

(ハ) 鹽酸の濃度小なる場合、

二五瓦の炭酸曹達に對して二五二瓦の鹽酸を要するものとせば、其因數は次の如くにして求めらる。

$$25.2 : 25 = 1 : a \quad a = 0.992 \quad F = 0.992$$

四 標準苛性曹達液の調製法

一立中苛性曹達四〇瓦を含有す。

市販苛性曹達約四五瓦を速かに秤量し、攝氏一五度に於て溶解して一立とす、苛性曹達は極めて吸濕性の化合物にして、又空氣中の炭酸瓦斯を吸収して其表面は炭酸曹達に變化するを以て此點には深く注意す可く、必要に應じては其表面を蒸溜水を以て洗ひ、又使用する蒸溜水と雖も之を煮沸して用ふるを可とす。

(イ) 規定硫酸を用ひて苛性曹達の濃度を決定する事、

規定硫酸二五瓦を「ピーカー」に測取し、指示薬としてメチルオレンジ一二滴を加へ、ピレットより調製せる苛性曹達液を徐々に滴下して溶液の赤色が黄變するに至るさわどき間際迄に加へられたる苛性曹達の容量を觀測す。

例へば、三回の平均二三二瓦なりしとせば、次式に依つて得たる曹達液の容量を水を加へて一立に稀釋すれば規定液を得可し。

$$25.1 : 23.2 = 1000 : a \quad a = 978 \text{ c.c.}$$

而して正確に調製せらるゝ時は一立中苛性曹達四〇瓦を含有し、同液一瓦は〇、〇四九瓦の硫酸及〇、〇三六五瓦の鹽酸と等量なり。

(ロ) 因數を見出す事、

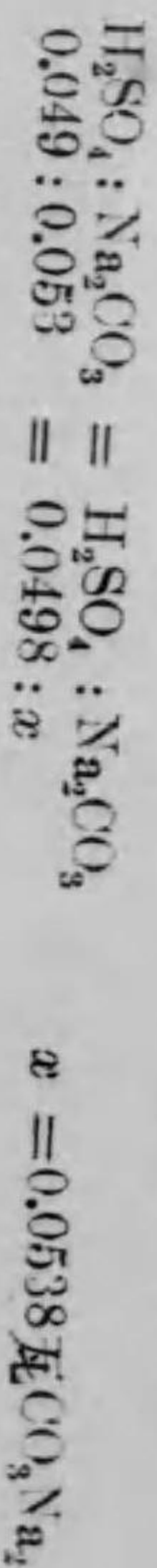
尙斯くして調製せるものは更に正確に其濃度を決定し濃度の大小に依る因數を前同様計算して使用の都度其所要瓦數に乗じて規定液に換算する方法は前述と同様なり。

五 因數を有する標準酸(又は標準アルカリ)と當量なるアルカリ(又は酸)の計算法

飽和分析標準液が正確に規定液に相當する濃度を有せざる場合は、因數を定めて之を以て使用の都度規定液に換算するものなるが、使用の都度計算するの煩を避けんが爲めに、豫め同液一瓦中に含有せらるゝ酸又はアルカリ量を計算し置き

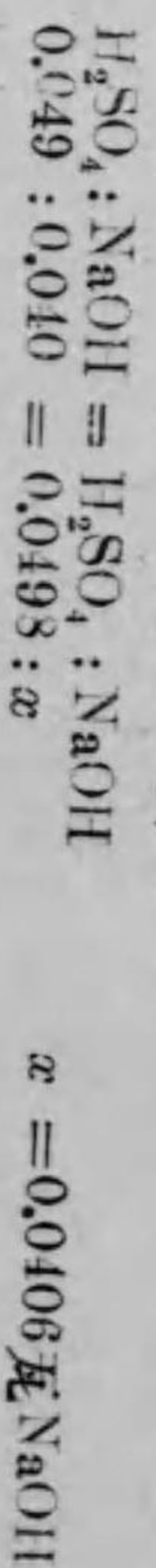
尙之に相當するアルカリ又は酸の量をも算定し置く方、實際に當りて遙かに便宜多し、故に右の計算法を述べ可し。

- (イ) 炭酸曹達に對する計算法
 規定硫酸一珎は〇・〇四九瓦の硫酸を含有し、炭酸曹達〇・〇五三瓦と當量なり、然るに因数一・〇一六なる硫酸一珎は $0.049 \times 1.016 = 0.0498$ 瓦 H_2SO_4 、即ち〇・〇四九八瓦の硫酸を含有するを以て、之と當量なる炭酸曹達は次式に依つて計算する事を得可し。

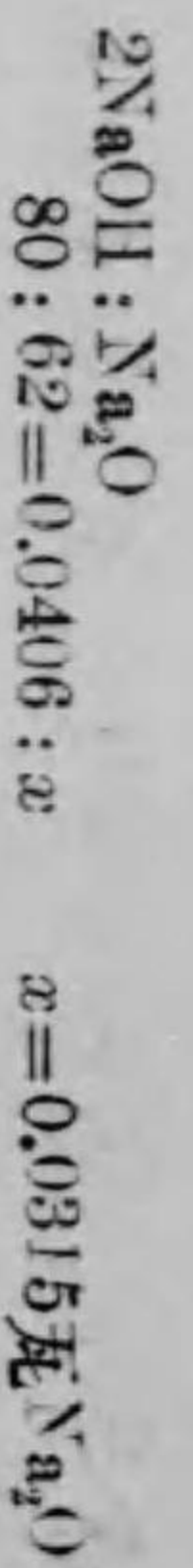


- (ロ) 苛性曹達に對する計算法

規定硫酸一珎は〇・〇四〇瓦の苛性曹達と當量なり、故に〇・〇四九八瓦の硫酸と當量なる苛性曹達量は次の如し。



- (ハ) 八〇瓦の苛性曹達(2N NaOH)は六二瓦の酸化ナトリウム(Na_2O)を生ず、故に〇・〇四〇六瓦の苛性曹達は次の酸化ナトリウムに相當す。

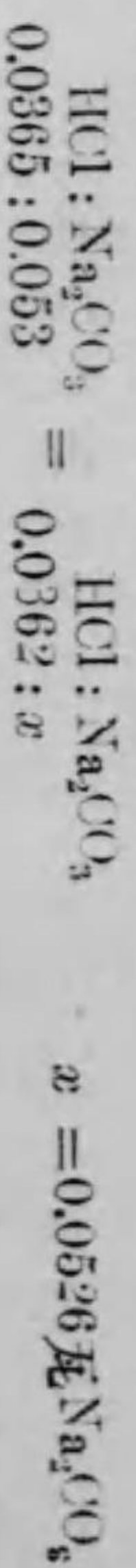


右の計算終らば之を次の如く記載して罐に添付し置く可し。

100.0 $H_2SO_4 = 0.0198 \text{ 珎}$	H_2SO_4
" = 0.0538 $珎$	Na_2CO_3
" = 0.040 $珎$	$NaOH$
" = 0.0315 $珎$	Na_2O

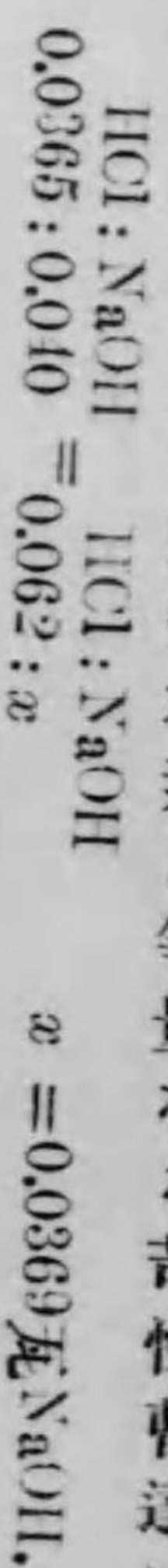
- (ロ) 因数〇・九九二なる鹽酸と當量なるアルカリ量の計算法

- (イ) 炭酸曹達に對する計算法
 規定鹽酸一珎は〇・〇三六五瓦の鹽化水素を含有し、〇・〇五三瓦の炭酸曹達と當量なり、然るに此鹽酸の因数は〇・九九二なるを以て同液一珎中には $0.0365 \times 0.992 = 0.0362$ $珎$ HCl 、即ち〇・〇三六二瓦の鹽化水素を含有するを以て之と當量なる炭酸曹達は次の如くにして計算せらる。

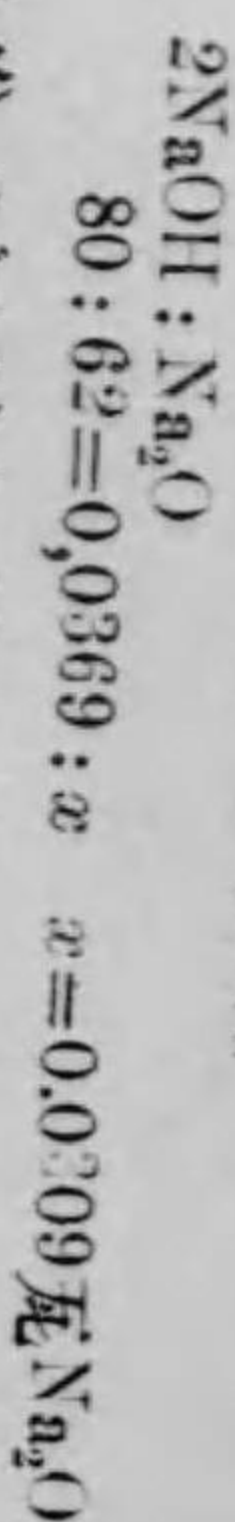


- (ロ) 苛性曹達に對する計算法

規定鹽酸一瓦(〇〇三六五瓦の鹽化水素は〇〇四〇瓦の苛性曹達と當量なり
故に〇〇三六二瓦の鹽化水素と等量なる苛性曹達は次の如し。



(ハ) 酸化ナトリウムに對する計算、



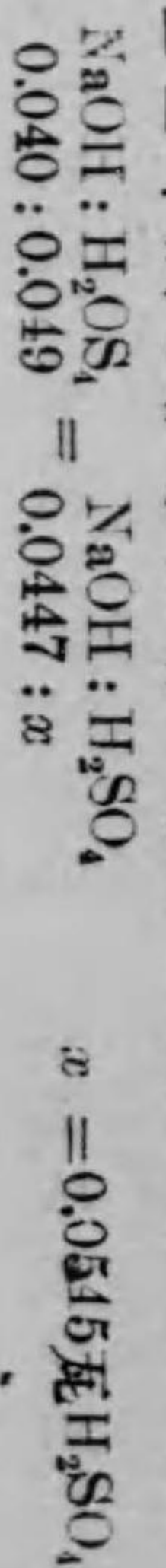
右の計算終らば之を次の如く記入して罎に添付し置く可し。

10.0000	HCl	= 0.0362
"	Na ₂ CO ₃	= 0.0526
"	NaOH	= 0.0399
"	Na ₂ O	= 0.0309

(イ) 硫酸に對する計算法、
(ハ) 因数一、一一八なる苛性曹達液と當量なる酸の計算法、

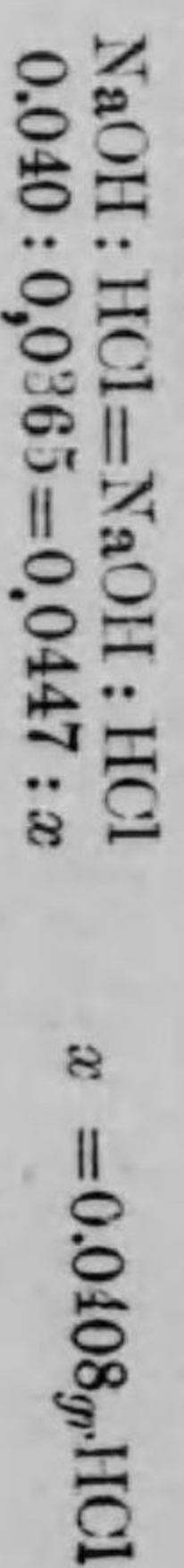
規定苛性曹達一瓦は〇〇四〇瓦の苛性曹達を含有し〇〇四九瓦の硫酸と當
量なり、然るに其因数一、一一八なるを以て同液一瓦中には $0.040 \times 1.118 = 0.0447$ 即

