

(六) 霜降竹は小砂を掛くる前、尙木灰と胡粉との混合液を塗抹すべし。  
 (七) 煤竹は特に人工を加へたるものにあらざるも、多年の間農家の糞草屋根、天井裏その他に使用したる竹の煤烟の爲めに煙り茶褐色をなせるものなり。

### 一四 鉛筆製造法

鉛筆は舊時は鉛を以て製せることありしより此の名あり。製法は上等の石墨(石墨の不純物としては通常酸化鐵、硫酸鹽類等を混するを以てこれを除去せざるべからず)をこまかに粉碎し、水を加へて粘濁ならしめ、これに粘土の極めて微細なるものを加へ、其の純黒色を欲する時は油煙を加ふることあり。此の混合物を壓搾機に入れて水を搾り、再び強壓を加へ、青玉等にて作りたる小孔より押し出し、恰も線香の如くなし、しづかにこれを乾燥せしめ、これを適當の長さきりて心となす。鉛筆の硬さは粘土混和の度に基くものとして肝要の事なり。軸はシーダー(Cedar)白杉等を可とす。北米に在ては軸用として最も適當なるシーダー材の豊富なるよりして製産力強大なり。本邦製品は飛騨、朝鮮、鹿兒島墨國、錫倫等の内外産石墨及伊豆、信濃産白

杉、北海道産水松、北米産シーダー、並に群馬縣附近及福島縣産粘土を以て製造し、關稅率の引上げにより特別品を除き殆どすべて内地にて製造せられ、使用上缺點なき程度に進み、輸入は年々減退するに至れり。今後外國品に見る如きHBを中心とし硬度はF、H、2H、3H、4H、5H、6H、7H、8Hに至り、又軟性はB、2B、3B、4B、5B、6Bに至るが如き、硬軟の程度ある諸種の製品を得るに至るは遠きにあらざるべし、まして戰局は獨逸國ウアラヤ製品の輸入を不可能ならしめしおや、内地製品の市場に見るもの其の數多「エムアイ印、金魚印(木軸紙軸)等著し。鉛筆鉛心の硬軟略字の意義を示さば左の如し。

HB	F	H	2H	3H	4H	5H	6H	7H	8H
硬 黒色	堅	全	全	全	飛切	全	全	全	特別飛切
B	軟度並	並	中	上	飛切	全	飛切上	全	
	軟度並								

2B 軌度上 黒色並  
 3B 軌度上 黒色上  
 4B 全 全  
 5B 軟度 飛切上  
 6B 軟度飛切、黒色上  
 色鉛筆は最近製造のものにして、種々の繪具を白堊、粘土、蠟等に加へて製出す、其の内學校生徒等の使用する「コピール、グアイオレット」、「リラ、グアイオレット」、「ヨハン、コピール」、「ハツエ、クルツ、コピール」等の記號ある紫色鉛筆は其の製造の原料に有害の色素を包含するがゆゑに、其の破片又は溶液の眼中に入る時は、激烈なる毒作用を呈し、竟に不治の眼疾を招くことあり。仍て幼稚園及び小學校等の兒童にはこれが使用を禁止し、其の他の學校の學生に在ては必要缺くべからざる場合に限り、これを使用せしむることを得れど其の使用上に周密の注意をなさしむべき旨明治三十七年文部省八訓令第八號を以て訓示せられたり。

### 一五 石炭倉の火災を鎮火せしむる法

盛に燃焼中の石炭堆積へ水の一流を注がば、其の灰は被覆となりて水を撒落し以て火を止し炭酸アムモニア二百乃至二百八十分を混合したるものを燻に容れて貯ふべし。失火に際し之を水中に投ずれば燻は破壊し液體は流出し熱のため酸素を含有せざる瓦斯を多量に發生し以て消火の効を奏するものなり。

### 一八 同上別法

食鹽二十「ポンド」礫砂十「ポンド」とを取り之を七「ガロン」の水に溶解せしめ瓶内に充し置き、火を失したるときは燻を火焰に投入し之を破碎するを要す。若し織物綿類の如き柔軟物の燃焼にして燻の破碎に適せざるときは、先づ燻口を打落し液を火焰に撒布すべし、斯くて燻の破碎すると共に幾分瓦斯を放散し、火熱は其放散を増進し、爲めに火は消滅するに至るものなり。

### 一九 木綿纖維より絹狀絲の製造

絹狀絲を製せんとする木綿纖維は最初之れを鹽化亞鉛溶液中に溶解し、然る後適當の溫度に加熱し、細孔を有する壓出機中に入れ「アルコール」或は「アセトン」中に於て細流を壓出せしむるなり。此際鹽化亞鉛は溶解し居るも纖維は沈澱するを以て之れを洗滌したる

燻を防退するなり。



### 一七 消火藥の製造法

本邦の如く木造家屋多く從て失火の多き國土に在りては、消火藥の製造法を研究するは必要なることなり。凡そ消火法に二種あり、一は著しく熱を奪ふべき物質を投じ燃焼の力を減ずること、一は酸素を含有せざる瓦斯を發生せしめ消火すること之れなり。而して是等の内結果の良好なるは瓦斯を發生せしめて酸素を排除するに在り。今其の一法を掲げん。即ち水百分、礫砂四十乃至六十分、無水曹達八十乃至百二十分、苛性曹達百五十乃至二百分、

