

定B
359

14.21-362



•1200600364076•

朝鮮總督府中央試驗所報告

第七回 第三號

杏仁水製造試驗成績



10.7.8

定B
359



始



14.21
362

定B
358



I種
W



1200600364076

朝鮮總督府中央試驗所報告

第七回 第三號



目次

緒言.....一

豫備試驗.....一

原料杏仁.....一

靑酸定量法.....二

アミグダリン分解に就て.....五

アミグダリン加水分解後の遊離靑酸並にヒドリン型靑酸に就て.....八

製造上二三の實驗に就て.....二

製造試驗.....一六

原料調製法.....一六

製造方法.....一七

製造收支概算.....二〇

副産物利用法.....二一

結論.....二二

杏仁水製造試驗成績

技手 宿 谷 舜 英

緒 言

杏仁は蔷薇科 Rosaceae 植物 アンズ Prunus armeniaca Linne の子仁にして本植物は朝鮮各地に野生又は栽培せらるゝを以て杏仁の産額乏しからずと雖も僅に其一部を利用せるに過ぎず。本品の製劑たる杏仁水は祛痰劑として逐年需要増加しつつあるに拘らず鮮内に於て未だ其製造に着手したる者なく悉く之を内地より移入し居るの現状なり。由來杏仁水の製法は極めて簡單なる反應及操作に屬すれども藥局方試驗規定に適合するものを製造するは困難とする所なり殊に藥局方所定の方法は分解に長時間を要するのみならず實際所定の方法を墨守するも藥局方適合品を得ること能はず又從來本品の製造に關し積極的に成功せる報告あるを聞かず。余は朝鮮産杏仁より杏仁水を経済的に得んと欲し之が製造方法の究研に着手せり本試験に於て畧其目的を達し得たるを以て茲に其概要を報告せんとす。

豫 備 試 験

一 原 料 杏 仁

イ 成 分

- 一、水分.....六、四〇%
- 一、油分.....四六、三〇%
- 一、アミグタリン(無水物として).....三、三〇%(原料杏仁中)
-五、一六〇%(三〇%脱脂せる杏仁中)
-六、一六五%(完全に脱脂せる杏仁中)

杏仁水製造試驗成績

ロ アミグタリン定量法

原料杏仁は油分四六、三〇%を含有せり之を壓搾して其約三〇%を脱脂し更に石油ベンチンにて完全に脱脂したる後粉砕して中末となす其一〇〇gを取り之に九〇%の酒精三〇〇ccを加へ還流冷却器を附し重湯煎上に煮沸しアミグダリンを溶解せしめ後酒精を傾瀉す斯く浸出操作を反覆すること二回の後杏仁を壓搾し更に殘滓に九〇%の酒精一〇〇ccを加へ一〇分間煮沸し傾瀉し前回の酒精に合す全酒精溶液は豫め酒精にて潤はせる濾紙を以て濾過し濾液は水を以て稀釋し加温して全量一二〇〇ccとなし後其二〇〇ccを取り冷後之に三倍量のエーテルを加へ寒劑にてアミグダリンを析出せしめ直に吸引濾過し少量のエーテルにて洗滌し後一一〇—一二〇度に乾燥せしむ其得量一、〇二七五g(三回平均)なり故にアミグダリン含有量左の如し。

原杏仁中.....	三、三一〇%(無水物として)
三〇%脱脂せる杏仁中.....	五、一六〇%
完全に脱脂せる杏仁中.....	六、一六五%

本品は冷水及沸騰水に易溶九五%の冷酒精に難溶沸騰酒精に易溶にして一六〇度に熱すれば褐變し二〇〇度に於て分解しつゝ熔融す予は杏仁水製造試験に當りアミグタリン含量が定量的に分解するものと見做し先づ其分解産物たる青酸を完全に定量す可き定量法に就き攻究せり。

一 アミグダリンの加水分解産物青酸定量法

イ 總青酸定量法

文献に依れば容量法として公にせられし方法妙しとせず其内操作簡潔にして成績稍正確と認む可きもの四種を選び檢

液に同一の杏仁水を用ひ比較實驗せり。

第一實驗 Tschirg 氏法 檢液二五ccに水一〇〇ccを加へ稀釋し之にカリ油液一ccを和したる後絶へず攪拌しつゝ一〇分定規硝酸銀液を滴加し復た消失せざる類白色の瀾濁を生ずるの期を以て其終末點とせり而して茲に消費せし一〇分定規硝酸銀液四、八ccなるを以て檢液一〇〇cc中の青酸含有量は〇、一〇四gなり。本定量法は終末點明らかならざるを以て過量を含量に測定する欠點あり。

第二實驗 Burquet 氏法 檢液二五ccに水七五ccを加へ稀釋し之にアンモニア水一〇cc苛性曹達液一〇滴を追加し更に〇、五gの純結晶亞硫酸曹達を加へ振盪しつゝ銅液(純硫酸銅三〇、八一gを溶解して一立となす)を滴加し液の青色となるを以て其終末點とせり而して茲に消費せし銅液二、五ccなるを以て檢液一〇〇cc中の青酸含有量は〇、一〇〇gなり。本定量法は終末點の明なる事前者に優れり。