ち〇〇四四七瓦の苛性曹達を含有す、故に之と當量なる硫酸は次式より求め得



(ロ) 鹽酸に對する計算法、

規定苛性曹達一瓦は〇〇三六五瓦の鹽酸と當量なり、然るに因数一、一一八な
る苛性曹達は一瓦中〇〇四四七瓦を含有するを以て之を等量なる鹽液は次の
如くして求め得らる。



10.0000	NaOH	= 0.0447
"	H ₂ SO ₄	= 0.0545
"	HCl	= 0.0408

六 窒素定量用標準硫酸及標準苛性曹達液 の調製法

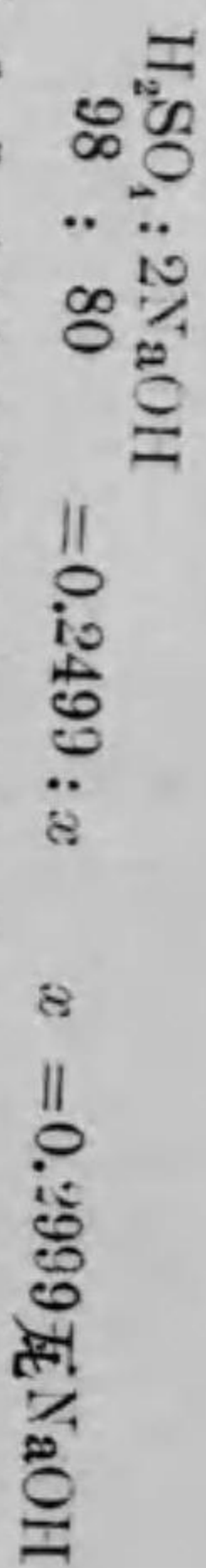
(一) 標準硫酸 純粹なる強硫酸約三〇瓦を蒸溜水を以て稀釋して冷却後一立とす、

同液一〇珪をビーカーに取り適當の蒸溜水を以て稀釋し、鹽化バリウム液を用ひて精密に硫酸を定量す。

(二) 標準苛性曹達液 苛性曹達二〇瓦を蒸溜水に溶解して一立とす。

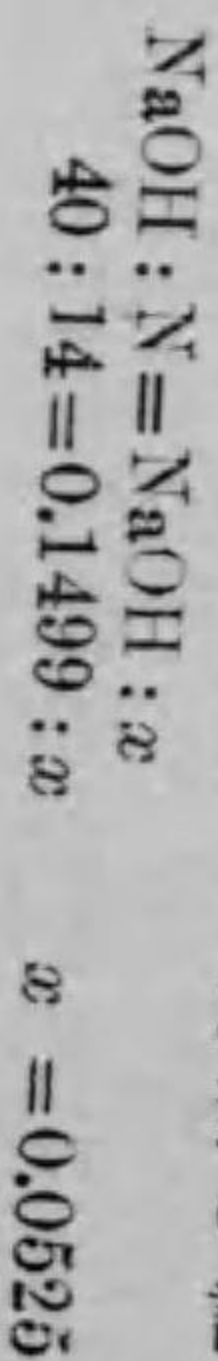
右苛性曹達液中に於けるアルカリ定量には、前記の硫酸を以てす、即ち標準硫酸一〇—二〇珪をビーカーに測取しメチルオレンジを指示薬としてピウレットより曹達液を滴下し、最後の一滴にて赤色か黄色となる迄に加へたるアルカリの容量を觀測す。

今一〇珪の硫酸は〇、二四九九瓦の硫酸を含有し、之を中和するに苛性曹達液二〇珪を要するものとせば、曹達液二〇珪中に含まるゝ苛性曹達は次の如くにして求め得らる可し。

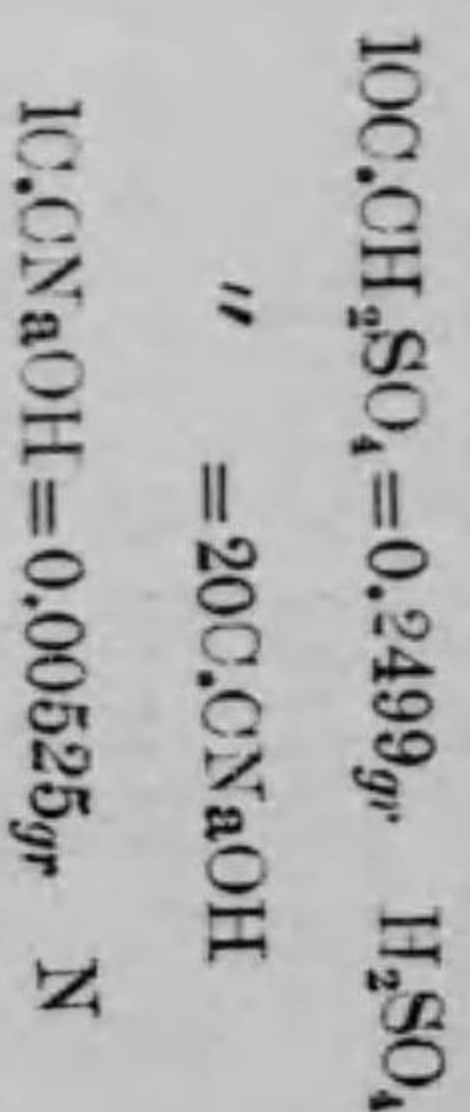


〇、二九九九瓦の苛性曹達は二〇珪中に含有せらるゝを以て一〇珪中には〇、一四九九瓦の苛性曹達を含有す可し。

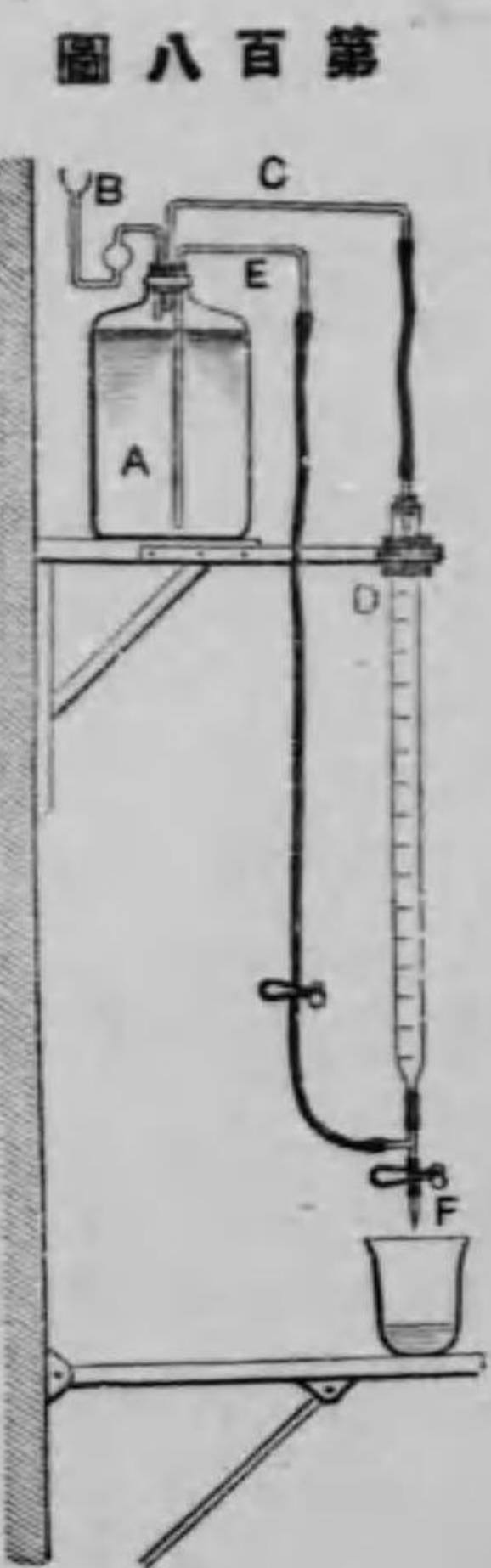
(三) アルカリ一〇珪に相當する窒素の計算法は次の如くにして求めらる。



右は一〇珪の苛性曹達に對する窒素なるを以て一珪は〇、〇〇五二五瓦の窒素に相當す、故に次の結果を得可し。



右の如き標準液を多量に調製するには次の如き装置を有する罎中に貯ふるを要す、即ち硫酸を入れる可き硝子罎には三本の硝子曲管を挿入し、曲管の一は強硫酸を充したる瓦斯洗滌装置に一は



ピウレットの上端に、一は其一端を少しく曲げて硝子罎内の下底近くに挿入し、他端は丁字形硝子管とゴ

ム管を以て連結すべし、又ピウレットの最下部即ち液の出口には短かき硝子棒を附したるゴム管を以て被ひ挟止以下の液がアムモニアを吸収し、又は蒸發して其濃度を變する等を防止すべし、尙硝子管とゴム管との連結點は何れもワゼリンを

塗りて麻絲にて充分縛るを要す。

苛性曹達を入れる、罫は硫酸を入れる、場合と略ぼ等しきも瓦斯洗滌器に代ふるに曹達石灰を充したるU字形管を以てす、之れ即ち空中の炭酸瓦斯及水分を吸収せしむる目的なり。

七 飽和分分析實例

(第一)規定鹽酸液を使用して苛性曹達液の濃度を決定する事、

- (イ) 規定鹽酸の因數を一〇一五と假定し、之をビウレットに入れて滴定に供す。
- (ロ) 與へられたる苛性曹達液二五珪をピーカー測取す、
- (ハ) メチルオレンジを指示薬とし、最後の一滴によりて淡紅色となる迄滴定す。

消費したる HCl	1. 回 田	22.5c.c
	2. 回 田	22.4c.c
	3. 回 田	22.6c.c
平均		22.5c.c
使用したる鹽酸の因數		F = 1.015