### 一六 消火器

て漸時堆積中にて下内部に燃え込ましめ終に消滅するに至らしむ。之れに就き左の實驗を照介せん。  
 直徑二吋の管の一端を打ち潰し、此の端より五六呎の所に直徑四分の一時の孔を數個穿ち他端の牡革管へ更に長き革管を連結し、該管を石炭の堆積中へ押し下げ、牡革管へ更に長き革管を連結して水を注入せり。水は堆積の中央に於ける熱石炭に觸るゝや否や忽ち蒸發して水蒸氣と變じ、石炭の各部へ悉く滲透し實に瞬間に火は全く消滅し痕跡だも止めざるに至れり。此の方法は何れの石炭倉にも亦如何なる種類の船舶にも應用するを得べし。此の方法に依れば石炭倉底部に發せるも消滅し得べければなり。

出火に際し燃焼を防退する器具にして大小數種あれども普通は金屬性の圓筒内に水一升、重炭酸曹達十七匁の割合なる液を入れ、別に曹達半量に相當する硫酸を容れたる器を圓の如く裝置す。使用に際し此等二液を相混する時は、炭酸瓦斯を發生し、一平方呎に付き約七十寸度の壓力を以て器中の液を四五呎の遠方迄放出し、其の含有瓦斯によりて燃



後伸長して乾燥すれば目的の絹状絲を得らるるなり。着色せんとする場合は溶液中に色素を加ふるも、洗滌後に之れを操作するも可なり。尙ほ本絹状絲を耐水性となすには乾燥後不溶解なるものを加ふものとす。

### 二〇 毛布及毛織物の防蟲劑

夏季に入り毛皮類又は毛織物に蟲の生ずるを妨ぐには左記の調劑を筆筒又は衣服糊の内へ時々撒布するを可とす。

- 「ナフタリン」 一〇〇
- 「フエニツク酸」 一〇〇
- 龍 腦 五〇
- 枸 櫞 酸 五〇
- 「チモール」 二〇
- 「ラウエンダー油」 二〇
- 杜 松 子 油 二〇

右諸品を「アルコール」五分中に溶解せしむ。

### 二二 殺蟲劑調合法

植物に生ずる蒼蠅其の他の害蟲を殺滅し、園藝家並に農家に必要なる殺蟲劑は次の處方に依り製造することを得べし。

(第一法) 煙草葉一「オンス」、接骨木芽細末

一「オンス」を「ガロン」の水の中に十分間煮沸し、濾して透明なる液を植物に撒布すべし。  
(第二法) 軟石鹼二「ポンド」、煙草葉半「ポンド」、番木鱈二「オンス」、ベタ、ナフトール二「オンス」半を取り先づ煙草及番木鱈を八「ガロン」の水にて煮沸して澄清液を濾し取り、之に石鹼を加へて溶解したる時「ベタ、ナフトール」を加へ最後に冷却したる時松精油を注加すべし。  
以上の處方は煙草(ニコチン)を含有す及び番木鱈の如き物質を含有するを以て之を販賣するには賣藥規則に従はざる可からず。之を避けるには次の方法に依るべし。  
(第三法) 水八「ガロン」に軟石鹼二「ポンド」、石炭酸六「オンス」、アルファ、ナフトール三「オンス」、ヱイクトリア、エルロー二「オンス」を加へて煮沸し、冷却せる時松精油四「オンス」を加ふ。  
(第四法) 水八「ガロン」に軟石鹼二「ポンド」、硫黃華二「ポンド」、石炭酸三「オンス」、アルファ、ナフトール三「オンス」を加へて煮沸す。  
此等處方は一も毒物を含有せず。  
(第五法) 「ロジン」一「ポンド」、軟石鹼一「ポンド」、苛性曹達三「オンス」、粗製石炭酸油一「ポイント」、アルファ、ナフトール二「オンス」

### 二三 植物殺蟲劑の製法

此の植物用殺蟲劑は左の成分より成立す。

- 「サルフォン酸イヒチオール」 五—五分
- 「グリセリン」 三分
- 軟石 鹼 一〇分

以上を混合し周圍を熱湯にて熱したる器中に入れて三〇分間攪拌すべし。斯くして得たる泥狀物は如何なる割合に於ても水に能く溶解すべし。若し必要ならば「サルフォン酸イヒチオール」を其の混合前に中和するも可なり。

### 二四 殺蟲用石鹼の製造法

中黒色のものは「ガスブラック」(煤)を最良とす。右は上塗模造の漆料なり。而して素地としては紙質を用ふ。所謂「ビビルマシエ」(本邦にては大阪市芝川又右衛門氏之を製造す)を使用しつゝあるなり。

