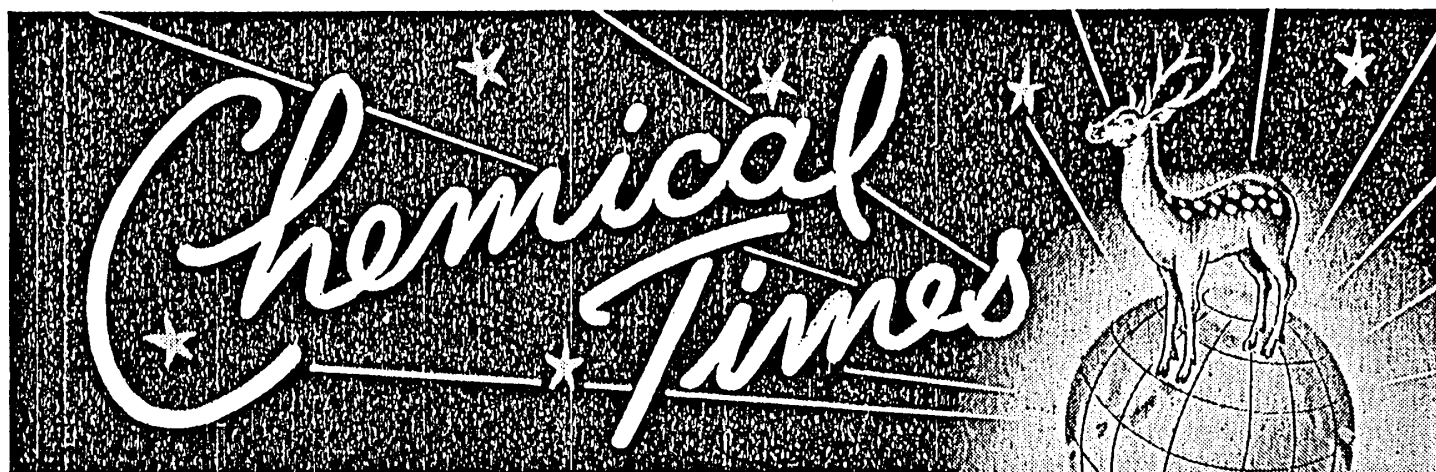




SPECIAL REAGENTS No.4

HALOGENS, ALKYL AND ARYL

Ethanolamine

HEMOGLOBIN

Benzidine

HYDROCYANIC ACID

Benzidine Acetate

HYDROGEN PEROXIDE

Diphenylcarbazide

o-Tolidine

o-Toluidine

Xylidine

HYDROGEN SULFIDE

Dimethylaniline

Dimethyl-*p*-phenylenediamine

Diphenylcarbazide

p-Phenylenediamine

HYDROXY COMPOUNDS

α -Naphthyl Isocyanate

p-Nitrobenzyl Bromide

Phenacyl Bromide

Phenyl Isocyanate

INDIUM

Alizarin

8-Hydroxyquinoline

Quinalizarin

INDOXYL

Thymol

IODIDES AND IODATES

Pyrrole

o-Tolidine

IRIDIUM

Benzidine

Cupferron

m-Phenylenediamine

IRON

Acetylacetone

Alloxan

Alloxantin

Cupferron

Dibenzylamine

Diphenylcarbazide

α, α' -Dipyridyl

Hexamethylenetetramine

8-Hydroxyquinoline

Nitroso R-Salt

o-Phenanthroline

Phenylglyoxaldioxime

7-Iod-8-hydroxyquinoline

-5-sulfonic Acid

Salicylic Acid

Sulfosalicylic Acid

Thioglycollic Acid

KETONES

2,4-Dinitrophenylhydrazine

4,4-Diphenylsemicarbazide

p-Nitrophenylhydrazine

Phenylhydrazine

Semicarbazide HCl

Thiosemicarbazide

LANTHANUM

Aluminon

Benzylamine

8-Hydroxyquinoline

LEAD

Dimethylglyoxime

Diphenylcarbazide

Dithizone

Salicylaldehyde

p, p'-Tetramethyldiaminodiphenylmethane

LITHIUM

8-Hydroxyquinoline

MAGNESIUM

ETA

8-Hydroxyquinoline

Titan Yellow

Violuric Acid

MANGANESE

Dimethyl-*p*-phenylenediamine

Formaldioxime

p, p'-Tetramethyldiaminodiphenylmethane

ケミカルタイムス 第14号 目次

特殊試薬 No.4	表紙
フェニルフルオロンによる Ge の比色定量	馬場英夫 230
貴金属類の有機試薬チオミヒラーケトン	坂口・田口 233
覚せいアミン剤の検出法	長沢 佳徳 235
ハルミンの合成について	水谷 三郎 237
鹿規格 V	240
濃度・規定度・比重表 (I)	241

☆

☆

14

昭和二十九年八月一日印刷発行

支社 大阪市東区瓦町三ノ一電 北浜三ノ一六七二

発行所 ケミカルタイムス社

編集者 斯之茂

(代筆)

フェニールフルオロンによるゲルマニウムの比色定量

電気通信研究所 馬場 英夫

1) 緒言

トランジスター材料としてゲルマニウムの重要性が認識され、国内資源の開発が俄に注目されて来た。それに伴い原料中の微量のゲルマニウムの定量分析方法の確立が問題になり、我国に於ても種々の方法が検討された。一般に原料と見做される石炭又は灰塵等に含まれるゲルマニウムの量は非常に微量であるから、比色法が最も有利とされてゐる。比色法としてはモリブデン酸錯塩を作り還元して発色させるもの、ヘマトキシリンを用いるもの等があるが、フェニールフルオロンを用いてピンク色のゲルマニウムとの錯塩を作つて比色する方法が種々の点で有利である。フェニールフルオロンによる分析方法については H. J. Cluley の報告があり、発色錯塩の安定性などについては東北大学岡教授の詳細な研究がある。フェニールフルオロンは国産品は二三の試作品がある程度で、専ら外国品が用いられているが最近関東化学製のものを入手したのでその結果を述べる。

2) 試薬および装置

フェニールフルオロンは関東化学製のもので硫酸酸性にしたアルコールに容易に溶け、0.03% 溶液として用いる。安定剤として 0.5% のアラビヤゴム溶液を試料溶液に加え錯塩の凝集沈澱を防ぐ。

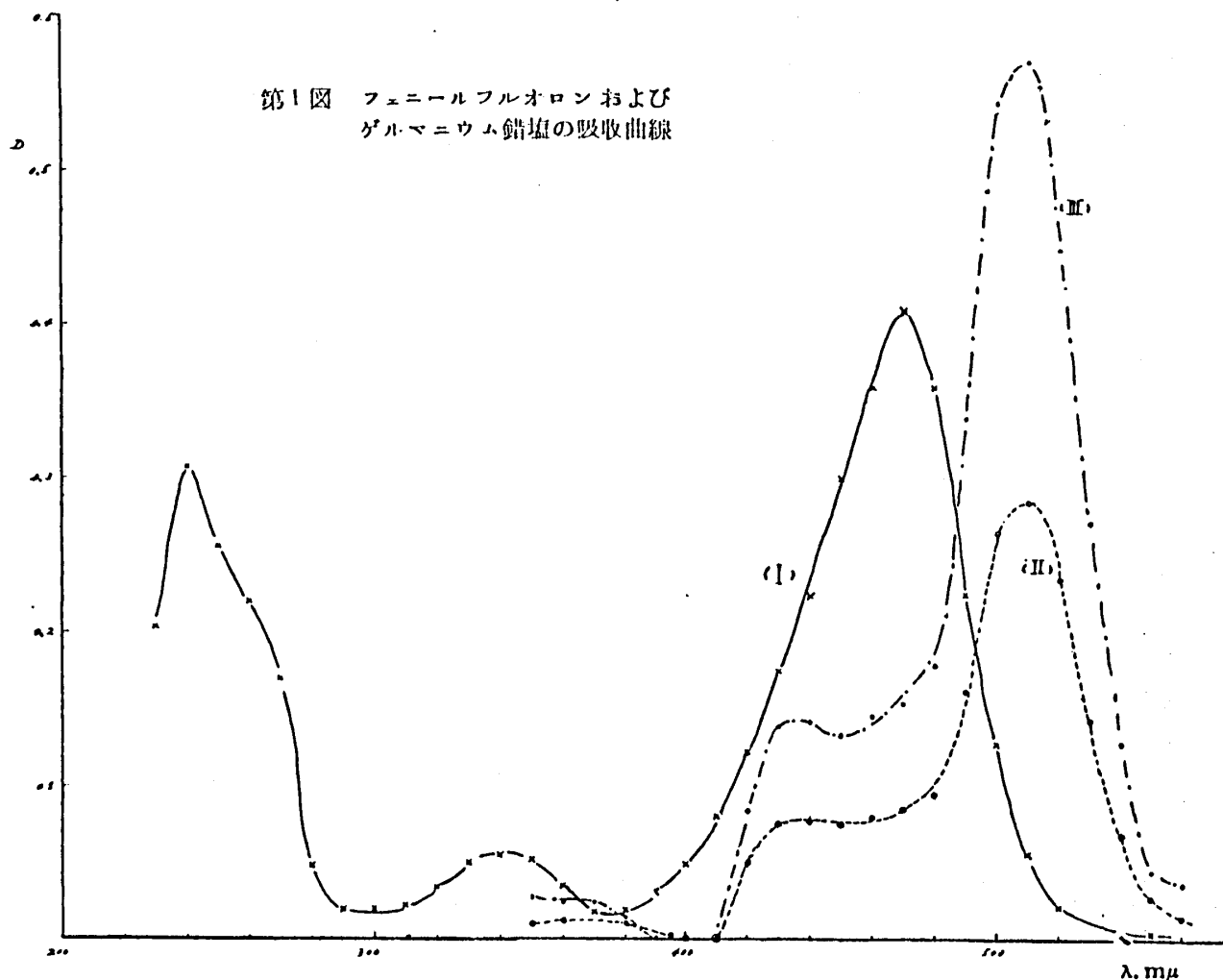
酸化ゲルマニウムはドイツ Otavi 製の 99.99% の高純度のものを用いた。

