | 0.2 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.2 | { 殆呈色せず | 極微藍 | " | " |
| 0.1% 木精含有大黒天印甲斐産葡萄酒 | 0.3 | " | " | " | " | " | 0.3 | " | 極微藍 | " | " |
| | 0.5 | " | " | " | " | " | 0.5 | 極微藍 | { 殆呈色せず | " | " |
| | 0.1 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.1 | 呈色せず { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | 淡藍紫 | 淡藍紫 |
| | 0.2 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.2 | { 殆呈色せず | 極微藍 | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | " | 0.3 | " | 極微藍 | " | " |
| 0.2% 木精含有同上 | 0.5 | " | " | " | " | " | 0.5 | 極微藍 | 淡藍紫 | 淡藍紫 | 淡藍紫 |
| | 0.1 | { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | 淡藍紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.1 | 呈色せず { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | 淡藍紫 | 淡藍紫 |
| | 0.2 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.2 | { 殆呈色せず | 極微藍 | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | " | 0.3 | 極微藍 | 極微藍 | " | " |
| | 0.5 | 淡藍紫 | 淡紫 | " | " | " | 0.5 | " | " | " | " |
| 0.1% 木精含有信玄印園赤葡萄酒 | 0.1 | { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | 淡藍紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.1 | 呈色せず { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | 淡藍紫 | 淡藍紫 |
| | 0.2 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.2 | { 殆呈色せず | 極微藍 | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | " | 0.3 | 極微藍 | 極微藍 | " | " |
| | 0.5 | 淡藍紫 | 淡紫 | " | " | " | 0.5 | " | " | " | " |
| | 0.1 | 微藍紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫 | 淡紫紅 | 0.1 | { 殆呈色せず | { 殆呈色せず | 淡藍紫 | 淡藍紫 |
| 0.2% 木精含有同上 | 0.2 | 淡紫 | " 稍強 | " | " | 淡紫紅 | 0.2 | 極微藍 | 極微藍 | " | " |
| | 0.3 | " | " | " | " | " | 0.3 | " | 極微藍 | 淡紫 | 淡紫 |
| | 0.5 | " | " | " | " | " | 0.5 | 微藍紫 | " | " | " |

斯の如きを以て前記5種檢體中天然に發生せるものと認むべき木精類似物質はメチールアルコールとして 0.05—0.1 % 未滿なること明かなり而して未だ多數の各種檢體

につきて試験を施行せざるを以て今俄かに決定的斷案を下し難しと雖、純粋火酒以外の檢體に在りては本改良法によりてメチールアルコールに類似の反應を呈する場合硫酸 1 ccm の代りに 2 ccm を用ひて其反應の消失するや否やを檢し以て天然發生のメチールアルコール若くば之と類似の反應を呈する物質と故意に混入せるものとの識別に資し得べきを信するものにして小官等は之を以て天然と故意との限界量になさんと欲するものなり

第八章 過硫酸アムモニウム酸化に依る

メチールアルコール試験法に就て

明治45年中井氏はヒンケル氏の過硫酸アムモニウム酸化法に基きたるメチールアルコール試験法を報告せり次に大正13年同氏は滋賀縣に於て市販の葡萄酒に對してメチールアルコールの検査を施行し次の成績を得たり

試験方法並成績 檢體各 100 ccm を取炭酸マグネシヤ 1g を加へ密栓して能く振盪し次に蒸餾に附し初餾液 10 ccm を取り其の内より更に 5 ccm を可檢液として内容 200 を有する蒸餾嚮に移し之に過硫酸アムモニウム 4g 稀硫酸(1:5) 15 ccm 及水 80 ccm—300ccmを加へアスベスト板上に直火を以て加熱蒸餾し第1號より第5號に至る迄各 5 ccm を取りて鹽酸フェニールヒドラチン 0.03 g, 3% ニトロプルシットナトリウム液 4 滴及 1% ナロン鹵液 1 ccm を加ふるに類藍色を呈し而してアポロ純精醫藥用生葡萄酒は 0.1% のメチールアルコール含有の水に美人印滋養美味ポートワインは 0.05% のメチールアルコール含有水に就き同様處理したると其の反應度畧相一致す故に前者は 1000分の 5 後者は 2000分の 1 のメチールアルコールを含有するものと推定せり

降つて昭和 2 年同氏は更に市販のウヰスキー數種に就き試験せられメチールアルコール含有の疑ある試験殘品を送附せられたり前記ウヰスキー第 4 號, 7 號, 11 號, 12 號及 15 號は即ち滋賀縣よりの送附品にして其の他尙ほ數種送附せられたるも何れも其内容物は漏失せり同氏の試験法並に成績を摘録すれば次の如し

試験方法並成績 ウヰスキー各 50 ccm を取り蒸餾し初餾液 5 ccm を取り之に純過硫酸アムモニウム 4g 及稀硫酸(1:5) 15 ccm を加へ更に水 80 ccm を加へアスベスト板

上に加熱蒸餾し第1より第5に至る各 10 ccm を餾出し其の第3液に就きヴィタリー氏反應リミニー氏反應及ヘーネル氏反應を試みたるに孰れもフォルムアルデヒドの存在を徴せり故に下記各ウキスキー中にはメチールアルコール存在すべく其の反應を含量既知の試製品と比較するに畧次の含量に一致す

- | | |
|----------------------------|--------|
| 1. 月十字印スペシャルスコッチウキスキー | 少 量 |
| 2. レッドスターチョイスオールドスコッチウキスキー | 約 3% |
| 3. 猫世界印オールドスコッチウキスキー | 約 0.5% |
| 4. ライオン印オールドウキスキー | 約 2% |
| 5. ハーヴェストスコッチウキスキー | 0.2% |

上記成績を見るにリミニー氏反應, ヴィタリー氏反應及ヘーネル氏反應を使用し比色法に依りて確定せられたるものにして之等の反應は純酒精を酸化せる場合即ちアセトアルデヒドの存在に於て類似反應を惹起するものなることは既に前段に説く所にして殊に過硫酸アムモニウム法は強烈なる酸化方法なるを以てメチールアルコール以外他の酸化成績物の影響等を顧慮せざるべからず今同氏の方法に依りて葡萄酒, 清酒, 焼酎, ウキスキー等に就きて試みたるに其成績次の如し

試 験 成 績 第 37 表

| 檢 體 | 餾液 | リミニー氏反應 | ヴィタリー氏反應 | ベプトン鐵反應 | 檢 體 | 餾液 | リミニー氏反應 | ヴィタリー氏反應 | ベプトン鐵反應 |
|------------------------|----|---------|----------|---------|-----------------------------------|----|---------|----------|---------|
| 本 印 葡 萄 酒 | 1 | 白濁赤 | 白濁 | 暗褐 | 大 黒 天 印 規 那 サ フ ラ ン 鐵 葡 萄 酒 | 1 | 白濁赤 | 白濁 | 暗褐紫 |
| | 2 | " | {白濁微橙} | " | | 2 | 白濁赤 | {白濁微橙} | " |
| | 3 | 綠黄 | 淡赤 | 帶紫暗褐 | | 3 | 汚黄 | 淡赤 | " |
| | 4 | 淡汚綠 | 藍赤 | 汚淡褐紫 | | 4 | 淡汚綠 | 赤 | 汚紫 |
| | 5 | 汚綠 | 藍赤 | 汚紫 | | 5 | 綠藍 | " | 淡紫 |
| 牛 久 葡 萄 酒 | 1 | 白濁赤 | 白濁 | 暗褐 | 清 酒 飛 鳥 山 | 1 | 白濁赤 | 白濁 | 暗褐 |
| | 2 | " | {白濁微橙} | " | | 2 | 白濁赤 | 微赤 | " |
| | 3 | 綠黄 | 淡赤 | " | | 3 | 赤 | 赤 | " |
| | 4 | 淡綠 | 藍赤 | 汚淡褐紫 | | 4 | 黄綠 | " | 汚紫 |
| | 5 | 綠藍 | 藍赤 | 汚紫 | | 5 | 綠藍 | " | 淡紫 |
| 大 黒 天 印 甲 斐 産 葡 萄 酒 | 1 | 白濁赤 | 白濁 | 暗褐紫 | 同 花 娘 | 1 | 白濁赤 | 汚黄 | 暗褐紫 |
| | 2 | " | {白濁微橙} | " | | 2 | " | 黄赤 | " |
| | 3 | 汚黄 | 赤 | " | | 3 | 赤 | 赤 | " |
| | 4 | 汚綠 | 藍 | 紫 | | 4 | 黄綠 | 淡赤 | 汚紫 |
| | 5 | 綠藍 | " | " | | 5 | 綠藍 | " | 紫 |

| 検 體 | 留液 | リミニー | | | | ペプトン | | | | 検 體 | 留液 | リミニー | | | | ペプトン | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|----|------|----|----|----|---------------|-----------------|----------|----|-----|----|------|---|---|---|------|----------|----|----|---|---|---|---|---|---|---------------|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 氏 | 反 | 應 | 反 | 氏 | 反 | 應 | 反 | | | 氏 | 反 | 應 | 氏 | 反 | 應 | 氏 | 反 | 應 | | | | | | | | | | | | | | |
| 清酒大和錦 | 1 | 白濁 | 赤 | 白濁 | 黄暗 | 褐 | 紫 | ウキスキーマンロ | 1 | 白濁 | 赤 | 卵 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | ウキスキーマンロ | 1 | 白濁 | 赤 | 卵 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | | | | | | | | | |
| | 2 | ” | ” | 微 | 赤 | ” | ” | | 2 | 赤 | 赤 | ” | ” | ” | ” | ” | | 2 | 赤 | 赤 | ” | ” | ” | ” | | | | | | | | | | |
| | 3 | 赤 | ” | 赤 | ” | ” | ” | | 3 | 汚 | 緑 | 黄 | ” | ” | 汚 | 紫 | | 3 | 汚 | 緑 | 黄 | ” | ” | 汚 | 紫 | | | | | | | | | |
| | 4 | 黄 | 緑 | ” | 汚 | 紫 | 同 ジョンブラン スコッチ | | 4 | 汚 | 緑 | 藍 | 淡 | 赤 | 紫 | 紅 | | 4 | 汚 | 緑 | 藍 | 淡 | 赤 | 紫 | 紅 | 同 ジョンブラン スコッチ | 4 | 淡 | 緑 | 藍 | 淡 | 赤 | 紫 | 紅 |
| | 5 | ” | ” | ” | 淡 | 紫 | | | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | | ” | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | | ” | | | | | | | |
| 1 | 白濁 | 赤 | 白濁 | 黄暗 | 褐 | 紫 | | 1 | 白濁 | 赤 | 卵 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | 1 | 白濁 | 赤 | 卵 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | | | | | | | | | | | |
| 2 | ” | ” | 淡 | 赤 | ” | ” | | 2 | 赤 | 赤 | ” | ” | ” | ” | ” | 2 | 赤 | 赤 | ” | ” | ” | ” | ” | | | | | | | | | | | |
| 3 | 緑 | 黄 | 淡 | 赤 | ” | ” | | 3 | 汚 | 緑 | 黄 | ” | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 3 | 汚 | 緑 | 黄 | ” | ” | 汚 | 紫 | | | | | | | | | | |
| 同 兩 關 | 4 | 淡 | 緑 | 藍 | 赤 | 汚 | 紫 | 4 | 淡 | 緑 | 藍 | 淡 | 赤 | 紫 | 紅 | 4 | 淡 | 緑 | 藍 | 淡 | 赤 | 紫 | 紅 | | | | | | | | | | | |
| | 5 | 緑 | 藍 | ” | 汚 | 紫 | 同 ライオントム ソン | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | | | | | | | | | | | |
| | 1 | 白濁 | 赤 | 卵 | 黄暗 | 褐 | | 紫 | 1 | 白濁 | 赤 | 淡 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | 1 | 白濁 | 赤 | 淡 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | | | | | | | | | | |
| | 2 | 汚 | 赤 | 淡 | 赤 | ” | | ” | 2 | 赤 | 淡 | 橙 | 赤 | ” | ” | ” | 2 | 赤 | 淡 | 橙 | 赤 | ” | ” | ” | | | | | | | | | | |
| | 3 | 汚 | 緑 | 黄 | 赤 | 紫 | | 褐 | 3 | ” | ” | 赤 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 3 | ” | ” | 赤 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | | | | | | | | | | |
| 4 | 汚 | 緑 | 藍 | ” | 紫 | 同 ハーヴェスト スコッチ | | 4 | 汚 | 黄 | 淡 | 赤 | 紫 | 紅 | 4 | 汚 | 黄 | 淡 | 赤 | 紫 | 紅 | 4 | 汚 | 黄 | 淡 | 赤 | 紫 | 紅 | | | | | | |
| 5 | 淡 | 緑 | 藍 | ” | ” | | 紫 | 5 | 緑 | 藍 | ” | ” | ” | ” | ” | 5 | 緑 | 藍 | ” | ” | ” | ” | ” | | | | | | | | | | | |
| 1 | 白濁 | 赤 | 卵 | 黄暗 | 褐 | | 紫 | 1 | 白濁 | 赤 | 微 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | 1 | 白濁 | 赤 | 微 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | | | | | | | | | | | |
| 2 | 汚 | 赤 | 赤 | ” | ” | | ” | 2 | 赤 | 赤 | ” | ” | ” | ” | ” | 2 | 赤 | 赤 | ” | ” | ” | ” | ” | | | | | | | | | | | |
| 3 | 淡 | 緑 | 藍 | ” | 紫 | | 同 月十字スベシ ャルスコッチ | 3 | 淡 | 緑 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 3 | 淡 | 緑 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 3 | 淡 | 緑 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | | | | | | |
| 4 | ” | ” | 淡 | 赤 | ” | ” | | 4 | ” | ” | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 4 | ” | ” | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 4 | ” | ” | ” | | | | | | | | | |
| 5 | ” | ” | ” | ” | ” | 紫 | | 5 | ” | ” | ” | ” | 紫 | 紅 | 5 | ” | ” | ” | ” | 紫 | 紅 | 5 | ” | ” | ” | | | | | | | | | |
| 1 | 白濁 | 赤 | 卵 | 黄暗 | 褐 | 紫 | | 1 | 白濁 | 赤 | 淡 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | 1 | 白濁 | 赤 | 淡 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | | | | | | | | | | | |
| 2 | 汚 | 赤 | 赤 | ” | ” | ” | | 2 | 赤 | 淡 | 黄 | 赤 | ” | ” | ” | 2 | 赤 | 淡 | 黄 | 赤 | ” | ” | ” | ” | | | | | | | | | | |
| 同 忠 盛 | 3 | 淡 | 緑 | 藍 | ” | 紫 | 3 | 汚 | 黄 | 赤 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 3 | 汚 | 黄 | 赤 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | | | | | | | | | | | | |
| | 4 | ” | ” | 淡 | 赤 | ” | 4 | 淡 | 黄 | ” | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 4 | 淡 | 黄 | ” | ” | 汚 | 紫 | 紅 | | | | | | | | | | | | |
| | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | 5 | ” | ” | ” | ” | 紫 | 紅 | 5 | ” | ” | ” | ” | 紫 | 紅 | 5 | ” | ” | | | | | | | | | | | |
| | 1 | 白濁 | 赤 | 卵 | 黄暗 | 褐 | 紫 | 1 | 白濁 | 赤 | 橙 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | 1 | 白濁 | 赤 | 橙 | 黄 | 暗 | 褐 | 紫 | | | | | | | | | | | |
| | 2 | 汚 | 赤 | 淡 | 赤 | ” | ” | 2 | 赤 | 淡 | 黄 | 赤 | ” | ” | ” | 2 | 赤 | 淡 | 黄 | 赤 | ” | ” | ” | | | | | | | | | | | |
| 同 萬 歳 | 3 | 淡 | 緑 | 藍 | 赤 | 褐 | 紫 | 3 | 汚 | 赤 | 赤 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | 3 | 汚 | 赤 | 赤 | ” | 汚 | 紫 | 紅 | | | | | | | | | | | |
| | 4 | ” | ” | 淡 | 赤 | 紫 | 同 ライオンオー ルド | 4 | 淡 | 黄 | ” | ” | 紫 | 紅 | 4 | 淡 | 黄 | ” | ” | 紫 | 紅 | 4 | 淡 | 黄 | ” | | | | | | | | | |
| | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | | 5 | ” | ” | ” | ” | 紫 | 紅 | 5 | ” | ” | ” | ” | 紫 | 紅 | 5 | ” | ” | | | | | | | | | | |