### 二六 普通印刷用「インキ」の製法

(第一法) 十六「ポンド」の精製亞麻仁油、三「オンス」の「インデゴ」粉末、若くは三「オンス」の「ペレンス」、八「ポンド」の上等油煙を温め研和す。  
(第二法) 古き亞麻仁油三十分、黒色樹脂若くは溶融したる琥珀の少量を溶解し、煮沸し稠厚の液となし後之れを冷却す。數箇月間静置し不純物を沈降せしめたる上、之れに上等油煙十五分を混和し白を以つて練和す。  
(第三法) 古き亞麻仁油百分を取り者詰めて、合利別稠度となるに至らしめ、夾雜物を沈降せしめ後更に二分の麵粉及び少許の「オニオン」を熾灼して其の重量の約八分の一となるに至るものを之れに加へ、又別に「テレピン油」三十分乃至三十五分を煮沸し、其の少量を取り試みに紙片に着け乾かせば透明にして其紙片を裂くも碎けざるに及び、之れを前混

### 二七 石版用「インキ」の製法

(第一法) 左記調合を融合したるものにも二分半の油煙を混和すべし。此の物は水と密和し乳狀を造りたる後使用すべし。

- 白 蠟 一〇〇
  - 「セルラック」 八〇
  - 「マスチック」 五〇
  - 純精タルロール 四〇
  - 硬質タルロー石鹼 四〇
  - 「ヴェネシヤン松脂油」 〇五
- (第二法) 其の手續は前法と同じ、調合方左の如し。
- 白 蠟 六〇
  - 「セルラック」 三〇
  - 「タルロー」 二〇
  - 石 鹼 四〇
  - 「サンダラック濃液」 六〇

泥狀若くは粉狀の樹脂石鹼又は脂肪石鹼を蘆蒼の浸出液一五乃至二〇%と混合し、之れを固化乾燥せるものなり。尙ほ固化若くは乾燥前に一〇乃至二〇%の明礬或は三三%の「ラヘンダー油」を石油精と共に、又は石油精を用ひずして附加する時は一層殺蟲力を増加すべし。

### 二五 日本漆器の模造品製造法

日本漆器は美麗にして堅牢なりと雖ども上等品は不廉なるが爲獨逸にては「ワニス」を用ひて模造品を製出して毎年米國へ輸出し、其の額百萬弗以上に昇ることは嘗て聞及ぶ所なれども如何なる方法に依りて之を製造するや其の大略を左に掲ぐべし。

先づ「テレピン油」三勺三分三厘、「ラヘンダー油」二勺五分を取り、豫め焼燥したる鹽化加里を之に加へて水分を除去して上澄の油を去り、樟腦半勺と「コーバル」八勺四分を加へ之を容れたる壺を暖かき灰の中に二十間四時置き其間時々攪拌し、次に布を用ひて之を濾過し、濾過液を再び二十四時間放置して上部の清澄せる液を流し去り、下層に残れる沈下物に顔料を加へ以て塗料に供するなり。顔料



油 煙 適宜

(第三法) 十二分の「セルラック」と五分の「マスタック」とを粉細密混せしめ之れを、一分の「ヴェネシヤンテレピン油」中に入れ、爐火下にて溶解せしめ、爐火より卸したる後、十六分の蜜蝋、六分の「タルロー」を加へ、其の熔融するを俟ちて流質タルロー石鹼の屑片と、油煙十一分を混和して沸騰せしめ之れを充分攪和せしめ、後暫時放冷し、尙其の液状を保有する間に石盤上に注ぎ、冷後切斷して隨時其の用に充つ。

二八 印刷インキ用

の「ワニス」

この「ワニス」は、乾燥したる麻油にて製すれども、廉價品には、乾燥したる胡桃油を用ふ「インキ」の堅牢ならんことを望まば「コロファーム」或は「カナダ産」ポーム(香脂)等を加ふべし。また光輝を附せんには、石鹼、もしくは樹脂石鹼を加ふべし。その割合割合は次の如し。一等品は、乾燥油一〇〇、「コロファーム」二五、石鹼八の如き割合にし、普通品は、乾燥油一〇〇、「コロファーム」七五、石鹼四を用ふべし。最廉價の新開紙印刷インキ用「ワニス」は、樹脂油中に、普通「コロファーム」

「マ」を溶解するのみにて可なり。

二九 煤油を用ゐて

煤の製造

「コールタール」蒸餾後に残留する油状即ち煤油なるものを用ゐて、煤を製造せんとするに、之れを特製の爐中にて燃焼すべし。然る時は種々なる品質の煤を得るなり。爐中には一枚の鐵板ありて之れを始終赤熱し置き其上に細管より煤油を滴下せしむる時は、油は分解し多量の煙及び煤を發すべし。之れを小なる入口を有する四個の室に導き順次に各室を通過せしむ。豫定の油量燃焼し終らば、其儘に於置する數日の後各室の窓口を開きて内部に溜れる煤を取り出すべし。第四室に生ずるものは最も微細なるものにて石版印刷用「インキ」の製造原料に適せり。第三室のものは之に次ぎ細微なり。印刷インキ製造に供せらる。第二第一兩室のものは其品質粗く下等なるものにして篩に掛けたる後煤煙と名付けて發賣す。偕又石炭製の煤を製造するも同様にして、之れには別に築きたる爐を使用す之れは「アスファルト」又は「ピッチ」を出来る丈け少なる空氣にて燃焼せしむるものにして、之れを戸に設けたる孔より投入し、生ずる處