装置は島津製作所製分光光度計を用いた。

3) フェニールフルオロンおよびそのゲルマニウム錯塩の吸収曲線

フェニールフルオロンのアルコール溶液の吸収曲線は第1図曲線(I)に示す如く $240m\mu$ および $470m\mu$ に大きな吸収を有する。曲線(II)(III)はゲルマニウム・フェニールフルオロン錯塩の吸収曲線で(II)は $Ge\ 0.405\gamma/ml$ (III)は $Ge\ 0.810\gamma/ml$ で何れも $510m\mu$ に吸収の極大を有する。同図より分る様にフェニールフルオロンの吸収

第1図 フェニールフルオロンおよびゲルマニウム錯塩の吸収曲線



とゲルマニウム錯塩との吸収が一部重なり、而も錯塩の吸収曲線は相当 sharp であるから測定に際しては波長を正確に押えないと誤差が大きくなる。又フィルターを使う光度計では $510\text{m}\mu$ が得られないものでは $510\text{m}\mu$ より長波長の部分を用いた方が正確な値が得られることが分る。

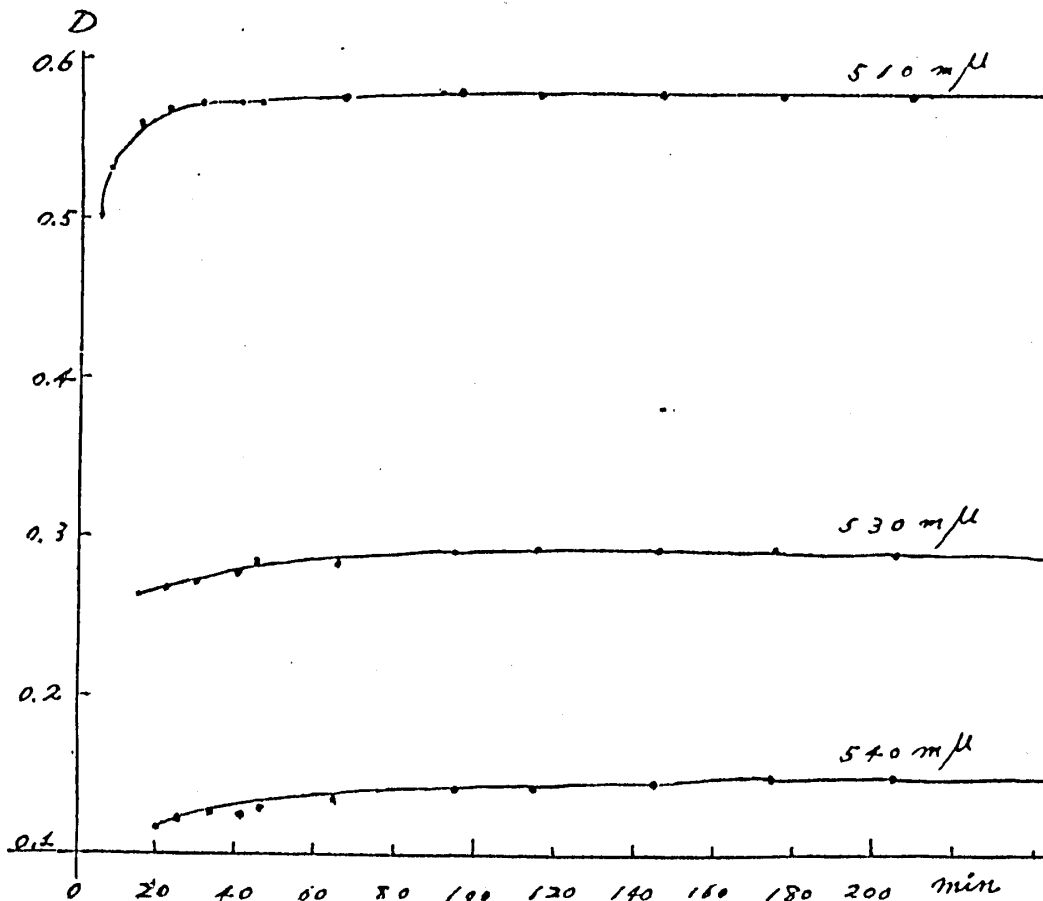
4) 吸光度の時間による変化

フェニールフルオロンを加えてから完全発色までの時間は塩酸濃度により変化し濃度が高い程一般に遅くなる。また試薬により完全発色より時間の経過と共に沈澱が凝縮して吸光度が減少することが指摘されて居り、これは分析上重要な問題である。岡教授の研究によれば4種類のフェニールフルオロンについての結果米国の Consolidated Midland Corporation 製のものは発色後約30分から5時間までの間吸光度は何等変化が認められなかつたが、他の3種では時間と共に吸光度が変化し、短波長側では吸光度は減少し、長波長側では増大している。吾々の用いたフェニールフルオロンの吸光度の時間的变化は

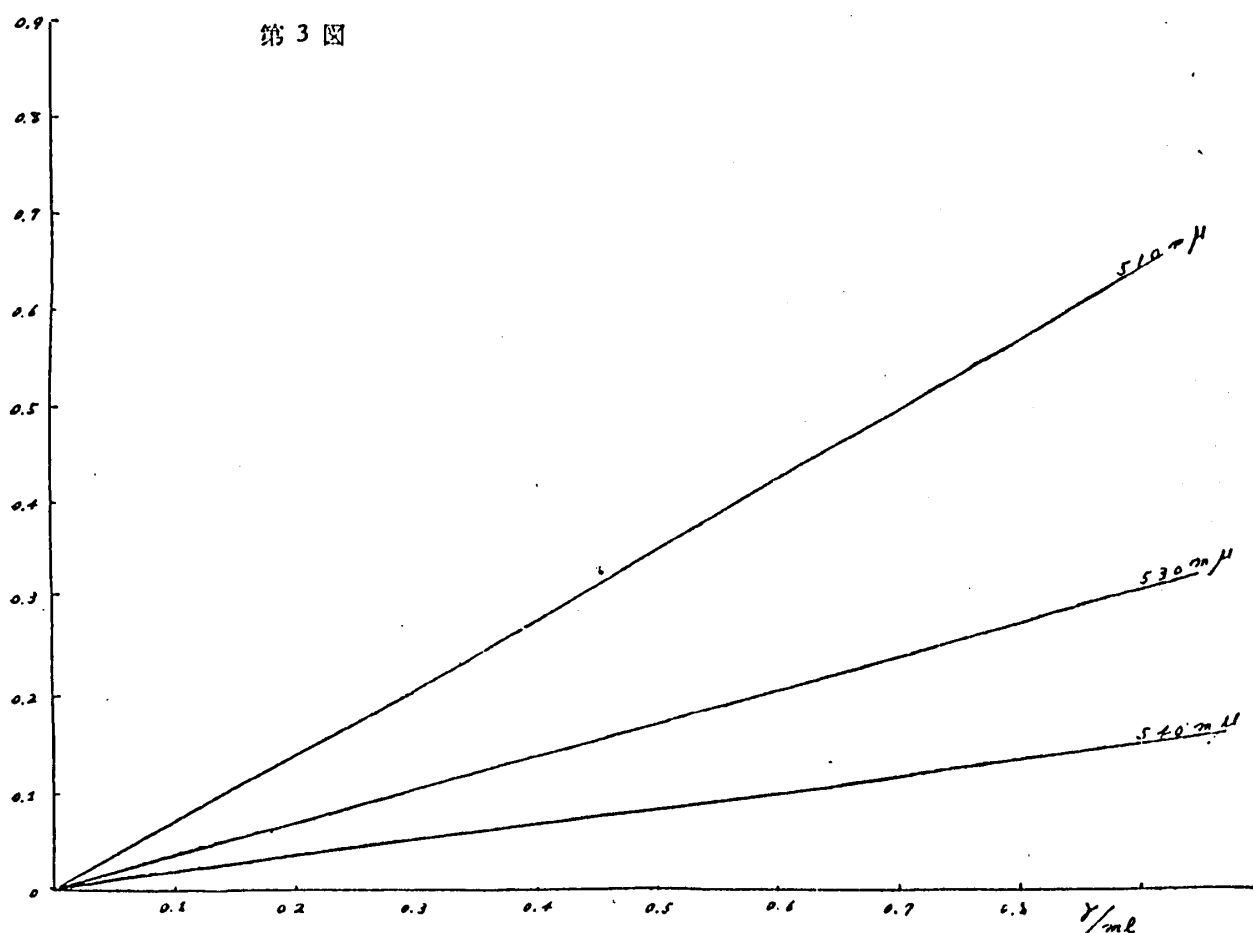
第2図に示す様に $510\text{m}\mu$ では1時間で完全発色し、4時間は吸光度に変化が認められなかつた。長波長側になるに従つて吸光度が一定になるまでの時間が長くなるが、吸光度は或時間後には一定し減少は認められなかつた。従つて、このフェニールフルオロン試薬の場合は測定は $510\text{m}\mu$ を選ぶのが錯塩の吸収曲線からも時間的变化からも、最も有利でありフェニールフルオロン添加後1時間～5時間の間に測定すれば充分満足すべき結果が得られる。