第三實驗 Feldbau 及び Lehmann 氏法 檢液二五ccに水一〇〇ccを加へ稀釋し之にアンモニア水一cc及沃度加里液二ccを混和したる後攪拌しつゝ一〇分定規硝酸銀液を滴加し復た消失せざる黄色の瀾濁を生ずるの期を以て其終末點とせり而して茲に消費せし一〇分定規硝酸銀液四、八ccなるを以て檢液一〇〇cc中の青酸含有量は〇、一〇四gなり。

本定量法の終末點はベンツアルデヒドとアンモニアとに依り生成せられたるヒドロベンツアミドのために隠蔽せられ往々成績過多に失す。

第四實驗 Dele 氏法 檢液二五ccに水一〇〇ccを加へ稀釋し之にアンモニア水一cc及沃度加里液二ccを混したる後更に三〇%苛性曹達液二—三滴を追加し攪拌しつゝ一〇分定規硝酸銀液を滴加し復た消失せざる黄色の瀾濁を生ずるの期を以て其終末點とせり而して茲に消費せし一〇分定規硝酸銀液四、七ccなるを以て檢液一〇〇cc中の青酸含有量は〇、一

○二gなり。
本定量法を前法に比較するに其終末點明瞭なるのみならずヒドロベンツアミドの生成をも防止することを得るなり以上四方法の成績を比較せば左表の如く大体に能く一致すれども第四試験法は其終末點最鮮明にして其成績 Liebigs 氏法と畧一致せり故に以下杏仁水製造に當り總青酸定量法には常に第四試験法即ち Denig 氏法を使用せり。

定 量 法	青 酸 含 有 量 (%)
第一實驗 Liebig 氏法	〇、一〇四
第二實驗 Bouquet 氏法	〇、一〇〇
第三實驗 Faldhan Lehmann 氏法	〇、一〇四
第四實驗 Denig 氏法	〇、一〇二

ロ 遊離青酸定量法

杏仁水中の總青酸の一部はヒドリン型青酸にして一部は遊離青酸なり而して此が分離定量分析方法として Andrew 氏法あれども操作複雑なるにより却て不測の誤差を醸す場合なしとせず重量法は操作宜しきを得れば最も正確と信し之を採用せり即ち檢體三〇〇ccを取り硝酸々性となし過剰の硝酸銀を加へ暫時放置し更にエーテル一〇〇ccを追加し充分振盪して青化銀を完全に拆出せしめたる後迅速に濾過し茲に得たる青化銀を灼熱して還元生成せる銀を秤量せり其結果青酸含有量次の如し。

第一回	〇、〇一八〇%
第二回	〇、〇一九〇%

第三回	〇、〇一八五%
平均	〇、〇一八五%

右成績に明なる如く毎回の成績能く一致せり故に杏仁水製造に當り遊離青酸定量法には右の重量法を使用せり。

三 アミグダリン分解に就て

イ 原料の調製並に冷水の添加量

本實驗に於ては全部或は一部脱脂せる杏仁の粗末又は中末に種々の割合に冷水を添加し二〇時間放置し加水分解を行はしめ之を水蒸氣蒸餾に附して餾液に青酸の反應を認めざるに至る而して餾液は Denig 氏の法に依り總青酸を定量しアミグダリン分解量(無水物として)を算出せり其成績左の如し。

第一表

番 號	原料の調製 脱脂度 粉碎度 試量(g)	冷水添加量(cc)	アミグダリン分解量 (無水物として) 實驗數(g) 百分率
第一號	三〇% 粗末 一〇〇	二五〇	一、二〇二 二三、二九五
第二號	三〇% 粗末 一〇〇	三〇〇	三、八四二 七四、四五七
第三號	三〇% 粗末 一〇〇	六〇〇	三、三三六 六四、六五一

第二表

番 號	原料の調製 脱脂度 粉碎度 試量(g)	冷水添加量(cc)	アミグダリン分解量 (無水物として) 實驗數(g) 百分率
第一號	三〇% 粗末 一〇〇	六〇〇	三、三一七 六四、二八三
第二號	完全 粗末 一〇〇	六〇〇	四、〇二八 六五、三三七

杏仁水製造試験成績

第三表

原料の調製
 第一號 完全 粗末 試量(g) 六〇〇
 第二號 完全 中末 試量(g) 一〇〇〇
 冷水添加量(g)
 第一號 六〇〇
 第二號 六〇〇
 アミグダリン分解量(無水物として)
 第一號 實験數(g) 百分率 六九、七三二
 第二號 實験數(g) 百分率 九〇、三二六

以上の試験に依り原料の粉碎度粗末なる場合又は脱脂不完全なる時はアミグダリンの分解亦不完全なり即ち脱脂せる中末杏仁に冷水三—六倍使用したる時にアミグダリン分解最も著しく約九〇%に達す。