の煙は五個の煤室を順次に通過せしむるなり。煤は各室に於て自ら其品質を分別すべし。豫定量の「ピッチ」全く燃焼し終れば其儘放置して數日を経て次に外部の戸を除きて徐々に空氣を入れ室中の溫度を檢すべし。十分に冷却し居れば戸を開き煤を取り出して可なり。第四室のものは最良品にして靴皮或は油布製造に使用す。他の室に於けるのは何れも普通品にして能く篩ひ分けたる後適宜に荷造をなして市場に輸送するものとす。斯くして得たる煤は何れも多少の焦臭を有せり。之れを除く去せんとするには、其の製品を鐵製の具柄埵埵に容れ容れ蓋を掩ひ且つ粘土にて目塗を施したる後爐中に入れ之れを燒き、數日間放冷し冷却せしめたる後蓋を開きて取り出せば可なり。斯くなさば焦臭を發する油氣は悉く揮發し去るを以て全く無臭なる煤を得べし。

三〇 鉛丹製造法

本發明は鉛丹製造法の改良に係る。從來鉛丹は鉛の酸化物若しくは炭酸鹽を焙燒することによりて製造せられたるものなり。然るに此等の方法は缺點を有す。如何となれば酸化作用は甚だ徐々に行はるゝを以て、酸化物の薄層と雖も是れより有効なる製出物を得る迄

三二 黄色繪具(ネーブルスエルロー)の製法

「ネーブルス・エルロー」と稱するものは黄色の繪具にして主に陶磁器或は硝子に應用する一種の燒繪具なり。(水繪具として使用せず)其の成分は判明せざれども恐らく安質母尼酸鉛なるが如し。其の製法は硝酸鉛二分、吐酒石一分、食鹽四分を取り能く混和し、粘土製の埵埵に入れ二時間程赤熱し曝す時は鉛は安質母尼と化合して「アンチモン酸鉛」を生ずるなり。此の埵埵を水中に投ずれば、食鹽は水中に溶解し去り後に黄色の「ネーブルス・エルロー」を残すべし。之れを濾過して乾燥するなり。又た次の如き方法にても可なり。即ち「アンチモン」粉未三分、酸化亞鉛一分、丹(酸化鉛)二分を混じ粘土製埵埵に入れ前法に従ふものなり。

三三 「アンチモニー」朱製造

「アンチモニー」朱製造に關して獨逸バイヤ、會社の特許を得たる方法に據れば、「アンチモニー」溶液に苛性或は炭酸アルカリ「及び「アルカリ」土類金屬鹽の存在に於て「チオ」

せばPbOの同一百分率を有する製出物を得るに僅かに數分間に充分なりとす。(米特第一〇五九一九五號)

三一 金顏料製法

鹽化金液に硝酸鐵を作用し金を沈澱せしめ金顏料を製する事は公知に屬するも、此の方法にては還元金粗雜にして良品を得られず。然るに本方法は、先づ鹽化金溶液を造り之れに苛性加里の如き「アルカリ」を加ふるときは最初沈澱を生ずるも沈澱劑の過剩に依り再び溶解するを以て、此の溶液に第一硝酸水銀を加へ全く沈澱せしむ。斯くして得たる沈澱物を分離し水洗し更に硝酸の如き酸の過剩を加へて沈澱中の水銀鹽を除去し、次で充分に洗滌す。此の方法に依り金は精細なる不定形状態を呈するを以て、之れを適當な溶劑例へば酸化着鉛、水酸化着鉛、硝酸着鉛、硫化鉛の如き化合物と混じ普通法の如く「バルサム」を加へ「ベント」状とす。又硝酸水銀の代りに硫酸鐵を、苛性加里の代りに苛性曹達、炭酸アルカリを、硝酸の代りに硫酸(硫酸鐵を使用せる場合)を用ゆるも差支無し。(米特第一〇五七四二二號)

には尙二十四時間乃至二十八時間之を焙燒するを要すればなり。此の理由に因り鉛丹製造法に熱練せる人々は短時間内に於て同一の結果を得べき方法を發見せん爲め多大なる年月の間其の研究を繼續し、而して媒觸劑に依りて該反應を迅速ならしめんと試みたり。然れども是等の研究は殆んど成功するに至らざりき。蓋し其の原因たるや此の方法に適する媒觸劑を發見し得ざりしにあり。尙又是等の經驗の結果、實施の溫度を増加するも猶該反應を速かならしむることの不可能なる事實を認めたり。本發明者は、此の反應に要する時間に反應を生ずる空氣中の酸素の壓力を増加することに依り著しく短縮せらるゝものなることを發見せり。而して本發見は鉛の化合物を壓力の下に焙燒することより成るものとす。本改良方法を實施するには酸化鉛の如き鉛の化合物を鐵管中にて壓力の下に攝氏四百六十度迄加熱す。例へば若し十二氣壓の壓力に於て一時間本方法を實施すとせば、PbOの六十%を含有する製出物を得べし。然るに大氣壓の下に同一の結果を得る爲めには少くとも十五時間を要すべし。若し又純粹なる酸素の存在中に十二氣壓に於て加熱すと