上記成績を見るに孰れの場合もメチールアルコールに極めて近似せる呈色を示し第3 留液以下に於てヴァタリー氏反應、ペプトン鐵反應最も著明に現出し之を以てメチールアルコール含有の規準と見做す事の危険なるは一目して瞭然なりとす

既に上記成績の示すが如く稀硫酸並に過硫酸アムモニウムの存在に於て加熱するときは強烈なる酸化作用を營み従つて種々の酸化成績體を多量化成することは想像に難からざる所なり今之に改良法に依るフクシン亞硫酸試験法を應用せるに何れもメチールアルコール反應を示し更に濃硫酸 2 ccm 添加法を試みたるも全く消失せざりき

試験成績 第 38 表

本法に依りて葡萄酒、清酒、焼酎、ウヰスキー等に就きて施行せる試験成績次の如し

試験成績第40表

| 検 體 | 醱液 | 濃 硫 酸 1 ccm 添 加 | | | | 濃 硫 酸 2 ccm 添 加 | | | |
|--------------|----|-----------------|-------|-------|-------|-----------------|-------|-------|-------|
| | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
| 信玄印赤葡萄酒 | 1 | 汚淡緑黄 | 汚淡緑黄 | 汚淡黄緑 | 汚淡 緑 | 淡 黄 | 淡 黄 | 淡 緑 | 淡 緑 |
| | 2 | 極微藍 | 極微藍 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | ” | 呈色せず | 呈色せず |
| | 3 | 淡 藍 | 淡 藍 | 淡 藍 | 淡 藍 | ” | ” | 汚極微紫 | 汚極微紫 |
| | 4 | 微 藍 | 微 藍 | ” | ” | ” | ” | ” | 汚極微藍 |
| | 5 | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 信玄印葡萄酒 | 1 | 汚淡藍 | 汚淡藍紫 | 汚淡藍紫 | 汚淡藍紫 | 黄 | 黄 | 汚淡緑黄 | 汚淡 緑 |
| | 2 | 淡 紫 | 淡 藍 | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 3 | 殆呈色せず | 微 藍 | 淡 藍 | 淡 藍 | 呈色せず | 殆呈色せず | 汚極微紫 | 極 微 紫 |
| | 4 | 呈色せず | 呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” | 汚極微藍 |
| | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 大黒天印甲斐産葡萄酒 | 1 | 汚淡緑黄 | 淡 緑 | 汚淡緑 | 汚淡緑 | 淡 黄 | 淡 黄 | 淡 緑 | 淡 緑 |
| | 2 | 淡 藍 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 3 | ” | 淡 藍 | 淡 藍 | 淡 藍 | ” | ” | 汚極微褐 | 汚極微褐 |
| | 4 | 殆呈色せず | 微 藍 | ” | ” | ” | ” | 極 微 紫 | 極 微 紫 |
| | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 牛久葡萄酒 | 1 | 汚 黄 | 汚 黄 | 汚 黄 | 汚 紫 | 藍 黄 | 黄 | 汚 黄 | 汚 淡 黄 |
| | 2 | 汚微黄 | 汚淡黄 | 汚淡黄 | 汚淡黄 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 淡 黄 褐 |
| | 3 | 淡紫藍 | 淡紫藍 | 淡 藍 | 淡 藍 | 紫 | ” | ” | 呈色せず |
| | 4 | 微 藍 | 微 藍 | ” | ” | 稍強 | ” | ” | ” |
| | 5 | 呈色せず | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 規那サフラン鐵葡萄酒 | 1 | 汚淡黄 | 汚淡黄 | 汚淡緑 | 汚淡緑 | 汚黄褐 | 汚黄褐 | 汚黄褐 | 汚 褐 |
| | 2 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 淡 黄 | 淡 黄 | 淡 黄 | 淡 黄 | 微 黄 | 淡 黄 |
| | 3 | 淡紫藍 | 淡 藍 | 淡 紫 | 淡 藍 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 微 黄 |
| | 4 | 極微紫 | 微 紫 | ” | 稍強 | ” | 稍強 | ” | 呈色せず |
| | 5 | 呈色せず | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 信玄印人蔘規那鐵葡萄酒 | 1 | 淡黄緑 | 汚淡黄緑 | 汚淡黄緑 | 汚淡 藍 | 汚 黄 | 汚 黄 | 汚 黄 | 汚 黄 緑 |
| | 2 | 淡藍紫 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 微 黄 | 汚淡黄緑 |
| | 3 | 微藍紫 | 微藍紫 | 淡 藍 | 淡 藍 | 紫 | ” | ” | 殆呈色せず |
| | 4 | 呈色せず | 殆呈色せず | ” | ” | ” | ” | 極微紫 | 汚極微紫 |
| | 5 | ” | 呈色せず | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| 大黒天印人蔘規那鐵葡萄酒 | 1 | 汚淡藍紫 | 汚淡藍紫 | 汚淡藍紫 | 汚 藍 | 汚 黄 | 淡 黄 | 汚 黄 | 汚淡緑黄 |
| | 2 | 淡 藍 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 微 黄 | 微 黄 |
| | 3 | ” | 淡 藍 | 淡 藍 | 淡 藍 | 紫 | ” | ” | 呈色せず |
| | 4 | 呈色せず | ” | 稍強 | ” | 稍強 | ” | ” | ” |
| | 5 | ” | ” | 稍強 | ” | ” | ” | ” | ” |
| 大黒天印赤葡萄酒 | 1 | 汚淡緑 | 汚淡緑 | 汚淡緑 | 汚淡 藍 | 汚 黄 | 汚 黄 | 淡 黄 | 淡 黄 緑 |
| | 2 | 淡 藍 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 微 黄 | 微 黄 |
| | 3 | ” | 淡 藍 | 淡 藍 | 淡 藍 | 紫 | ” | ” | 呈色せず |
| | 4 | 呈色せず | 呈色せず | 微 藍 | ” | 稍強 | ” | ” | ” |
| | 5 | ” | ” | ” | 稍強 | ” | ” | 殆呈色せず | 殆呈色せず |

| 検 體 | 留 液 | 濃 硫 酸 1 ccm 添 加 | | | | 濃 硫 酸 2 ccm 添 加 | | | |
|--------------------|-----|-----------------|-------|---------|---------|-----------------|-------|---------|---------|
| | | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
| 寶 燒 酎 | 1 | 汚 淡 藍 | 汚 淡 藍 | 汚 淡 藍 | 汚 淡 藍 | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 淡 綠 |
| | 2 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 殆 呈 色 | 殆 呈 色 | 殆 呈 色 | 微 藍 紫 |
| | 3 | 殆 呈 色 | ” | ” | 淡 紫 | 呈 色 | 呈 色 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 |
| | 4 | 呈 色 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| アブリコットブランドー | 1 | 汚 淡 黃 綠 | 汚 淡 綠 | 汚 淡 藍 紫 | 汚 淡 藍 紫 | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 淡 黃 |
| | 2 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 藍 紫 | 淡 紫 | 殆 呈 色 | 殆 呈 色 | 呈 色 | 極 微 藍 |
| | 3 | 呈 色 | 微 藍 紫 | ” | ” | 呈 色 | 呈 色 | ” | ” |
| | 4 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” |
| | 5 | ” | ” | ” | ” | ” | ” | ” | 呈 色 |
| 月十字印スペシャルスコッチウキスキー | 1 | | | | | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 黃 | 淡 綠 |
| | 2 | | | | | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 |
| | 3 | | | | | ” | ” | 殆 呈 色 | 殆 呈 色 |
| | 4 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| | 5 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| ハーヴェストスコッチウキスキー | 1 | | | | | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 黃 綠 |
| | 2 | | | | | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 |
| | 3 | | | | | ” | ” | ” | 殆 呈 色 |
| | 4 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| | 5 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| ライオン印オールドウキスキー | 1 | | | | | 淡 黃 | 淡 黃 | 淡 黃 | 汚 淡 黃 |
| | 2 | | | | | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 |
| | 3 | | | | | ” | ” | ” | 極 微 藍 |
| | 4 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| | 5 | | | | | ” | ” | ” | 殆 呈 色 |
| ライオン印トムソンスコッチウキスキー | 1 | | | | | 淡 綠 黃 | 淡 綠 黃 | 汚 淡 綠 | 汚 淡 綠 |
| | 2 | | | | | 微 黃 | 微 黃 | 微 黃 | 微 黃 |
| | 3 | | | | | 呈 色 | 呈 色 | 殆 呈 色 | 殆 呈 色 |
| | 4 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| | 5 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| マンローウキスキー | 1 | | | | | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 淡 綠 黃 | 汚 淡 黃 綠 |
| | 2 | | | | | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 |
| | 3 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| | 4 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| | 5 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| ジョンブランウキスキー | 1 | | | | | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 黃 | 汚 淡 綠 黃 |
| | 2 | | | | | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 | 呈 色 |
| | 3 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| | 4 | | | | | ” | ” | ” | ” |
| | 5 | | | | | ” | ” | ” | ” |

上記試験成績に於けるが如く過硫酸アムモニウム酸化法に依りて得たる留液は硫酸 1 ccm の添加によりて屢々メチールアルコールの呈色反應を生起するは其の酸化方法

の比較的強烈なるに起因するものなるべく之に濃硫酸 2 ccm を添加するときは其の類似反應を著しく減少せしむるも全く消失するに至らざるもの多し即ち本酸化法は其酸化作用強くして其酸化生成物はカメレオン溶液に依れるものに比して著しく進行せるものなるを思考せしむるに足るべし故に葡萄酒, ウィスキー及其他の酒精性飲料中メチールアルコールの試験に對し本法を應用する事は極めて危険にして殊にリミニ, ヴィタリー及ヘーネル氏反應の應用に於て然りとなす従つて本法を以て現行公定法と其の優劣を論せんとするが如き到底問題とならざるは極めて明瞭なるべし

第九章 酒精中のメチールアルコール試験法に就て

獨, 米, 英, 瑞西等諸外國の藥局方に於て酒精中のメチールアルコールの検査法を制定せるは獨逸及米國にして後者の方法は既に第三章に於て詳述せるが如し而して獨逸藥局方の検査法は前述ライフ氏の方法を採用せるものにして純酒精 20 ccm を内容約 50 ccm のコルベンに容れ長さ 75 ccm の硝子管を附しライフ氏法に従ひて蒸餾し餾液 2 ccm を取り其中 1 ccm を以て同氏に従ひメチールアルコールを試験し他の 1 ccm を以てアセトンを試験するにあり