加水分解温度と時間

アミグダリンの加水分解を促進するに適當なる温度を選び分解に要する時間を短縮せんと欲し以下の實驗を施行せり原料には脱脂せる中末杏仁を使用せり。

第一實驗 原料に六倍の冷水を混和し三時間放置し更に一時間四〇—四五度に温めたる後水蒸氣蒸餾に附せりアミグダリン分解量(無水物として)左の如し。

供試量(g)	作用時間	アミグダリン分解量(無水物として)
100	4	實験數(g) 百分率 六五、〇六一
100	11	實験數(g) 百分率 八四、八三四

第二實驗 原料に四〇—四五度の温水六倍量を加へ二時間同温度に保ち水蒸氣蒸餾に附せりアミグダリン分解量(無水物として)左の如し

第三實驗 原料に三五—六五度の一定温度の温水六倍を加へ同温度に二時間保ち水蒸氣蒸餾に附せり其成績左の如し。

第四表

可檢温度	供試量(g)	總青酸(g)	遊離青酸	ヒドリン型青酸	アミグダリン分解量(無水物として)
三〇—三五	100	〇、二九五	〇、一〇五	〇、一九〇	四、九九二
四〇—四五	100	〇、三二八	〇、一〇六	〇、二二二	五、三八二
五〇—五五	100	〇、三一一	〇、〇八二	〇、二二八	五、二六三
六〇—六五	100	〇、二〇四	〇、〇七〇	〇、一三四	三、四五二

右成績に依り加水分解作用は四〇—四五度を好適温度と認む。

第四實驗 原料に四〇度及び四五度の温水六倍を加へ同温度に保ち時間に依る分解の経過を試験せり其成績左の如し。

第五表

温水	供試量(g)	作用時間	總青酸(g)	遊離青酸	ヒドリン型青酸	アミグダリン分解量(無水物として)
四〇度	100	1	〇、三二七	〇、一五五	〇、二二二	五、五三四
四〇度	100	2	〇、三四一	〇、一三二	〇、二〇九	五、七七一
四〇度	100	3	〇、三四五	〇、一〇三	〇、二四二	五、八三八
四〇度	100	4	〇、三四五	〇、一〇三	〇、二四二	五、八三八

第六表

温水	供試量(g)	作用時間	總青酸(g)	遊離青酸	ヒドリン型青酸	アミグダリン分解量(無水物として)
杏仁水製造試験成績						

四五	一〇〇	一	〇、三二二	〇、一四二	〇、一七〇	五、二八〇	八五、六四五
四五	一〇〇	二	〇、三三二	〇、〇九九	〇、二二三	五、四四九	八八、三八六
四五	一〇〇	三	〇、三三四	〇、〇八三	〇、二四一	五、四八三	八八、九三八
四五	一〇〇	四	〇、三三四	〇、〇八三	〇、二四一	五、四八三	八八、九三八

第四表第五表にて知る如く加水分解は温度四〇度作用時間二―三時間に於て其分解量適當と認む。

四 アミグダリン加水分解後の遊離靑酸並にヒドリン型靑酸に就て

アミグダリンの加水分解産物はベンツアルデヒド及靑酸にして其内靑酸は一部は遊離靑酸、一部はヒドリン型靑酸の型となり存在す而して此等分解産物の抽出順序は靑酸、ヒドリン型靑酸、ベンツアルデヒドにして總靑酸抽出量はアミグダリン分解の程度に依つて消長す分解後之を蒸氣蒸餾に付すれば靑酸は短時間に抽出すれどもベンツアルデヒドは抽出遙かに緩慢にして長時間を要す從來藥局方所定の製法に準し蒸餾を行ふも能く同規定に適合するだけのベンツアルテヒドチアンヒドリンを含有する製品を得る事能はざるは蓋し遊離靑酸を比較的多量に抽出せしめベンツアルデヒドを蒸餾殘液中に遺留するか爲なるべし。故に分解後蒸餾液に食鹽を添加し過熱蒸氣を通して蒸餾液の温度を高めベンツアルテヒド抽出を促進せり而して茲に抽出したるベンツアルテヒドは日時経過により遊離靑酸と結合しヒドリン型靑酸を合成するは己にシュミツド氏の報告せし所なり尙遊離靑酸とヒドリン型靑酸の比は製造の操作中分解及化合行はれ相消長するを以て分解成績物たる靑酸とベンツアルデヒドとを全部抽出せしめ總靑酸の量を所定の含有量に至迄る稀釋して之を放置し日々遊離靑酸を定量せし以下各實驗に於て果してシュミツド氏の説の如く遊離靑酸は漸次ベンツアルデヒドと作用して結合靑酸に變ずるを認む而して之に依つて能く藥局方所定の製品を製出するを得たり。

イ 杏仁末脱脂不完全なる場合

本實驗に於ては冷壓に依り約三〇%脱脂せる中末杏仁一〇〇gを原料となし之に四〇度の温水六倍量を混和し二時間同温度に保ちたる後食鹽の添加量を異にし水蒸氣蒸餾に附せり抽出液は豫め局方酒精六〇gを容れたる受器に其一九〇gを備取し其靑酸含量を測定したるに總靑酸〇、二七五gなり後稀酒精(一〇%)にて稀釋し其含量〇、一〇%となし更に遊離靑酸並にヒドリン型靑酸との割合を檢せり。