硫酸鹽と反應せしむる時は其の成産量を著しく増加し得るなり。例へば

三鹽化アンチモニー  
(比重一・六〇) 一五〇分  
苛性曹達溶液 (比重一・三六) 八二五分

甲液 結晶チオ硫酸曹達 八〇分  
乙液 水 三六〇分

今乙液内に甲液を攪拌しつゝ加へ凡そ攝氏五〇乃至六〇度にて二―三時間絶えず攪拌なきば、鮮明なる赤色硫化アンチモニーの沈澱物を得べし。而して此の操作に依り其の生成率の理論数の九〇乃至九五%を得らるゝなり。

### 三四 支那に於ける朱の製造法

支那に於て朱を製造する法は甚だ秘密にして他人の窺ひ知る能はざる處なりしが、頃日香港に滞在する「ヒューマツカラム」氏其の法を探知して之れを報道せり。其の法たる要點に至りては伊太利亞及び和蘭に於て慣行する方と稍相等し。且つ支那全國皆其の法に據れり其の法に三段落あり。

第一段 硫黄十四「リール」(六・二二二瓦)と一瓶の水銀約三分の二を淺き鐵鍋に投じ

文火を以て温め、硫黄溶解すれば鐵棍を以て攪拌し、其の色黒色に變じ剩餘の硫黄液面に浮ぶを度として火を去り、殘餘の水銀を投じ更に適宜の水を注加して其の混和物を冷却するに猶ほ甚だ過剰の硫黄含有す。

第二段 前條の黒色細末を半球形の鐵鍋に入れ、陶器片を以て蓋し、更に鍋下を掩ふに稍扁平の鐵鍋を以てし、粘土を以て兩鍋の相逢ふ縁を塗りて氣密となし、上鍋の上に巨石を積みて之れを壓下す。斯くの如くして熱すること十六時間にして蓋鍋を去れば内容の約大半は昇華し陶器片に固着し一様の皮膜をなす。此の皮膜の表面は赤褐色の光澤ありて破折すれば結晶狀の組織をなす第三段 斯くの如くして昇華したるものを粗末となし、更に石臼にて水を加へて之れを膠かば半流動狀となるべし。之れに水を注ぎて大桶に流下して放暑し、沈底せしものを採り微温を以て乾燥し、篩過したるものは即ち市場に在る支那製朱なり。

### 三五 「コラルリン」より製する赤色ラツク、色料

「エリツチ・センチネル」氏の法に依れば酒精に

溶解すべき「コラルリン」十「キロ」及び七〇乃至七二%苛性曹達六「キロ」を水六〇「キロ」に溶解し、次に水を加へ全量を三百「リートル」に稀釋し、茲に得たる暗紅色、不透明の溶液に細密に破砕研磨したる重土礦の一二〇「キロ」を混じ、猶四〇「キロ」の鉛糖を水に溶解したるものを加へ沈澱す。勿論應用したる「コラルリン」の純不純により沈澱を充分ならしむるに要する鉛糖の量に差異ありとす。故に其の液の一部分を取り濾過し濾液の無色なるや否やを検すべし。今茲に沈澱したる「ラツク」の全く沈定したる時は水を以て三回洗滌し(各回大抵五百「リートル」宛の水を用ゆべし)色素を濾過し乾燥す。此の法によらば大抵百六十乃至百六十五「キロ」の軟煤暗赤色の「ラツク」を生ず。若し重土礦の量を増加するときは色調は鮮麗となり濃赤色を呈するに至り、又鉛丹を加合するときは美麗なる模造朱を生ず。此の色「ラツク」は惜むらくは油質色素として使用するを得ず。何となれば油質と混ざる時は直ちに黄色に變ずるが故なり。然れども絨氈等に印刷するには大に利益あり。特に直射光に曝すと雖も容易に褪色せざるの効ありとす。

### 三六 磨紅又巴里紅

最良なる研磨料即ち巴里紅の色は煉瓦櫻紅色と「シヨコラーデ」様褐色との間を上下し、粉末の色愈々暗黒なるに従ひ其實愈堅固なり。今や特に純粹なる巴里紅を調製せんこと欲せば、坊間の熟練及同量の蔘酸加里を水中に溶解し此の兩溶液を濾過して互に混和し以て攝氏六十度に温熱し、形成する所の黄色なる沈澱物を洗滌し適度の爐温を用る鐵皿中に焼灼すべし。斯く操作するに於ては非常に柔軟なる深紅色の粉末を生じ、用に先立ち水飛するの類なく、直ちに琢磨用に供せらるゝものなり。凡そ光學用硝子及「レンズ」の類は最も細緻なる研磨を要するものにして、特に本磨紅の使用に適する處なりとす。

### 三七 「カルミン」製造法

「ユル・センダ」氏の報道する所を見るに「カルミン」は其製造法種々ありと雖も其の品質の良否に關しては吾人の端説する能はざる種々の操作ありて今尙秘方に屬するものあり。然巴みならず又大氣光線、氣中温度の狀況氣候

の變化等亦之れに關するものゝ如し。「マダーメ・セネツテ」氏の法に據れば尤も優秀にして美麗の「カルミン」を製するを得べし。之れを左に掲ぐ。

最良時嘯虫末一「キロ」を煮沸蒸餾水七五「キロ」を注ぎ二時間沸熱して更に純硝酸加里二五瓦を加へ三分時經過後酸性硫酸加里三〇瓦を投じ尙ほ煮沸すること十分時にして之れを解置すること四時間、其の沈底するを俟ちて該液を大硝子皿に移し解置し三週間に亘らしむべし。是に於て微を除き「ペット」を以て可及的上液を吸去り、器底に沈澱したる「カルミン」を陰乾すべし。