5) 検 量 線

純粋な GeO_2 を正確に秤量し、アルカリ熔融し硫酸酸性として希釈して1ml中に 10.13γ Geの濃度とし、これを標準溶液とした。この0.5～4ccを採り20mlに予めこれに0.5%アラビヤゴム溶液5ml, 12N塩酸5mlを加えさらにフェニールフルオロンの0.03%アルコール溶液15mlを添加し全量を50mlとして約2時間放置後測定した。結果は第3図に示す様に充分満足し得るものと認められる。



第3図



文 献

- 1) 光電分光光度計による比色法の研究 (第8報)
「フェニルフルオロンによるゲルマニウムの定量」
岡 好良 菅野卓治 松尾茂樹
志波 肇
東北大 選鉱製錬研究所彙報 9 No.2 199 (1954)

- 2) Analytical Methods for Germanium
Horatis H. Krause and Otto H. Johnson
Anal. Chem. 25 No.1 134 (1953)
- 3) The Determination of Germanium
H. J. Cluley Analyst 76 523 (1951)

新 発 売 !



フェニルフルオロン

1g
10g

ゲルマニウム定性定量用としてのフェニルフルオロンは発売
以来各地より好評を得ております。外国品より安価で而も優秀
な精度を持つ鹿印フェニルフルオロンを御指定下さい。



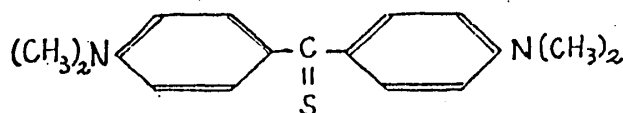
貴金屬類の有機試薬 Thio-Michler's Ketone

千葉大学薬学部 坂口 武一・田口 清水

Au, Pt, Pd, Ag, Cu, Hg 等に撰取的に呈色するものとしては *p*-Dimethylaminobenzylidene-*o*-hydroxyaniline の他二三を算えるにすぎない。¹⁾ Thio-Michler's Ketone もほぼこれと同様な呈色をなし、可成高感度であることが発表されている。²⁾

今回は Analytical Chemistry³⁾ に記せられている内容のあらましと、我々が実験した事、特にペーパークロマトグラフィーの呈色試薬として使用すれば一斉に上記イオンの定性分析が行えることが分つたのでそれらについて記すことにする。

Thio-Michler's Ketone (4,4'-Dimethylaminothiobenzophenone) は赤紫色の短針状結晶で、m. p. 200 ~ 204°C エチルエーテル、クロロホルム、アセトンに溶けエチルアルコール、メチルアルコールに難溶、水に不溶で



4,4' - Dimethylaminothiobenzophenone.
(Thio-Michler's Ketone)

ある。結晶状態では安定であるが、溶液状態では不安定であり特に光に対して弱く、試液は遮光して貯えねばならない。

【感度】

金属鹽溶液 10ml に遊離酸を除くため 10% 酢酸ナトリウム 1ml を混じ、これに 0.1% Thio-Michler's Ketone acetone 溶液 1 ~ 2 滴加え、暫くして変色を見る。この方法で各イオンの感度をしらべると。

金属イオン	感度	呈色
Hg ²⁺	1:5,000,000	青紫赤色(二色性)
Ag ⁺	1:5,000,000	赤紫色
Cu ⁺	1:1,000,000	橙赤色
Au	1:1,000,000	青紫色
Pt	—	赤紫色
Pd	1:10,000,000	赤紫色

であつた。尙呈色しない金属イオンは

Pb, Cd, Bi, As, Sb, Sn, Os, Rb, Co, Cr(II), Mn(II), Ni, Ca, Ba, Sr, Zn, Zr, Th, UO₂(II), Fe, Al, Na, K 等である。遊離酸は障害する。

【Spot Test】

濾紙上の Spot Test では溶液の時より呈色が明瞭である。濾紙に検液を点じアンモニアガスをかざすか、10% 酢酸ナトリウムをスプレーして中和し 0.05% Thio-Michler's Ketone の Acetone 溶液をスプレーすると、前

記金属に特異的な呈色が見られる。Back ground は黄色である。

アンモニアの過剰は呈色を阻害する。特に Cu に於いてはそれが明瞭である。

【応用法】

① 比色定批法

Hg(II) との青紫赤色の呈色物はエチルエーテルに不溶であり、それに反して試薬は易溶であるので過剰の試薬をエチルエーテルで抽出して呈色物の比色が行える。

銀、銅の呈色物はエチルエーテルに溶けるのでこの様な方法は行えない。

検液 10ml に氷酢酸 1 部と 10% 酢酸ナトリウム 2 部との混液 0.2ml を加え 30ml の分液漏斗に入れ 0.1% Thio-Michler's Ketone の Acetone 溶液を滴加し変色が止つてから尙数滴過剰に加え、10分間放置して反応を完結させてから、エチルエーテル 6ml を加え振盪し未反応の試薬を抽出する。

水層部を適当な比色計で 570mμ にて比色する。

② 容量分析法

Hg²⁺ は CN⁻ と強い結合をするので Hg²⁺・Thio-Michler's Ketone は CN⁻ により Hg²⁺ を奪い青紫赤色から黄色に変じてしまう。それ故 Thio-Michler's Ketone を Indicator として使用すれば Hg²⁺ を KCN にて滴定することができる。逆に CN⁻ を HgCl₂ で滴定することもできる。滴定は酢酸ナトリウムアルカリ性で行い M/100 ~ M/1000迄滴定が行える。

③ ペーパークロマトグラフィーによる定性分析

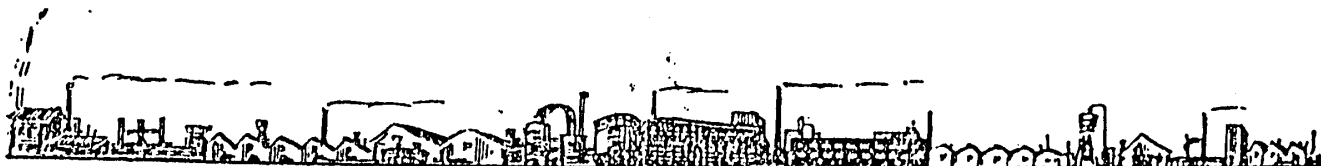
Ag⁺, Cu²⁺, Hg²⁺, Pt⁴⁺, Pd⁴⁺, はペーパークロマトグラム展開後 Thio-Michler's Ketone をスプレーすれば一斉に各イオンの定性分析が行える。

先ず 2 × 40cm の濾紙 (東洋濾紙 No. 50) の一端から 5cm ほどの所に検液を附し、展開溶媒⁴⁾として 2.5N 硝酸と 1.5N 塩酸の等容混液を n-ブチルアルコールに飽和させたものを使用する。

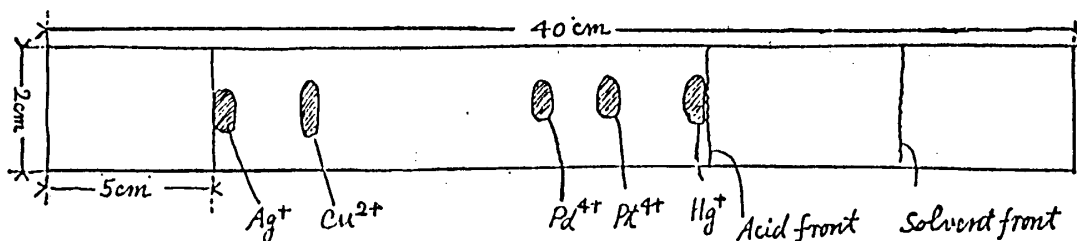
遮光下 (黒紙でシリンドラーを覆う) 20 ~ 30cm 展開し、暗所で風乾する。アンモニアガスで中和後暫く放置して 0.05% Thio-Michler's Ketone をスプレーする。

Rf 値は大体

Ag ⁺	Rf = 0 ~ 0.03
Cu ²⁺	Rf = 0.12 ~ 0.14
Pd ⁴⁺	Rf = 0.45 ~ 0.48
Pt ⁴⁺	Rf = 0.54 ~ 0.56
Hg ²⁺	Rf = 0.7 (acid front) である。



Ag⁺の呈色は赤色であるが光にさらすと黒色になるの | で展開後なるべく遮光すべきである。



〔参考文献〕

(1) Fritz Feigl "Spot Test Vol I". (1954)

(2) Bernald Gehauf et al Anal. Chem. 22, 498 (1950).

(3) 田村 分析化学 1, 197 (1952).