第一實驗 第六表 蒸氣壓……………三氣壓 食鹽の添加量……………無

経過日数	總靑酸(%)	ヒドリン型靑酸(%)		遊離靑酸(%)	
		規定數	實驗數	規定數	實驗數
一日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇四六	〇、〇二〇	〇、〇五四
二日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇五二	〇、〇二〇	〇、〇四八
三日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇五六	〇、〇二〇	〇、〇四四

第七表 蒸氣壓……………三氣壓 食鹽の添加量(温水に對し) 五%

経過日数	總靑酸(%)	ヒドリン型靑酸(%)		遊離靑酸(%)	
		規定數	實驗數	規定數	實驗數
一日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇五六	〇、〇二〇	〇、〇四四
二日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇五八	〇、〇二〇	〇、〇四二
三日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇六四	〇、〇二〇	〇、〇三六

本實驗に依りチアンヒドリン及ヒベンズアルデヒドの抽出は食鹽の添加に關係し亦茲に抽出せしベンツアルデヒドは日子の経過に依り次第に靑酸と結合しチアンヒドリンを合成するを認む

第二實驗 第八表 蒸氣壓……………三氣壓 食鹽の添加量(温水に對し) 二%

第九表 蒸氣壓………三氣壓 食鹽の添加量(温水に對し)三%

経過日数	總青酸(%)	ヒドリン型青酸(%)			遊離青酸(%)		
		規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	過剩數
一日目	0.1000	0.0800	0.0490	0.0310	0.0200	0.0510	0.0310
二日目	0.1000	0.0800	0.0520	0.0280	0.0200	0.0510	0.0310
三日目	0.1000	0.0800	0.0580	0.0220	0.0200	0.0480	0.0310

第一〇表 蒸氣壓………三氣壓 食鹽の添加量(温水に對し)五%

経過日数	總青酸(%)	ヒドリン型青酸(%)			遊離青酸(%)		
		規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	過剩數
一日目	0.1000	0.0800	0.0560	0.0240	0.0200	0.0440	0.0240
二日目	0.1000	0.0800	0.0580	0.0220	0.0200	0.0420	0.0220
三日目	0.1000	0.0800	0.0640	0.0160	0.0200	0.0360	0.0160

右第二實驗表に依れば脱脂不完全なる場合は蒸氣壓三氣壓食鹽の添加量五%を適當となすも尙抽出完全ならず是れ殘存せる油と混合しベンツアルデヒド並にチアンヒドリンの抽出し難きに依るなり。

杏仁末脱脂完全なる場合

本實驗に於ては完全に脱脂せる中末杏仁一〇〇gを用ひ之に四〇度の温水六〇〇ccを混和し二時間同温度に保ちたる

後蒸氣壓及び食鹽の添加量を異にし水蒸氣蒸留に附せり留液は豫め局方酒精六〇gを容れたる受器に其一九〇gを抽出し其青酸含量を測定したるに總青酸〇.三四〇gなり後稀酒精(一〇〇)を加へ稀釋し其含量〇.一%となし更に遊離青酸とヒドリン型青酸との割合を檢せり。

第一實驗 第二表 蒸氣壓………二氣壓 食鹽の添加量………無

経過日数	總青酸(%)	ヒドリン型青酸(%)			遊離青酸(%)		
		規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	過剩數
一日目	0.1000	0.0800	0.0550	0.0250	0.0200	0.0450	0.0250
二日目	0.1000	0.0800	0.0560	0.0240	0.0200	0.0440	0.0240
三日目	0.1000	0.0800	0.0560	0.0240	0.0200	0.0440	0.0240
五日目	0.1000	0.0800	0.0580	0.0220	0.0200	0.0420	0.0220

第二表 蒸氣壓………三氣壓 食鹽の添加量………無

経過日数	總青酸(%)	ヒドリン型青酸(%)			遊離青酸(%)		
		規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	過剩數
一日目	0.1000	0.0800	0.0660	0.0140	0.0200	0.0140	0.0140
二日目	0.1000	0.0800	0.0670	0.0130	0.0200	0.0130	0.0130
三日目	0.1000	0.0800	0.0690	0.0110	0.0200	0.0110	0.0110
五日目	0.1000	0.0800	0.0700	0.0100	0.0200	0.0100	0.0100

右表に依り明なる如くチアンヒドリン及びベンズアルデヒドの抽出度は壓力に關係あるを認む

第二實驗 第一三表 蒸氣壓………二氣壓 食鹽の添加量(温水に對し)五%

経過日数	總青酸(%)	ヒドリン型青酸(%)			遊離青酸(%)		
		規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	過剩數
一日目	0.1000	0.0800	0.0560	0.0240	0.0200	0.0440	0.0240