本邦藥局方に於ては大正 2 年 3 月純アルコール並に酒精中のメチールアルコール試験法を規定せられたり其方法は公定法に準據せるものにして 1 時間以内にフクシン亞硫酸溶液によりて呈色せず或は呈色することあるも微に藍色を帶ぶるに過ぐ可らずとなし又ヘキサメチレンテトラミンを生成せしめ昇汞復鹽による 3 放線又は多放線狀の星狀結晶を認む可らずと規定せられたり

小官等は本改良法をアルコール試験法に應用せんことを企てまづ次の試験を施行せ

り

試 驗 成 績 第 41 表

| 檢 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 檢 體 | 供試量 ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-----------------------|---------|-------|----------------------|----------------------|----------------------|------------------------|---------|------|----------------------|----------------------|----------------------|
| 日本藥局方純酒精 10 ccm 直接蒸餾液 | 0.1 | 極 微 藍 | 殆呈色 <small>せ</small> | 殆呈色 <small>せ</small> | 殆呈色 <small>せ</small> | 同上酒精に同量の水を加へて稀釋せるもの蒸餾液 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | ” | 極 微 藍 | 極 微 藍 | 微 藍 紫 | | 0.2 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | 極 微 紫 | 極微藍紫 | 極微藍紫 | ” | | 0.3 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.5 | ” 稍強 | 微 藍 紫 | 微 藍 紫 | 淡 藍 紫 | | 0.5 | ” | 殆呈色 <small>せ</small> | 殆呈色 <small>せ</small> | 殆呈色 <small>せ</small> |
| | 1.0 | 微 紫 | ” | 淡 藍 紫 | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |

前記成績を見るに直接蒸餾法に依るものは著しく類似反應を附與する揮發性物質を

蒸餾し之に反し同量の水を加へて稀釋せるものにおいてはよく此等の妨害性反應物質を保留し殆ど類似反應を呈することなきを以て酒精の試験に於ては其濃度を少くとも50%以下に保つを必要とすべし、次に0.05及0.1%のメチールアルコール含有純酒精10ccmを取り同量の水を加へて稀釋し蒸餾試験せる成績を示すべし

試験成績第42表

| 檢體 | 供試量ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 檢體 | 供試量ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|------------------|--------|------|------|------|-------|-----------------|--------|------|------|------|-------|
| 0.05% 木精含有純酒精 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 0.1% 木精含有純酒精 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず |
| | 0.2 | ” | ” | ” | 微藍紫 | | 0.2 | 極微藍 | 極微藍 | 極微藍紫 | 微藍紫 |
| | 0.3 | 極微藍 | 極微藍紫 | 極微紫 | 微紫 | | 0.3 | 微紫藍 | 微藍 | 微紫 | 微紫 |
| | 0.5 | 微藍紫 | 微藍紫 | 微紫 | ” 稍強 | | 0.5 | ” | ” | ” 稍強 | ” 稍強 |
| | 1.0 | 微藍紫 | ” 稍強 | ” 稍強 | ” | | 1.0 | ” | ” | ” | ” |

前記成績に依れば0.05%並に0.1%メチールアルコール含有酒精を直接試験せる成績(第四章メチールアルコール検査法研究其の四)に比し著しく鋭敏度の高まれるを知り得たり即ち0.05%含有の場合には供試量0.3ccm又0.1%の場合には0.2ccmにて充分に檢知し得べし

次に前記の方法により市販の薬局方酒精5種即ち大日本製薬會社、三共會社、帝國製薬會社、福屋及森田の各製品につき之を試験したるに各餾液0.1, 0.2, 0.3及0.5ccmの供試量に於て2時間後にも何れも呈色せず尙ほ工業用酒精(森田、林、エビス商會大羽及森製)に就きても同様に試験したるに3種は全く陰性反應を示し2種は0.1ccmの供試量に於て既に10分後に淡紫乃至紫紅色を呈せり

現局方規定法は最も確實なる方法なりと雖も多量の檢體を要し且つフクシン亞硫酸試薬により陽性反應を呈するときは更に進んでウトロロビン昇汞復鹽晶出法によりて之を確證せざる可らずして其操作甚だ煩雜なるを免れず然るに本改良法に於ては檢體は僅かに10ccmにて足り操作極めて簡單にしてメチールアルコールを含有せざるものはフクシン亞硫酸によりて呈色せざるを以て現局方の如く呈色の程度によりて決定するが如き稍もすれば判定上困難を來たす虞なく而かも陽性反應の場合更に進んでウトロロビン生成證明法の必要を認めず之れによりて直ちに判定するも過誤に陥ることなきを確信す

第十章 丁幾及酒精製劑中メチールアルコールの試験法に就て

丁幾製劑中メチールアルコールの試験に對しては其アルコール含量よりすれば前記燒酎、ウキスキー等と同一方法によりて施行し得べきも此等藥品中には諸種の揮發性物質を含有し蒸餾に際しアルコール分と共に餾出し過マンガン酸カリウム溶液によりて酸化せられてフォルムアルデヒド類似反應を呈す此點に關しライフ氏⁽⁹⁾等は丁幾並に酒精製劑中のメチールアルコールの試験法の題下に説明して曰く酸化の爲め揮發性成分の側鎖分裂し以てフォルムアルデヒドを化生するものと認めらる即ち揮發油に富む製劑に在りてはメチールアルコールの存在せざるにも拘らず同一反應を呈することありこれ其構造式中に於ける $-CH=CH_2$ 基に依るものにして過マンガン酸カリウム溶液により酸化せられてフォルムアルデヒドを形成するにあり殊にオイゲノール $C_6H_5(OCH_3)(OH)CH_2 \cdot CH:CH_2$, サフロール $C_6H_5(O_2CH_2)CH_2 \cdot CH:CH_2$ 及びリナロール $(CH_3)_2 \cdot C:CH(CH_2)_2 \cdot C \cdot (CH_3) \cdot (OH) \cdot CH:CH_2$ の如き物質に原因すること多く此等の物質は苦味丁幾、橙皮丁幾、複方規那丁幾等に於て多く見るところにして其 0.1 g を酒精 10 ccm に溶解し之を蒸餾し從ひてカメレオンにて處理するときは著明にフォルムアルデヒドの反應を生起す。ライフ氏は是等の物質を除去せんが爲め豫め硫酸々性溶液に於て水冷時に硅藻土を加へて振盪濾過せり

小官等は日本藥局方記載の丁幾並酒精製劑中最も常用せらる後記³⁷種に就き各檢體 10 ccm を取り改良試験法に依り試験せり(硫酸 1 ccm 添加)

試 験 成 績

苦味丁幾、アコニット丁幾、番椒丁幾、安息香丁幾、番木鱈丁幾、癩疹木丁幾、ロベリヤ丁幾、芳香阿片丁幾、龍膽丁幾、吐根丁幾、纈草丁幾、サフラン丁幾、桂皮丁幾、カンタリス丁幾、阿片丁幾、芳香丁幾、阿仙藥丁幾、コンヂュランゴ丁幾、莨菪丁幾、阿片安息香丁幾、ヒヨス丁幾、デギタリス丁幾、大黃丁幾、樟腦精及アムモニア、茴香精は各餾液 0.1, 0.2 及 0.3 ccm の供試量に於て2時間後に在りても全く呈色せず尙ほストロファンツス丁幾、ミルラ丁幾、セネガ丁幾、橙皮丁幾及コロンボ丁幾も亦殆ど呈色せず只次の數種のみ類似反應を現出せり

試 験 成 績 第 43 表

| 檢體 | 供試量ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 | 檢體 | 供試量ccm | 10分後 | 20分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|-----------|--------|-------|-------|------|------|----------|--------|-------|-------|-------|-------|
| 水製大黃丁幾 | 0.1 | 呈色せず | 殆呈色せず | 極微藍 | 微紫 | 複方規那丁幾 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 極微藍 | 微藍紫 | 淡紫 | 淡紫 | | 0.2 | ” | ” | ” | ” |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | | 0.3 | 極微紫 | ” | ” | ” |
| 複方ゲンチアナ丁幾 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 林檎鐵丁幾 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず |
| | 0.2 | 殆呈色せず | ” | ” | ” | | 0.2 | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず | 殆呈色せず |
| | 0.3 | 極微紫 | 殆呈色せず | ” | ” | | 0.3 | ” | 極微紫 | 極微紫 | 微紫 |
| 生薑丁幾 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 亞硝酸エチール精 | 0.1 | 殆呈色せず | 極微藍紫 | 淡紫 | 淡紫 |
| | 0.2 | 極微紫 | 殆呈色せず | ” | ” | | 0.2 | 微紫 | 淡紫 | ” | 稍強紫 |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” | | 0.3 | 淡紫 | ” | ” | ” |
| 規那丁幾 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | 呈色せず | | | | | | |
| | 0.2 | 極微紫 | 殆呈色せず | ” | ” | | | | | | |
| | 0.3 | ” | 極微紫 | ” | ” | | | | | | |

前記成績中丁幾類に於ては供試量 0.1 ccm の場合 1 時間後に於て著明に呈色せるものは水製大黃丁幾 1 種にして天然果實酒中に發生せるメチールアルコールの限界量 0.1 % 未滿に相當す之を前記限界量規定の方法に依り濃硫酸 2 ccm を加へ試験せる成

試験成績第44表

績次の如し

| 檢體 | 供試量ccm | 10分後 | 10分後 | 1時間後 | 2時間後 |
|--------|--------|------|------|-------|------|
| 水製大黃丁幾 | 0.1 | 呈色せず | 呈色せず | 殆呈色せず | 極微藍 |
| | 0.2 | ” | ” | ” | 微藍 |
| | 0.3 | ” | ” | ” | ” |

左表に示す如く本品中のメチールアルコールは殆んど限界量即ち 0.1 % 未滿と認め得べく天然に生成せるものと認定し

て可なるべ次に酒精製劑中亞硝酸エチール精は著明に呈色し既に天然發生の限界量を超過す之れ本品特異の性狀に依るものにしてライフ氏は獨逸藥局方記載の丁幾並酒精製劑に就きグアヤコール及アポモルフィン反應を以て試験せるもの、内亞硝酸エチール精及エーテル性鹽化鐵丁幾の兩種は何れも著明にメチールアルコール類似の反應を呈せり故に之を防がんが爲め前者は苛性カリを加へて放置し後者はタンニン酸を加へ放置せる後蒸餾し以て類以反應を防ぎ得たりと報せり。小官等は前記兩種製劑中亞硝酸エチール精に就きライフ氏に従ひ檢體 10ccm に苛性カリ 1g を加へ12時間放置酸化せしめたる後蒸餾し餾液につき改良法に依り試験したるも遂に満足なる成績を得る能はざりき故に更に檢體 10 ccm に 10 分定規硝酸銀液 6 ccm 及 30 % カリ鹵液 3 ccm を加へ還流冷却器を附し水浴上に30分間加熱せる後常法により蒸餾液に就き試験せるに之れ亦類以反應を全く除外する能はざりき故に前記檢體中亞硝酸エチール精のみは本試験に依りて試験すること不可能なり

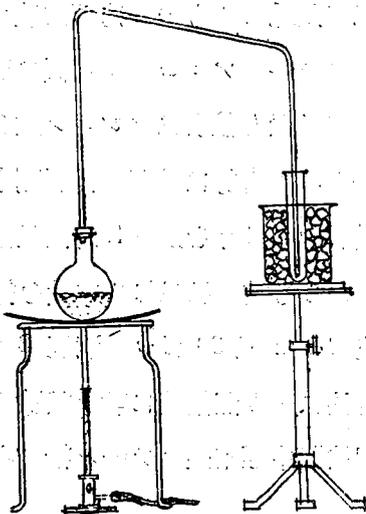
前記成績は日本薬局方所載の酒精性製劑全般に對して施せるものにあらざるも畧常用品の全部に對して試験せるものなるを以て恐らく本改良法は酒精性藥局方製劑に對しても亦之を應用し得べきものと信す

第十一章 メチールアルコール試験法の一改正案に就て

現行公定メチールアルコール試験法は特定の蒸餾法によりて得たる檢體の餾液 0.1 ccm を以てカメレオン酸化を施しフクシン亞硫酸を用ひて豫試験を行ひ陽性反應の場合には更に進んでウトロビン昇汞復鹽證明法によりて之れが存在を確證するにあるを以て最も精確なる検査方法なりと雖も既に述べし如く本法は稍多量の檢體を要し且其操作比較的簡單ならずして之が確證には長時間を要する等種々の不便あり故に小官等々は前記多數の實驗成績に徴し從來の試験法を改善し下記の如き簡易にして確實なる試験法に改め尙ほ果實類等を原料とする酒精性飲料中の天然に發生せるメチールアルコールの限界量を規定するを以て最も適切なるものと信す

メチールアルコール試験法案

清酒、葡萄等の如き酒精含量 20% 未滿のものに在りては 20 ccm 燒酎、ブランデー、ウヰスキー、丁幾及酒精製劑等其酒精含量 20% 以上 50% 前後のものに在りては 10 ccm を取り又純酒精等酒精含量 90% 前後のものにありては 10 ccm を取り同量の水を加へて稀釋し之を内容約 50 ccm の蒸餾硝子壺に容れ清酒、葡萄酒等酸性を呈するものに



