Anal. Calcd. $C_9H_{12}O_2NCl_3$: C, 39.66; H, 4.44; N, 5.14. Found: C, 39.59; H, 4.51; N, 5.08.

Ketone とギ酸-ギ酸塩の反応(一般法) Ketone (0.01 mole), ギ酸 (0.01 mole), およびギ酸塩 (0.01 mole) の混合物を加熱還流 (Table II) 後, 少量の水を加えてエーテル抽出. 飽和 $NaHCO_3$ 水で洗い乾燥, エーテル留去, 残渣を LCG 処理したのを蒸留あるいは再結晶にて精製 (Table III).

10 とピリジンの反応 10 (0.5 g) のピリジン (2 ml) 溶液を 7 hr 還流後, 氷水を加えて 10% HCl で酸性としエーテル抽出. 乾燥後, 減圧蒸留, bp $65 \pm 5^\circ$ (15 mmHg) の 15 0.2 g (74.1%) を得. 標品の IR および GLC と一致.

1 と NaOH 水の反応 NaOH (2.2 g) の水 (20 ml) 溶液に氷冷攪拌下 1 (2.36 g) を少量づつ加える 1 hr 放置後, 塩酸酸性としエーテル抽出. 乾燥, エーテル留去後, 残渣を石油エーテルから再結晶. mp $130-131^\circ$ の無色プリズム晶の 16 1.42 g (87.3%) を得. *Anal.* Calcd. $C_6H_7O_3Cl$: C, 44.32; H, 4.34. Found: C, 44.38; H, 4.22.

17 の生成 16 (6.10 g) のアセトン (50 ml) 溶液にトリエチルアミン (7.58 g) を加えて 2 hr 還流. アセトン留去後, 残渣に水を加えてエーテル抽出. 乾燥, エーテル留去後, 減圧蒸留. bp $120 \pm 5^\circ$ (13 mmHg) の 17 4.05 g (91%) を得. IR $\nu_{max}^{film} cm^{-1}$: 1760 (C=O). *Anal.* Calcd. C_6H_7OCl : C, 50.65; H, 5.95. Found: C, 50.40; H, 5.89.

謝辞 元素分析, 機器分析を測定された本学分析室の諸氏に深謝します.

〔薬学雑誌〕
YAKUGAKU ZASSHI
95 (2) 241-242 (1975)

UDC 547.91.02 : 581.192

各地産植物精油に関する研究 (第 37 報¹⁾) キタコブシの精油成分 その 1²⁾

藤田安二,^{3a)} 菊池光子,^{3b)} 藤田眞一^{3c)}

大阪工業技術試験所,^{3a)} 日本大学工学部,^{3b)} 武庫川女子大学教育科^{3c)}

Miscellaneous Contributions to the Essential Oils of the Plants from Various Territories. XXXVII.¹⁾ On the Components of the Essential Oils of *Magnolia Kobus* DC. var. *borealis* SARG. (1)²⁾

YASUJI FUJITA,^{3a)} MITSUKO KIKUCHI,^{3b)} and SHIN-ICHI FUJITA^{3c)}

Government Industrial Research Institute, Osaka,^{3a)} Faculty of Technology, Nihon University^{3b)}, and Department of Education, Mukogawa Women's University^{3c)}

(Received August 1, 1974)

The essential oil of *Magnolia Kobus* DC. var. *borealis* SARG. from Sapporo, Hokkaido, was examined. The yield of shoot oil was about 0.2% and that of branchlets was 0.03%. The characteristic constituents of these oils are limonene, 1,8-cineole, *p*-cymene, *l*-camphor, and α -terpineol.

キタコブシ *Magnolia Kobus* DC. var. *borealis* SARG. は北海道および本州北部, 中部日本海岸地方に産するもので, コブシに比し葉も花もやや大きいのが特徴であるといわれている.⁴⁾ 著者らは前報¹⁾ のコブシ *M. Kobus* DC. との精油成分の比較を行なうために, まず北海道産のキタコブシの精油成分の検索を行なった.

1) 第 36 報: 藤田安二, 菊池光子, 藤田眞一, 薬誌, 95, 162 (1975).

2) 日本化学会, 第 13 回, 香料, テルペンおよび精油化学に関する討論会で発表, 鹿児島, 1969 年 10 月.