第一四表 蒸氣壓……三氣壓 食鹽の添加量(温水に對し)五%

経過日数	蒸氣壓(%)	ヒドリン型青酸(%)			遊離青酸(%)		
		規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	過剩數
一日目	0.100	0.080	0.069	0.011	0.020	0.031	0.011
二日目	0.100	0.080	0.071	0.009	0.020	0.029	0.009
三日目	0.100	0.080	0.072	0.008	0.020	0.028	0.008
四日目	0.100	0.080	0.077	0.003	0.020	0.023	0.003
五日目	0.100	0.080	0.079	0.001	0.020	0.021	0.001

右第二實驗の結果脱脂完全なる場合は蒸氣壓三氣壓食鹽の添加量五%を以て遊離青酸並に結合青酸含有量をして薬局方所定量に適合せしむるを得。

五 製造上二三の實驗に就て

本章は三、四に於て得たる實驗成績を根柢とし直接製造經濟に關係ある事項に就き攻究せり而して本章の原料は完全に脱脂せる中末杏仁とす。

イ 温水の添加量

種々の割合に四〇度の温水を添加し二時間同温度に保ち水蒸氣蒸餾に附せりアミグダリン分解量(無水物として)次の如し。

第一五表

番號	試量(g)	温水の添加量(cc)	遊離青酸	ヒドリン型青酸	アミグダリン分解量(無水物として)百分率
第一號	100	300	0.130	0.082	3.588
第二號	100	400	0.106	0.049	6.008
第三號	100	500	0.084	0.036	5.412
第四號	100	600	0.082	0.038	5.412

右の試験に依り原料即ち完全に脱脂せる中末杏仁に四〇度の温水四倍使用したる時にアミグダリン分解最も著しく約九七%に達す故に杏仁水製造には温水四倍を使用せり。

ロ 食鹽の添加量

原料一〇〇gに温水(四〇度)四倍量を加へ同温度に二時間保ち後種々の割合に食鹽を添加し水蒸氣蒸餾(蒸氣壓……三氣壓)に附せり餾液は豫め局方酒精五〇gを容れたる受器に其三五〇gを餾取り青酸含量を測定せるに總青酸〇.三五六gなり後稀酒精(1:10)にて其含量〇.一%となし更に遊離青酸とヒドリン型青酸との割合を檢せり其結果左表の如し。

第一六表

経過日数	食鹽の添加量	總青酸(%)	ヒドリン型青酸(%)			遊離青酸(%)		
			規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	過剩數
一日目	—	0.100	0.080	0.047	0.033	0.010	0.051	0.041
二日目	—	0.100	0.080	0.049	0.031	0.010	0.051	0.041
三日目	—	0.100	0.080	0.050	0.030	0.010	0.050	0.040
四日目	—	0.100	0.080	0.054	0.026	0.010	0.046	0.036
五日目	—	0.100	0.080	0.055	0.025	0.010	0.045	0.035

第一七表

経過日数	食鹽の添加量 (温水に對し)	總青酸(%)	ヒドリン型青酸 (%)			遊離青酸 (%)		
			規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	超過數
一日目	2%	0.1000	0.0800	0.0580	0.0220	0.0200	0.0380	0.0180
二日目	2%	0.1000	0.0800	0.0590	0.0210	0.0200	0.0390	0.0190
三日目	2%	0.1000	0.0800	0.0610	0.0190	0.0200	0.0410	0.0210
四日目	2%	0.1000	0.0800	0.0680	0.0120	0.0200	0.0480	0.0280
七日目	2%	0.1000	0.0800	0.0710	0.0090	0.0200	0.0510	0.0310

第一八表

経過日数	食鹽の添加量 (温水に對し)	總青酸(%)	ヒドリン型青酸 (%)			遊離青酸 (%)		
			規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	超過數
一日目	5%	0.1000	0.0800	0.0640	0.0160	0.0200	0.0360	0.0160
二日目	5%	0.1000	0.0800	0.0750	0.0050	0.0200	0.0250	0.0050
三日目	5%	0.1000	0.0800	0.0770	0.0030	0.0200	0.0270	0.0070
四日目	5%	0.1000	0.0800	0.0800	0.0000	0.0200	0.0300	0.0100

本實驗に於て食鹽の添加量に依り更にチアンヒドリン並にベンツアルデヒド抽出度に影響あるを認む然れども製造上に於ては經濟上食鹽の添加量2%を限度とせり而して食鹽の添加量2%の實驗に於てはチアンヒドリン並にベンツアルデヒド抽出度に相當好果を與へしと雖も其製品は尙藥局方に適合せざりき依て次の試験を施行せり。

ハ 液採取方法

本實驗に於ては原料は脱脂せる中末杏仁を以てし温水の添加量は400cc蒸餾に際し食鹽の添加量温水に對し2%の割合蒸氣壓は三氣壓にして單に其餾液採取方法並に稀釋方法を従前の諸實驗と異にし蒸餾殘液中にベンツアルデヒド

