9) Windisch, Ueber Furfurrolbildung, mit besonderer Berücksichtigung der Bedingungen beim Maisch und Würzekochprocess.

(Wochenschrift für Brauerei 1899 No. 49 Seite 653)

10) Tollens, Ueber die Kohlenhydrate des Malzes und der Gerste mit besonderer Berücksichtigung der Pentosane, sowie über das Verhalten derselben bei der Malzbereitung, beim Maischproceß und bei der Gährung.

(Durch Zeitschrift für das gesammte Brauwesen 1898 Seite 555, 570, 585)

○キールダール氏窒素定量法ノ改良ニ就テ

Improvement on the Kjeldahl's method of nitrogen exmination. By T. Morikawa.

長崎 森川 勦三郎

余ハ當藥學科ノ衛生化學講座ニ敎鞭ヲ執ルニ當リ實地演習ニ於テ初學ナル學生ヲシテ常ニ精確ヲ誤ラシムルモノハ飲食物中窒素定量法ナリトス而シテ現今完全ナルモノトシテ衛生化學者ガ一般ニ應用スルハキールダール氏窒素定量法ナリ然レドモ此法タルヤ特別ノ裝置ヲ要シ且ツ安母尼亞蒸餾ノ際逆流ノ恐レアルヲ以テ其操作ニ熟練セザルモノハ屢ハ徒勞ニ歸スルコトアリ特ニ初學者ニハ一層困難ヲ與フルモノトス依テ余ハ公務ノ餘暇ヲ以テ之レガ改良法ノ研究ニ從事シ稍満足スベキ成績ヲ得タルヲ以テ爰ニ研究ノ顛末ヲ列記シ識者ノ高評ヲ乞ハントス

改良スベキ研究ノ要點

余ガキールダール氏定量法ニ改良ヲ加ントスル要點ハ同氏ノ蒸餾操作ニ換ユルニ一般液量分析ニ

用ユル安母紐謨鹽ノ間接液量法ヲ應用スルニアリ何ントナレバ含窒有機物ニ硫酸ヲ加エテ煮沸スルトキハ硫酸ハ有機物中ヨリ水ノ成分タル水、酸二素ヲ脱出シ殘存スル炭素硫酸ニ作用シ亞硫酸ヲ形成セシメ其亞硫酸ノ爲メ蛋白質性窒素ハ還元シテ安母尼亞トナリ過剰ノ硫酸ト化合シテ硫酸安母紐謨トナルモノナリ故ニ過剰ノ酸ヲ中和スルトキハ主トシテ硫酸亞爾加里鹽ト硫酸安母紐謨ノ混液ニ外ナラザルナリ今此混液ニ過剰ノ亞爾加里液ヲ加エテ煮沸スレバ次ノ反應ノ如ク安母尼亞ヲ驅逐シ固形亞爾加里ノ平衡量ヲ以テ補充スルニ至ルモノトス之レ其ノ消費亞爾加里量ヨリ窒素ヲ改算スルノ點ニ基クニアリ

第一 實驗

余ハ先ツ安母尼亞定量ニ於テ蒸餾法ト液量法トニ依リ其成績相互ノ關係如何ナルヤヲ比較センガ爲メ化學的純粹ノ硫酸安母紐謨三瓦ニ酸混和液(硫酸十二容發烟硫酸八容)十ccヲ加ヘ水ニテ稀薄シ三百ccトナシタルモノヲ檢體トシ左ノ實驗ヲ試ミタリ

蒸餾法 以上ノ驗體五十ccヲ「コルベン」ニ取り水百五十ccヲ混加シ之レニ苛性加里液ヲ加ヘ亞爾加里性トナシ蒸餾裝置ニ依リ煮沸シテ發生スル安母尼亞ヲ定規酸ノ十ccニ吸收セシメ後過剰ノ酸液ヲ定規亞爾加里液ニテ復測シタリ

液量法 以上ノ驗體五十ccヲ二百五十ccノ「コルベン」ニ取り刺屈謨斯丁幾ヲ標示藥トナシ苛性會達液ニテ全ク中和シ之レニ定規亞爾加里液十ccヲ加エ能ク混和シ二十五分時間煮沸シ全ク安母尼亞ヲ驅逐シ冷後定規硫酸液十ccヲ加ヘ定規亞爾加里液ニテ復測シタリ