在りては豫め炭酸石灰 0.1—0.5 g を加へたる後之に約直角に 2 回屈曲せる長さ 75 cm (25+25+25) の蒸餾用硝子管を緊密に連結し其管の中央部は幾分流下口に向つて傾斜せしめ小硝子壺をアスベスト板上に置き小火焰にて徐々に熱し蒸餾管の下降部分に熱を帶はしめざる様注意して 1 ccm を水冷せる劃度小圓筒中に餾取すべし (左圖参照)

右餾液 0.1 ccm, 0.2 ccm 及 0.3 ccm を 3 箇の試験管に容れ各水を加へて總量を 5 ccm となし之に 1% 過マンガン酸カリウム溶液 5 ccm 及 50% 硫

酸0.4 ccmを加へたる後2分間放置し次に8%稀酸溶液 1 ccmを加へて脱色せしめ次に濃硫酸 1 ccm を添加(果實性酒精飲料又は丁幾類等天然に發生せるメチールアルコールの限界量を試験すべき必要あるものは濃硫酸 2 ccmを發熱せざる様注意して添加すべし)次にフクシン亞硫酸溶液 5 ccmを加へ軽く搖動してよく混和し栓塞して放置すべし(此際溶液の溫度は約 20—25°を可とす)メチールアルコール存在に於ては1時間乃至2時間の後紫色乃至紫紅色を呈すべし

フクシン亞硫酸溶液は現行公定法の規定に従ひ調製すべし

檢體と同一種類にしてメチールアルコール反應を全く呈せざるものを選び之に所要量のメチールアルコールを含有せしめ比較試験を施すときは檢體中のメチールアルコールの含量を概測し得べし

第十二章 總 括

以上の試験成績により總括すること次の如し

1. 酒精性飲料中のメチールアルコールの試験に於てフォルムアルデヒドに酸化すべき種々の方法中クロム酸及過硫酸アムモニウム法は酸化劇烈にして酒精のみの場合に於てもフォルムアルデヒドを化生するを以て之を應用することを得ず之に反してカメレオン酸化は反應緩和にして最も優れるを認めたり

2. 右酸化液中に於けるフォルムアルデヒドの鑑識に對しては從來最も廣く應用せらるゝリミニ、ヴィタリー、ペプトン鐵、ヘーネル、シュリーフェル及ザバリツユカの諸反應並にライフ氏等によりて推奨せられたるアポモルフィン及グアヤコール反應を應用したるに此等の諸反應はメチールアルコール以外の成分によりて屢類似の反應を呈するか若くは比較的不鋭敏なる等の理由によりてメチールアルコールの檢出に適せず結局現行公定法のデニゼー氏フクシン亞硫酸試薬最も優秀にしてライト氏のロスアニリン亞硫酸及米國藥局方規定フクシン亞硫酸試薬之に次ぐを認めたり

日本公定法規定のフクシン亞硫酸試験法は在來のメチールアルコール試験法中最も適確なるものにして其酸化時間は2分間を以て最も適當なりと認む

4. ライト氏法及米國局方規定法も亦夫々特徴を有し各特定の試薬を使用するときはよく之を應用し得べきを認めたり

5. 前記諸種のメチールアルコール試験法を比較研究し最も鋭敏にして且つ酸化劑との接觸緩和にして化生せるフォルムアルデヒドの固有反應を妨害すべき他のアルデヒドの生成を可及的除去し得べき酸化方法を考案し更にライフ氏蒸餾法を應用し少量の檢體を以て確實に試験し得べき一新改良法を案出し多數の各種檢體に就き實驗し其正確なることを立證せり

6. 日本公定法はフクシン亞硫酸反應を以て豫試験となし陽性反應の場合には更に進んでウロトロピン昇汞復鹽結晶法によりてメチールアルコールの存在を確證するに於て最も正確なりと雖も多量の檢體を要し操作比較的複雑にして長時間に亘る嫌あり然るに本改良法は少量の檢體にて足り操作極めて簡單にしてウロトロピン證明法を行はずと雖も之れが爲め過誤に陥るが如きことは萬々之なかるべきを確信す

7. 過硫酸アムモニウム酸化法に依る中井氏のメチールアルコール試験法のリミニ一、ヴィタリー及ヘーネル反應等によりて其含否を認定することの不可なるを指摘し其酸化作用はカメレオン溶液に比し著しく強烈なることを驗知せり

8. 本改良法は一般酒精性飲料のみならず薬局方中の酒精、丁幾類及酒精性製劑中のメチールアルコール試験法として採用し得べきものと信す

9. 多數の試験成績に徴し從來のメチールアルコール試験法に對し一改良試験法案を提出せんとす

引用文献

- | | |
|---|--|
| (1) 衣笠, 上遠野, 衛生試験彙報第13號. 第211-48頁(大正2年) | (11) <i>U. S. Pharmacopoeia</i> , X. (1926), S. 39. |
| (2) <i>G. Demiges</i> , <i>Compt. rend.</i> 150 , 529-31, 832-34, 1910. | (12) <i>Trillat</i> , <i>analyst</i> , 24 , 13, 211, 212, 1899. |
| (3) <i>E. Aweng</i> , <i>Apoth. Z.</i> 1912, S. 159. | (13) <i>Schryver</i> , <i>Proc. Roy. Soc. London Serie B.</i> 82 , 226; <i>Chem. Zentralb.</i> 1910, 1, 1366. |
| (4) <i>E. Salkowski</i> , <i>Ztschr. f. Nahr. u. Genussm.</i> 36 , 262-70, 1918. | (14) <i>Th. Sabalitschuka u. H. Riesenbergs</i> , <i>Bioch. Ztschr.</i> 144 , 551, 1924. |
| (5) <i>H. Bauer u. R. Engler</i> , <i>Pharm. Zentralh.</i> 18 , 445-47, 1913. | (15) <i>L. E. Hinkel</i> , <i>analyst</i> , 33 , 417, 1908; <i>Chem. Ztg.</i> 1909, S. 4. |
| (6) <i>Th. von Felleberg</i> , <i>Bioch. Ztsch</i> 85 , 45-117, 1918. | (16) <i>P. Patenti</i> , dell' alcool metilico nell' alcool etilico. <i>Bollettin chimico. farmaceutico</i> , Gja. 1916. |
| (7) 明治45年6月内務省訓令第75號 | (17) <i>J. Wolf</i> , <i>Compt. rend.</i> 131 , 1323, 1900. |
| (8) <i>G. Reif u. A. Hawner</i> , <i>Pharm. Zentralh.</i> 63 , 193, 1922. | (18) <i>E. Salkowski</i> , <i>Ztschr. f. Nahr. u. Genussm.</i> 28 , 225, 1914. |
| (9) <i>G. Reif</i> , <i>Ztschr. f. Lebensm.</i> 51 , 262, 1926. | (19) <i>Tschürch</i> , <i>Handbuch der Pharmakognosie</i> , 2. 224. |
| (10) <i>L. O. Wright</i> , <i>Ind. Eng. Chem.</i> 19 , 750-52, 1927. | |

昭和三年二月

Bulletin

of

The Imperial Hygienic Laboratories.

Abstracts from the original papers.

1. Studies on the antineuritic vitamin and other substances having a bios character contained in rice bran. By *Y. Kimigasa*.

- (1). The use of lead acetate and baryta in order to precipitate the antineuritic vitamin of rice bran.

In reviewing the literature it is evident that the antineuritic vitamin is not precipitable with neutral or basic lead acetate so far as it is carried out in acid or at least in neutral reaction when these reagents are used in order to remove impurities from the watery or alcoholic extract of vitamin B materials, such as rice-polishings or yeast. This fact was also confirmed by the author¹⁾.

After removing the lead precipitate thus obtained by filtration a yellowish precipitate separates in the filtrate by adding a moderate excess of lead acetate and subsequently baryta until it shows a slight alkaline reaction, and the filtrate from this precipitate becomes remarkably pale in colour.

Assuming that the above process is quite effective for the purpose of concentrating the vitamin when this lead-baryta precipitate also contains inactive materials only, remaining the active substance in the solution, the author has undertaken, in the first place, the following procedure to concentrate the active principle of rice bran.

A yellowish precipitate was formed by adding lead acetate in the alkaline solution of the antineuritic vitamin which had been obtained by decomposing the activated solid, obtained from the watery extract of rice bran by adsorption of the vitamin upon Japanese acid clay, with a cold saturated baryta solution, and the filtrate became almost colourless. The resultant liquid, after freed from the excess of lead and baryta with dilute sulphuric acid, was concentrated in vacuo at low temperature. The syrupy residue was slightly acidified with sulphuric acid, then treated with absolute alcohol till 95 per cent solution was obtained, the alcohol-insoluble residue extracted several times with hot 95 per cent alcohol. The entire alcohol extract was evaporated under reduced pressure, and the remaining syrup was treated with sulphuric acid till 5 per cent solution was obtained and then precipitated completely with a 50 per cent phosphotungstic acid solution in 5 per cent sulphuric acid. The white phosphotungstate obtained was dried, at first, on a porous

plate and then in a desiccator, and extracted with dry acetone, according to the Funk's experiments³⁾. The acetone-soluble part and the insoluble residue were respectively decomposed with baryta, then treated successively with nitric acid and silver nitrate, silver nitrate and baryta, according to the usual method. The histidine fraction of both parts was separated into two parts by treating with mercuric sulphate in 5 per cent sulphuric acid solution and tested on polyneuritic pigeons. These preparations were proved to be almost inactive.

The above result led the author to investigate the lead-baryta precipitate, as he supposed to contain impurities only, and it was found that almost all the curative substance came down in this precipitate. The technique was as follows:

The lead-baryta precipitate was decomposed with dilute sulphuric acid, filtered, the residue thoroughly washed with hot water, and the filtrate evaporated in vacuo. The remaining thick solution was added with sulphuric acid to 5 per cent concentration followed by phosphotungstic acid. The resulting precipitate was treated with dry acetone in a similar manner as mentioned above. The acetone-soluble part, after removal of acetone by evaporation under reduced pressure, was decomposed with baryta. In the filtrate the excess of baryta was eliminated by passing through carbon dioxide and the filtrate, after removing carefully the last traces of baryta with a very dilute sulphuric acid, was evaporated in vacuo. The syrupy residue was extracted with hot 80 per cent alcohol and the alcohol extract was treated with an excess of ether. This caused the separation of a brownish-yellow, hygroscopic powder which was highly active for pigeons. Doses of 5 mg. by administering subcutaneously every other day to the pigeons fed only on polished rice were sufficient to protect them from developing polyneuritis, although the birds showed a slight decrease both in temperature and in weight. Doses of 5-6 mg. given daily by intramuscular injection were effective to cure pigeons suffering from polyneuritis.

The picrate of this active preparation, obtained as a yellowish powder by adding picric acid into an aqueous solution of the active product, effected a rapid cure in polyneuritic pigeons with doses of 5 mg.

A yellowish-white, non-hygroscopic powder which possessed almost no curative properties, was obtained from the acetone-insoluble phosphotungstic acid precipitate, after being treated just in the same way as with the acetone-soluble fraction.

On an occasion, the active substance was immediately precipitated with phosphotungstic acid after decomposition of the activated clay with baryta without purifying by means of lead-baryta method which was described above, and the resulting precipitate after drying was treated with acetone. Both parts, soluble and

insoluble in acetone, were found effective for pigeons and mice. Beyond all doubt it is clear in this case that the presence of a large mass of phosphotungstate of inactive materials caused insufficient extraction of the precipitate of active substance with acetone. It is noted, therefore, that the preliminary treatment with lead acetate and baryta is particularly necessary when the vitamin concentration is carried out by means of the solubility of phosphotungstate in acetone.

Similar results were also obtained with the watery extract of rice bran, and the following technique was used:

25 kg. of rice bran was extracted with hot water acidified with acetic acid. The bran was filtered off, the clear liquid was evaporated in vacuo, then the syrupy residue after slightly acidified with sulphuric acid was extracted in the cold with successive quantities of 70 per cent alcohol. The alcohol extract, after evaporating under reduced pressure until the alcohol was completely removed, was precipitated with lead acetate. The filtered solution was neutralized with lead oxide, and then filtered. The resulting clear liquid was then treated with lead acetate and subsequently with baryta. The yellowish precipitate thus obtained was filtered, the mother liquor acidified with acetic acid was evaporated in vacuo to concentrated solution, and it was treated once more with lead acetate and baryta. This operation was repeated three times. After decomposition of the entire precipitate produced by lead acetate and baryta with sulphuric acid the resulting liquid was added with sulphuric acid to 5 per cent concentration and then shaken with ether and the aqueous layer was treated with phosphotungstic acid. The dry phosphotungstate was similarly extracted with dry acetone as already mentioned. The acetone-soluble part, after removal of acetone by evaporation under reduced pressure, was dissolved in amylalcohol-ether (1:3) and then shaken with dilute sulphuric acid. This operation was repeated three times. The sulphuric acid solution after being shaken with ether, was neutralized with lead oxide, the filtrate was freed from traces of sulphuric acid by baryta and after passing carbon dioxide it was concentrated nearly to dryness in vacuo and the residue was extracted with 95 per cent alcohol. On adding an excess of ether to the alcohol extract a reddish-brown precipitate was separated yielding 80 g. of hygroscopic powder of bitter taste. Doses of 10 mg. of this preparation effected a rapid cure in polyneuritic pigeons. Amylalcohol-ether layer was shaken with a dilute barium hydroxide solution and from the aqueous layer, after removing barium phosphotungstate by filtration, baryta was eliminated with sulphuric acid, and the resulting liquid was evaporated in vacuo. A yellow crystalline material which separated toward the end was removed by filtration. When this crystalline substance

was recrystallized, prismatic crystals were obtained which melted at 320°C. and gave the following figures on analyzing according to the method of Pregl:

4.15 mg. yielded 8.65 mg. CO₂ and 1.57 mg. H₂O; 58.22% C and 4.21% H.