規定鹽酸に相當する所要鹽酸の平均珪數 $22.5 \times 1.015 = 22.8375c.c$

供試苛性曹達液 25c.c 中に於ける NaOH $22.8375 \times 0.040 = 0.9135$ 珪

100 珪中の含量 $25:100 = 0.9135 : x = 3.65$ 珪

1000 珪中の含量 $3.65 \times 10 = 36.5$ 珪

然るに規定苛性曹達液は 1000c.c 中 40 珪の NaOH を含有す。

故に供試苛性曹達液の濃度 $36.5 \div 40 = 0.9125$ 規定液

(第二)規定炭酸曹達液を使用して鹽酸の濃度を見る事、

- (イ) 規定炭酸曹達一珪は〇〇三六五珪の鹽酸と當量なり、二五珪をピーカーに測取す。
- (ロ) 與へられたる鹽酸液をビウレットに入る可し。
- (ハ) メチルオレンジを指示薬とす。

使用したる鹽酸三回の平均珪數 23.5c.c

規定炭酸曹達液 25c.c 中の Na_2CO_3 $25 \times 0.053 = 1.325$ gr

1.325 珪の Na_2CO_3 に相當する HCl $Na_2CO_3 : HCl$
 $0.053 : 0.0365 = 1.325 : x = 0.9123$ gr

與へられたる HCl 1c.c 中に於ける HCl 珪 $0.9123 \div 23.5 = 0.03883$ gr

供試液百珪中の HCl = 3.88^g
 同上一立中の HCl = 38.83^g
 然るに規定鹽酸の一立中 36.5^g HCl を含有す
 故に供試鹽酸の濃度 = 8.83 ÷ 36.5 = 1.064 規定

八 商品鑑定上に於ける應用

(イ) 市販苛性曹達に於けるアルカリ定量法

苛性曹達及炭酸曹達は製紙工業、色染工業、石鹼工業、石油工業、色素製造、其他種々の工業上重要な原料として不可缺のものなるが、品位は主として有効アルカリの含量に依りて決定せらるゝものなり。含有アルカリ量の表示法は各國に依りて之を異にす、例へば、獨國は多く炭酸ナトリウム (Na_2CO_3) の百分率を以て、之を表示し、英國は酸化ナトリウム (Na_2O) の百分率を以て、又佛國は中和すべき硫酸 (H_2SO_4) の量を以てし、之を何れも度と稱す。我國に於ては一般に英國度を使用するものにして一例として次に市販苛性曹達中に於ける水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、其他の百分率と英國度との比較を示すべし。

英國	六〇—六二度	七〇—七十二度	七五—七十七度
水酸化ナトリウム	七三%	八六%	九七、〇%
炭酸ナトリウム	三%	二五%	一、五%
食鹽	一八%	五%	〇、五%
硫酸ナトリウム	五%	四%	〇、五%
亞硫酸鹽、硅酸、鐵等	少量	少量	少量

苛性曹達の試験法 苛性曹達の品位は勿論總アルカリ含量及水酸化ナトリウムの含量に依りて決定せらるゝものにして、優良品程不純物少く従つて其アルカリ含量多かる可き理なり、其優品と稱せらるゝものは水酸化ナトリウムの含量は九〇%以上にして炭酸曹達は一%前後なりとす。

一、總アルカリ定量法

苛性曹達は極めて吸濕性のものにして空氣中の水分を吸收する性强きが故に秤量に際しては成る可く速かに之を行ひ、又空氣中の炭酸瓦斯と化合して其表面は炭酸曹達に變化するを以て右二點は充分注意を要す。

先づ試験せんとする材料が大塊ならば之を粉碎して粉末となし、之を五瓦時計皿に秤量し、溫湯を以て洗ひ乍ら一〇〇珪の刻度フラスコ中に入れ、冷却後正確に一立となし、次に同液一〇珪(〇、五瓦の供試品に相當す)を取り炭酸瓦斯を含有せざ

る蒸溜水を以て少しく稀釋し、メチルオレンジを指示薬としてビウレットより規定鹽酸を滴下し、溶液が最後の一滴に依りて赤色を呈するに至りて止む。

規定鹽酸一珪は〇、〇四〇瓦の水酸化ナトリウム及〇、〇三一瓦の酸化ナトリウムに相當するを以て所要鹽酸珪數に〇、〇三一を乗じて〇、五瓦の供試品中に於ける Na_2O の量を算出し之より百分率を求む可し。

二、水酸化ナトリウムの定量法

前の如くにして調製せる溶液二〇珪(〇、一瓦)をビーカーに測取し、之に約一〇%の鹽化バリウム液及熱湯を加へて充分之を攪拌し、冷却後濾過して之を一〇〇珪となし同液五〇珪(〇、〇五珪)の供試品を取りて指示薬を加へ規定鹽酸を以て滴定を行ふ、此所要鹽酸の珪數は水酸化ナトリウムに相當するものにして之を酸化ナトリウムとして其%を求む可し、之を總アルカリ量より減ずれば其差は炭酸ナトリウムを酸化ナトリウムとして表はせる量を得可し。

(ロ) 曹達灰中に於けるアルカリの定量法

試験せんとする曹達灰五瓦を秤量し、之を水に溶解して二五〇珪となす。

第一總アルカリ定量法 右二五〇珪より五〇珪(一珪)の供試品に相當すをビベット

トを以てビーカーに測取し、之を規定酸を以て滴定するものなるが逆滴定法を行ふものとして其方法を述べんに、先づビウレットより過剰の規定硫酸を滴下して可檢液中に於けるアルカリを中和し規定酸の過剰に加へられたる事は最初指示薬としてフェノルフタレーンを滴下して赤色を呈せしめ其赤色が消失する事に依つて之を知るを得、次に過剰に加へられたる硫酸は之を苛性曹達規定液を以て逆滴定を行ひ、消費せる曹達液の容量を最初注加せる硫酸液の容量より減ずれば溶存せるアルカリを完全に中和す可き硫酸の珪數を得可く、従つて之に相當する酸化ナトリウムの量を計算し得可し。

可檢液 50 珪(供試品 一瓦に相當す)	
規定硫酸 1 珪 = 規定苛性曹達 1 珪 = 0.031gr. Na_2O	
最初注加せる規定硫酸の珪數.....	18.5c.c.
過剰の酸を中和するに要せる規定曹達液の珪數.....	27c.c.
可檢液 50 珪を中和するに要する規定硫酸珪數.....	15.8c.c.
50 珪中に有する Na_2O の量(瓦).....	15.8 × 0.031gr.
250 珪(供試品 五瓦)中の Na_2O の量.....	(15.8 × 0.031) × 5 = 2.449gr.
總アルカリ量の百分率(Na_2O として).....	$\frac{2.449 \times 100}{5} = 48.98\%$

第二、水酸化ナトリウムの定量法 前同様五〇珪をビーカーに測取し、鹽化バリウ

ム(約一〇%)を加へて沈澱を生ぜしむ、但し試薬の過剰を用ふ可からず、次に之を濾過し沈澱は水洗して濾液を正確に一〇〇珪となし、此液五〇珪〇、五瓦に相當すを取りて十分一規定鹽酸を以て前同様滴定を行ふ、然る時は所要鹽酸は水酸化ナトリウムに相當す可く之を酸化ナトリウムとして表示し、之より%を求む可し。

可檢液 50 珪(0.5 瓦の供試品に相當す)
 $\frac{N}{10}$ HCl 1cc=0.0031g Na₂O

所要 $\frac{N}{10}$ HCl の珪數..... 6.3cc

供試品 5 瓦中の NaOH(Na₂O として)..... (6.3×0.0031×10=0.1953g Na₂O

NaOH の%(Na₂O として)..... $\frac{0.1953 \times 100}{5} = 3.906\%$

第三、炭酸ナトリウムの定量法 總アルカリ量より水酸化ナトリウムを酸化ナトリウムとして表はしたる%を減ずれば炭酸アルカリとして存在する量を得可し。

供試品 5 瓦中の總アルカリ量(Na₂O として)..... 2.4937

同上中の水酸化ナトリウム量(Na₂O として)..... 0.1953

炭酸ナトリウム量(Na₂O として)..... 2.3037

炭酸ナトリウムの百分率(Na₂O として)..... $\frac{2.3037}{5} \times 100 = 46.07\%$

(2) 油脂の酸價試験法

油脂の酸價 と稱するは、其一瓦中に含有せらるゝ遊離の脂肪酸を中和するに消

費せらるゝ苛性加里(KOH)の珪數を云ふものなり。元來油脂中に存在する遊離脂肪酸の多少は其品質に依りて甚だしき差異を有するものにして、即ち油脂の新古分解の程度、酸化及純粹の程度等に依りて甚だしき差異を生じ新古の點より云へば新品程遊離脂肪酸の含量少なる可く、又精製良好なる者程之亦少なる可き理なり、故に油脂品質の検査法として其酸價を知る事は極めて重要な事なり。使用す可き苛性加里は普通十分一規定液を用ふるものにして即ち同鹽五、六一瓦を秤量し、之を水に溶解して正確に一立とすれば可なり、然る時は此液一珪中には〇、〇〇五六一瓦即ち五、六一珪の苛性加里を含有す。

試料約五瓦をピーカーに秤量し之にアルコール約五〇珪を加へ固形脂肪なる時は之を注意して温めて溶解せしめ、フェノルフタインを指示薬として十分一苛性加里液を以て滴定す、操作中脂肪の凝固する事ある時には再び之を温めて液化せしめ、滴定を繼續するものとす、而して所要十分一規定苛性加里液の珪數より直ちに一瓦中に有する苛性加里の珪數を算出する事を得可し。

例 供試品 濠洲牛脂五瓦

所要十分一規定苛性加里の珪數..... 5.0cc

同上中に於ける苛性加里の珪數..... $5 \times 5.61 \text{ mg} = 28.05 \text{ mg}$

一瓦の脂肪中に於ける遊離脂肪酸を中…………… $\frac{28.05}{5} = 5.61$
和するに要する苛性加里の瓦數(酸價)

即ち酸價は五、六一なり然るに脂油の酸價は之をオレイン酸として表はす事あり然る時はオレイン酸($C_{17}H_{33}O_2$)の分子量二八二より $\frac{5 \times 0.082 \times 100}{5} = 2.82\%$ の計算に依つて其%を求め得可し。又は〇、五〇二なる因數を乗じて之を求む可し。

(二) 食醋中に於ける醋酸の定量法

食醋一〇〇瓦をピペットを以て内容一立の刻度フラスコに測取し次に蒸溜水を以て稀釋して正確に一立となし同液二五瓦をピカーに取り同容の蒸溜水を以て之を稀釋しフェノルフトーレンを指示薬としピレットより十分一規定苛性曹達液を滴下して之を常法の如く滴定す可し。