今兩者ノ試驗ニ依テ得タル硫酸安母紐謨百瓦中ノ窒素量左ノ如シ

蒸餾法	一回	21,000	二回	21,175
液量法		21,175		21,190
理論上		21,21		

以上成績ニ依リ液量法ニ依テ得タル數理論上ニ近キヲ認タリ然レドモ各種飲食物ニ付キ實際「キールダール」氏窒素定量法ニ應用シ互ニ比較セバ如何ナル成績ヲ來スヤヲ試ミン爲メ左ノ實驗ヲ行ヘリ

第二 實驗

「キールダール」氏定量法 牛乳十ccヲ分解「コルベン」ニ取り重湯煎上ニ蒸發シテ濃厚トナシ酸混和液二十ccト酸化銅〇・五瓦ヲ加エ初メ微ニ温メ漸々熱度ヲ高メ硫酸瓦斯ノ嚙口ヨリ揚發セザル様注意シ無色トナルニ至リ水ニテ稀薄シ二百五十ccトナシ其ノ各百ccニ亞爾加里液(1:8)四十ccヲ加エ強亞爾加里性トナシ冷却器ヲ附シ三時間煮沸シ發生スル安母尼亞瓦斯ヲ定規酸液十ccニ吸收セシメ刺屈謨斯丁幾ヲ標示藥トナシ定規亞爾加里液ニテ測定スルニ一回ハ一・三五cc二回ハ一・四ccヲ消費セリ

改良法 牛乳十ccニ酸混和液二十ccヲ加エ酸化銅ノ代リニ硫酸加里三瓦ヲ加エ以上ノ如ク加熱シ無色トナルニ至リ少許ノ蒸餾水ニテ稀薄シ二十五%ノ亞爾加里液ニテ中和シ冷後二百五十ccトナシ其百ccヲ「コルベン」ニ取り之レニ定規亞爾加里液十ccヲ加エ二十五分間煮沸シ冷後定規酸液十ccヲ混和シ定規亞爾加里液ニテ復測スルニ一回ハ一・四cc二回ハ一・四ccヲ消費セリ
今兩者ノ消費量ヨリ窒素及蛋白質ノ%ニ改算スルニ左ノ如シ

キールダール氏法	一回		二回	
	窒素	蛋白質	窒素	蛋白質
改良法	0.4725	2.9631	0.49	3.062
	0.490	3.062	0.490	3.062

第三 實驗

以上ノ方法ニ依リ各種飲食物ニ付キ比較試驗ヲ行ヘリ

醬 油 五ccニ硫酸二三滴ヲ加エ蒸發シテ驗ス

日 本 酒 二十ccニ硫酸二三滴ヲ加エ蒸發シテ驗ス

米 粉 一瓦ヲ驗ス

肉「エキス」 〇・五瓦ヲ小濾紙ニ附着セシメ秤取シテ驗ス

味 噌 一瓦ヲ小濾紙片ニ附着セシメ秤取シテ驗ス

「ソマトーゼ」 〇・五瓦ヲ驗ス

「カラスミ」 〇・五瓦ヲ驗ス

以上得タル比較成績%量

名 稱	キールダール氏法		改良法	
	窒素	蛋白質	窒素	蛋白質
牛 乳 一回平均	0.4725	2.9631	0.4900	3.062
	0.4900	3.0620	0.4900	3.062
	0.4812	3.0070	0.4900	3.062
日 本 酒 一回平均	0.1750	1.0940	0.1830	1.144
	0.1830	1.1440	0.1920	1.203
	0.1875	1.1190	0.1875	1.1735