又一法は嘯虫煎液に曹達若しくは剝多斯を加へ又明礬を加へ蛋白質或は魚膠の助に由りては「カルミン」は粉末となし離きが故に常に粗粒となし、主として菓子商の着色料に供し或は赤色墨汁を製するに供するのみ。然るに魚膠を以て製したるものは粉碎し易くして裝飾用紅に供し、或は他の精緻なる目的に供するを得。

焙燒カルミン、は注意して少時尋常の「カルミン」を焙燒したるものにして、暗紫色若しくは桔梗色の粉末なり。其の色詭く久しきに堪ゆるを以て名あり。

### 三八 「ベイント」、「ワニス」、「エナメル」剝離劑

苛性曹達液に礦物油を混じて乳狀懸となし、之れに細微の鋸屑を混加し、更に「ソヂウムアルコホラート」、「亞硝酸エチルエーテル」及び二鹽化ヒドリン」を混合したるものにして、之れを「ベイント」、「ワニス」等を塗リたる物體上に塗布するときは、其物體の生地を損傷蝕腐することなく、且つ使用上素膚を腐蝕することなく、容易に此物體を剝離するを得。其混合分量は、

- 苛性曹達 一〇〇
- 水 一〇〇
- 礦物油 一〇
- 細末鋸屑 一〇
- 「ナトリウムアルコホラート」 三
- 「亞硝酸エチル」 五
- 「二鹽化ヒドリン」 二
- 「エーテル」 五

先づ苛性曹達を水に溶解し、礦物油を加へ、攪拌器内にて混和し乳狀體とし、之れに細微の鋸屑を加へ、尙能く攪拌して均質の粘質物に變せしめ後餘りの三者を之に加ふるなり。



### 三九 「ペンキ」除去法

古き「ニス」又は古き「ペンキ」を除去するに用ふる薬品は、何れも苛性曹達の含有に依りて其効果を呈するものなるが、此の者は有機性物體を害すること強きものなるに依り、之れを使用し得るの區域は割合に制限せらるゝのみならず、之れを用ひんとするときは充分なる注意を與ふる事を要するものとす。且つ此者は單に木材に對して傷害を與ふるのみならず、之れを使用する人の皮膚にも強き腐蝕作用を表はし使用困難なるものなり。然るに近頃の發見に依れば此苛曹達中に礦油を混入して乳狀物となす時は「ニス」及び「ペンキ」に對する溶解力の寧ろ幾分か増加すると共に、全く前記の傷害を除去することを得るなり。而して牛鐵油を久しく浮上體に存留せしむるには、無害の物體例へば煉化粉、浮石鹼、鋸屑等を混入すれば可なり。然る時は使用上最も良好なる糊狀物を得べし。此者は「ペンキ」除去劑としては最も有効に且つ耐久性なる物質にして、濕ほへ盡にて之れを使用すれば如何なる表面にも使用することを得。木質又は人體に傷害を與ふるが如きことなし。今其製法を詳記すれば左の如し。

二十五の苛性曹達(九十八%)を取りて水百立に溶解し、二十冠の鐵油を混和し攪拌器を附したる鍋に入れ全く乳狀物となる迄之れを攪拌し、次に攪拌しながら二十冠の鋸屑を加へ、次に其全部を「ペンキ」製造用「ロール」の間に通じて全く一様等質なる混合物を生ずるに至らしむるなり。

### 四〇 鶏卵の貯藏法

フライベルヒの米國商業會議所に於て雞卵保存法に就て種々の研究を爲したる結果の報告左の如し。  
雞卵の比重は能く其の新舊を判別するものにして、其の新鮮なるものは通常一〇七八四乃至一〇九四二の比重を有するなり。故に食鹽百二十瓦を一リートルの水に溶解して一〇七三の比重を有する溶液を作り、之れに雞卵を入れて沈みたるもののみを各二十個づゝ選出し、左記各種の試験を施し八箇月間貯藏したる後調査したる平均結果左の如し。  
一 雞卵を鹽水中に貯藏したるに其の結果腐敗したるものなきも鹽水の卵殻を透過したる爲め食するに堪へず。  
二 紙を以て卵を包み「サリチール酸及びグ

リスリン溶液中に貯藏したるに其結果八割腐敗せり。  
三 食鹽を以て卵殻を摩擦し、之を鉢中に貯藏し「バラフキン」又は「サリチール酸及びグリスリン」を以て之を覆ひたるに其の結果七割は腐敗せり。  
四 雞卵を沸騰水中に十二乃至十五秒間浸漬し然る後明礬液又は「サリチール酸液中に貯藏したるに其の結果五割腐敗せり。  
五 卵殻に水玻璃「コロチオン」又は漆を塗り貯藏したるに其の結果四割を腐敗せり。  
六 木灰中に含有せる諸成分を塗り、礫酸及び「グリスリン」又は過酸化水素加里中に貯藏したるに其の結果二割を腐敗せり。  
七 「ワセリン」を卵殻に塗り、石灰水或は水玻璃に貯藏したるに其の結果完全なり。  
以上の結果によれば第七法を適當となすと雖も「ワセリン」を塗るに長時間を要する不便あり。而して水玻璃と石灰水を比するに石灰水に貯藏したるものは時として卵に不快の臭氣と色とを附することあり、亦水玻璃に貯藏したるものは斯る虞なきも卵殻破れ易しと云ふ。