の遺留なきを謀れり。

即ち豫め酒精二五gを容れたる三個の受器に順次各二二五g宛の餾液を餾取し全量二五〇gとなし青酸の含量を測定せり其結果次の如し。

- 第一受器……………0.3294g
- 第二受器……………0.270g
- 第三受器……………

依つて原料即ち脱脂せる中末杏仁100gより生せる總青酸は0.3564gなるを以てアミダグリン分解量は左の如し。

脱脂度	粉砕度	供試量(g)	供試品の調製		アミダグリン分解量	
			温水の添加量 (温水に對し)	食鹽の添加量 (温水に對し)	實驗數(g)	百分率
完全	中末	100	400	2%	6.031	97.826

次に第二餾液を以て第一餾液を稀釋して其1000分中總青酸一分を含むに至らしめ其内遊離青酸並にヒドリン型青酸の割合を檢定せり其成績次の如し。

第一九表

経過日数	總青酸(%)	ヒドリン型青酸 (%)			遊離青酸 (%)		
		規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	超過數
一日目	0.1000	0.0800	0.0640	0.0160	0.0200	0.0360	0.0160
二日目	0.1000	0.0800	0.0770	0.0030	0.0200	0.0270	0.0070
三日目	0.1000	0.0800	0.0800	0.0000	0.0200	0.0300	0.0100

本實驗に於て杏仁中の配糖體アミグダリンの分解産物を完全に留液に導き且つ遊離靑酸並に結合靑酸含有量をして局方所定量となすを得たり。

製造試験

一 原料調製法

杏仁水製造に當り原料として市販の杏仁中略々心臟形の成熟品を求め之を供用せり破砕せる杏仁は油分の變敗に依り往々留液に異臭を興ふるを以て形態完全のもののみを選用せり。杏仁は油分の變敗に依り先づ杏仁を石臼に掛け速に搗碎し篩別せり茲に得たる粗割截中割截末は更に石臼に掛け細割截乃至粗末となす搗碎に際し注意す可きは再三石臼に掛るは徒に油分の損失を増大し且つ油分のため粉末杏仁を粘固せしむ故に搗碎の限度は油分のために粘固せざる範圍内を可とす中割截—粗末杏仁一胚を三五〇〇封度にて冷壓搾油して可及的脂肪油を除去す其成績左の如し。

同 数	供試量(g)	壓搾粕(g)	搾取油(g)	作業時間
第一回	一〇〇〇	六六四	二八七	七
第二回	一〇〇〇	六六八	二九三	七
第三回	一〇〇〇	六五七	三〇七	七
平均		六六三%	二七五%	七

右試験に依り作業時間七時間にて約三〇%の搾取油並に約七〇%の壓搾粕を得。

更に完全脱脂するには壓搾粕を取り搗碎し粗末となし石油ベンチンを用ひ能く振盪し密栓し數時間放置し次に此れを濾布を以て濾過し殘渣は前回の壓搾器を用ひ比較的完全に溶劑を搾取せり茲に得たる脱脂完全なる粗末杏仁は直射日光に