供試稀釋食醋 25 瓦

所要 $\frac{N}{10}$ NaOH 三回の平均數…………… 10 瓦

NaOH と $C_2H_4O_2$ との反應…………… $NaOH(40) + C_2H_4O_2(60) = NaC_2H_3O_2 + H_2O$

故に 1 瓦の $\frac{N}{10}$ NaOH = 0.006 瓦 $C_2H_4O_2$

稀釋食醋 25cc 中の $C_2H_4O_2$ …………… $10 \times 0.006 = 0.06$ 瓦 $C_2H_4O_2$

供試食醋 100 瓦中の $C_2H_4O_2$ …………… $25:100 = 6.01\% = 2.4\%$

普通食醋中には三%以上の醋酸を含有するを良とし是以下たる時は食醋とし

て下等品たるを免かれず。

(ホ) 麥酒及清酒に於ける總酸及揮發酸の定量法

凡て酒類は時日を経過するに従ひて其酸量を含有する傾向を有するものにして新品程酸量少く古きものは之を増加す可き理なり左に定量法を述べ可し。

(第一) 麥酒中の酸定量法

(イ) 總酸の定量法 麥酒中の總酸は炭酸を除きたるものを云ひ之を定量するには先づ二五—五〇瓦の麥酒をピカーに取り約四〇度にて絶へず攪拌しつゝ三十分間位温めて炭酸瓦斯を全く驅逐したる後赤色フェノルフトーレン(一瓦のフェノルフトーレンを三〇%容量)のアルコール三〇瓦に溶解し其一二瓦を煮沸して炭酸瓦斯を含まざる水二〇瓦に加へ之に十分一規定苛性曹達液〇、二瓦を加へたるものを使用すを指示薬として一滴を加へ次に十分一規定苛性曹達液を以て滴定を行ふ可し。

麥酒中の總酸量は乳酸として表示するものにして即ち所要十分一規定苛性曹達液の瓦數に〇、〇〇九を乗ずれば乳酸の瓦數を得可く之を%にて求むれば可なり。一般に總酸量〇、二七—〇、三〇%にして之を超越するものは腐敗の恐あるを以

て殊に注意するを要す。

(ロ) 揮發酸の定量法 麥酒五〇珪を内容二〇〇珪のエルレンマイヤーフラスコに入れ此フラスコは二孔を有するゴム栓を施し其一孔には上端鈍角に曲り、下端を細く引き延したる硝子管を挿入して、殆んど罎底に達せしめ、他の一孔は、球付蒸溜管を挿入して、リービッヒ氏冷却器と連結せしめ、受器は二〇〇珪の所に劃度を施せる内容三〇〇珪のフラスコを用ひ、一方より水蒸氣を通じて蒸溜を行ふ可し。其方法は蒸溜水を入れたるフラスコを熱して盛んに水蒸氣を發生せしめ、發生する水蒸氣は、エルレンマイヤーフラスコ中の罎底に達する硝子管に通せしむるにあり、フラスコ中に於ける液の量は増減する事なからしめ、受器内に二〇〇珪の溜出液を得るに至らば、蒸溜を中止し、溜出液につきて十分一規定苛性曹達液を以て滴定す。

一般に麥酒中に於ける揮發酸は、醋酸として表示し、一珪の十分一規定曹達液は〇、〇〇六瓦の醋酸に相當す、其含量は普通醋酸として〇、〇一—〇、〇四%なり。

(第二) 清酒中の酸定量法
清酒二五珪を取り、水を以て稀釋して總酸を定量し之を琥珀酸として表示すべ

く一珪の十分一規定苛性曹達液は〇、〇〇五九瓦の琥珀酸に相當す。

又揮發酸は醋酸として表示すべし。

日本酒中に於ける總酸の平均は一、七九〇四%を最高とし〇、一三五七%を最低とす。

(へ) 牛乳の酸度檢定法

(イ) Soxhlet及 Henkel法 牛乳五〇珪に二%のフェノルフターレイン酒精液二珪を加へ、四分の一規定曹達液を以て赤色となる迄滴定を行ふ。而して酸度と稱するは、牛乳百珪の中和に要する四分一規定曹達液の珪數を云ふものにして特に注意すべきは試験の際試料を水を以て稀釋せざる事なり。

(ロ) 藥學會協定の酸度檢定法 牛乳五〇珪に二%のアルコール性フェノールフターレイン溶液二珪を注加し、四分一規定苛性曹達液を滴下して微に類紅色を呈するに至る可し、牛乳百珪中和に要する四分一規定苛性曹達液の珪數を以て該牛乳の酸度となす。

牛乳の酸度は六、〇—九、〇の間にあり、平均六、八—七、五度なり、東京市に於ける市場乳の酸度は都筑武熊氏藥學雜誌(1936, 279以下)の實驗に依れば五、六—八、〇にし

て平均六、八—七三度東京市中新鮮の市場乳四十六回の試験成績なりといふ。

(ト) 窒素肥料中に於ける含有窒素量の検定法

甲 有機態窒素の検定法

含窒素有機物例へば蛋白質物の如きものは、之に濃硫酸を作用せしむる時は分解せられてアムモニアを生じ、硫酸と化合して硫酸アムモニアとなる、之にアルカリを加へて蒸溜する時は、再びアムモニアを發生するを以て發生せるアムモニアを規定硫酸液中に導きて吸収せしめ之を規定苛性液を以て滴定するにあり。
大豆粕、鯨粕其他重要有機質肥料中の含有窒素量は此原理を利用したるケルダ―氏法(Kjeldahl)に依つて定量せらる。

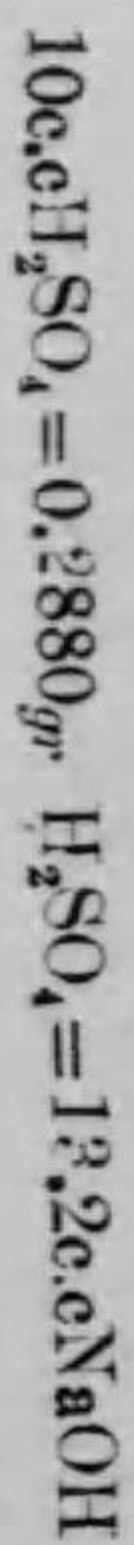
此方法を以て全窒素の定量を行ふには、先づ細粉節別せる供試品〇、五—一、〇瓦を分解罐と稱する耐熱硝子製の長頸瓶中に入れて圖の如き装置をなし、尙之に〇、五瓦の水銀又は〇、七瓦の黄色酸化水銀と、純強硫酸二〇—三〇瓦とを入れ、除々に加熱して供試品を分解せしむ、斯くして四五時間之を熱する時は溶液の初め黒色なりしものが次第に透明なる液體となり来るを以て此際に於て加熱を止め之を冷却し次に蒸溜水を以て注意して分解罐を洗ひ乍ら之を蒸溜フラスコ中に移す

可し。次に苛性曹達の濃厚液を之に加へてアルカリ性となし、溶液がアルカリ性



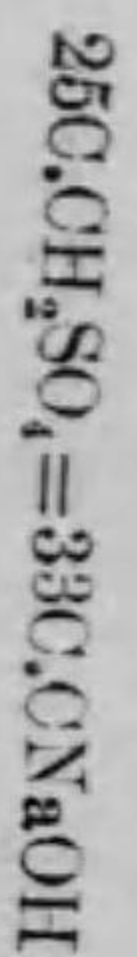
蒸溜之圖

とならば直ちに硫化加里(FeS_2)液約二二瓦を加へ、尙少量の粒狀亞鉛を之に投入して之をリービッヒ氏の冷却器に連結して蒸溜を行ふものとす、溜出液の受器中には一〇—二〇瓦の標準硫酸を入れ尙之に指示薬としてコングローレッド(酸に依りて青色、アルカリに依りて赤色を呈す)を四五滴加へて液を青色ならしめ、次に蒸溜器の先端にはゴム管を以て硝子管を連結し、此硝子管をして常に液中に在らしむる様になし、蒸溜し来るアムモニアを逸散せしめざる様になす、斯くして蒸溜する事凡そ一時間位にしてアムモニアの全部が蒸溜し終らば、加熱を止め、溜出液の冷却するをもちて苛性曹達液を以て滴定して青色が最後の一滴に依り赤變する點迄に加へられたる曹達液の瓦数を觀測すべし。
今例へば標準硫酸及標準苛性曹達液として次の如きを使用せりとす。



$1c\text{NaOH} = 0.008092\text{g}\% \text{N}$.

右の標準硫酸二五瓦を取り蒸溜を行ひたる後之を苛性曹達液にて滴定せるに二〇瓦を要せるものとす、然る時は原品中に存する窒素は次の計算に依りて之を求むる事を得可し。



$$\therefore 33 - 20 = 13\text{C}\text{C} \text{ (溜出せるN量に相当す)}$$

$$\therefore 13 \times 0.008092 = 0.105196\% \text{N}$$

供試品五瓦を取りたるものとせば其百分率は次の如し。

$$\frac{0.105196}{5} \times 100 = 2.10\% \text{N}$$

右の實驗に於て最初水銀を使用する理由は硫酸との作用に依つて生じたる酸化第一水銀(Hg_2O)は有機物と接觸する時は之に酸素を與へて第二水銀(HgO)となり、再び硫酸より酸素を奪ひて第一水銀となる、斯くの如く絶へず硫酸より酸素を奪ひて有機物を酸化する媒介をなすものなり、又硫化加里液を使用するは有機物の分解に依りて生じたるアムモニアが水銀と化合して NH_2HgNO の如き蒸溜により

て窒素を放出し難きものとなるが故に之を分離するが爲めに加へたる水銀に相當する硫化加里を使用するにあり。

乙 アムモニア態窒素の定量法

硫酸アムモニアの如きアムモニア鹽の中に存する窒素をアムモニア態窒素と稱す、其定量法はアムモニア鹽類〇、二——一、瓦を時計皿に秤量して之を蒸溜フラスコに入れ適量の水と炭酸を含まざる酸化苦土溶液が微アルカリ性となるを度とす、及少量の粉狀亞鉛を加へて前の如く蒸溜す、酸化苦土と硫酸アムモニアの反應は $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + \text{MgO} + \text{H}_2\text{O} = \text{MgSO}_4 + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{NH}_3$ の如くにしてアムモニアの分離は除々に行はるゝものなり。溜出せるアムモニアは之を規定硫酸に吸収せしめ而して前法の如くにして定量す。

第三節 酸化及還元容量分析用標準液調製法

一 十分の一規定過マンガン酸加里液の調製法

純粹なる過マンガン酸加里三、一六瓦を水に溶解して一立とする割合にて水に

溶解して傾寫して上澄液を取り數回繰返して浸出し紅紫色を呈せざるに至らば
 残渣を棄つ可し、之を數日間暗色瓶中に貯藏し置き然る後精密なる滴定を行ふ。
 過マンガン酸加里液は光線の作用を受け又水中に存在する有機物に依つて分解
 せらるゝものなるが故に貯藏の際は着色瓶を用ふる事及使用の際ゴム管付のピ
 ヲレットを使用する事を避く可し。

右の溶液は理論上十分ノ一規定液にして其一珪が〇、〇〇五六瓦の鐵に相當す
 るものなれ共鹽の不純其他に依りて正確ならざるが故に之を次に述ぶる如き滴
 定法に依り精密なる滴定を行ひ其一珪に對する鐵相當量を求めざる可からず。
 過マンガン酸加里液の規定に使用せらるゝ物質としては含鐵量の已知なる鐵
 線、純蓆酸及第一鐵明礬等なり。