4.42 mg. yielded 9.45 mg. CO₂ and 1.68 mg. H₂O; 58.31% C and 4.10% H.

4.50 mg. yielded 0.27 cc. N (764 mm., 22.0° C.); 6.70% N.

3.48 mg. yielded 0.22 cc. N (758 mm., 20.0° C.); 7.06% N.

These figures correspond to the formula C₁₀H₈NO₄, which contains 58.25% C, 3.88% H, and 6.80% N.

This crystalline substance has highly stimulating properties for yeast fermentation while it is proved inactive for pigeons. It is hardly soluble in cold water but pretty soluble in hot water, and its aqueous solution indicates a neutral reaction with a litmus paper and corresponds to P_H 6.8. Solution of 0.01 g. of this substance dissolved in 50 cc. of water required 0.3 cc. of 1/4 N sodium hydroxide solution. The resulting colourless solution turns acid by adding the reagent till it shows a slight alkaline reaction. It is precipitable with phosphotungstic acid, mercuric acetate, Dragendorf's and Meyer's reagents and it gives Folin, Millon, diazo, and murexide reactions.

Acetone-insoluble phosphotungstate was decomposed with baryta and the resulting liquid was treated with mercuric sulphate. Both fractions obtained from the mercury precipitate and its filtrate possessed no curative properties.

The filtrate from the lead acetate-baryta precipitate, after removing the excess of lead and baryta with sulphuric acid, was concentrated in vacuo, and precipitated with phosphotungstic acid. The precipitate was decomposed with baryta and filtered. The filtrate, after removal of excess barium with carbonic acid, was concentrated to a syrupy consistence. The residue was treated with absolute alcohol, and the insoluble material was subsequently treated with methyl alcohol. Both fractions thus obtained were also proved inactive.

Conclusion.

From the above results it became evident that the antineuritic vitamin in rice bran is precipitable with lead acetate and baryta in an alkaline reaction. Recently Levene and van der Hoeven³⁾ have reported that the water-soluble B of yeast is precipitable with baryta as well as with basic lead acetate and they have taken advantage of these reagents for the concentration of this vitamin. But in the present case the precipitation of the active substance by means of lead-baryta method was carried out after liberation of the vitamin from the activated clay with baryta. It has been

shown by Funk⁴⁾ that the acetone-soluble part of phosphotungstate from yeast contained whole vitamin and a greater part of the precipitate was soluble in acetone.

In reviewing these facts the author can say that it is quite doubtful whether the antineuritic substance of rice bran is identical with the water-soluble B or the antineuritic vitamin in yeast.

(II). The use of mercuric sulphate for precipitation of the antineuritic vitamin in rice bran.

By the experiments of Funk⁴⁾, Myers and Voegtlin⁵⁾, Peters and Kinnersley⁶⁾ it has been shown that the antineuritic substance of yeast is not precipitable with mercuric sulphate. On the other hand, it is a well known fact that histidine, carnosine and purine bases are precipitable with mercuric sulphate from their sulphuric acid solutions.

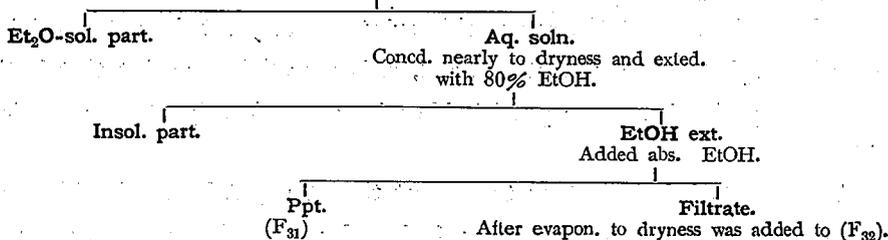
These facts led the author to suggest that it might be serviceable for the purpose of concentrating antineuritic principle by removing a large mass of inactive substances which are precipitable with phosphotungstic acid or silver nitrate and baryta, when mercuric sulphate is used immediately upon the watery extract of rice bran after purified with alcohol, without preceding treatment with phosphotungstic acid. The technique of the author's method of concentration was as follows:

About 25 kg. of rice bran were extracted in the cold with 125 liters of water containing 2 per cent of sulphuric acid for more than 10 days, then the liquid was filtered, using a press apparatus, the residue was washed once with water. Wash water was added to the original filtrate. The watery extract thus obtained was neutralized with sodium carbonate. A white voluminous precipitate was formed by this treatment and it was filtered off. The filtrate was evaporated in vacuo at low temperature, and the syrupy residue after acidified slightly with sulphuric acid was extracted successively in the cold with 65-75 per cent alcohol. After evaporation of the entire alcohol under reduced pressure the remaining thick brown solution was treated with sulphuric acid till 5 per cent solution was obtained and then added with a cold saturated mercuric sulphate solution in 5 per cent sulphuric acid. After standing for a few days the brownish mercury precipitate thus formed was filtered off, and to the filtrate the same reagent was added again. Then the yellowish-brown precipitate was produced, but as the separation of mercury precipitate was still continuing it was allowed to stand over a month. After removing the precipitate produced by filtration, the same reagent was added once more to the clear liquid. At this stage a yellowish precipitate was separated, but the precipitation became more slow. After standing more than a month, the precipitate produced was removed, then the filtrate

became light yellow in colour. The resulting liquid, after being freed from mercury by hydrogen sulphide followed by subsequent removal of hydrogen sulphide by aeration, was precipitated with phosphotungstic acid. The dry phosphotungstate was extracted successively with absolute alcohol, dry acetone and acetone-water (4:3). The course of the further fractionation is sketched below :

(1) Abs. alc.-sol. phosphotungstate.

Decomped. with $\text{Ba}(\text{OH})_2$, neutralized with H_2SO_4 , evapod. to concd. soln., and shaken with Et_2O .

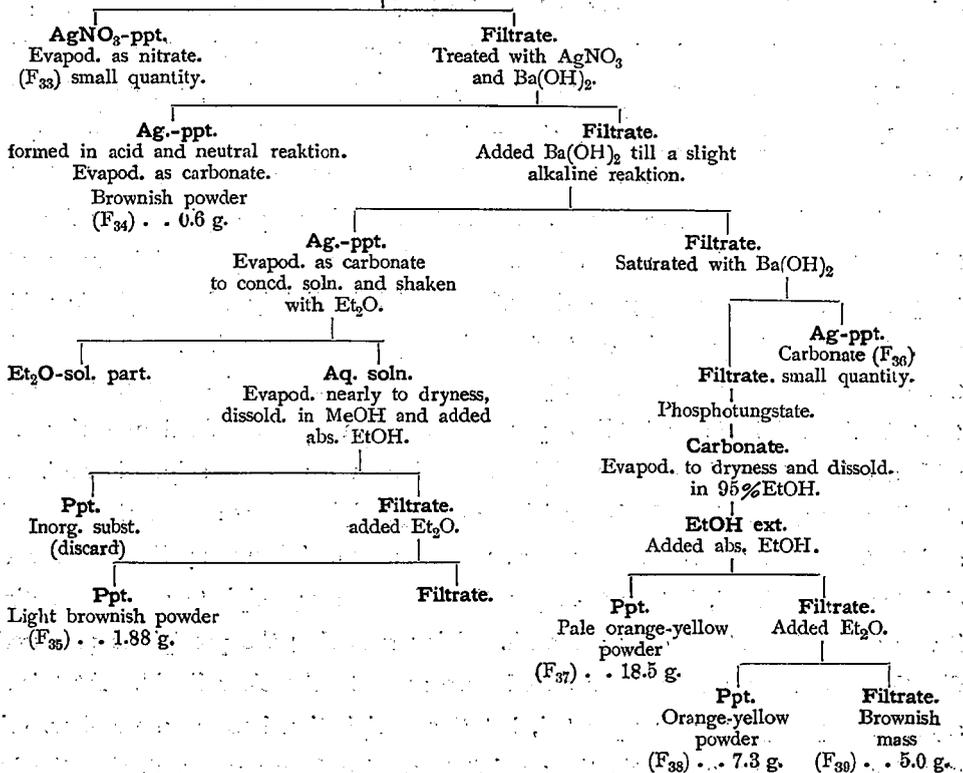


(2) Acetone-sol. phosphotungstate.

Decomped. with $\text{Ba}(\text{OH})_2$, evapod. as carbonate to dryness.

Carbonate (F_{32}) . . . 92 gm.

87 g. of the carbonate was treated with HNO_3 and AgNO_3 .



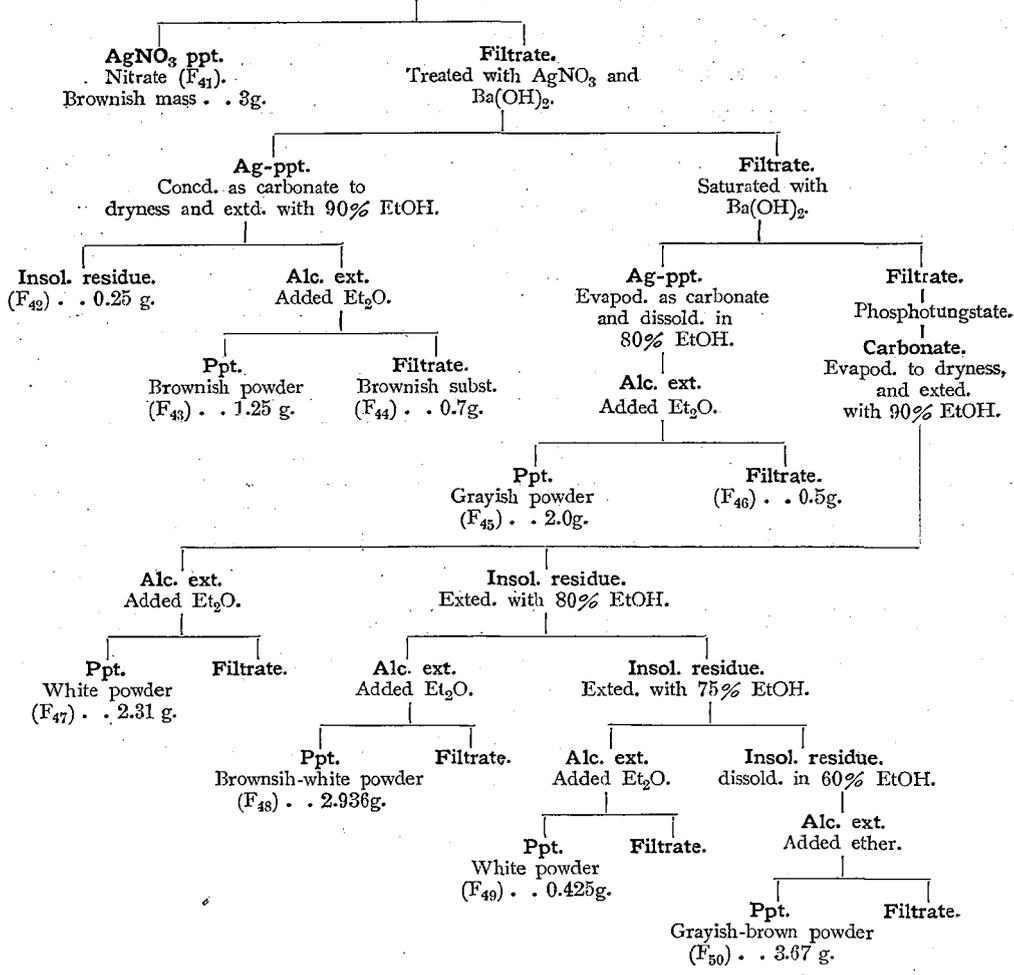
(3) Acetone-water-sol. phosphotungstate.

Decomped. with Ba(OH)₂, evapod. as carbonate to dryness.

Carbonate (F₄₀),

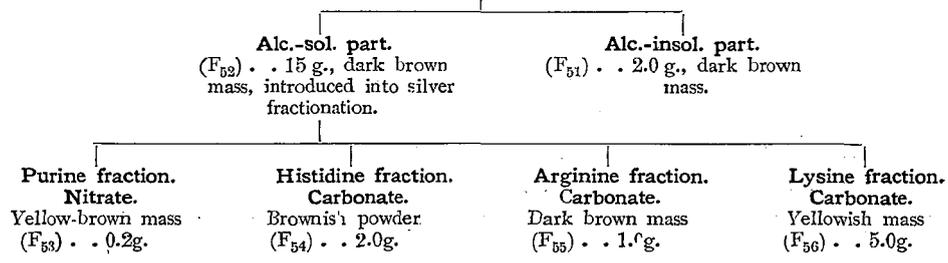
brownish powder . . 70 g.

60g. of the carbonate was treated with HNO₃ and AgNO₃.



(4) Acetone-water-insol. phosphotungstate.

Decomped. with Ba(OH)₂, evapod. as carbonate to dryness and exted. with 80% EtOH.