醬	油	平均	一回	二回	平均	一回	二回
		0,9450	5,907	0,9800	6,125		
		0,9800	6,135	0,9800	6,125		
		0,9625	6,016	0,9800	6,125		
味	噌	平均	一回	二回	平均	一回	二回
		1,4000	8,7500	1,4000	8,750		
		1,4000	8,7500	1,4000	8,750		
		1,4000	8,7500	1,4000	8,750		
米	粉	平均	一回	二回	平均	一回	二回
		1,0500	6,563	1,0500	6,563		
		1,0500	6,563	1,0500	6,563		
		1,0500	6,563	1,0500	6,563		
肉「エキス」	平均	一回	二回	平均	一回	二回	平均
		9,4500	59,0700	9,4500	59,070		
		9,1000	56,8700	9,4500	59,070		
		9,2800	58,000	9,4500	59,070		
「ソルトーゼ」	平均	一回	二回	平均	一回	二回	平均
		12,2500	76,562	12,2500	76,562		
		11,9000	74,375	11,900	74,375		
		12,0800	75,500	12,0800	75,500		
「カラスミ」	平均	一回	二回	平均	一回	二回	平均
		8,0500	50,312	8,4000	52,500		
		8,4000	52,500	8,7500	54,687		
		8,2250	51,407	8,5750	53,593		

改良窒素定量法

本法ニハ左ノ試薬ヲ要ス

イ、定規亞爾加里液

ロ、定規硫酸液

ハ、濃稠硫酸三容量發烟硫酸二容量ノ混合液

ニ、純粹ノ硫酸加留謨

ホ、刺屈謨斯丁幾或ハ「トロペオリン」液

ヘ、二十五%ノ苛性曹達液

ト 刺屈謨斯試驗紙

操作法 驗體一定量ヲ分解「コルベン」ニ取り酸混和液二十ccト硫酸加留謨三瓦ヲ加ヘ銅網上ニ架シ硝子球栓ヲナシ三十分間徐々ニ加熱シ漸次熱度ヲ高メ遂ニ内容液ノ僅カニ沸騰スルノ度トナシ黑色變シテ無色トナルニ至テ止メ冷後之レヲ凡五十ccノ蒸餾水ヲ入レタル三百ccノ「ペーヘル」内ニ硝子棒ノ幫助ニ依リ徐々ニ注入シ能ク混攪シ尙分解「コルベン」ヲ小許ノ水ニテ洗ヒ再ヒ「ペーヘル」内ニ移シ次ニ此ノ溶液ニ二十五%ノ苛性曹達液ノ八十五乃至九十ccヲ攪拌シツ、徐々ニ注加シ能ク混和スベシ然ルトキハ著シク溫熱ヲ發生スルヲ以テ「ペーヘル」ヲ冷水中ニ冷却シ後之レニ刺屈謨斯丁幾或ハ「トロペオリン」液ヲ滴加シ淡紅色ヲ呈セシメ更ラニ二十五%ノ苛性曹達液ヲ極メテ注意シテ點滴狀ニ加ヘ淡藍色或ハ黃色トナルニ至テ止ムベシ爰ニ全ク中和シタルヲ認ムレバ其液悉皆三百ccノ「メスコルベン」ニ移シ精密ニ劃度點マデ蒸餾水ヲ滿シ能ク混和シタル後其各百ccヲ二百五十ccノ「コルベン」ニ分取シ定規亞爾加里液十ccヲ加エ二十五分時間煮沸シ揭發スル蒸氣ノ復タ赤色刺屈謨斯紙ヲ藍變セザルニ至レバ放冷シ之レニ定規酸液十ccヲ混和シ更ラニ定規亞爾加里液ニテ復測シ其消費量ニ〇・〇一四ヲ乘スレバ窒素、〇・〇八七五ヲ乘スレバ蛋白質ノ量ヲ得ルモノトス

改良法ニ要スル注意ノ箇條

第一本法ニ要スル試藥蒸餾水ハ毫モ安母尼亞及ビ窒素化合物ヲ含ム可カラズ又タ分解ノ際ハ塵埃ト安母尼亞瓦斯ヲ避クベシ

第二檢體ヲ分解スル際假令時間稍長キニ涉ルノ憾アリト雖モ可成長頸堅牢ナル分解「コルベン」ヲ用ヒ且壙口ヨリ硫酸瓦斯ヲ發散セザル様煮沸セシムベシ然ラザレバ變生セル硫酸安母紐謨ヲ揮散セシムルノ恐アリ