然るに蓆酸は化學的純品と雖も多くは不純のものにして之を精製するも悉く
 不純物質を除去する事能はず、故に最初の滴定用として使用する事は危険なり。
 故に普通使用せらるゝものは第一鐵明礬及含鐵量已知の鐵線なり。第一鐵明礬
 も市販品は純品と稱せらるゝものも尙不純を免かれざる故に更に之を精製して
 使用せらる。

次には含鐵量已知なる鐵線を以て滴定する方法を述べん。

過マンガン酸カリウムと硫酸第一鐵との反應は次の方程式に依つて表はさる。



圖百十 鐵第一酸硫

右方程式上より知らるゝが如く過マンガン酸カリウム三一、六瓦は、八瓦の有効酸素を放出し五六瓦の第一鐵を第二鐵に酸化し得らる、故に十分の一規定過マンガン酸カリウム一珪は〇、〇〇〇八瓦の有効酸素を含有し、第一鐵〇、〇〇五六瓦と當量なり。

第一鐵鹽を以て過マンガン酸カリウムの濃度を決定するには次の操作に依る。
 ビアノ線(99.6% Fe)を取り充分之を研磨して錆を除き其〇、五瓦を秤量し之を約八〇珪の稀硫酸(1:1)を以て空気に接觸する事なくして溶解せしむ、其方法は二五〇珪を入る可きエルレマイヤーフラスコ中に前記強度の硫酸を入れ、尙之に純粹なる重碳酸曹達二三瓦を投入して炭酸瓦斯を發生せしめ、全部溶解し終らば之に秤

量せる鐵を投入し、コルクを以て密栓し、コルクには長き導管を附して其一端はフラスコ中に、他端は炭酸曹達水溶液を入れたるビーカー中に導く、最初は低熱に於て温め、次第に強く熱して全部を溶解せしむ、次に火焰を取り除く時はビーカー内の水溶液は導管を上りてフラスコ中に進入し來り従つてフラスコ中には炭酸瓦斯を發生して再び進入し來る液を驅逐す従つて硫酸第一鐵液は空氣に接觸する事なくして冷却せらる、斯くして全く冷却し終らば空氣を含まざる蒸溜水を之に加へて二五〇珪となす。

右二五〇珪中より五〇珪をビーカーに取り、約二五珪の空氣を含まざる蒸溜水を之に加へ次にビュレットより前記過マンガン酸カリウム液を滴下して最後の一滴に依りて溶液が赤色となるに至りて止む、右の操作は數回之を行ひて其平均數を求む、右の結果より之に相當する鐵量を算出するには次の方法に依る。

供試純鐵〇・五瓦を二五〇珪中に溶解せるを以て五〇珪中には〇・一瓦の鐵を含有す、然るに最初用ひたる純鐵百分中には九九・六%の鐵を含有するものとせば前記五〇珪中には $\frac{0.1 \times 99.6}{100} = 0.0996g$ 即〇・〇九六瓦の鐵を含有する事となる、移りに右の溶液に對して過マンガン酸カリウム一七・六八珪を要したるものとすれば

次の計算に依りて其一珪は〇・〇〇五六三瓦の鐵に相當する事を知る。

$$17.68:1 = 0.0996 : x$$

$$x = 0.00563$$

$$\therefore 1cc \frac{N}{10} KMnO_4 = 0.00563g Fe.$$

二 沃素滴定法

酸化濟として反應し、容量分析に廣く使用せらるゝものは前述の過マンガン酸カリウム及次に述ぶる沃素なり、沃素の酸化濟として用ひらるゝ理由は水及酸化せる可き物質の存在に於て、沃素は水の酸素と結合して酸素を遊離し、遊離せられたる酸素に依つて酸化作用を呈するに在り。

沃素滴定法を實施するに當りては次の規定液及指示薬を要す。

- 一、十分の一規定ヨード液(一立中一二・七瓦の沃度を含有す)
- 二、十分の一規定次亞硫酸曹達液(一立中同鹽二四・八二瓦を含有す)
- 三、澱粉液

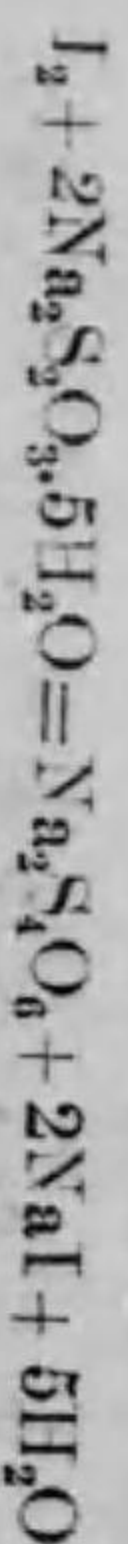
1. 十分一規定ヨード液の調製

純粹なる沃度一二・七瓦を精密に秤量して之を一立フラスコに投入し、次に沃化

カリウム二十瓦及水二〇〇瓦を加へて溶解せしめ、沃度の全部溶解せる後之に加水して正確に一立となす。斯くして調製せるものは、十分一規定液に相當し、其一瓦は〇、〇一二七瓦の沃素を含有し、〇、〇〇三五五瓦の鹽素及〇、〇〇〇八瓦の酸素と當量なる可し。

ロ、十分一規定チオ硫酸曹達液調製法

沃素とチオ硫酸曹達との反應は次の方程式に示すが如し。



故にチオ硫酸曹達の十分一規定液は一立中同鹽の $\frac{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}{10} = \frac{248.2}{10} = 24.82$ 二四、八二三瓦を含有す可きものなり、而して若し正確に調製せらるゝ時は、其一瓦は十分一規定沃度液一瓦に依りて完全に酸化せらるべし。

ハ、澱粉溶液調製法

市販澱粉一瓦を少量の水を混じ、之を攪拌し乍ら一五〇瓦許の沸騰水に投入す、暫時放置する時は溶液透明となり來るを以て之を濾過して透明なる液として使用するものとす。

ニ、チオ硫酸曹達を以て沃素を滴定する方法

前の如くにして調製せるチオ硫酸曹達液二五瓦をビベットを以てビーカーに測取し、指示薬として澱粉液二—三滴を加へ、次にビuretteより沃素液を滴下して滴定を行ふ、此際兩者の反應完結點は最後の一滴により溶液が青色となるに依つて之を知る事を得可し、若し兩液が正確に十分一規定なる時は二五瓦のチオ硫酸曹達液に對して二五瓦の沃度液を要す可し。

右滴定を終らば次に二五瓦の沃度液をビベットを以てビーカーに測取し、チオ硫酸曹達をビuretteに入れて前と反對に滴定を試む可し、但し此際は澱粉溶液を指示薬として加ふる前に、先づチオ硫酸曹達を注加して褐色なる沃度液を淡黄色となるに至らしめ、次に澱粉液を指示薬として加へて溶液に青色を有せしめ、チオ硫酸曹達を一滴宛滴下して溶液の青色を最後の一滴を以て脱せしむ可し。

右何れの滴定法に於ても正確なる十分一規定液なる時は其結果は常に一致すべきものにして、即ち一瓦の沃素液はチオ硫酸曹達液一瓦に相當するものなり。

然れ共今若し沃度液が正確に十分一規定液なりとし、其二五瓦に對してチオ硫酸曹達液が二四、八瓦を要したりとせば $25 \div 24.8 = 1.008$ 即ち一、〇〇八を因數として使用す、即ち此チオ硫酸曹達液一瓦は十分一規定沃度液一、〇〇八瓦に相當し、従つて

十分一規定沃度液一珪は前記チオ硫酸曹達液〇・九九二珪に相當するを知る可し。

三 酸化容量分析法實施之例

1. 水中に於ける有機物質定量法

水中に於ける有機物の定量は、有機物の還元力換言すれば一定量の水中に於ける有機物を酸化するに要する過マンガン酸カリウムの量又は之より放出せらる可き酸素の量を検出するにあるものにして之を行ふには次の標準液を要す。

一、百分一規定過マンガン酸カリウム 同鹽〇・三一六瓦を水に溶解して一立となす。

二、百分一規定蔞酸液 化學的純粹なる結晶蔞酸〇・六三瓦を水に溶解して一立となす。

右兩液は之を實驗に供するに先ち各々の強度を決定し置かざる可からず、之を行ふには以上の如くにして作りたる蔞酸一〇珪をビーカーに測取し之に五〇珪の蒸溜水と稀硫酸水三容と純硫酸一容を混じたるもの五珪を加へ湯煎上にて六〇度に熱し過マンガン酸加里液少許宛を滴下して微赤色が數分間消失せざるを

度とし其滴下を止め加へられたる過マンガン酸カリウムの容積を讀む可し各液若しも正確に規定液に調製せらるゝ時は一〇珪の蔞酸液は一〇珪の過マンガン酸カリウムに相當す可し。

定量法 試験せんとする水を濾過し中一〇〇珪をビーカーに取り之に一〇珪の過マンガン酸カリウム液と一〇%苛性曹達液〇・五珪を混じ其混和液を十分間煮沸す此際混合液は赤色を呈せざる可からず若し赤色消失せる場合には新に供試水を取り前回の倍量の試薬を用ひて試験するものとす次に沸騰せしめたる赤色液は之を五〇—六〇度に冷却せしめ一〇珪の過マンガン酸カリウム液に對して五珪の稀硫酸液及一〇珪の蔞酸液を加へて攪拌する時は赤色は全く消失すべし次に再び過マンガン酸カリウム液を滴下し最後の一滴を加へて能く赤色が一分間保たるゝを度として止む而して蔞酸液一〇珪を酸化する爲めに要せらるゝ過マンガン酸カリウム液を其用ひられたる總量より減ずる時は檢體一〇〇珪中に存したる有機物を酸化するに要せし量を知る事を得可し。

例之ば今一〇珪の過マンガン酸カリウム液は一〇珪の蔞酸液に相當するものとし供試水一〇〇珪に對して消費せる過マンガン酸加里液二〇珪なりとす然る

時は $20-10=10.00^{\circ}\text{C}$. は檢體中に於ける有機物に對する量なるを以て一立中に於ける有機物を酸化する必要なる過マンガン酸加里の耗数は次の如し。

$$10 \times 0.316 \times 10 = 31.6 \text{ mg MnO}_4$$

尙百分一規定過マンガン酸加里液一耗中に含有せらるゝ有効酸素量は 0.08 ミリグラムなるを以て一立中に於ける有効酸素量は次の如し。

$$10 \times 0.18 \times 10 = 18 \text{ mg 酸素}$$

一般に水中に於ける有機物の定量は、消費せられたる過マンガン酸加里又は有効酸素の量を以て示し置くを可とす。

□、鐵礦中に於ける鐵の定量法

酸化容量分析法應用の第二例として過マンガン酸加里液を以て鐵礦に於ける全鐵分の定量法を述べ可し。

乾燥粉末となせる褐鐵礦 0.5 瓦を秤量し之を、エルレンマイヤーフラスコに入れ強鹽酸約五耗を加へて除熱し分解せしめて遂ひに乾固するに至らしむ但し此際乾固甚だしき時は鹽化鐵を揮散する恐あり、次に濃鹽酸五耗及溫水を以て溶解して内容を約六〇耗となして引續き之を加温す可し。次にフラスコに約五瓦の