訂正: 上図の Hg⁺ は Hg²⁺ の誤り。

新試薬 チオミヒラーケトン



パラジウム, 銅, 水銀, 金, 銀, 白金等の分析試薬で特に
ペーパークロマトグラムに安定な発色を示します。

ヒ素の試薬

N-ETHYL-8-HYDROXYTETRAHYDROQUINOLINE

C₁₁H₁₅ON

Karin A

性質

水に溶け易い白色結晶で m.p. 76°C

検出法

亜ヒ酸塩として存在する検液を調製しコシ紙上に点滴したのち、濃塩酸1滴で漏らす。カリンA水溶液(0.5%)および塩化第二鉄溶液(1%)の各1滴を滴加し、注意して加温する。As存在すれば赤褐色を呈する。1 ml. 中 0.1γ の濃度で 0.0006γ の As を検出できる。

Hg, Pb および Cu は障害する。Ca, Sr, Ba, Al, Cr, Co, Ni, Bi, Sb およびヒ酸塩は妨害しない。

有機質の存在する場合の検出は先づ濃硫酸の存在に於いて過酸化水素水で処理したのち、硫酸ヒドラジンを加えてヒ酸塩を亜ヒ酸塩とする。

1. K. Bedall and O. Fisher; Ber. 14, 1368 (1881).

2. O. Fischer; Ber. 16, 717 (1883).

3. W. Reppmann; Z. Anal. Chem. 99, 180-82 (1934). C.A. 29, 5037 (1935).

ルテニウムの試薬

PHENYLTHIOSEMICARBAZIDE

C₈H₅·NH·NH·CS·NH₂

白色結晶で融点 200~201°C. (1 部分解) 水, エチルエーテル, クロロホルム等に僅に溶け, 熱エチルアルコールによく溶ける。

重金属に対する反応はつぎの通りである。

重 金 属	反 応	検 出 限 界
Ni ... NaOH 溶液	暗 緑 色	9.8 × 10 ⁻⁶
Co ... NaOH 溶液	緑 色	9.8 × 10 ⁻⁷
Co ... NH ₄ OH 溶液	緑色沈デン	
Cu ... HCl 又は HAc	深 青 色	3.2 × 10 ⁻⁷
Pt ... Na ₂ CO ₃ 溶液	深 緑 色	2 × 10 ⁻⁶

またルテニウムの定量に使用されチオ尿素の反応より鋭敏であると云はれている。

1. F. Feigl, Oesterr.; Chem.-Ztg. 26, 85 (1923).

2. F. Feigl, Oesterr.; Chem.-Ztg. 30, 13 (1927); C.A. 21, 1077 (1927).

3. 内藤, 鈴木; 薬学雑誌 56, 807-11 (1936); C.A. 33, 71 (1939).

4. E.B. Sandell; Colorimetric Determination of Traces of Metals, p. 389, Interscience, New York (1944).

5. 内藤; Chemical Times Vol.9 (1952).



覚せいアミン剤の検出法

国立衛生試験所 長 沢 佳 熊

まえがき

覚せいアミン剤として主に使用されているのはプロバミン (1-Phenyl-2-aminopropane), メチルプロバミン (1-Phenyl-2-methylaminopropane) で最近エフェドリン (Ephedrine) をそれらの覚せいアミンに混和した製剤がでてきたのでそれらの検出法が必要となつた。つぎにそれらの検出法を整理し有用なものを挙げてみる。

一般に横行している覚せい剤は純末の場合より散剤、錠剤特にアンプル剤が多いのでなるべく微量でしかも正確に判断できる方法が望ましく、それにはつぎの方法によるのがよい。

①はプロバミン, ②はメチルプロバミン, ③はエフェドリンの鑑別に供する。試料が余分にあるときは④のプロバミン, メチルプロバミンおよびエフェドリンに共通な方法, プロバミン, メチルプロバミンの反応等を行うのもよいが, これら④の方法は①②③の方法等程特異性鋭敏性が無いので参考程度の価値しか無い点を留意する必要がある。

① プロバミンの検出法¹⁾ (国立衛試法)

検液 (註1) 1~2 滴に 5% ニトロプルシッドナトリウム溶液 1 滴, アセトン 1 滴および重炭酸ナトリウム粉末 20~30mg を加え 60°C. で 30 秒間加温する。試料がプロバミンであると検体量に應じ直ちにまたは 1~2 分後に赤紫色~紅紫色 (註2)

プロバミン硫酸塩確認限度……50γ

(註1)

- I 注射液の場合はそのまま試料とする。
- II 散, 錠剤の場合は水にとかし, 炭酸ナトリウムアルカリ性としてエーテル抽出し, そのエーテルエキスについて試験する。
- III 純末の場合はその微量に水 1 滴を加えて試料とする。

(註2)

- I この方法は脂肪族一級アミンの呈色反応²⁾で他の脂肪族一級アミンおよびアミノ酸も同様に呈色するから注意を要する。
- II メチルプロバミン, エフェドリンは淡橙色を呈する。

② メチルプロバミンの検出法³⁾ (青木法)

検液 (註3) の 1~2 滴に 20% 炭酸ナトリウム溶液 1 滴 50% アセトアルデヒド溶液 1 滴および 1% ニトロプルシッドナトリウム溶液 1 滴を加える。試料がメチルプロバミンであると検体量に應じ, 直ちにまたは数分以内に青~青藍色 (註4) を呈する。

メチルプロバミン硫酸塩確認限度……10γ

(註3)

- I 注射液の場合はそのまま試料とする。
- II 散, 錠剤の場合はその粉末としたものの少量をそのまま試料とするか, 水に溶かし, 炭酸ナトリウムアルカリ性としてエーテル抽出し, そのエーテルエキスについて試験する。
- III 純末の場合は, その微量に水 1 滴を加えて試験する。

(註4)

- I この方法は脂肪族二級アミンの呈色反応³⁾で他の脂肪族二級アミンも同様に呈色するから注意を要する。
- II プロバミン, エフェドリンは赤褐色~紅紫色を呈する。エフェドリンは脂肪族二級アミンであるがアルカミンの構造をとるため呈色 (青色~青藍色) しない。
エメチン, ホルデニンは青色を呈する。

③ エフェドリンの検出法 (国立衛試法)

検液 (註5) の 1~2 滴に 1% ニヒドリンアルコール溶液 2 滴, ビリジン 1 滴を加え沸騰水浴中で最大濃色が得られるまで加熱する。試料がエフェドリンであれば紫色 (註6) を呈する。

(註5)

メチルプロバミンの項 (註1) に準ずる。

(註6)

- I この方法はアミノ酸の呈色反応で, 一般のアミノ酸も呈色するから注意を要する。
- II プロバミン, エフェドリンは淡褐黄色~褐色を呈する。エピレナミンは紫色を呈する。

④ その他の検出法

(1) 次亜臭素酸ナトリウム-ビリジン法⁴⁾ (国立衛試法)

検液の 1 滴 (70~1000γ の試料を含有) に次亜臭素酸ナトリウム試液 (註7) 1 滴, ビリジン 2 滴, を加えて小火炎で加熱する。プロバミン, メチルプロバミンおよびエフェドリンは赤色~紅色 註8 を呈する。

(註7)

水酸化ナトリウム 1.1g を水 40cc に溶かし, これに臭素 1g を加えて溶かし, 必要ならば過する。

(註8)

この反応はアミノエチル基の反応なのでアンチピリン, アミノピリン, フェノバルビタール等のアミン類が呈色するから注意を要する。



(2) コバルト・ロダニド法¹⁾ (青木法)

検体溶液 5cc に定規炭酸ナトリウム溶液 1cc およびクロロホルム 6cc を加えて 5 分間振りまぜ、クロロホルム層を通過し、これにコバルト・ロダニド試液 (註9) 1cc を加え 1 分間振りまぜると青色 (註9) を呈する 0.03~0.2 % 濃度でも呈色する。

(註9)

塩化コバルト (または硝酸塩、硫酸塩) 24g と硫シアン化アンモニウム 35g を水に溶かして 100cc とする

(註10)

ジアルキルアミノ基の反応¹⁾なのでメチルプロバミンに限らず、抗ヒスタミン、局所麻酔剤の多くが同様に呈色するから注意を要する。

(3) 赤血塩-ニトロプルシッドナトリウム法¹⁾

(国立衛試法)

試料の小量またはその 2 滴に 5 % 赤血塩溶液 1 滴、5 % ニトロプルシッドナトリウム溶液 1 滴および 2 定規炭酸ナトリウム溶液 2 滴を加え小試験管の底部が水面に少し浸る程度に試験管を水浴につけて、ときどき振りまぜながら 80°C で 60~90 秒間加熱後、塩酸 6 滴 1 % フェニルヒドラジン溶液 1 滴を加え、再び 80°C で 15 秒間加熱しその過剰の呈色を見る。試料がメチルプロバミンであれば橙色~赤色 (註11) を呈する。

メチルプロバミン塩酸塩確認限度……150 γ

(註11)

この方法はメチルプロバミンの N メチル基をホルム

アルデヒドとして検出する方法である。アミノピリンがやゝ類似の呈色を行うから注意を要する。

(4) ニトロ化法¹⁾ (岡崎法)

試料 0.5mg を試験管にとり硝石 0.1g と濃硫酸 10 滴を加え、水浴上に 10 分間加熱し、冷後水 30cc で稀釈しクロロホルムで抽出し、クロロホルム抽出残渣をアセトン 2cc に溶かし、10 % 水酸化ナトリウム溶液 1~2 滴を加えると紅紫色を呈し、約 7 分間後、美麗な紫色に変ずる 25 γ でも充分呈色する。 (註12)

(註12)

I この方法はフェニル核の呈色反応であるから覚せいアミン剤に特有の反応ではないので注意を要する。

II 覚せいアミン類の呈色を示す。() 内の最初は直後の呈色、つぎのものは数分後の呈色を示す

プロバミン	(紅紫→紫色)
メチルプロバミン	(無色→帯黒紫→紫色)
エフェドリン	(紅紫→紅紫色)
エピレナミン	(淡黄→淡黄色)