て曝し撒布し微量の石油ベンチンを除去し後中末となし杏仁水製造原料に供せり而して脱脂に使用したる石油ベンチンは再び回収し次回の脱脂に使用せり。其損失量左の如し。

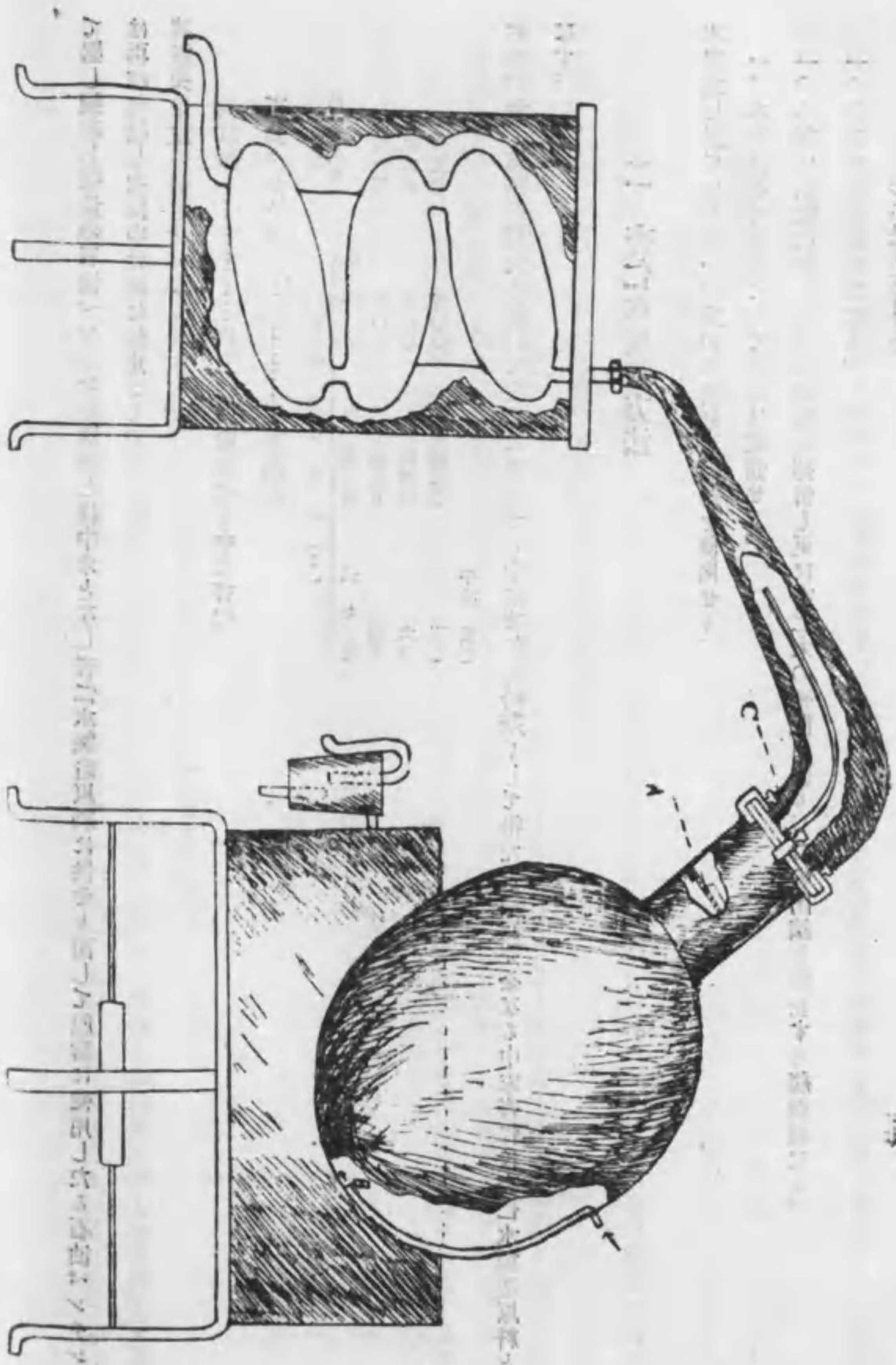
供試品		工業用品	
石油ベンチン	石油ベンチン	石油ベンチン	石油ベンチン
供試量(g)	使用量	回收量	損失量
六六四	五〇〇	四五五	四五
六六八	五〇〇	四四〇	六〇
六五七	五〇〇	四五〇	五〇
	平均	平均	平均
	五〇	五〇	五〇

右表の如く溶劑の損失少量にて完全に脱脂せる中末杏仁を得斯くして得たる脱脂完全なる中末杏仁は杏仁水製造原料となす。

二 杏仁水製造方法

本製造に於ては内容一〇立の水蒸氣蒸留器を使用せり。

- 一、本器は全て銅製にして内側は鍍錫せり。
- 一、A部は蒸留に際し内容の泡沫を抑制し更に杏仁末の飛散に依りC口の閉鎖を防止する細網板なり。
- 一、B口は蒸氣出口なり。



先づ脱脂せる中末杏仁五〇〇gを取り之に温水(四〇度)四倍量を混和し該温度に二時間保持し上記の蒸留器に移し更に食鹽四〇gを加へ三氣壓の水蒸氣を以て蒸留せり餾液は豫め酒精一二五gを容れたる二箇の受器中に夫々其一一二五gを餾取し青酸の含量を測定せり其結果次の如し。

第一受器……………一、六四二g

第二受器……………〇、一六二g

總青酸一、八〇四gよりアミグダリンの分解量(無水物として)は三〇、五三四gにしてアミグダリン含有量(無水物として)六、一六五g中六、一〇六g即九九、〇四三%に當る。

次に第二餾液を以て第一餾液を稀釋して總青酸量〇、一%となし日子の経過に依り遊離青酸並にヒドリン型青酸の消長を檢定せり其結果左表の如し。

経過日數	ヒドリン型青酸(%)			遊離青酸(%)		
	規定數	實驗數	不足數	規定數	實驗數	過剩數
一日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇二〇	〇、〇二九	〇、〇〇九	〇、〇二〇
二日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇二〇	〇、〇二〇	〇、〇一一	〇、〇〇一
三日目	〇、一〇〇	〇、〇八〇	〇、〇二〇	〇、〇二〇	〇、〇一八	〇、〇〇二

斯くして製造試験に於ても杏仁中の配糖體アミグダリンを完全に餾液に導き二日目に局方規定の遊離青酸量並にヒドリン型青酸量となすを得たり更に茲に得たる杏仁水に就き局方規定の試験を施行せるに能く藥局方に適合せしむるを得たり其成績左の如し。

一、本品は證明にして藍色試験紙を殆ど赤變せず著しく揮發苦扁桃油の香氣を有し比重〇・九七四

- 一、本品一〇ccに一〇分定規硝酸銀液〇、八cc及硝酸二三滴を和し生したる沈澱を濾過して得たる液に更に硝酸銀を加ふるも濁濁を生ぜず。
- 一、本品二容量にアムモニア水一容量を加ふるに一〇分時間以内に微に濁濁し二〇分時間以内に濁濁す。
- 一、本品二五ccに水一〇〇ccを加へて稀釋し之にカリ濾液一ccを和したる後絶えず攪拌しつゝ一〇分定規硝酸銀液を滴加して復た消失せざる類白色の濁濁を生せしむるに四、六ccを消費せり。