粒狀亞鉛を加へフラスコの上口に漏斗を被ひて跳發の爲に起る損失を防ぎ加熱を繼續す、然る時はフラスコ内には盛に水素を發生し黄色の第二鐵鹽は還元せられ無色の第一鐵鹽となる可し。之を検するには磁製皿又は濾紙上に一滴の硫酸加里溶液を滴下しフラスコより硝子棒にて一滴を取り之に觸るゝに赤色を呈せざる時は第二鐵鹽が全部第一鐵鹽に還元せられたるを證す。フラスコ中の烈しき反應終りて瓦斯の發生緩慢となれば之に二〇耗の稀硫酸(二)を除々に加へて残れる亞鉛を溶解せしめ次に之を約七〇〇耗に稀釋す可し。次に十分一規定過マンガン酸加里液をビュレットより注加し、液が最後の一滴に依りて紫色を呈する間際に於て注加を止め、所要過マンガン酸加里液の耗數を讀む可し。十分一規定過マンガン酸加里液一耗は 0.0056 瓦の鐵に相當するを以て之を所要耗數に乘ずれば鐵の含量を知る事を得可し。

例 供試品精鐵礦 0.5 瓦

$$\frac{N}{10} \text{KMnO}_4 \text{ 1cc} = 0.0056 \text{ gr Fe.}$$

$$\text{所要 } \frac{N}{10} \text{Kno 耗數}(0.5 \text{ gr Sample に對して}) \dots\dots\dots 34.5 \text{ cc}$$

$$\text{同上に相當する Fe 量} \dots\dots\dots 34.5 \times 0.0056 = 0.1932 \text{ gr}$$

$$100 \text{ gr 中 Fe 量} \dots\dots\dots \frac{0.1932}{0.5} \times 100 = 38.64\%$$

注意 使用す可き亞鉛中には通常鐵を含有するを以て豫め亞鉛中に於ける鐵の含量を決定し置くを要す。

ハ、銅の定量法

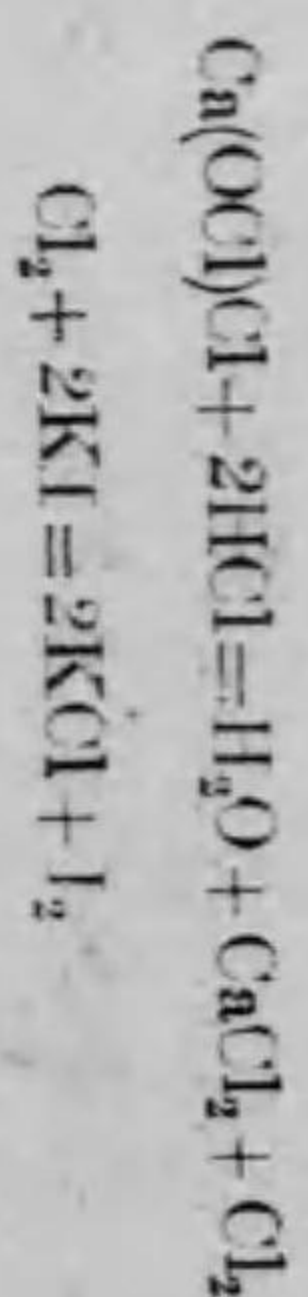
沃素滴定法を應用して銅を定量する原理は次の方程式に示すが如く溶液中に第二銅の存在する場合に於て之に過剰の沃化カリウムの溶液を加ふる時は沃化第一銅及遊離の沃素を生じ、後者は沃化カリウムの溶液中に溶解して存在するを以て之を澱粉液を指示薬となし十分一規定チオ硫酸曹達液を以て滴定して銅の量を決定する事を得可し。
 $CuSO_4 + 2KI = CuI + K_2SO_4 + I_2$ 又は $Cu^{++} + I^- = Cu^+ + I_2$ 十分一規定チオ硫酸曹達液一珪は〇・〇〇六三瓦の銅に相當す、故に所要チオ硫酸曹達に之を乗じて銅の相當量を得可し。

1. 供試硫酸鹽.....	50c.c
2. 沃化カリウム液(10%)を稍過剰に加ふ.....	50c.c
3. 澱粉液2-3珪を加ふ.....	
4. 所要十分一規定チオ硫酸曹達液.....	25c.c
5. 50珪中のCu量.....	$2.5 \times 0.0063 = 0.01575g.$

ニ、漂白粉中に於ける有効鹽素の定量法

漂白粉の價値は其内に含有せらるゝ有効鹽素の多少に關係を有するものなるが故に之を購入し、又は使用する際には先づ其有効鹽素の量を檢定して使用量又は其價値を定む可きものとす。

約五瓦の檢品を秤量して之を磁製乳鉢に入れ、少量の水を之に加入して充分之を攪磨し、乳狀の液となし、放置して上層の液を一立を入る可きフラスコ中に之を移す。次に殘留せる固體は更に少量の水を加へて前同様之を攪磨して乳狀液をリーターフラスコ中に移し入れ、斯かる操作を反復して乳鉢中固體を殘留せざるに至らば水を以て充分乳鉢を洗ひ乍ら一立の標線迄達せしむ、以上の如くにして得たる溶液は之を能く振盪し、中五〇珪をピーカーに測取し、之に沃化加里液(一〇%約一〇珪位を加へ、次に少量の稀鹽酸を以て酸性となす時は、沃素を遊離するを以て之を澱粉液を指示薬となし、チオ硫酸曹達の十分一規定液を以て滴定す可し。漂白粉の分子式は $(Ca(OCl)Cl)$ にして以上の定量を行ふ原理は次の方程式に示すが如し。



所要十分一規定チオ硫酸ナトリウム一珎は〇、〇〇三五五瓦の鹽素及〇、〇一二七瓦の沃素に相當するを以て此數字より五〇珎中に含有せらるゝ有効鹽素量は直ちに計算し得可く之より其%を求むれば可なり。

ホ、葡萄糖の定量法

容量分析法に依りて糖分の定量を行ふ事を得るは一般に葡萄糖族の糖類がフェーリング氏液(Fehling's solution)を還元する性質を利用するにあるものにして此目的の爲めに使用せらるゝフェーリング氏液は次の如くにして調製せらる。

(甲) 硫酸銅液 純粹なる結晶硫酸銅($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)三四、六三九瓦を秤量し、之を水に溶解して五〇〇珎となす。

(乙) 一七三、瓦の酒石酸カリウムナトリウム(ロッセル鹽と稱す)及五〇瓦の苛性曹達を蒸溜水に溶解して五〇〇珎となす。

右二液は別々に之を暗處に貯へ置き使用に當り兩者の同量を混和するものとす。

先づ定量せんとする葡萄糖五瓦を時計皿に精密に秤量し、次に之を溜蒸水を以て洗ひ乍ら一立の刻度フラスコに移し入れ、全部溶解するをまちて之を正確に蒸

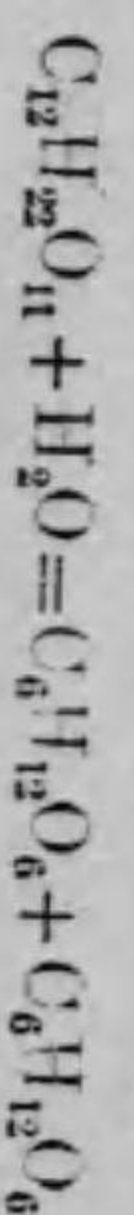
溜水を以て一立に稀釋す可し。斯くして調製せる供試葡萄糖液を取りて之をピレットに入れ、次に前記フェーリング氏液甲及乙の各五珎を混和せるもの一〇珎をピッカー又は磁製蒸發皿に取り、之に蒸溜水四〇珎を加へて加熱し煮沸するに至らしめ、前記の糖液をピレットより滴下して二三分間煮沸せしむ可し、然る時は葡萄糖はフェーリング液を還元して酸化第一銅(Cu_2O)の赤色沈澱を生じ、之と同時に溶液の青色は次第に消失するに至る可し、反應の終點はフェーリング氏液の青色が全く無色になりたる時、即ち銅の全部が還元せられたる時にして之を判定するには醋酸を以て酸性となしたるフェロシアン化カリウム(黃血鹽 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3$)の溶液を以て濾紙を濕し、之に透明なる上澄液を滴下して變化の有無を検するものにして、此際若し褐色を呈すればフェーリング液の還元不充分にして、尙硫酸銅の存在を證明するものなるが故に、再び二—三滴の糖液を注加して煮沸して前同様の操作を行ひ、黃色血滿鹽に對する反應なきに至りて糖液の注加を止めて所要糖液の珎數を觀測すべし。

右の如くにして得たる糖液珎數より其含有糖分を計算するには、フェーリング氏液一〇珎は〇、〇五瓦の葡萄糖に依つて還元せらるといふ事實に基くものにし

て即ち消費せる糖液中には〇・〇五瓦の葡萄糖を含有す可きものなり。但し此實驗を行ふに當りては可檢糖液の濃度即ち含有糖分が〇・五—一〇%にあるを要するものなるが故に溶液中に存する葡萄糖定量を行ふにありては豫め大體其含糖量を檢定し、若し其濃度大なる場合には之を稀釋して使用すべきものとす。

へ、蔗糖定量法

蔗糖は葡萄糖の如くフェーリング氏液を還元する性質無きも之を稀鹽酸と共に煮沸して加水分解を行ふ時は轉化糖葡萄糖及果糖の混合物を生じ、轉化糖はフェーリング液を還元する性質を有するを以て、之を葡萄糖と同様に定量し、其結果を蔗糖に換算する事を得可し。即ち次の方程式に示すが如し。



蔗糖 葡萄糖 果糖

轉化糖

$$342gr + 18gr = 180gr + 18gr$$

可檢品五瓦を時計皿に秤量し、之を一〇〇珎の刻度フラスコに入れ、水七五珎を以て完全に溶解し、之に比重一・一八八の鹽酸約五珎を加へ正確に六七—七〇度に於て加温し湯煎の温度七〇度此温度に在る事五分間にして急に攝氏二〇度に冷

却して蒸溜水を加へて百珎となし、必要あらば之を濾過す可し。次に之を一立フラスコに入れ、炭酸曹達を以て中和し、蒸溜水を以て一立とす、斯くして得たる轉化糖の液をピレットに入れ、前同様フェーリング氏液を還元せしむるに要する糖液の珎數を求む可し、而して之に〇・九五蔗糖：轉化糖=342：(60)即95：00)を乗じて蔗糖の量を得可し。

供試品.....	5gr
使用せるフェーリング氏液.....	10cc
所要轉化糖液(三回の平均).....	11cc
フェーリング氏液 10cc=0.05gr 轉化糖	
所要轉化糖 11cc 中には 0.5gr 轉化糖を含む	
1000cc 中(供試品 5gr 中)の轉化糖 11 : 1000=0.05 : *	4.5455gr
供試品 5gr 中の蔗糖.....	4.5455 × 0.95 = 4.3182gr
供試品 100gr 中の同上.....	5 : 100 = 4.3182 : *
	86.36%