文 献

- 1) 長沢, 大熊…日本薬学会 東京 4 月例会講演 薬学雑誌 74, No.7, 773 (1954)
- 2) 青木, 岩山…薬学研究 23, 273 (1951)
- 3) Feigl u Anger; Mikrochim Acta 1, 138 (1937)
- 4) 青木, 岩山…薬剤部長年報 12, 97 (1953)
- 5) 岡崎……………シオノギ 2, No.12 10 (1953)

クロマト用

VIOLURIC ACID



ビオールリク酸は無色結晶で水に僅に溶け、エチルアルコールに溶ける。

NH₄, Ba, Ca, Cu, Pb, Mg, Hg, K, Na, Sr, の定性に

使用する。特にクロマトグラフ分析に使用して好結果を得た報告が多い。また上記イオンの分離定性に利用することができる。

イオン	色	イオン	色
Li	鮮紅色	Ca	赤色
Na	赤色	Sr	赤色
K	鮮赤色	Ba	赤色
Rb	鮮赤色	Pb	暗赤色
Cs	鮮赤色	Zn	暗紅色
NH ₄	鮮赤色	Cd	赤かつ色
Be	暗赤色	Tl	赤色
Mg	暗赤色	Ag	緑色

イオン	第 1 帯	第 2 帯	分離
K-Na	K- 紫色	Na- 赤紫色	良
NH ₄ -Na	NH ₄ - 紫色	Na- 赤紫色	良
K-NH ₄	K- 紫色	NH ₄ - 紫色	不良
K-Mg	K- 紫色	Mg- れんが紅色	良
Mg-Na	Mg- れんが紅色	Na- 赤紫色	優良
NH ₄ -Mg	NH ₄ - 紫色	Mg- れんが紅色	良
Ba-Ca	Ba- 赤色	Ca- 赤色	良
Ba-Sr	Ba- 赤色	Sr- 赤色	不良
Sr-Ca	Sr- 赤色	Ca- 赤色	良
Cu-Hg ²⁺	Cu- 緑色	Hg- 黄褐色	良
Pb-Hg ²⁺	Pb- かつ色	Hg- 黄褐色	良
Cu-Pb	Cu- 緑色	Pb- かつ色	良

- 1) A.v. Baeyer; Ann. 127, 200 (1863)
- 2) A. Hantzsch and Isherwood; Ber. 42, 986-1000 (1909)
- 3) J. Wagner; Z. physikal. Chem. 12, 314 (1893)
- 4) A. Hantzsch and B. Issalas; Ber. 42, 1000-07 (1909)
- 5) H. Erlenmeyer and W. Schoenauer, Helv. Chim. Acta. 24, 878-9 (1941) C. A. 36, 2221 (1942)
- 6) H. Erlenmeyer and J. Schmidlin, Helv. Chim. Acta. 24, 1213-18 (1941) C. A. 36, 3451 (1942)



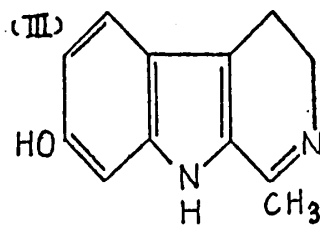
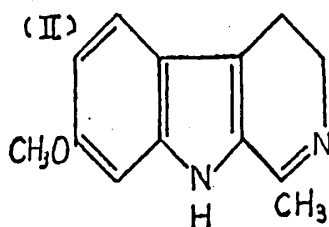
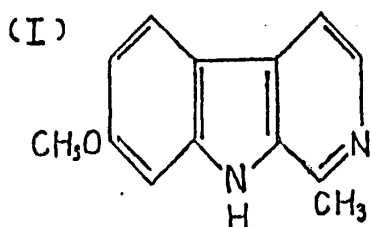
HARMINE の合成について

有機化学員 水谷三郎

7-Methoxy-1-methyl-9-pyrid [3,4-b] indole または 11-Methoxy-3-methyl-4-carboline と云うのが Harmine の学術名である。

Harmine (I) は Harmaline (II) Harmalol (III) と共に Harmala-Alkaloid として *Peganum harmala* L.,

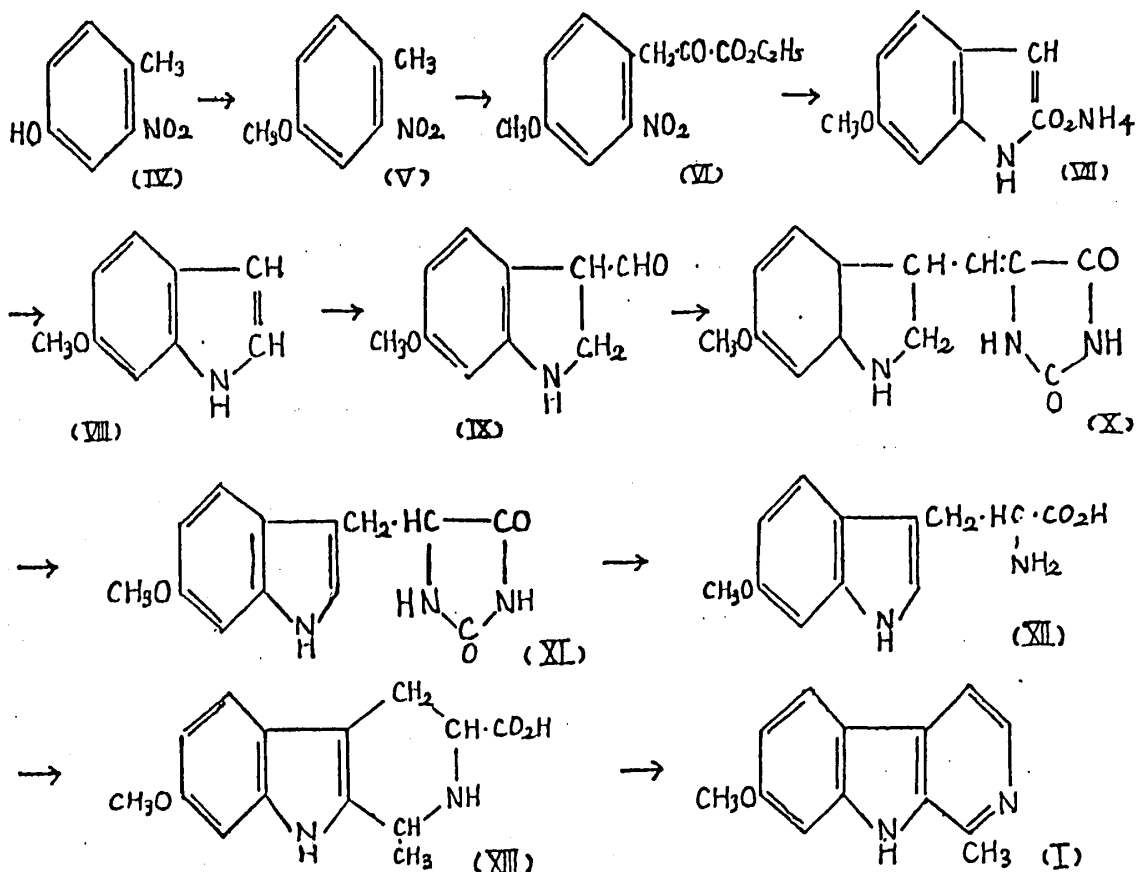
Zygophyllaeae の種子より得られるアルカロイドで中枢神経を興奮せしめる作用があり流行性脳炎の後胎症状を治療するに Parkinson 氏病症状はこれにより良好の経過をとると認められている。



3,4-Dihydroxyharmine が Harmaline (II) で Harmaline の CH_3O 基を OH 基にしたものが Harmalol (III) であると言う関係にある。このメトキシ基が 7 の位置に入ると毒性を弱め中枢神経

の痙攣興奮作用を強めるため医療用には Harmine が塩酸塩の形で用いられている。

近代化学の進歩はこの Harmine を合成するに至った。その合成法を概記するとつぎの通りである。



***o*-Nitro-*p*-cresol (IV)**

o-Nitro-*p*-toluidine 100g を 10% 硫酸 1,500cc と加温した溶液を 0°C に冷却し、この懸濁液を亜硝酸ナトリウム 50g + 水 130cc の溶液でジアゾ化する。約 20 分を要して得た赤色混合物を注意して煮沸希硫酸 (conc H_2SO_4 , 1/1 + 水 2/1) に加える。タールが固化したら黄色の溶液を速かに冷却する。翌日析出した *o*-Nitro-*p*-cresol を濾過し水から再結晶する。大きな黄色針状品で融点 77~78°C. (収量 55~60%)

***o*-Nitro-*p*-tolylmethylether (V)**

o-Nitro-*p*-cresol 75g を水酸化ナトリウム 30g + 水 220cc の溶液に溶かしよく冷却してからジメチル硫酸 100cc を 10cc ずつに分けて加える。その時よく攪拌し冷却する。50°C. 以下で反応させ、つぎに水浴上で加温して赤色がなくなつたならば (約 15 分間かかる) 過剰の水酸化ナトリウム溶液 (NaOH 25g + 水 100cc) を加え全体をさらに水浴上で 15 分間加温して冷却後エーテル抽出し、抽出液からエチルエーテルを溜去する。残留液を分別蒸溜する。

沸点 150°C/20mm で淡黄色粘稠な液を溜出する。収量 90~95%, 氷冷すると融点 15.5°C. の結晶となる。

Ethyl *o*-Nitro-*p*-methoxyphenylpyruvate (VI)