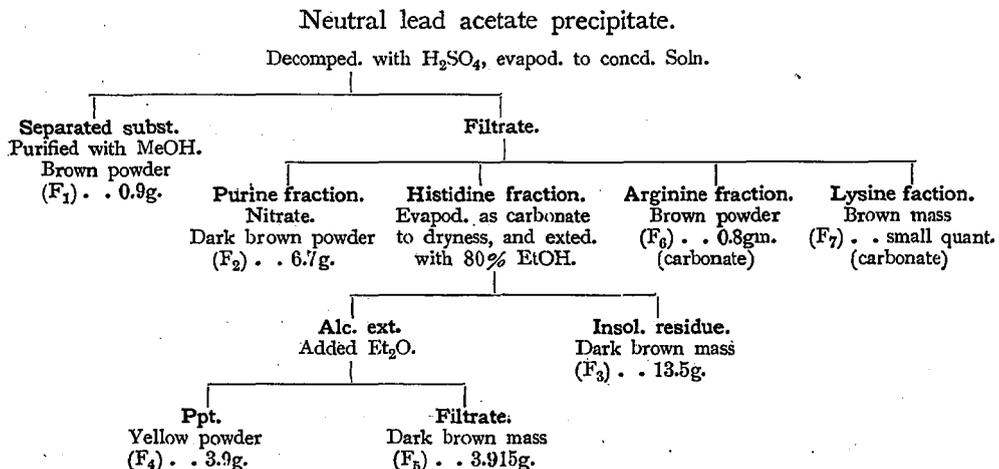


Of these fractions (F_{31} - F_{36}), F_{31} , F_{32} , F_{35} , F_{40} and F_{62} were at first tested on neuritic pigeons, but it was proved all inactive, and consequently the testing of all the remaining fractions on pigeons was given up. The fraction F_{35} was found to have intensively stimulating properties for yeast fermentation, of which the details will be shown later, though it possessed no curative properties for pigeons. The author, therefore, has designated this fraction as "bios fraction".

The above result was just contrary to the author's expectations, and it led him to investigate mercuric sulphate precipitate, assumed as inactive substances, and it was ascertained that all the active principles were contained in this precipitate. The following technique was elaborated for the investigation of the mercury precipitate:

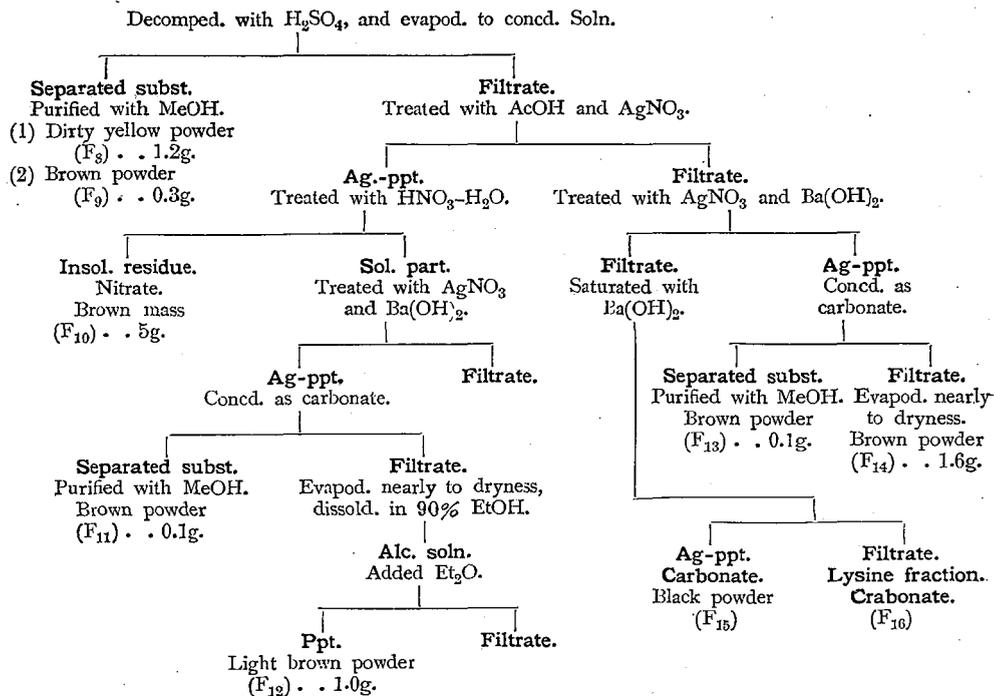
The entire mercuric sulphate precipitate was decomposed with hydrogen sulphide, and was filtered. The residue was thoroughly washed with hot water slightly acidified with sulphuric acid. The filtrate, after being freed from hydrogen sulphide by aeration and the excess of sulphuric acid by precipitation with baryta, was evaporated at low temperature under reduced pressure to concentrated solution. On adding lead acetate to the resulting liquid, a brownish precipitate was separated together with lead sulphate. After removing these precipitates, basic lead acetate was added to the filtrate until no further precipitate was observed. This caused at first a yellow-brown and then yellowish precipitate and the solution indicated a weak alkaline reaction then. The filtrate from these precipitates gained a pale yellow colour.

The neutral and basic lead acetate precipitates thus formed were introduced into further fractionation as sketched below:



Of these fractions F_4 was tested on pigeons and proved inactive.

Basic lead acetate precipitate.



Two preparations of F_{12} and F_{14} were tested on pigeons. The fraction F_{14} had weak curative properties while F_{12} was inactive.

Through the above results it was expected that the antineuritic substance would only be contained in the filtrate from basic lead acetate precipitate.

The filtered solution from the basic lead acetate precipitate was freed from the excess of lead with dilute sulphuric acid and was evaporated in vacuo to concentrated solution. After removing the yellowish material which separated in the solution, the liquid was allowed to stand in a ice box until there was no more separation of like substance. This was filtered off, and to the filtrate, after being slightly acidified with nitric acid, was added a concentrated silver nitrate solution which produced a precipitate consisting of purine bases.

The precipitate was removed by the centrifuge, washed thoroughly with water, and decomposed with hydrogen sulphide suspending it in slightly acidified water with sulphuric acid. The filtrate, after removal of hydrogen sulphide by aeration and excess of sulphuric acid by precipitation with baryta, was concentrated in vacuo.

The yellowish, pale yellow, and grayish-brown materials which separated successively toward the end, were removed by filtration, and from the final extract a

brown mass was obtained. From these four preparations of the purine fraction which possessed no curative properties a large mass of adenine was isolated as picrate.

The supernatant clear liquid and wash water which gave no further precipitate with silver nitrate, were then treated with silver nitrate and baryta, according to the method used in isolating histidine and like bases. The silver nitrate was added until a drop of the solution with a cold baryta solution gave a brown precipitate and the baryta was subsequently added until a drop of the solution with ammoniacal silver nitrate gave only a trace of a white precipitate.

The bulky precipitate obtained was removed by the centrifuge, washed with water containing a trace of baryta, and decomposed with hydrogen sulphide, suspending it in water slightly acidified with sulphuric acid, and filtered. The residue was thoroughly washed with hot water. The filtrate and wash water were freed from hydrogen sulphide by aeration and subsequently sulphuric acid with baryta. After removing the excess of baryta by passing carbonic dioxide in the solution, it was evaporated in vacuo, and then the syrupy residue was treated with 80 per cent alcohol. The alcohol extract was evaporated at a low temperature under reduced pressure, and by gradually evaporating the remaining thick solution in a vacuum desiccator, 1.1 g. of a colourless, microscopic, needle-like, crystalline substance was first separated and subsequently 0.6 g. of somewhat impure crystalline mass made appearance.

These crystalline substances were not effective for pigeons and for yeast fermentation.

The filtered solution from these crystalline materials was very highly active for polyneuritic pigeons as well as for yeast fermentation, and this was treated as follows:

The resulting liquid was evaporated nearly to dryness, then extracted with a hot 90 per cent alcohol in which it was all dissolved. By adding 3 volumes of absolute alcohol to the alcohol extract thus obtained, a brownish-white precipitate was separated, which yielded 5.3 g. of yellowish-brown and somewhat hygroscopic powder containing 44.78% C, 8.35% H, and 14.67% N.

It has an odour and taste of rice bran, and doses of 5 mg. of this product effected a rapid cure in neuritic pigeons. Besides, it has intensively stimulating properties for yeast fermentation. The author has designated, therefore, this product as the first preparation of the vitamin fraction.

To the mother liquor removed from the first active preparation more than 3 volumes of ether was added. This caused separation of a white flocculent precipitate

which yielded 6.6 g. of grayish-white, non-hygroscopic powder containing 46.38 per cent C, 7.52 per cent H and 13.61 per cent N, was obtained. This preparation had also an odour and taste of rice bran as in the first preparation, but it possessed more active properties for pigeons and yeast than the former. This substance was designated by the author as the second preparation of the vitamin fraction. On removing alcohol and ether from the mother liquor of the above active substance, a very small quantity of residue which had the same nature as in the second vitamin preparation, was obtained.

After repeated experiments the author succeeded to prepare active picrate and picroronate from these preparations and it was found that these preparations are best accomplished by the following procedure :

An aliquot portion of the vitamin preparations was dissolved in a small quantity of water or 60 per cent alcohol, and to the resultant solution a cold saturated picric acid solution in acetone or methyl alcohol was added until there was no further precipitate. The yellow precipitate obtained was removed by centrifugation, and redissolved it in acetone.

The acetone solution of the picrate was added by the dropwise into a suitable quantity of water.

The picrate thus prepared was removed by the centrifuge, washed with ether and dried in a desiccator. The dry powdery picrate was then treated with absolute alcohol. On adding more than 3 volumes of ether to the alcohol extract a pretty yellow, powdery precipitate was separated and this was washed with ether and dried. It melted at 198–200° C., and contained 45.42% C, 6.96% H, 17.78% N, and 30.10% picric acid.

The crude picrate thus obtained cured the convulsions of polyneuritic pigeons in two hours with a dose of 5 mg.

This crude picrate was then purified by dissolving it in absolute alcohol or dry acetone and subsequently by precipitating it with ether.

The final purified picrate was yet amorphous, and melted at 198°C. On drying it in vacuum at 100°C. and analyzing, the following results were obtained :

- (1) 5.30 mg. yielded 8.58 mg. CO₂ and 2.40 mg. H₂O ; 44.15% C, 5.03% H.
- 5.88 mg. yielded 9.54 mg. CO₂ and 2.80 mg. H₂O ; 44.23% C, 5.29% H.
- 3.40 mg. yielded 0.53 cc. N (757 mm., 26.5° C.) ; 16.86% N.
- 2.70 mg. yielded 0.405 cc. N (759 mm., 22.0° C.) ; 16.63% N.

- (2) 7.10 mg. yielded 11.54 mg. CO₂ and 3.36 mg. H₂O; 44.32% C, 5.26% H.
 6.02 mg. yielded 9.82 mg. CO₂ and 3.00 mg. H₂O; 44.48% C, 5.53% H.
 2.30 mg. yielded 0.345 cc. N (760 mm., 20.5° C.); 16.47% N.
 2.30 mg. yielded 0.36 cc. N (760 mm., 20.5° C.); 16.77% N.

These figures correspond to the formula C₁₉H₃₂N₅O₇·C₆H₃N₃O₇, which gives 44.69% C, 5.26% H, and 16.69% N.

It was found that the purified picrate was more active than crude picrate.

The picronate of the active substance was obtained according to the following procedure.

1 g. of the second vitamin preparation was dissolved in about 10 cc. of water and on adding a cold saturated picronic acid solution in 60 per cent alcohol into the resulting solution, at first brownish and afterwards yellow powdery precipitates were produced, which were removed by centrifugation, and after drying they were extracted with dry acetone. On evaporating the mother liquor in a vacuum desiccator to dryness, the residue was extracted with dry acetone. On removing acetone from the entire acetone extract, the residue after drying was extracted once more with dry acetone.

On adding ether to the acetone extract a yellow powdery substance was precipitated, which contained 47.35% C, 7.82% H, 17.60% N, and 37.29% picronic acid. The yield was 0.135 g.

The picronate obtained was purified by means of acetone and ether.

The final preparation melted at 204° C., and gave the following figures on combustion:

- 4.63 mg. yielded 8.22 mg. CO₂ and 3.00 mg. H₂O; 48.51% C, 7.21% H.
 4.72 mg. yielded 8.38 mg. CO₂ and 3.00 mg. H₂O; 48.40% C, 7.06% H.
 4.50 mg. yielded 0.700 cc. N (761 mm., 20.5° C.); 17.41% N.
 3.15 mg. yielded 0.495 cc. N (761 mm., 20.5° C.); 17.59% N.

These figures correspond to the formula C₂₀H₄₆N₉O₁₂, (C₁₉H₄₀N₅O₇·C₁₀H₃N₄O₅)—48.71% C, 6.77% H, and 17.65% N.

The acetone-insoluble residue was extracted with 90–95 per cent and 80 per cent alcohol successively, and on adding ether to the 90–95 per cent alcohol extract, a white precipitate was produced. This substance had the most stimulating properties for yeast fermentation while it was proved to be inactive for neuritic pigeons.

Doses of 5–10 mg. of the above picronate effected a rapid cure in neuritic pigeons.