三 杏仁水製造收支概算

杏仁水製造に當り前記の蒸餾釜を使用し平均一日に杏仁水二六封度を製造せり。
其收支概算左の如し。

支出之部		備考	
原料及藥品名其他	數量(キログラム)	價格(圓)	
杏仁	六、〇〇〇 (二〇斤)	二、五〇〇	大正一三年二月京城乾材藥局相場上等品一斤〇、二五圓を計上す
燃料	四五、〇〇〇	一、〇〇〇	大正一三年三月京城石炭相場御旗炭一噸二二圓を計上す
石油メンチン (工業用)	〇、三〇〇	〇、一四四	大正一三年三月京城藥品相場一鐘六、五〇圓を計上す(但し回收損失量の計上せり)
食鹽	〇、二六〇	〇、〇一五	大正一三年三月市價一〇〇斤三、五〇圓を計上す
酒精	一、九六六	二、〇〇四	大正一三年三月京城藥品相場一鐘一四、〇〇圓を計上す
人夫賃	一人	〇、八〇〇	大正一三年三月京城藥品相場一鐘一四、〇〇圓を計上す
合計		五、七四三	常備人一人日給〇、八〇圓

收入之部

製品及副産物		備考	
	數量(瓶)	價格(圓)	
杏仁水	一一、七三四 (二六、〇七六封度)	一一、九九五	大正一三年三月京城藥品相場一封度〇、四六圓を計上す
杏仁油	二、一〇〇	〇、四〇〇	大正一三年二月大阪小賣相場二斗入一鐘三五、〇〇圓を計上す
合計		一二、三九五	
差引利益		六、六五二	

右の計算に於て蒸餾装置容器其他諸備品は諸種の場合に從ひ異同あるを以て此處に計上せず。

四 杏仁水製造副産物利用法

1 杏仁油利用法

杏仁油は杏仁を壓搾して得たる脂肪油にして日本藥局方に之れが掲載せられ其應用逐年増加するを以て製造業者に價値ある副産物なり。
其試験成績左の如し。

- 一、本油は黄色澄明の液にして殆ど臭氣なく味緩和なり零下一〇度に於ても凝固せず
- 一、比重…………… 〇、九一七
- 一、鹼化數…………… 二〇七、〇〇〇
- 一、ヨード數…………… 一〇一、〇〇〇

右成績に依り本油は局方規定に適合す

□ 搾粕利用法

杏仁水製造試験成績

次に搾粕の肥料的及び飼料的價值を知らんと欲し供試品として杏仁水製造後の殘滓を濾布を以て濾過し之を日光にて乾燥し風乾品となし粉碎供試せり。

其分析結果を示せば次表の如し。

(風乾一〇〇分中)

一、水分	一一、六〇
一、粗蛋白質	五一、八四
一、磷酸	一、五八
一、加里	一、七五
一、青酸	殆ど含有せず

以上の成績に依り蛋白質の含量著しく多量にして磷酸、加里の含量亦少なからざるを知る故に本品は肥料並に飼料として價値ある副産物と認む。

結 論

一、局方所定により三〇%脱脂せる粗末杏仁一〇〇grに二五〇^oの冷水二倍半を使用する時はアミグダリン分解不完全にして約二三%に過ぎず即ち完全に脱脂せる中末杏仁に冷水三一六倍添加し二〇時間放置し加水分解を行はしめたる時にアミグダリン分解最も著しく約九〇%に達す故に原料の調製は完全に脱脂せる中末杏仁にして冷水の添加量三一六倍とす。

二、局方所定の如くアミグダリン分解に斯く長時間要するは實際上甚だ不經濟なるを以て分解に要する時間の短縮を謀

り脱脂せる中末杏仁に四〇度の温水四倍量を加へ同温度に保つ事二時間にしてアミグダリンの殆ど全部(約九七%)を分解せしむるを得たり。

三、アミグダリン分解産物の抽出を完全ならしむる爲め蒸餾液に一定量の食鹽を添加し過熱蒸氣を使用して能く其目的を達するを得たり。

四、食鹽の添加量は製造經濟に關係あるを以て二%を限度とし三氣壓(一二五度)の過熱蒸氣を使用せり。

五、藥局方所定の方法に依つては同所定の製品を得る事能はざるは一般に認むる所にして本製造法に依れば容易に所定の製品を製造し得ると同時にアミグダリン分解の損失を防ぎ著しく製造時間を短縮するを得たり。

六、餾液採取法は脱脂せる原料杏仁一分に對し豫め酒精〇、二五分を容れたる受器二箇に夫々餾液二、二五分を餾取し第二餾液を以て第一餾液を稀釋し其青酸含有量を〇、一%となし之を放置する時は日子の経過に依り次第にチアンヒドリンを合成し三乃至四日以内に遊離青酸を藥局方規定量となす事を得たり。

七、副産物中杏仁油は藥局方製品の原料に供すべく蒸餾殘粕は乾燥して家畜飼料並に肥料として價値あるものと認む

終

14.21

362