カリウム 7.8g と乾燥アルコール 15cc から製したカリウムエチレート乾燥エーテルに懸濁し、よく冷却しつつ酢酸エチル 29.2g を激しく攪拌し乍ら徐々に加える。2 (分間氷冷した後 *o*-Nitro-*p*-tolylmethylether 33.4g のエチルエーテル溶液を 10cc ずつ温度が上昇しないように加える。暗赤色溶液を室温で 48 時間放置後析出したカリウム塩結晶をエチルエーテルで洗い、直ちにつぎの操作に用いる。(収量 70~80%)

Ammonium 6-Methoxyindole-2-carboxylate (VII)

上記カリウム塩 100g を水 1/1 にとかし 15 分後エーテル抽出して濾過し、水で 1,500cc にうすめアンモニア水 (比重 0.880) 80cc を加え、さらに硫酸第一鉄 900g を熱湯 1,300cc に溶かした液を加え、30 分間温め、つぎに 30 分間煮沸し熱時濾過する。Ferric Oxide 泥を熱水洗して全濾液および洗液を合して濃縮する。淡ピンク色板状結晶を得る。(収量 50~60%)

6-Methoxyindole (VIII)

上記塩 7.5g をグリセリン中で 2~3 時間 200~210°C に注意して加熱し、水中に注ぎ 0°C. で 6 時間冷却し熱リグロインから再結晶する。板状品、融点 92°C (収量 3.9g)

6-Methoxyindol-3-aldehyde (IX)

6-Methoxyindole 15g を 96 vol % エチルアルコール 30cc およびクロロホルム 115cc と煮沸して溶かし水酸化カリウム溶液 (KOH 150g + 水 180cc) と処理する。

活発な反応を維持させるようにする。さらに 4 時間煮沸後室温で 1 夜放置する。析出した塩化カリウムを濾過した後、96 vol % エチルアルコールで洗い濾液および洗液を合して水蒸気蒸溜する。エチルアルコールとクロロホルムが溜出後さらに 20 時間水蒸気蒸溜を続けると不変の 6-Methoxyindol と 3-Chloro-7-methylquinoline が溜出する。コルベン中の熱液体を濾過して固まつたタールを除き、このタールをエチルアルコールに溶かして水中に注ぎ、エチルアルコールを水蒸気蒸溜して除去し残留物を濾過する。濾液はさらにアルデヒドを含んでいる。残留せるタールはさらに同様操作する。6-Methoxyindol-3-aldehyde の黄色針状品を熱水から再結晶する。(収量 4.5g 理論の 25%)

5-(6'-Methoxyindolal)hydantoin (X)

6-Methoxyindole-3-aldehyd 3.5g, Hydantoin 2.3g, 新しく蒸溜したピリジン 10cc を 35 分間還流煮沸する。15 分後輝いた黄色結晶体が分離し始める。これを水中に注ぎ酢酸で僅かに酸性とし濾過し固形物を集める。メチルアルコールと熱湯で洗い、ピリジン水で再結晶するかまたは氷酢酸で再結すると黄色プリズム、または針状品 3.7g が得られる。融点 311~315°C.

5-(6'-Methoxyindolylmethyl) hydantoin (XI)

5-(6'-Methoxyindolal) hydantoin 1.0g をピリジン 20cc に溶解し 0°C. に冷却しつつ硫化水素を飽和させ、つぎに閉管中 100°C. で 21 時間加熱する。然る後新しいピリジン 20cc を追加し、前述の如く硫化水素を飽和、加熱を繰り返す。最後にピリジンを真空蒸溜して除去し、残留物を無水アルコール 100cc と処理する。アルコール溶液を濾過し不変の 5-(6'-Methoxyindolal) hydantoin を除く。(僅かに 0.1~0.2g 位である) つぎに水を加えて 200cc に稀釈し少量の活性炭と煮沸後濾過する。濾液を放置すると實際上無色の 5-(6'-Methoxyindolylmethyl) hydantoin 0.45g が沈着する。50% アルコールから再結晶すると大きな板状結晶となる。融点 220°C. 収量 (回収した未反応原料から) 50%

6-Methoxytryptophane (XII)

5-(6'-Methoxyindolylmethyl) hydantoin 3.2g とアンモニア水 6cc (比重 0.880) + 水 150cc の混液 (酸化を防ぐため 5 分間硫化水素で処理する) を密閉瓶中 72 時間 100~110° に加熱し、ついで真空蒸発乾固し、残留物を始めエチルアルコールで抽出して硫酸と未反応の Hydantoin を除いたのち、熱湯でアミノ酸を抽出する。水性抽出液を 20cc に濃縮して純アルコール 60cc で処理する表面にできた 6-Methoxytryptophane の厚い膜を除き濾液を 10cc に濃縮して純アルコール 60cc でさらに処理する。純度の低いアミノ酸が沈着する。全収量 1.9g (60%) 水から再結晶すると Hexagonal plate となり強い甘味がある。エチルアルコール、エチルエーテル、ベンゼンに不溶、246~250°C. で暗色となり収縮し 263~268°C. で融解する。274°C. で発泡して炭化する。



11-Methoxy-3-methyl-3,4,5,6-tetrahydro- 4-carboline-5-carboxylic Acid (XIII)

γ -6-Methoxytryptophan 0.5g を水 50cc に溶解し Acetaldehyde 1cc と処理し 10 分間弱く加温する。無色の Hexa-gonal の桿状物 (0.42g) を除き、濾液を濃縮して 1cc とし過剰のエチルアルコールを加えて、さらに Carboline を沈澱させる。収量約定量。融点 244~246°C。

Harmin (I)

Carboline carboxylic Acid 0.1g を酸化する。(水 30 cc, 10% 重クロム酸カリウム溶液 5cc) 乾燥エーテル抽出液から得た残滓物をメチルアルコールと水から再結晶する。無色針状結晶。融点 260~261°C。収量 40%

Harmine は昇華性を有し、水、エチルアルコール、クロロホルム、エーテルに僅かに溶ける。

Harmine Hydrochloride は $C_{13}H_{12}N_2O \cdot HCl \cdot 2H_2O$

の分子式を有し融点 262°C, 無水物は融点 321°C, 熱水にはよく溶け約 40 倍の冷水に溶ける。水溶液は靑色の螢光を放つ。

参 考 文 献

Neuner u. Tappeiner, Arch. f. exp. Path. u. Pharm. 35, 69 (1895)

F. Flury, ibid 64, 104 (1910)

Manske, Perkin, Jr., Robinson, J. Chem. Soc. 1927, 1, 240.

Spath, Lederer, Ber. 63B, 120 (1930)

Hahn, et al., Ber. 67B 2031 (1934), Ann. 520, 107, 123 (1935), Ber. 71B. 2163, 2175 (1938)

Harvey, Robson, J. Chem. Soc. 1938, 97.

Pruckner, Witkop. Ann. 554, 127 (1943)

S. S. 寒 天 培 地 「極 東」

赤痢菌並にサルモネラ菌を試料より分離培養することができ保存に便利な微細粉末です。

使 用 方 法

S. S. 寒天培地「極東」60g を冷蒸馏水 1,000cc に加えよく振盪した後完全に溶解するまで加温する。溶解したのち約 20cc を滅菌ペトリ皿に注ぎ、表面が完全に乾燥してから…室温で 2~3 時間を要する…使用する。

培 地 作 製 上 の 注 意

- (1) 本品粉末を冷水に加えてから寒天粉末が完全に透明になるまで徐々に加温して溶解する。
- (2) 高圧滅菌を避けること。
- (3) 表面が完全に乾いてから使用する。不充分的乾燥は菌の発育が疎止されることがある。
- (4) 作製後 48 時間以内に使用されたい。それ以上経過すると大腸菌の発育阻止能力が低下することがある。
- (5) 作製培地は室温に保存し氷室に置いてはいけない

使 用 上 の 注 意

- (1) 従来の培地に塗布する場合より大量の試料を塗布する。
- (2) サルモネラ菌の分離には増菌培地、胆汁培地等で増菌後 S. S. 寒天培地に塗布すると好結果が得られる。
- (3) 培養は 37°C. 24 時間、孵卵器に収める。
 - ① 乳糖非分解の赤痢菌、サルモネラ菌、プロテウス菌等は透明、または半透明または白色の集落
 - ② 乳糖分解菌は大部分発育を抑制されているが発育の色は、赤色、桃色、または中心部桃色の集落

- ③ 大腸菌は大部分発育を抑制されるが、発育した場合、乳糖分解の集落を作る。プロテウス菌はサルモネラ菌と同様の集落である。
- ④ 硫化水素産生菌は集落の中央部が黒変するが後れる場合がある。
- (4) 集落より釣菌するときは中央部より拾う。また白金耳は S. S. 寒天上で冷してはいけない。

確 認 方 法

- (1) 疑はしい集落がでた場合は、直接クリグラー培地、ラッセル培地、サッカロース・マンニット培地、シモンズ・クエン酸ナトリウム培地等の確認培地に移植するかまたは成るべくフースター培地に移植して 3~4 時増菌してから上記の確認培地に移植して翌日判定する。
- (2) S. S. 寒天上の集落から直接載ガラス凝集反応を行うと抗原性が弱つて誤った判定をする危険があるからさけた方がよい。
- (3) 或る種の病原腸内細菌は、時に S. S. 寒天上で発育を抑制されることがあるから同時に遠藤培地、トリガルスキー培地、B. T. B 培地の中の一つ以上を併用されることが望ましい。