第四節 沈澱容量分析用標準液調製法

一 十分の一規定硝酸銀液の調製法

一立中硝酸銀一七瓦を含有す。

純粹なる硝酸銀一七瓦を秤量し之を水に溶解して一立とすれば同液は略ぼ十分の一規定液に相當するものなれども尙精密に其濃度を決定する事を要す。

硝酸銀液の濃度を決定するには純粹なる鹽化ナトリウムを一—二瓦位を白金皿に入れ灼熱して恒量を得るに至らしめたる後其〇、二—〇、五瓦を正確に秤量して之を二〇—三〇瓦の蒸溜水に溶解せしめ次に指示薬として溶液に四五滴のクロム酸カリウム液を滴下して溶液に黄色を有せしめ次にピウレットより硝酸銀液を滴下すれば溶液中に鹽化物の存在する間は鹽素イオンと銀イオンとの反應に依りて白色鹽化銀の沈澱を生成するも鹽化物の全部が硝酸銀と反應を完結するに至れば過剰の硝酸銀はクロム酸カリウムと作用してクロム酸銀の赤色沈澱を生ずるに至る可し。故に硝酸銀の一滴を加へて生じたる赤色沈澱の消滅せざるきわどき間際に至りて硝酸銀の注加を止め最初より此時迄に加へられたる硝酸銀の容量を讀む可し此結果より硝酸銀一瓦に相當する鹽化ナトリウム又は鹽素の量を算出する事を得可し。

例へば〇、五瓦の純鹽化ナトリウムを秤量し蒸溜水に溶解して正確に一〇〇瓦となし此中二十五瓦(〇、一二五瓦の鹽化ナトリウムに相當す)をピーカーに測取し

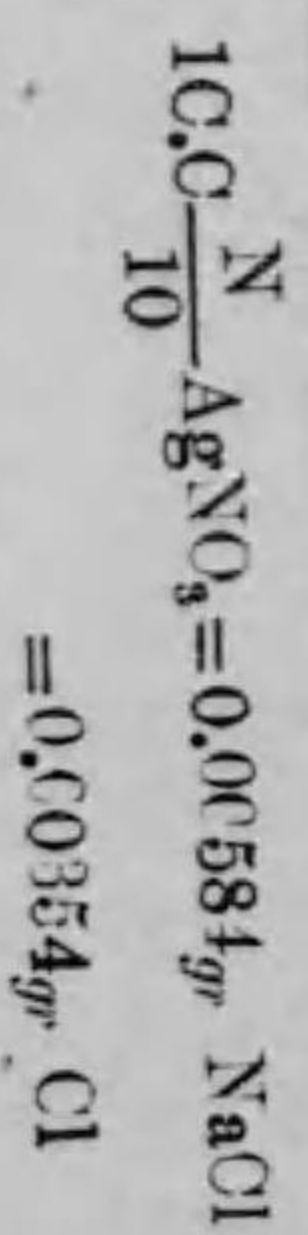
クロム酸カリウムを指示薬として硝酸銀を以て滴定せるに同液二、四瓦を要せるものとす然る時は此硝酸銀一瓦は次の鹽化ナトリウム及鹽素の量に相當す可し〇、一二五瓦の鹽化ナトリウムは二、四瓦の硝酸銀液に相當す故に一瓦の硝酸銀液は $\frac{0.125}{21.4} = 0.00584$ 瓦の鹽化ナトリウムに相當すべし。

又此硝酸銀一瓦に相當する鹽素の量は次の比例式より求めらる。



$$58.5 : 35.5 = 0.00584 : x \quad x = 0.00354 \text{ gr. Cl}$$

即〇、〇〇三四五瓦の鹽素に相當す右の結果は之を「ラベル」に左の如く記載す。



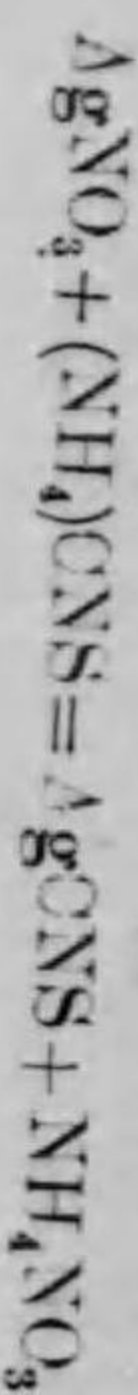
注意 右の定量法は可檢液が中性なる時に於てのみ適用す可きものなるが故に原液若し酸性又はアルカリ性なる時は之を正しく中和して滴定を行ふ可きものとす。

クロム酸加里は常温に於て其飽和液使用すべし。

二 十分の一規定硫シアン化アムモニウム 液の調製

一立中硫シアン化アムモニウム七、六瓦を含有す。

硝酸銀液に硫シアン化アムモニウムを加ふる時は、次の反應に依りて白色硫シアン化銀を沈澱し、此沈澱は硝酸に不溶性なり。



而して此反應は第二鐵鹽硫酸第二鐵を使用すの存在に於ても生起するものなるが故に、指示薬として硫酸第二鐵を使用すれば、反應終結點は溶液が赤色を呈するに依つて之を知るを得可し。

約八瓦の硫シアン化アムモニウムを秤量し、之を水を以て溶解して一立となす。次に硝酸銀液二五瓦をビーカーに測取し、三—四瓦の硫酸第二鐵液を指示薬として十分一規定硫シアン化アムモニウムを滴下して滴定を行ふ。此際、指示薬とす可き硫酸第二鐵は、豫め試験管中に硫酸第一鐵の結晶を少量の水を以て溶解し置き、之に其容積の約半の強硝酸を加へて數分間煮沸せしめ、次に水を以て倍量に稀

釋せしめたるものを使用す。硫シアン化アムモニウムを滴下するや、液の一部は同時に赤色を呈するも直ちに之を攪拌する事に依つて消失す、而して銀の全部が硫シアン化銀に變化するに至れば、過剰の硫シアン化アムモニウムは硫酸第二鐵と反應して赤色を呈するに至るを以て、最後の一滴を以て赤色を呈するに至らば滴下するを止め、所要液の耗數を觀測す可し。

例へば、二五瓦の十分一規定硝酸銀液に對して二二瓦の硫シアン化アムモニウムを使用したりとせば、

$$25 : 22 = 1000 : x \quad x = 880$$

故に八八〇瓦を他のリーターフラスコに測取し、加水して一立となせば、同鹽の十分一規定液を得可く、尙斯くして調製せられたるものは更に滴定して其因數を求むる事前述の如くす可し。

$$\begin{aligned} \text{I.e.c. } \frac{N}{10} (\text{NH}_4)\text{CNS} &= 0.0076 \text{ gr. } (\text{NH}_4)\text{CNS} \\ &= 0.01076 \text{ gr. Ag} \\ &= 0.0055 \text{ gr. Cl} \\ &= 0.0127 \text{ gr. I} \end{aligned}$$

三 商品鑑定上に於ける應用

イ、食鹽中に於ける鹽化ナトリウム及鹽素の定量法

供試食鹽五瓦を時計皿に秤量し、之を水を以て洗ひ乍ら一立の割度フラスコ中に洗ひ移し、其溶解するをまちて之を正確に一立とす。

右の溶液一〇珪をビベットを以てビーカーに測取し、クロム酸カリウムを指示薬として溶液に黄色を呈せしめ、次にビュレットより十分一規定硝酸銀液を滴下すれば可検液中に鹽化ナトリウムの存在する間は白色の鹽化銀を生成すれども其盡きるや否や硝酸銀はクロム酸カリウムと反應してクロム酸銀の赤色沈澱を生ず、此際に於て硝酸銀の滴下を止め、其所要珪数を觀測すべし。

重

供試食鹽水に溶解して100CCとす).....5.gr.

使用食鹽液珪數.....10.c.c.(0.05瓦に相當す)

所要 $\frac{N}{10}$ AgNO₃の珪數(三回の平均).....8.c.c.

$(\frac{N}{10} \text{AgNO}_3 \text{I.C.C.} = 0.017 \text{gr. AgNO}_3 = 0.00355 \text{gr.} = \text{NaCl } 0.00355 \text{gr. Cl})$

食鹽液 10.CC 中の Cl(gr)..... $8 \times 0.00355 = 0.0284 \text{gr.}$

食鹽液 100CC 中の Cl(gr)..... $100 \times 0.0284 = 2.84 \text{gr.}$

食鹽 100 瓦中の Cl(gr)..... $\frac{2.840 \times 100}{5} = 56.8\%$

食鹽液 10.CC 中の NaCl..... $8 \times 0.00355 = 0.0468 \text{gr.}$

同上 100CC 中の NaCl..... $0.0468 \times 100 = 4.68 \text{gr.}$

食鹽 100gr 中の NaCl..... $\frac{4.68 \times 100}{5} = 93.6\%$

食鹽の品質は含有する鹽化ナトリウムの量多きを以て品位高しとせらるゝものにして市販食鹽は鹽化ナトリウムの他種々の夾雜物質を含み、従つて各種の色を呈するものあり、次に参考として市販食鹽の等級を鹽化ナトリウム及夾雜物の含量より區別せるものを擧ぐれば次の如し。

等級	一等	三等	三等	四等	五等
鹽分	九〇%以上	八五%以上	八〇%以上	七五%以上	以上七〇%
夾雜物	一〇%以下	一五%以下	二〇%以下	二五%以下	三〇%以下

ロ、醬油中の鹽化ナトリウム定量法

試料一〇珪をビーカーに測取し、水を以て稀釋して之を二五〇珪となし、此中一〇珪取りて常法により十分一規定硝酸銀を以て滴定を行ふ、消費したる硝酸銀の珪數に〇、〇〇五八五を乗じ次いで二五〇を乗じて試料一〇〇珪中の食鹽量を求

ひる事を得可し。

醬油中に於ける食鹽量は多きを可とす、蓋し、食鹽含量多き事は使用せる鹽化ナトリウムの純良なるの證にして、食鹽良否は大いに醬油の味に關係を有し、食鹽の品質良好なる程其鹹味を溫和ならしむるものとす、次に參考として醬油の分析結果を示す可し。

東京衛生試験所關東醬油四八種の平均……一八、二二%

大坂同上 (關西醬油七十七種平均)……最大(二五、五四)最小(二、七四七)平均(一九、七三四)

ハ 石鹼中に於ける食鹽遊離アルカリ、化合カルカリ

及脂肪酸總量の定量法

石鹼中に多量の食鹽を含有する時は、之を貯藏する際に於て食鹽は其吸濕性なるが爲に自然に空氣中の濕氣を吸収して石鹼の表面に微細なる水滴を生じ、之が爲に其包紙に斑點を附し、又使用の際泡立を悪くする等の種々品質上に悪影響を及ぼし、其品價を低落するに至るものなり、之を簡單に試験するには舌端を以て味へて其存在を知るを得可きも、正確なる試験には定量試験に依らざる可からず。