### 雜項 終

## 第三十四編

### 工業試驗所報告拔萃

工業試驗所報告は大正五年度に於て既に第十二回を發行せられ、從つて發表せられたる試験の種類頗る多數に至れを以て、紙數に制限ある本書に於て其の全部を載録し得られざるは編纂者の遺憾とする所なり。去れば本編に於ては現下工業界の趨勢に鑑み斯業に對し適切に必要と認められつゝあるものを撰擇し掲載する事となしたり。幸に撰擇其の當を得研究者に對し裨益する所あらは編纂者の満足する所なり。

### 一 石灰窒素ヨリ「シヤン」化合物ノ製造ニ就テ

工業試驗所技師 北脇市太郎  
工業試驗所技手 草野 耕造

#### 一 緒言

シヤン化合物が工業上重要視セラレ、ニ至リシ

第三十四編 工業試驗所報告拔萃 石灰窒素ヨリシヤン化合物ノ製造ニ就テ

ハ一八八八年アーサー及フォールスト兩氏(Mr Arthur and Forest) が金銀礦ノ濕式製鍊ニ其應用ヲ發明セルニ基因スルモノニシテ同一年ニハ其當時唯一ノ「シヤン」化合物ナル「シヤン」化カリウムノ需要額一〇〇噸ナリシモノ一躍シテ四五〇噸ニ達シ爾來シヤン化合物ノウム及シヤン化ナトリウムノ需要額ハ年々約一〇〇噸ノ増加率ヲ示スニ至レリ而シテ其殆ント全部ハ金銀礦ノ製鍊ニ消費セラレ、モノニシテ金銀等ノ電鍍工業及其他ノ用途ニ向ツテハ唯々其一小部分ニ過ギザルナリ。現今シヤン化合物ノ世界年産額ハ「ナトリウム」及「カリウム」ノ「シヤン」化合物、フェロ及フリシヤン化合物、プルシヤンブルー等諸種ノ「シヤン」化合物ヲ計上スルモ僅々二〇、〇〇〇—二五、〇〇〇噸ニ限ラレ智利硝石ノ二、五〇〇、〇〇〇噸、硫酸アンモニウムノ一、〇〇〇、〇〇〇噸ノ年産額ニ比スルトキハ其工業的重要程度ハ遠ク硝酸、アンモニアニハ及バザレドモ此等窒素化合物ニ含マル、窒素ノ單位量ニ就テ其價格ヲ比較スルニ「シヤン」化合物ニ於テハ他ノ二者ニ比シ數倍高價ナリ。現時行ハル「シヤン」化合物ノ製造方法ハ(一)黃血鹽、(二)アンモニア、(三)甜菜殘滓、(四)石灰窒素ヲ原料トスルモノ、四種ニ分類スルヲ得ベ

シ、就中石灰窒素ヨリ「シヤン」化合物ヲ製造スル方法ハ「フランク」及「エルワイン」(Dr. Georg Edvojn and Prof. Frank) 兩氏ヨリ一〇二年初メテ獨逸ニ於テ試ミラレタルモノニシテ一九〇八年ニ及ビ其製産額ハ著シク多額ニ上レルガ如シ而シテ同法ノ行ハレタル爲メニ「シヤン」化合物ノ市價ハ大ニ低減セラレタリト稱セラル。我國ニハ未ダ「シヤン」化合物ノ製造業起ラズ其消費全額ハ主トシテ英獨二ヶ國ヨリノ輸入ニ仰ギ大正二年ヨリ全四年ニ至ル三ヶ年間ノ平均輸入額ハ其數量約六八萬斤其價格約三〇萬圓ヲ算スルノ状態ナリ幸ニ我國ニ於ケル石灰窒素製造工業ハ其基礎確立シ益々發展ヲ見ントスルヲ以テ之レヲ原料トシテシヤン化合物ノ製造ニ關スル研究ヲ行フハ之レガ自給策ヲ講ズル上ニ於テ最モ時宜ニ適セルモノト云フベシ茲ニ於テ之レガ生成反應ニ好適スル諸條件ヲ探査シ本製造工業企畫ノ參考資料ニ供センガ爲メニ本研究ニ着手セリ其實驗中途ニ於テ偶々栗栖工學士(工業化學雜誌大正五年第二九編第一二六頁) ガ行ハレタル研究結果ヲ工業化學會第一七九回當會ニ於テ發表セラレタリシガ當時既ニ得タル予等ノ結果ト稍々一致セザルモノアリシヲ以テ尙本實驗ヲ繼續シ茲ニ其成績ヲ報告ス。