△ △ △

1 立 用 (60g) 約 500 回分

4 立 用 (240g) 約 2000 回分





鹿 規 格 V



① EP ヒドラジンヒドレート

Hydrazin Hydrat

$\text{H}_2\text{N} \cdot \text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = 50.06$

水 溶 状	限度内 (1)
不揮発物	0.005%以下
塩化物(Cl)	0.001%以下
硫酸塩(SO_4)	0.001%以下
重金属(Pb)	0.001%以下
含 量	80%以上
限度内 (1) 本品1g+水10cc・無色澄明またはほとんど澄明以内。	

② EP クロルスルホン酸

Chlorosulfonic Acid

$\text{SO}_3(\text{OH})\text{Cl} = 116.53$

比 重	約1.76~1.77
強熱残分	0.01%以下
遊離塩素	限度内 (1)
硝酸塩	限度内 (2)
重金属	限度内 (3)
ヒ素	限度内 (4)
含 量(HClとして)	30% 以上
(SO_3 として)	60% 以上

限度内 (1) 本品5cc+水50cc+ヨウ化亜鉛デン粉溶液2cc…直に青色を呈さない。

限度内 (2) 本品5cc+水20cc+ジフェニルアミン溶液5cc→積層…接界面に青色を呈さない。

限度内 (3) 本品10cc→エチルアルコール(85容量%)に滴加…濁りを生ぜず、また2時間以内に变化しない。

限度内 (4) 本品5cc+水5cc+塩化第一スズ溶液10cc…1時間以内に变化しない。

③ EP 酢酸 n-ブチル

n-Butyl Acetate

$\text{CH}_3\text{COO} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_3 = 116.16$

比 重	約0.88
留 分(123~128°C)	95容量%以上
遊離酸($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$)	0.003%以下
水 分	限度内 (1)
硫酸着色物質	限度内 (2)

限度内 (1) 本品5cc+石油ベンジン45cc…澄明。

限度内 (2) 本品5cc(予め10°Cに冷却)+硫酸(予め10°Cに冷却)5cc 比色…N/10 ヨウ素溶液0.5cc+水(→10cc)の色以内。

④ GR 酸化チタニウム

Titanium Dioxide

$\text{TiO}_2 = 79.90$

水可溶分	0.1 %以下
乾燥減量	0.5 %以下
塩化物(Cl)	0.001%以下
硫酸塩(SO_4)	0.001%以下
ケイ酸塩	限度内 (1)
リン酸塩(PO_4)	0.5 %以下
鉄 (Fe)	0.001%以下
重金属(Pb)	0.002%以下
含 量	98.5 %以上

限度内 (1) 本品0.6g+ピロ硫酸カリウム12g→磁製るつぼに取る→1時間融解→冷却+硫酸(10%)120cc…澄明またはほとんど澄明以内。

⑤ EP オレイン酸

Oleic Acid

$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}:\text{CH}(\text{CH}_2)_7\cdot\text{CO}_2\text{H} = 282.47$

比 重	0.866~0.906
凝固点	10°C以下
酸 価	186~203
ヨウ素価	85~120
鉄 酸	限度内 (1)
脂肪油および鉄油	限度内 (2)
パルミチン酸およびステアリン酸	限度内 (3)

限度内 (1) 本品5cc+水5cc→2分間振る→水層をこす→こした液+メチル・オレンジ溶液1滴…赤色を呈さない。

限度内 (2) 本品1cc+炭酸ナトリウム(無水)0.5g+水30cc→煮沸…熱時ほとんど澄明以内。

限度内 (3) 本品1g+水20cc→加熱+フェノールフタレイン溶液(1%)2滴+水酸化ナトリウム溶液(30%)(紅色を呈するまで)+酢酸(中和)→こす→こした液10cc+エチルエーテル10cc+酢酸鉛溶液(10%)1cc…わずかに微濁以内。

△ △ △

試薬の御註文には

鹿 印 試 薬



濃度, 規定度, 比重表 (1)

(1) HNO_3 (2) HCl (3) H_2SO_4 (1) HNO_3 (63.016)

%	N	d_4^{20}	%	N	d_4^{20}	%	N	d_4^{20}
1.00	0.16	1.0036	27.14	5.00	1.1609	53.00	11.17	1.3278
2.00	0.32	1.0091	28.00	5.18	1.1666	54.00	11.43	1.3336
3.00	0.48	1.0146	29.00	5.40	1.1733	55.00	11.69	1.3393
3.10	0.50	1.0152	30.00	5.62	1.1800			
4.00	0.65	1.0201				56.00	11.95	1.3449
5.00	0.81	1.0256	31.00	5.84	1.1867	56.18	12.00	1.3459
			31.73	6.00	1.1916	57.00	12.22	1.3505
6.00	0.98	1.0312	32.00	6.06	1.1934	58.00	12.48	1.3560
6.11	1.00	1.0318	33.00	6.29	1.2002	59.00	12.75	1.3614
7.00	1.15	1.0369	34.00	6.51	1.2071	59.95	13.00	1.3664
8.00	1.32	1.0427	35.00	6.74	1.2140	60.00	13.01	1.3667
9.00	1.50	1.0485						
10.00	1.67	1.0543	36.00	6.97	1.2205	61.00	13.28	1.3719
			36.12	7.00	1.2213	62.00	13.55	1.3769
11.00	1.85	1.0602	37.00	7.20	1.2270	63.00	13.81	1.3818
11.83	2.00	1.0651	38.00	7.44	1.2335	63.69	14.00	1.3851
12.00	2.03	1.0661	39.00	7.67	1.2399	64.00	14.08	1.3866
13.00	2.21	1.0721	40.00	7.91	1.2463	65.00	14.35	1.3913
14.00	2.40	1.0781						
15.00	2.58	1.0842	40.37	8.00	1.2487	66.00	14.62	1.3959
			41.00	8.15	1.2527	67.00	14.89	1.4004
16.00	2.77	1.0903	42.00	8.30	1.2591	67.41	15.00	1.4022
17.00	2.96	1.0964	43.00	8.64	1.2655	68.00	15.16	1.4048
17.22	3.00	1.0978	44.00	8.88	1.2719	69.00	15.43	1.4091
18.00	3.15	1.1026	44.48	9.00	1.2750	70.00	15.70	1.4134
19.00	3.34	1.1088	45.00	9.13	1.2783			
20.00	3.54	1.1150				71.00	15.97	1.4176
			46.00	9.38	1.2847	71.10	16.00	1.4180
21.00	3.74	1.1213	47.00	9.63	1.2911	72.00	16.25	1.4218
22.00	3.94	1.1276	48.00	9.88	1.2975	73.00	16.52	1.4258
22.31	4.00	1.1296	48.46	10.00	1.3035	74.00	16.79	1.4298
23.00	4.14	1.1340	49.00	10.14	1.3040	74.77	17.00	1.4328
24.00	4.34	1.1404	50.00	10.39	1.3100	75.00	17.06	1.4337
25.00	4.55	1.1469						
			51.00	10.65	1.3160	76.00	17.34	1.4375
26.00	4.76	1.1534	52.00	10.91	1.3219			
27.00	4.97	1.1600	52.35	11.00	1.3240			

(2) HCl (36.465)

%	N	d_4^{20}	%	N	d_4^{20}	%	N	d_4^{20}
1.00	0.28	1.0032	9.00	2.57	1.0425	16.85	5.00	1.0819
1.81	0.50	1.0072	10.00	2.87	1.0474	17.00	5.05	1.0827
2.00	0.55	1.0082	10.42	3.00	1.0495	18.00	5.37	1.0878
3.00	0.83	1.0132				19.00	5.69	1.0929
3.59	1.00	1.0161	11.00	3.17	1.0524	19.93	6.00	1.0977
4.00	1.12	1.0181	12.00	3.48	1.0574	20.00	6.02	1.0980
5.00	1.40	1.0230	13.00	3.79	1.0624			
			13.68	4.00	1.0659	21.00	6.35	1.1031
6.00	1.69	1.0279	14.00	4.10	1.0675	22.00	6.69	1.1083
7.00	1.98	1.0327	15.00	4.41	1.0725	22.93	7.00	1.1131
7.06	2.00	1.0330				23.00	7.02	1.1135
8.00	2.28	1.0376	16.00	4.73	1.0776	24.00	7.36	1.1187



25.00	7.71	1.1239	30.00	9.46	1.1493	35.00	11.27	1.1740
25.86	8.00	1.1283						
			31.00	9.81	1.1543	36.00	11.64	1.1789
26.00	8.05	1.1290	31.52	10.00	1.1569	36.97	12.00	1.1836
27.00	8.40	1.1341	32.00	10.17	1.1593	37.00	12.01	1.1837
28.00	8.75	1.1392	33.00	10.54	1.1642	38.00	12.39	1.1885
28.72	9.00	1.1428	34.00	10.90	1.1691	39.00	12.76	1.1933
29.00	9.10	1.1443	34.27	11.00	1.1704			

(3) H_2SO_4 (98.082)