又遊離アルカリの存在は、製造の際に於ける鹼化不完全なる事を證明するもの

にして其含量大なる時は、皮膚を害して使用に適せず、故に優良なる化粧石鹼は常に其痕跡を含有す可きものなり、但し洗濯用石鹼の如きは却つて之を多少含有するを可とす、遊離アルカリの存否を検出する簡單なる方法は、先づ檢品を乾燥して表面の一部を削り去り、之にフェノルフタレインの酒精液の一滴を附着せしめて、若し赤色を呈せば遊離アルカリの存在を證明するものなり。

(イ) 遊離アルカリの定量法 試料を最初乾燥せしめたる後、其一〇—二〇瓦を秤量して之を無水アルコールを以てピーカー中に洗ひ落し、次に之を温めて石鹼を完全に溶解せしむ、此際純良なる石鹼は完全にアルコールに溶解す可きものにして、偽和物質等を含有する場合には残渣を生ずるに依りて其存在を検知し得可し。残渣あらば之を濾過し、残渣は再びアルコールを以て充分洗滌して前の濾液と合せしめ、斯くして得たるアルコール溶液は之をフェノルフタレインを指示薬として十分一規定鹽酸を以て滴定す可し。十分一規定鹽酸一珪は〇、〇〇三一瓦の酸化ナトリウムに相當するを以て所要鹽酸の珪數より、 $\frac{\text{珪數}}{\text{百分率}}$ の百分率を見出す事を得可し。

(ロ) 食鹽、及脂肪酸の定量法 豫め乾燥せる石鹼二〇瓦を秤量し、ピーカーに入れ之

に蒸溜水を加へて全容積を約二〇〇珩となす、次に規定硫酸の過剰(此際加へたる硫酸量は記入し置く可し)を注加して加熱する時は、脂肪酸が分離し來り、加熱を繼續するに従ひて脂肪酸は次第に透明となる、此處に於て加熱を止めて冷却せしむる時は、脂肪酸は凝固す、故に之を集めて一方脂肪酸の定量を行ふ事を得可く、又脂肪酸を分離せる殘液中には食鹽を含有するを以て同液に就き食鹽の定量を行ふ可し、即ち殘液を一定容の刻度フラスコに移し加水して一定量となし、此中一定容を取りて先づ之を苛性曹達液を以て中和し、次に此中性液にクロム酸カリウムを加へて指示薬となし、十分一規定硝酸銀液を以て滴定する時は、所要硝酸銀液に相當する食鹽量を可し、一珩の十分一規定硝酸銀は〇、〇〇五八五瓦の食鹽に相當す。

(ハ) 化合アルカリ定量法 一定量となせる液の中より他の一定容をビーカーに測取し、メチルオレンジを加へて指示薬となし、規定アルカリ液を以て過剰の硫酸を滴定す、次に所要規定アルカリの珩數を最初加へたる硫酸總量より減ずる時は、化合アルカリに相當する硫酸量を得るを以て、之を〇、〇三一倍して酸化ナトリウムの量を得可く之より其百分率を求め得可し。

ニ 合金中に於ける銀の定量法

合金例へば銀貨中に於ける銀の定量を行ふには先づ一定量の銀貨削屑を少量の強硝酸を以て溶解し、煮沸して亞硝酸を驅逐したる後冷却後水を加へて之を一定量となし(例へば二五〇珩)同液一定容(例へば二五珩)を取りて之をフラスコに入れ次に硫酸第二鐵を指示薬として十分一規定硫シアン化アムモニウムをビレットより滴下せしめ最後の一滴に依り赤色を呈するに至りて止む。

十分一規定硫シアン化アムモニウムの一珩は〇、〇一〇七六六瓦の銀に相當するを以て同液の所要珩數に此數を乗じて含有せる銀の量を求むる事を得可く之より其%を計算するを得可し。

商品鑑定終

大正十年五月一日印刷
大正十年五月五日發行

定價金五圓

不許複製



著作者

小原龜太郎

發行者

荒木榮作
東京市牛込區赤城下町二十一番地

印刷者

佐々木俊一
小石川區西江戸川町二十一番地

印刷所

富士印刷株式會社
小石川區西江戸川町二十一番地

發行所
發賣所

東京市牛込區赤城下町
五〇一六三番
東京市神田區小川町
一四一四六番

瞭文堂
大野書店

書究研所引取の一唯邦本

大阪高等商業學校教授 商學士 棗田藤吉先生著

版七訂修

取引所論 上卷

菊版 總布製本 五百二十頁 定價金 四圓 送料内地十八錢

内容

目次

第一章投機概念、第二章取引所の意義、第三章市と取引所、第四章投機及投機取引所の經濟的職分、第五章投機取引の目的物、第六章取引所の種類、第七章取引所の監督、第八章取引所の組織、第九章取引所の役員、第十章取引所の會員及仲買人、第十一章取引所の種類及方法、第十二章受渡、第十三章違約處分。

本書は著者が多年の蘊蓄を傾けられたるものにして先づ投機を論じ株式、米、綿糸其他商品取引所に關し英佛獨米幾百の古記新書を涉獵し海外留學の所見を加へ直に我が學界に一大刺戟を與へたるものなり。斯學第一の書と云ふも過言に非ず。敢て商業經濟法律に關する學者及實際家諸士の机上に薦む。

!ずと許を靚觀の他!晶結の蓄蘊

書究研所引取の一唯邦本

大阪高等商業學校教授 商學士 棗田藤吉先生著

取引所論 下卷

菊判 上製

一千五十頁 定價六圓五拾錢 送料内地卅錢

増補三版

下卷前半

は外國取引所の 史及政策を論じ中古、十六、十七及十八世紀より十九世紀に入り其間大公債發行、鐵道建設、大投機銀行の成立工業的大設立の取引所投機に及ぼせる關係を詳論し十九世紀の後半期より二十世紀に亘りて起りたる、巴里、紐育、倫敦及び獨逸、の各取引所恐慌につき詳述し且つ之が對策に論及し以て對恐慌策に明快なる斷定を與へたり。

後半

は本邦の、米株其他各取引所の歴史及政策に及び評述せしもの、大戦後の經濟界愈多事ならんとする今日本書の一讀は經濟生活を營む何人にも緊急事にして以て來たらむとする戦後の大恐慌に備へざるべからず。

!ずと許を靚觀の他!晶結の蓄蘊

株主及び債権者に書本を薦む

忽再版

投資株式と社債

早稲田大學 商學士 兒林百合松先生新著

四六版總タロース製 定價金二圓 小包料 内地十二錢 其他四十五錢

投資家の必携書

本書出版の主旨は株式及び社債の性質と其の利用法とを明かにし以て投資家としての株主及び社債権者に必要なる知識を供給せんとするにあり即ち株主及び社債権者としての知らざる可らざる諸事項を詳述し前二編に於ては株主及び社債権者の地位に伴ふ權利義務と其の實行の手續とを網羅し、逐一關係の法令及び大審院判決例とを引照して出典を明かならしめ第三編に於ては貸借對照表、損益計算書及び財産目録の研究方法及見方とを述べ以て會社財政の内情を觀察するに必要なる事項を記し第四編に於ては株式市場に於ける投機的及び放資的賣買方式及び仲買人との關係を明かにしたるものなり方今株式に關する著述が主として取引所の組織仲買店の組織及び相場變動の豫測等専ら投機方面にのみ限られたる際に當り本書の出版は投資家としての株主及び社債権者にとり唯一の眞面目なる指導者といふも過言ならざるべし。

英語商業通信書之權威

本書と世評

修正 增補 九版

小樽高等商業學校

教授 苦米地英俊先生著

商業英語通信軌範

TOMARBECH'S STANDARD COMMERCIAL CORRESPONDENCE.

菊版七〇〇頁

總タロース製 書式四八

定價四圓八拾錢 小包料内地十八錢

大阪毎日新聞

（前略）理論に馳せず實際に偏せず善く兩者の調和を保つて學校の教科書となり又實際家の參考書ともなるやう苦心を拂ひたるものなり書中慣用語句の研究の一種の如きは從來刊行されたる同種の書籍に見ることを得ざる有用便利なるものにして實に本書の特色なりと稱すべし（後略）

英語青年……

（前略）有らゆる方面より材料を蒐集分類し章を別ち節をかへ Foot Note を附し適切な譯文を附した幾多の用例を配し練習題を設け此の方面の知識乏しき者にも尙ほよく解し得らるやう總てを説明し依て以て Commercial Correspondence に關する根底力を養はしむると共に他面此の方面の實地になつ

さける人々の好伴侶たらしめん事を期したものである。先年本書が初めて世に出でて以來廣く商業英語に關係ある人々の間に歡迎せられ今回愈々其修正増補第三版が發行せられたのである。第二編の慣用語句の研究は實に此の種他書に見られぬ本書の特色で版を重ねるに至つて益々整備した觀がある。尙ほ今回の改訂版には「語句」「文例」「商業書式」三方面よりせる精細な索引が附せられてゐる。實用英語に關する知識の必要日々に濃厚を加へ來る折柄商業英語に關係ある人々は勿論、廣く一般讀者にも此の方面の良參考書として本書を推薦したい。

中外英字……

（前略）同種の著述として最も詳しく最も解かり易き書なりとして夙に商業學校生徒や英語通信事務を執る會社商業員等の間に珍重されて居るが先般修正

増補第三版を發行せり頗る浩翰なる著述にして用紙良好表裏至つて美麗なり（中略）凡そ商業に關する事項は保險、銀行株式仲買電報に至るまで盡く網羅し各々其方面に使用する慣用語句を一々列挙して説明を加へ用例を示し練習題を添へ卷末には又語句索引をも附してある商業の心得なき者が突然商業文に對すれば如何に英語の素養ある者として其意義を解するに苦しむものであるが今此書を讀めば原文には一々邦語譯を對照し又鄭重親切なる説明を施しあれども門外漢と雖も一讀して商業全般の知識が得られ師に就かずとも獨習にて英語商業文を書き得るであらう我儕が殊に本書に於て喜ぶ所は其の説明の如くである故に尙ほ要領を得たる事又一は實地其任に當る者は何人となし必ず一本を座右に備ふべきである

んらたトスピイタ級高るあ力實

東京商
科大學 教授

エドワード・ガントレット先生著

増訂三版

英文タイプライティング

(MANUAL OF TYPEWRITING)

四六倍版型

装幀優美

定價金二圓五十錢

送料 内地十二錢

近時國際貿易の發達頻繁となるに伴ひ英文タイプライターの必要日を逐ひて緊切なりしに拘らずこれを教ゆる完全なる教科書歐米諸國にすら完全なるものなき今日に當りてエドワード・ガントレット先生は多年の經驗を基とし平明簡瞭なる英文を以てタイプライティングの必習基礎よりタイプライティングに關する事柄を組織的に詳述し、懇切に多數の練習題を與へてその進歩に便したれば誰人と雖も一度本書を熟讀すればよく高級タイピストたる資格を十分具備するに至るべく、尙本書添附の石版刷の鍵盤 (KEYBOARD) は所謂スタンダードタイプライターと寸毫の相違なくよくタイプライティングの練習を全たからしめたり又本書使用の活字は弊店が初めて輸入したるものにして本書添付の鍵盤圖と相待つて本書體裁上の双美と謂ふべし。

よせ讀一を書本は士るす欲と

380
136

終