第三硫酸安母紐混液ヲ中和スルニ當リ使用シタル酸混液二十ccニ對シ二十五%ノ亞爾加里液大抵九十ccヲ絶エズ攪拌シツ、注加シ弱酸性ニ至ラシムベシ然ルトキハ烈シク温熱ヲ發生スルニ依リ冷水中ニ全ク冷却シ更ラニ亞爾加里液ヲ器壁ニ觸レシメザル様加エテ中和スベシ決シテ熱時中和スベカラズ何トナレバ若シ誤テ亞爾加里液ヲ餘分ニ加フルトキハ直チニ安母尼亞ヲ發散スル恐レアリ

第四中和ノ際ニハ「ペーヘル」液量ニハ「コルベン」ヲ撰用スベシ何トナレバ甲ハ餘分ノ亞爾加里ヲ器壁ニ附留セシメザル爲メ乙ハ煮沸ノ際液ヲ飛散セシメザル爲メナリ

第五本法ニ於テ尤モ注意ヲ要スルハ精密ニ中和スルコトニテ固ヨリ其結末反應ハ標示藥ニ依テ認ムベキモ大抵中和點ニ達スルトキハ飲食物中ノ灰分ニ基因スル水酸化物ノ生成ニ依リ微ニ白濁ヲ呈スルモノトス

第六本法ニ於テ試驗ヲ終リタル後其ノ廢棄スベキ溶液ヲ蒸發皿ニ集メ蒸發結晶セシムルトキハ使用セル酸混和液二十ccニ對シ常ニ約五十瓦ノ硫酸曹達ヲ得ルモノトス

第七本法ニ於テ苛性加里ヲ使用スルトキハ廢棄液ヨリ單ニ硫酸加里ヲ得ルノ益アリト雖モ硫酸加里ハ硫酸那篤倫ニ比シ溶解シ易カラザルガ爲メ中和ノ際著シク結晶ヲ析出シ操作ヲ妨クルガ故苛性曹達ヲ以テ中和スルヲ要ス

結論

以上列記スル如クキールダー氏窒素定量法ニ於テ蒸餾操作ニ換ユルニ余ガ研究セル改良法ヲ應用セバ高價ナル特別蒸餾裝置ヲ要セズ通常ノ器械ヲ備フル小實驗室內ニ於テ容易ニ施行シ得ベク且ツ蒸餾ノ際尤モ困難トスル逆流失敗ノ恐レナキヲ以テ初學者ト雖モ平易ニシテ精確ニ定量シ得

ルノ便アリ加之從來廢棄シタル溶液ヨリ小ナクモ一實驗毎ニ五十瓦ノ硫酸曹達ヲ製出シ得ベキガ故化學實驗所ノ如キ日々多クノ窒素定量ヲ施行セル場所ニ於テハ經濟上ニモ大ニ利益アルモノト信スルナリ

此研究ニ際シ藥學得業士村上太平氏ハ日々余ト共ニ實驗ノ勞ヲ取ラレ大ニ便宜ヲ與ヘラレタルヲ茲ニ感謝ス

○合金定量分析實驗

Quantitative analysis of the alloys. By K. Ura.

浦 小一郎

合金ノ定量分析法ハ其數甚ダ多ク各一得一失ヲ有シテ實地分析ノ際其ノ撰擇ニ苦ムコトアリ余ハ諸書ヲ參照シ各種ノ方法ヲ比較實驗シ最モ實用ニ適當ト信ズベキモノ數法ヲ得タレバ左ニ之ヲ列記スベシ、但シ此ノ方法タルヤ決シテ嶄新ノモノニアラザルモ操作簡易ニシテ頗ル精密ノ結果ヲ得且ツ短時間内ニ分析ヲ終了シ得或ハ夜間ヲ利用シ得ル等ノ利益アリ

前述ノ如ク實驗ノ目的ハ實用ニアルヲ以テ其ノ分析方法ハ總テ普通ノモノニ過ギザルモ凡ソ分析ノ遲速ハ大ニ各金屬交互分離定量ノ順序如何ニ關スルヲ以テ專ラ此點ニ注意ヲ施シタリ故ニ此順序ハ普通成書ニ記載シタルモノヨリ多少ノ變異アルベキヲ信ズ

余ガ實驗シタル分析法ノ種類及分析回數ハ甚ダ多數ニシテ其方法及成績ヲ悉ク記載スルハ紙面ノ許サル所ナルヲ以テ爰ニハ只最モ實用ニ適スルト信スルモノ一種若クハ二種ヲ限リ記載スルニ止ムベシ、