%	N	d_4^{20}	%	N	d_4^{20}	%	N	d_4^{20}
1.00	0.20	1.0051	36.00	9.31	1.2684	70.00	22.99	1.6105
2.00	0.41	1.0118	37.00	9.63	1.2729	70.02	23.00	1.6108
2.42	0.50	1.0145	38.00	9.96	1.2855			
3.00	0.62	1.0184	38.12	10.00	1.2865	71.00	23.48	1.6221
4.00	0.84	1.0250	39.00	10.29	1.2941	72.00	23.99	1.6338
4.76	1.00	1.0301	40.00	10.63	1.3028	72.02	24.00	1.6341
5.00	1.05	1.0317				73.00	24.50	1.6456
			41.00	10.97	1.3116	73.98	25.00	1.6572
6.00	1.27	1.0385	41.10	11.00	1.3125	74.00	25.01	1.6574
7.00	1.49	1.0453	42.00	11.31	1.3205	75.00	25.53	1.6692
8.00	1.72	1.0522	43.00	11.66	1.3294	75.90	26.00	1.6799
9.00	1.94	1.0591	43.97	12.00	1.3382			
9.24	2.00	1.0608	44.00	12.01	1.3384	76.00	26.05	1.6810
10.00	2.17	1.0661	45.00	12.37	1.3476	77.00	26.58	1.6927
						77.80	27.00	1.7020
11.00	2.41	1.0731	46.00	12.73	1.3569	78.00	27.11	1.7043
12.00	2.64	1.0802	46.74	13.00	1.3639	79.00	27.64	1.7158
13.00	2.88	1.0874	47.00	13.09	1.3663	79.67	28.00	1.7235
13.48	3.00	1.0909	48.00	13.47	1.3758	80.00	28.18	1.7272
14.00	3.13	1.0947	49.00	13.84	1.3854			
15.00	3.37	1.1020	49.41	14.00	1.3894	81.00	28.71	1.7383
			50.00	14.22	1.3951	81.54	29.00	1.7441
16.00	3.62	1.1094				82.00	29.25	1.7491
17.00	3.87	1.1168	51.00	14.61	1.4049	83.00	29.78	1.7594
17.50	4.00	1.1206	52.00	15.00	1.4148	83.42	30.00	1.7636
18.00	4.13	1.1243	53.00	15.40	1.4248	84.00	30.31	1.7693
19.00	4.38	1.1318	54.00	15.80	1.4350	85.00	30.83	1.7786
20.00	4.65	1.1394	54.49	16.00	1.4400			
			55.00	16.21	1.4453	85.33	31.00	1.7815
21.00	4.91	1.1471				86.00	31.34	1.7872
21.33	5.00	1.1496	56.00	16.62	1.4557	87.00	31.85	1.7951
22.00	5.18	1.1548	56.90	17.00	1.4652	87.31	32.00	1.7973
23.00	5.45	1.1626	57.00	17.04	1.4662	88.00	32.34	1.8022
24.00	5.73	1.1704	58.00	17.47	1.4768	89.00	32.82	1.8087
24.97	6.00	1.1781	59.00	17.90	1.4875	89.37	33.00	1.8108
25.00	6.01	1.1783	59.24	18.00	1.4901	90.00	33.30	1.8144
			60.00	18.33	1.4983			
26.00	6.29	1.1862				91.00	33.76	1.8195
27.00	6.57	1.1942	61.00	18.77	1.5091	91.52	34.00	1.8218
28.00	6.86	1.2023	61.51	19.00	1.5147	92.00	34.22	1.8240
28.46	7.00	1.2060	62.00	19.22	1.5200	93.00	34.66	1.8279
29.00	7.16	1.2104	63.00	19.67	1.5310	93.77	35.00	1.8304
30.00	7.45	1.2185	63.73	20.00	1.5391	94.00	35.10	1.8312
			64.00	20.12	1.5421	95.00	35.52	1.8337
31.00	7.75	1.2267	65.00	20.59	1.5533			
31.81	8.00	1.2333				96.00	35.93	1.8355
32.00	8.06	1.2349	65.88	21.00	1.5632	96.17	36.00	1.8357
33.00	8.37	1.2432	66.00	21.06	1.5646	97.00	36.32	1.8364
34.00	8.68	1.2515	67.00	21.53	1.5760	98.00	36.69	1.8361
35.00	8.99	1.2599	67.97	22.00	1.5871	98.91	37.00	1.8344
35.02	9.00	1.2601	68.00	22.01	1.5874	99.00	37.03	1.8342
			69.00	22.50	1.5989	100.00	37.33	1.8305



フッ化水素酸 (ポリエチレン容器詰)



日本工業規格特級と東芝製品の比較

分析項目	東芝製品	JIS特級
強熱残渣分	0.002%以下	0.003%以下
塩化物 (Cl)	0.003%以下	0.003%以下
硫酸塩 (SO ₄)	0.005%以下	0.005%以下
亜硫酸塩	限度内	限度内
珪弗化水素酸 (H ₂ SiF ₆)	0.15%以下	0.25%以下
重金属 (Pb)	0.0005%以下	0.0005%以下
鉄 (Fe)	0.0005%以下	0.0005%以下
含 量	47%	46.0%以上

容 器

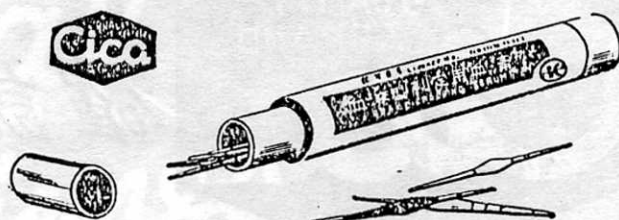
分析用フッ化水素酸は諸薬品中最も激烈な性質を有しておりますので保存中の品質保持は、困難でありましたが東芝製品は特級、1級共に優秀な性能を有するポリエチレン樹脂製容器に充填して、この問題を解決しておりますから安心して長期保存の上御使用に堪えます。

- (1) ポリエチレン自体が優秀な耐酸性を有して居り原材料に混合物がありませんからフッ化水素酸を充填し長期に亘り保存中でも不純物がとけ込む憂いが皆無であります。
- (2) ポリエチレン容器は優美な乳白色半透明体ですから中味の状態が明瞭に判り御取扱の際便利であります。
- (3) ポリエチレン容器は優れた弾力性を有して居りますから高所より落しても破損する事はありません。

製造元 東京芝浦電気株式会社

代理店 関東化学株式会社

血液型判定用血清



特 徴 本血清は血液型判定用家兎免疫血清で従来一般に使用されて居る人血清から製造されたものに比べて、その判定が迅速、明瞭正確であり且つ長期の保存にもその力価が変化しません。

使用法 抗A、抗B血清各々1滴宛をホールガラスの凹部におき、これに1滴宛(なるべく少量)被検者血液(又は0.9%食塩液で10%の赤血球浮遊液を作り)をよく混合し左右に振りながら、その発現する凝集反応を肉眼で判定します。陽性の場合血球は集結し顆粒状となり陰性の場合血球は平等な不透明な状態を呈します。

	抗A血清	抗B血清	判 定
被 血	+	-	A 型
検 液	-	+	B 型
	+	+	AB 型
	-	-	O 型

使用量 1回1名の使用量は抗A、抗B血清各々約0.05cc(1滴程度)である。

血清和合力

血 清	血球型及亜型	凝集開始時間(秒)
抗A血清	A ₁	15
	A ₂	30
	A ₁ B	30
	A ₂ B	45
抗B血清	B	15

血清凝集素価

血 清	血球型及亜型	最低凝集素価
抗A血清	A ₁	256×
	A ₂	128
	A ₁ B	128
	A ₂ B	64
抗B血清	B	256

貯 蔵 法 本血清は2~5°C.にて保存する。

有効期間 本血清は判定合格後1ヶ年。

製造元 極東製薬工業株式会社

総発売元 関東化学株式会社



確認された品質の……

藥試

特殊製品と

一般試藥

水	酸	化	ナ	トリ	ウ	ム
水	酸	化	カ	リ	ウ	ム
リン	酸	ア	ン	モ	ニ	ウ
リン	酸	カ	リ	ウ	ム	ム
リン	酸	ナ	トリ	ウ	ム	ム
ロ	ダ	ン	ア	ン	モ	ニ
ダ	ン	カ	リ	ウ	ム	ム
ロ	ベ	ン		ゼ		
メ	チ	ル	アル	コ	ー	ル
エ	チ	ル	アル	コ	ー	ル

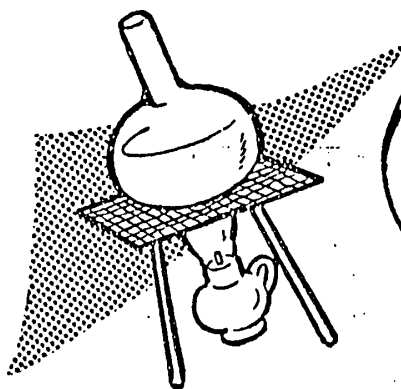
特殊製品

ケールゲン
スケールゲン
アトライ
ニユーマ
固形硫酸水
シカ・ラセ
PH繊維用
血液型判定
SSS天ライ
KKK pHスライ



自種自業

藥業藥料
試試試原
用用銳用
析究微藥
分研顯醫



鹿印試藥製造発売元

關東化學株式會社

本社 東京都中央区日本橋本町3丁目7番地 TEL. (24) 5126
支社 大阪市東区瓦町3丁目1番地 TEL. (23) 1672
工場 東京 王子・志村 埼玉県 草加 研究所 板橋・湊橋

カ タ ロ グ
パンフレット
進 呈

本社 大阪市東区瓦町三六一番一電 北浜(23) 一六七二
發行所 ケミカルタイムス社
編集者 斯波茂
(代勝亨)