Another method of preparing picroronate of active substance was as follows:

1.0 g. of the second vitamin preparation was dissolved in about 10 cc. of water, and to the resulting solution a cold saturated picroronic acid solution in 60 per cent alcohol was added carefully until no further precipitate was observed. The mixture was evaporated in a vacuum desiccator, and it was sometimes added with the picroronic acid so long as no precipitate was formed. The dry residue was then extracted with dry acetone, and the insoluble residue was redissolved in water, and was treated with picroronic acid in the same way as before. The dry residue obtained was treated with acetone also. The entire acetone extract was evaporated under reduced pressure at a low temperature. The beautiful orange-yellow, and needle-like, crystalline substance which separated toward the end was removed by centrifugation, and washed with ether and dried in a desiccator.

The yield was 0.072 g. The crystals thus obtained, after drying in a vacuum desiccator, was decomposed at 320° C., becoming black from 250° C. on heating, and the analysis gave the following figures:

2.18 mg. yielded 3.40 mg. CO₂ and 0.82 mg. H₂O; 42.54% C, 4.18% H.

3.27 mg. yielded 5.10 mg. CO₂ and 1.30 mg. H₂O; 42.53% C, 4.29% H.

2.98 mg. yielded 0.49 cc. N (765 mm., 19.0° C.); 18.63% N.

2.12 mg. yielded 0.35 cc. N (766 mm., 20.0° C.); 18.65% N.

These figures correspond to the formula C₂₄H₂₇N₉O₁₅, (C₁₄H₁₉O₁₀N₅·C₁₀H₈O₅N₄), which gives 42.27% C, 3.99% H, and 18.50% N.

On account of the small yield of the crystalline picroronate of the active substance the author could not use a sufficient quantity for analysis, and he can not say that the above result is quite accurate.

The mother liquor of this crystals was concentrated to dryness, and the residue was dissolved in absolute alcohol, and the alcohol extract was added with ether.

This caused 0.5 g. of yellow powdery precipitate and it was consisted of the mixture of above crystals and amorphous substance.

The insoluble residue in absolute alcohol was dissolved in 85 per cent alcohol, and on adding ether to the alcohol solution a white flocculent precipitate was produced.

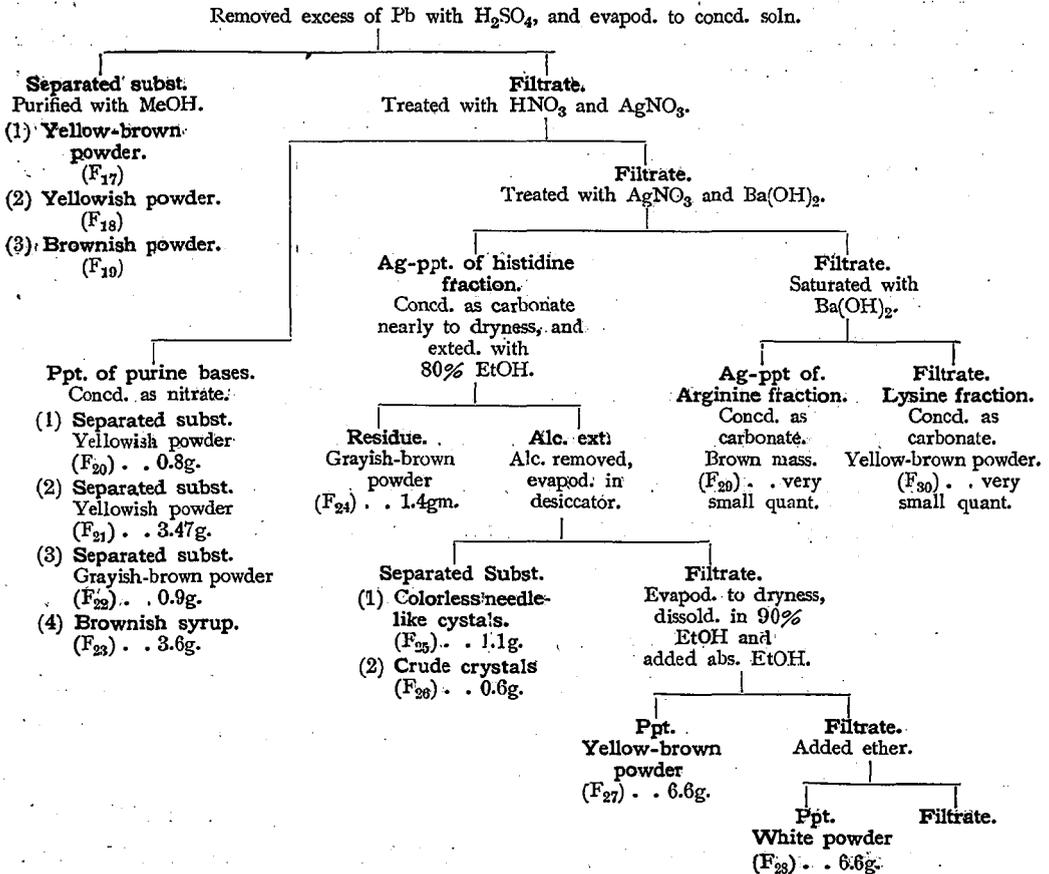
The acetone-insoluble residue was extracted also with absolute alcohol, and was precipitated with ether. A white flocculent precipitate amounting to 0.31 g. was formed.

The filtrate from silver precipitate of the histidine fraction was fractionated into:

arginine and lysine groups according to the usual method, but as the yield of both fractions was very small, these were not enough to be tested on pigeons.

The above fractionation of the mother liquor of the basic lead acetate precipitate is sketched below :

The filtrate from basic lead acetate precipitate.



Conclusion.

Through the above experiments it has been confirmed that the antineuritic vitamin of rice bran is precipitable with mercuric sulphate. This is also quite contrary to the results obtained by the other observers. From this respect the author suggests that the antineuritic substance in yeast and rice bran is not identical. But the author wishes to call attention of all concerned to the fact that the precipitation

with this reagent was observed during a very short period of time by the previous observers. In the case of rice bran it is not yet clear that the precipitate produced in a short duration involves only impurities too.

Although the antineuritic vitamin can not be precipitated by lead acetate as already mentioned, yet it is not quite evident of the effect which the constituents contained in lead acetate precipitate have upon the yeast fermentation and colour reactions with several reagents. The foregoing fractionation was, therefore, attempted by the author. Thus it was found that a great quantity of inactive substances precipitated with lead acetate came down in the histidine fraction. Now it will be seen that the preliminary treatment with lead acetate is very necessary especially when silver fractionation is utilized immediately without the preceding treatment with phosphotungstic acid for the isolation of antineuritic vitamin.

It has also been ascertained that the active substance for pigeons is not precipitable with basic lead acetate so far as it is used in a slight acid or in neutral reaction. But, in the present work, it was used until no further precipitate was formed and the solution reacted slightly alkaline.

The precipitate thus obtained was, however, mainly consisted of impurities. It seemed, therefore, to the author that the use of basic lead acetate till it shows a slight alkaline reaction is rather to be recommended as a large mass of inactive material can be removed, though it may effect a small loss of active substance.

According to the experiments of Levene and van der Hoeven the water-soluble B of yeast was precipitated with basic lead acetate as described before.

In view of this relation it is also doubtful whether the water-soluble B of yeast and antineuritic vitamin of rice bran are the same substance.

(III). On the behaviour of the constituents of rice bran obtained by the above fractionation towards precipitants and their colour reactions with several reagents.

The experiments were carried out with 0.1 per cent solution of each fraction and the following reagents were used for precipitation and colour reaction :

1. Precipitation.

- | | |
|--------------------------|---------------------------|
| 1. Phosphotungstic acid. | 5. Dragendorff's reagent. |
| 2. Mercuric chloride. | 6. Meyer's reagent. |
| 3. Mercuric acetate. | 7. Fehling's reagent. |
| 4. Tannic acid. | 8. Nessler's reagent. |

2. Colour reactions:

- | | |
|--|-----------------------------------|
| 1. Folin-Deniges reaction for uric acid. | 8. Weidel reaktion. |
| 2. Folin-Deniges reaction for carbolic acid. | 9. Weyl reaction. |
| 3. Millon reaction. | 10. Ninhydrin reaction. |
| 4. Diazo reaction. | 11. Furfural reaction. |
| 5. Biuret reaction. | 12. Knoop reaction. |
| 6. Kossel reaction. | 13. Wheeler and Johnson reaction. |
| 7. Murexide reaction. | |

Although about 90 fractions obtained by means of lead-baryta process and mercuric sulphate method were tested with these reagents, no special reaction of the antineuritic vitamin was found, but the author believes that the following facts may be helpful on testing any sample for its vitamin content.

1. Phosphotungstic acid. It may be assumed that the sample contains little vitamin when no precipitate is formed by this reagent, but the reverse is not the evidence of the vitamin, because many inactive substances, such as hexoson and purine bases, are also precipitable with this reagent.

2. Mercuric chloride. The vitamin preparations were partially precipitated, but many of inactive fractions were also precipitable with this reagent.

3. Mercuric acetate, tannic acid, and Dragendorff's reagent. Although the active substance was precipitable with these reagents, yet many of other inactive materials were also precipitable. Hence when the negative result is obtained with these reagents it may be considered that the sample contains no vitamin.

4. Meyer's reagent. The vitamin preparations were precipitated with this reagent while the most inactive fractions indicated negative reaction.

5. Folin-Deniges' reagents for uric and carbolic acid. Since the vitamin preparations and the great part of other inactive fractions indicated a positive reaction with these reagents, it seems, therefore, that these reactions are of no use for detection of the vitamin.

6. Diazo reaction. With diazo-benzene-sulphonic acid the vitamin preparations and also many inactive fractions indicated a positive reaction. On the other hand this reaction became more weakly as the vitamin preparations were purified. This reaction, therefore, seems to be caused perhaps by impurities.

7. Millon reaction. With active preparations, only a white precipitate was produced while some inactive fractions indicated a positive reaction.

8. Biuret, Kossel, Knoop, and Wheeler-Johnson reactions. The active prepara-

tions as well as the most inactive fractions indicated negative reaction, accordingly these reactions are of no value for detection of the vitamin.

9. Fehling, Weidel, Weyl and furfural reactions. Almost all the fractions indicated negative reaction. Hence these reactions are, of course, of no use for detection of the vitamin.

10. Murexide reaction. The substances which indicate a positive reaction with this reagent seemed to be impurities.

11. Ninhydrin reaction. While the vitamin preparations indicated a positive reaction, the active substance liberated from its picronate indicated a negative reaction with this reagent. It seems, therefore, to be impurities which indicate a positive reaction with this reagent, but among the other inactive fractions only a few fractions reacted positively. It is considered by the author that the sample may contain a little vitamin when it indicates a negative reaction so far as it was not extremely purified.

12. Nessler's reagent. The vitamin preparations indicated a negative reaction, while some inactive fractions reacted positively.

(IV). On the stimulating properties of the constituents of rice bran obtained by the above fractionation for the Fleischmann's yeast fermentation.

The technique of the testing method was as follows:

A yeast suspension was prepared by shaking 100 cc. of sterile Williams nutritive solution⁷⁾ with a platinum loop-full of a 48 hours pure culture of Fleischmann yeast. 18cc. of sterile Williams nutritive solution was poured into a fermentation tube, then added 1cc. of the yeast suspension and 1cc. of the sample solution to be tested which had been pasteurized perfectly at 60°C. during 3 days. Thus two fermentation tubes were prepared, containing the sample solution; in addition, there was a control with yeast suspension alone. All of the tubes were placed in a incubator at 30°C. until the fermentation was closed and the carbon dioxide produced during this time was estimated.

The following results were obtained with the constituents of rice bran fractionated by utilizing mercuric sulphate as mentioned above:

1. Result obtained with 0.002 per cent solution of each sample.

| No. of frac. | CO ₂ | No. of frac. | CO ₂ | No. of frac. | CO ₂ | No. of frac. | CO ₂ | No. of frac. | CO ₂ | No. of frac. | CO ₂ |
|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| F ₁ | 16.8cc. | F ₁₀ | 0.1cc. | F ₁₉ | 0 | F ₂₈ | 62.3cc. | F ₄₁ | 2.5cc. | F ₄₉ | 2.3cc. |
| F ₂ | 3.8 „ | F ₁₁ | 0 | F ₂₀ | 0 | F ₃₁ | 24.4 „ | F ₄₂ | 31.0 „ | F ₅₀ | 3.5 „ |
| F ₃ | 0 | F ₁₂ | 4.4 „ | F ₂₁ | 0 | F ₃₂ | 58.2 „ | F ₄₃ | 30.2 „ | F ₅₁ | 26.8 „ |
| F ₄ | 20.4 „ | F ₁₃ | 0 | F ₂₂ | 0 | F ₃₄ | 27.2 „ | F ₄₄ | 29.0 „ | F ₅₂ | 27.8 „ |

| | | | | | |
|------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| F ₆ 4.6 ,, | F ₁₄ 29.6 ,, | F ₂₃ 32.2cc. | F ₃₅ 65.1 ,, | F ₄₅ 11.6 ,, | F ₅₃ 46.8cc. |
| F ₇ 43.3 ,, | F ₁₅ 0 | F ₂₄ 25.5 ,, | F ₃₇ 30.1 ,, | F ₄₆ 50.5 ,, | F ₅₄ 43.5 ,, |
| F ₈ 51.3 ,, | F ₁₇ 0 | F ₂₅ 0 | F ₃₈ 26.7 ,, | F ₄₇ 27.4 ,, | F ₅₅ 22.8 ,, |
| F ₉ 37.9 ,, | F ₁₈ 0 | F ₂₇ 62.4 ,, | F ₄₀ 54.9 ,, | F ₄₈ 30.2 ,, | F ₅₆ 0 |