3) Location: a) Midoriga-oka, Ikeda-shi, Osaka; b) Tamura-cho, Koriyama-shi, Fukushima; c) Ikebiraki-cho, Nishinomiya-shi, Hyogo.

4) C.S. Sargent, "Trees and Shrubs," II, Houghton Mifflin Co., Boston-New York, 1913, p. 57.; 大井次三郎, "日本植物誌, 至文堂, 東京, 1965, p. 649.

実 験 の 部

試料油の採取

試料 I_A ——1967 年 9 月 12 日, 北海道札幌市新川町の原生林 (標高 20 m) 内に自生する胸高直径 30 cm, 高さ 20 m のものの小枝を採取し送付された半乾燥品で, 葉の大きさ 12×7 cm. 半乾燥の小枝を含む葉 103 g を 9 月 18 日水蒸気蒸留して油分 0.55 g を得た. 収油率は半乾燥品に対して 0.54% にあたる.

試料 I_B ——上記試料のうち太さ 0.8—3 cm の小枝のみ 2.2 kg を同日水蒸気蒸留して油分 0.65 g を得た. 収油率は 0.03% である.

試料 I_C ——1967 年 9 月 21 日および 24 日, それぞれ同地自生の胸高直径 20 cm および 35 cm, 高さ 10 m および 15 m の成木 2 本から小枝 3.0 kg を採取し送付されたもので, 9 月 29 日半乾燥品として水蒸気蒸留したが, 試料は 1.9 kg に減じていた. 油分 6.0 g を得た. 収油率は半乾燥品に対しては 0.31%, 生試料に換算すれば 0.20% に当った.

試料油の検索 油分の検索は前報¹⁾ と全く同様にして行なった. 成分含率はガスクロマトグラムの各ピークの面積比から算出した.

結 果 と 考 察

検索結果を表示すれば Table I のようである.

TABLE I. The Compositions of the Essential Oils of *M. Kobus* var. *borealis* Obtained from Sapporo, Hokkaido

Peak No.	Component	Sample(%)			Peak No.	Component	Sample(%)		
		I_A (Shoots)	I_B (Bran- chlets)	I_C (Shoots)			I_A (Shoots)	I_B (Bran- chlets)	I_C (Shoots)
1	α -pinene	0.5	0.7	2.0	16	unidentified	0.7	—	0.9
2	camphene	0.3	0.5	1.4	17	α -terpineol	11.7	12.6	7.0
3	β -pinene	2.3	1.5	8.0	17'	α -humulene	1.4	—	1.7
4	limonene	39.3	57.6	4.7	18	citronellol	0.9	0.6	1.8
5	1,8-cineole	—	—	34.1	19	unidentified	0.9	0.6	0.9
6	<i>p</i> -cymene	5.3	3.5	8.6	19'	δ - or γ -cadinene	—	—	—
7	<i>cis</i> -3-hexen-1-ol	trace	0.1	0.3	20	nerol	—	—	1.2
8	unidentified	0.2	0.1	0.2	20'	calamenene	—	—	—
9	unidentified	0.2	0.2	0.1	21	geraniol	—	—	0.9
10	<i>trans</i> -linalooloxide	0.4	0.3	0.4	22	unidentified	—	—	—
11	<i>cis</i> -linalooloxide	0.2	0.1	0.2	23	unidentified	—	—	1.5
12	linalool	1.6	1.3	1.5	24	unidentified	—	—	—
12'	α -ylangene	—	—	—	25	<i>d</i> -nerolidol	1.7	—	1.5
13	<i>l</i> -camphor	26.5	12.5	10.2	26	elemol	—	—	—
14	terpinen-4-ol	5.2	6.4	3.9	27	unidentified	—	—	4.6
14'	β -elemene	—	—	—	28	unidentified	—	—	—
15	caryophyllene	0.8	trace	1.8					

以上により本キタコブシの枝葉油の収油率は生植物に対して約 0.2%, 小枝のみからは 0.03% の油分が得られ, その成分はコブシそのものと大差はないけれども, このものは limonene, 1,8-cineole, *p*-cymene, *l*-camphor および α -terpineol などを主成分とすることが明らかになった. なお, 北海道産のキタコブシの枝葉油に *l*-camphor が多いことは特に興味あることと思われる.

著者らはコブシとキタコブシとは区別する必要はないものと考えるが, キタコブシの精油についても今後さらに充分に検討するつもりである.

謝辞 試料を採取送付された藤田浩三氏に感謝いたします.