2. Results obtained with 0.002, 0.001, 0.0002, 0.0001, and 0.00005 per cent solutions of the preparations of the vitamin and bios fractions.

| No. of frac. | Concn. of soln. | CO ₂ | No. of frac. | Concn. of soln. | CO ₂ | No. of frac. | Concn. of soln. | CO ₂ |
|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| F ₃₅ | 0.002 % | 65.1cc. | F ₂₇ | 0.002 % | 62.4cc. | F ₂₃ | 0.002 % | 62.2cc. |
| F ₃₅ | 0.001 % | 28.6 ,, | F ₂₇ | 0.001 % | 32.7 ,, | F ₂₃ | 0.001 % | 23.5 ,, |
| F ₃₅ | 0.0002 % | 18.0 ,, | F ₂₇ | 0.0002 % | 15.8 ,, | F ₂₃ | 0.0002 % | 12.0 ,, |
| F ₃₅ | 0.0001 % | 8.5 ,, | F ₂₇ | 0.0001 % | 9.4 ,, | F ₂₃ | 0.0001 % | 10.4 ,, |
| F ₃₅ | 0.00005% | 4.7 ,, | F ₂₇ | 0.00005% | 2.8 ,, | F ₂₃ | 0.00005% | 1.2 ,, |

3. Result obtained with picrate and picroronate of the vitamin preparations.

| Sample soln. | CO ₂ | Sample soln. | CO ₂ |
|--|-----------------|---|-----------------|
| F ₂₇ 0.0002% + Picric acid 0.002% . . . | 16.2cc. | F ₂₃ 0.002% + Picroronic acid 0.002% . . | 62.7cc. |
| F ₂₇ 0.0001% + Picric acid 0.002% . . . | 10.7 ,, | Picroronic acid 0.002% | 0 |
| Picric acid 0.002% | 0 | Picroronate † 0.002% | 0 |
| Picrate* 0.002% | 24.8 ,, | Picroronate † 0.0002% | 0 |
| Picrate* 0.0002% | 7.8 ,, | Residue †† 0.002% | 66.9 ,, |
| Residue** 0.002% | 26.8 ,, | Residue †† 0.0002% | 75.0 ,, |
| Residue** 0.0002% | 0 | Residue †† 0.0001% | 74.3 ,, |
| | | Residue †† 0.00005% | 67.9 ,, |
| | | Residue †† 0.000025% | 21.0 ,, |
| | | Residue †† 0.0000125% | 0.9 ,, |

N. B. * Picrate of 1st vitamin preparation.

** The residue which did not combine with picric acid.

† Picroronate of 2nd vitamin preparation.

†† White residue which did not combine with picroronic acid.

During the above tests, in the controls, gas formation was not observed at all.

Besides the influence of heat and alkaline on the yeast-stimulating properties of the preparations of vitamin and bios fractions were tested and the result showed that the activity of these products did not receive any influence by these treatments.

Conclusion.

It will be observed from these results that the stimulating substances were spread over the most fractions, but the preparations of vitamin and bios fractions possessed especially highly active properties for yeast fermentation.

It is very interesting facts that the picroronate of the antineuritic vitamin preparations does not stimulate fermentation of yeast at all, and further more picroronic acid is indifferent for fermentation, while the white substance which was obtained as the residue not being combined with picroronic acid in preparing picroronate of vitamin preparations, possessed the most active properties for fermentation. In view of these relations the author believes that the antineuritic vitamin of rice bran is inactive for yeast fermentation, and the stimulant of fermentation is a quite different substance from this vitamin, moreover the stimulant is not a single substance, has rather a multiple nature, as pointed out by Fulmer⁸⁾, Miller⁹⁾ and Deas¹⁰⁾. Of course, beyond all doubt it is clear that the estimation of antineuritic vitamin by utilizing the stimulation of yeast fermentation is not reliable.

(V). Summary.

1. The antineuritic vitamin of rice bran was precipitated with lead acetate and baryta in a slight alkaline reaction from the solution obtained by decomposing the activated Japanese acid clay with baryta, or from the watery extract of rice bran after purified with alcohol and subsequent removal of impurities by lead acetate.

2. It was ascertained that the phosphotungstate of the antineuritic vitamin of rice bran is soluble in dry acetone. This fact is just contrary to the result obtained by Funk. It is suggested, therefore, by the author that the antineuritic substance of yeast and rice bran is not identical.

3. On utilizing this lead-baryta method and the solubility of phosphotungstate of the vitamin in dry acetone the author has obtained a intensively active preparation. Doses of 5 mg. were effective to cure polyneuritic pigeons.

4. A crystalline, inactive substance for pigeons with formula $C_{10}H_8NO_4$ but having a bios character was isolated from rice bran.

5. The antineuritic vitamin was precipitated with mercuric sulphate from the watery extract of rice bran, acidified with sulphuric acid. This is also contrary to the results obtained by Myers and Voegelin as well as Peters and Kinnorsley. From this point the author can say that it is doubtful whether the antineuritic substance in yeast and rice bran is identical.

6. On fractionating the mercuric sulphate precipitate, very highly active preparations were obtained from the histidine fraction. Doses of 5 mg. of these products were sufficient to cure pigeons suffering from polyneuritis.

7. A picrate of active substance melting at $198^{\circ}C$. and having the composition $C_{19}H_{32}N_6O_7 \cdot C_6H_8N_3O_7$ was obtained. This picrate effected a rapid cure in neuritic

pigeons with doses of 5 mg.

8. A crystalline and an amorphous picroronate were prepared from the active products. The former decomposed at 320°C. and had the composition $C_{14}H_{10}N_6O_{10}$. $C_{10}H_8N_4O_6$, while the latter melted at 204°C. and had the composition of $C_{10}H_8N_4O_7$. $C_{10}H_8N_4O_6$. Both picroronates were found to be effective with doses of 5 mg. for neuritic pigeons.

9. The author succeeded to isolate extremely active substances for yeast fermentation from the vitamin and bios fractions but these were inactive for pigeons. It is quite clear that this stimulant is of a multiple nature.

10. It was confirmed that the antineuritic substance of rice bran is inactive for yeast fermentation.

11. Although more than 20 reactions were tested on about 90 fractions obtained by utilizing lead-baryta and mercuric sulphate methods, yet there was no special reaction of the vitamin found.

In conclusion, the author wishes to express his best thanks to Dr. K. Nishizaki, the Director of the Laboratory, for his constant encouragement and the facilities which he so kindly extended to the author. He is also indebted to Mr. Y. Hattori for his earnest assistance throughout this work, further he has to thank to Messrs. G. Yamazaki, S. Kawashima, T. Utsugi, K. Tsutsumi, S. Hanaoka, S. Hayatsu, S. Maruta and K. Akiyama for their help in the experiments of this work.

References.

- 1) Y. Kinugasa and Y. Hattori, Bull. Imperial Hyg. Lab. No. 18, 73, 1922; No. 23, 29, 1924; J. Pharm. Soc. Japan, No. 486, 671, 1922; No. 508, 469, 1924.
- 2) C. Funk, Bioch. Bull. 5, 1—16, 1916; U. S. P. 1162908, Dec. 7, 1916.
- 3) P. A. Levene and B. J. C. van der Hoeven. J. Biol. Chem. 61, 429—43, 1924; 65, 483—9, 1925.
- 4) C. Funk, J. Physiol. 45, 75—81, 1912.
C. Funk and H. E. Dubin, J. Biol. Chem. 44, 487—98, 1920.
- 5) C. N. Myers and C. Voegtlin, J. Biol. Chem. 42, 199—205, 1920.
- 6) B. A. Peters, Bioch. J. 18, 858, 1924.
H. W. Kinnersley and B. A. Peters, Bioch. J. 21, 777—90—1927.
- 7) R. J. Williams, J. Biol. Chem. 42, 259—65, 1920.
- 8) E. I. Fulmer, W. W. Ducker and V. E. Nelson, J. Amer. Chem. Soc. 46, 723—26, 1924.
- 9) E. W. Miller, Science, 59, 197, 1924.
- 10) J. Deas, J. Biol. Chem. 61, 5, 1924.

(September, 1927)

2. Toxikologische Untersuchungen über „Licht“ (harzsaures Wismut), ein Konservierungsmittel der alkoholischen Getränke. Von *M. Kubota, T. Suda, E. Ichinokura* und *H. Nozoe*.
(April, 1927)

3. Comparison of the various methods for determination of fat in milk. By *Y. Kinugasa, S. Ikeda, K. Tsutsumi* and *K. Ito*.

A survey has been carried out of the methods of Gotlieb, Adams, Ritthausen, Gerber and Babcock for determination of fat in milk, and the results obtained are summarized as follows:

1. The fat value obtained with Gerber's process agrees to those of the other three accurate gravimetric methods.
2. Gerber's method is, therefore, most suitable as the official method to be adopted in the ordinance of the Home Office for determination of fat in whole milk on the regulation of milk.
3. Babcock method may be utilized instead of Gerber's though the former seems to be a little inferior in accuracy to the latter.
5. When the fat contained in skimmed milk is more than 1 per cent it can be determined with Gerber's butyrometer or Babcock bottle for whole milk, but in the case of less than 1 per cent, especially when it is less than 0.5 per cent, the fat value obtained with those is very inaccurate.

(June, 1927)

4. Toxikologische Untersuchungen über den „Titanox“. Von *M. Kubota* und *H. Nozoe*.
(Juni, 1927)

5. Toxikologische Untersuchungen über „Derris-Seife“. Von *M. Kubota, G. Matsushima, E. Ichinokura* und *S. Katayama*.
(November, 1927)

6. Effect of furacrylic acid, para-aminoazobenzene and a few other preservatives on the preservation of soy. By *Y. Kinugasa* and *Y. Hattori*.
(January, 1928)

7. Toxikologische Untersuchungen über die Furakryl- und Zimmtsäure. Von *M. Kubota* und *E. Ichinokura*.
(Dezember, 1927)

8. Zur Frage der Bakterienmenge bei Chlorung des Trinkwassers.

Von *R. Sato*.

(Februar, 1927)

9. Bakteriologische Untersuchungen über die käuflichen Milchsäurebakterienpräparate. Von *R. Sato, R. Konishi, D. Kawabata, K. Hayashi* und *T. Hiroha*.

(Februar, 1928)

10. Zur Desinfektionswirkung der Kresolseifenlösungen. Von *R. Sato, D. Kawabata, K. Hayashi* und *T. Hiroha*.

(Februar, 1928)

11. Über die Güte der Kresolseifenlösungen. Von *U. Konno* und *T. Otake*.

(Februar, 1928)

12. On the detection of methyl alcohol in ethyl alcohol, alcoholic beverages, tinctures, etc. By *Y. Kinugasa, Y. Hattori* and *K. Akiyama*.

On surveying the various methods proposed for detection of methyl alcohol, especially comparison of sensivity and suitability of the official method adopted in Ordinance No. 18, 1910, the Home Office, U. S. Pharmacopoeia test as well as Reif¹⁾ and Wright²⁾ methods for methyl alcohol test, the following method is suggested by the authors to be most suitable and practicable for detection of methyl alcohol in rectified spirit, alcoholic beverages, tinctures and other spirituous preparations:

With liquids, containing more than 20 per cent but less than 60 per cent of alcohol use 10cc.; with liquids, containing less than 20 per cent of alcohol use 20cc.; with liquids, containing more than 60 per cent of alcohol use 10cc. and dilute it with water to 20 cc.

Measure a suitable quantity of the sample into a 50cc. distillation flask and connect a small glass tube with length of 75 cm. which is bent two times nearly at right angles (25+25+25), with the neck of the flask as a condenser, according to Reif's process¹⁾. With wines or the other samples which are distinctly acid, the acidity should be neutralized by adding 0.1—0.5 g. of precipitated calcium carbonate to the flask. Distil carefully 1cc. into a small test-tube surrounded by ice water, using a small flame, in order that the last vertical part of the condenser is not heated by the distillate. Place 0.1cc., 0.2cc. and 0.3cc. of the distillate into three test-tubes respectively, fill each to 5cc. with water, add 0.4cc. of 50 per cent sulphuric acid and 5cc. of 1 per cent solution of potassium permanganate. Allow the mixture

to stand for 2 minutes; decolorize by adding 1cc. of 8 per cent solution of oxalic acid followed by 1cc. of concentrated sulphuric acid. Then to the liquid add 5cc. of fuchsin-sulphurous acid solution and mix well. If methyl alcohol is present in the sample a violet or violet-red colour is developed in one or two hours. When the sample contains spontaneously a very small quantity of methyl alcohol or gives naturally a similar colour reaction with fuchsin-sulphurous acid, such as lees-brandy, fruit-wine and some tinctures, to the above oxidized solution, after being decolorized with oxalic acid, add 2cc. of concentrated sulphuric acid instead of 1cc. of it before mixing fuchsin-sulphurous acid solution.

Fuchsin-sulphurous acid solution is prepared as follows:

Dissolve 0.1g. of crystalline fuchsin in 88cc. of water, and add 0.7g. of sodium bisulphite. After standing for one hour add 25 drops of concentrated hydrogen chloride. This solution should be colourless or a slightly yellowish.

(February, 1928)

- 1) G. Reif, Ztschr. f. Unters. d. Lebensm. **51**, 262, 1926.
 - 2) L. Wright, Ind. Eng. Chem. **19**, 751, 1927.
-