因ニ本邦貿易年表等ニ顯ハレタル名目ハ總テ青化加里ナルモ其大部分ハ無論シヤン化ナトリウムナルベシ斯ノ如ク名實相伴ザルハ全ク商業上ノ習慣ヨリ來レルモノナラン而シテ其品位ハ「シヤン化カリウムヲ基礎トシテ」シヤン化物ノ總含量ヲ算定セルモノナリ從ツテ九七—九八%シヤン化ナトリウムノ如キハ一二九—一三〇%シヤン化カリウムトシテ市場ニアリ又市販品ニハ「シヤン化カリウム及シヤン化ナトリウム」ヲ共ニ含有スルモノアリ此種製品ニシテ若シモ「シヤン化ナトリウム」ノ含有量四〇%ノ場合ニハ假令九八—一〇〇%シヤン化カリウムト稱スルモ事實上一二—一三%ノ不純物ヲ含有スルモノナリ。

二 石灰窒素ヨリシヤン化物ノ生成反應

市販石灰窒素 (Lime nitrogen or Nitrolime) ハ「カルシウムシヤナミド (CaCN<sub>2</sub>)」ヲ主成分トスル甚ダ熔融シ難キ黒灰色ノ粉末ニシテ一八—二二・五%ノ窒素ヲ含有シ其一般組成ハ「カルシウムシヤナミド五三—六三%、黒鉛質炭素一四%、石灰二%、硅酸、酸化鐵及アルミナ七—八%ヨリ成ルモノナリ石灰窒素ヨリシヤン化物ヲ製造スル方法ニ熔融法ト濕式

法トノ二種アリ前者ノ中最モ能ク知ラル、ハ蓋シ「エルワイン及フランク兩氏 (U. W. P. & E. Frank)」ノ方法ナルベク同方法ハ市販石灰窒素ヲ食鹽及炭素ト共ニ熔融スルニアリ。之レガ生成反應ニ就テ考究スルニ元來カルシウムシヤナミドニ對シテハ二様ノ構造式ヲ與ヘラル則チ「ハ」シヤナミドノ「カルシウム鹽トシテCa=CN=C≡Nヲ、他ハ「イミド」ノ「カルシウム鹽トシテ。

Ca  $\begin{matrix} \diagup \\ \text{N} \\ \diagdown \end{matrix}$  Oノ式ナリトス前者ハ能ク一般ノ呼稱ニ相應シ後者ハ其ガ「シヤン化物ニ關係アル所ヲ指示スルモノナレバコレガ生成ニ關係スル一般反應式ハ次ノ如ク表示スルヲ得ベシ

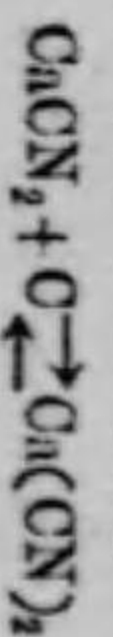


但シRハ「價ノ「アルカリ金屬ノ一原子若クハ二價ノ「アルカリ土類金屬ノ半原子ヲ示スモノナリ。

右ノ反應式ニ示サル、如ク「シヤミドト炭素トノ反應ハ可逆反應ナリ若シRガ「アルカリ金屬ナラバ其反應ハ右方ニ進ムニ好都合ナルコトハ實驗的ニ知ラル、所ナリ即チ「カルシウムシヤナミド」ヲ炭素及熔融劑タル食鹽或ハ鹽化カリウムト共ニ熔融スルトキハ多量ノNaCN或ハKCNヲ生ズベシ。

ハ極メテ少量ノCaCN<sub>2</sub>ヲ生成スルニ止マリ多クハ左邊ニ偏シテ平衡ズベシ又バリウム鹽ノ場合ニハ「シヤン化物及シヤミナド」ノ混合割合ハ多少相等シ而シテ孰レノ場合ニ於テモ反應溫度ヲ高ムルニ從ヒ「シヤン化物ノ生成率ハ増大スベシ。

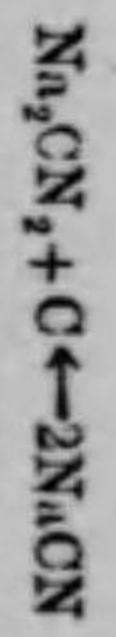
石灰窒素ヲ炭素及鹽化アルカリト共ニ溶解スル際ノ反應ハ「カーロー氏 (N. Caro; Z. anorg. Chem., 1909, 1178)ニ依レバ次ノ如ク



表ハサル、モ其反應ニ由テ得タル固塊中ニハシヤン化物ハ多分カルシウム鹽ニアラズシテアルカリ鹽トシテ存在スルモノナラン何トナラバCaCN<sub>2</sub>ノ容易ニCaCN<sub>2</sub>及Oニ分解スルケレバナリ之レヲ以テ本熔融操作ニ於テハO<sub>2</sub>、ハ先ヅ食鹽ト作用シ次式ノ如ク「ソヂウムシヤミド」ト鹽化カルシウムヲ生成シ。

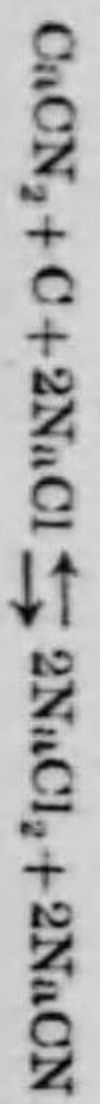


次ニ「ソヂウムシヤミド」ハ直ニ炭素ト結合シシヤン化ナトリウムヲ生成スルコト大ノ如シ

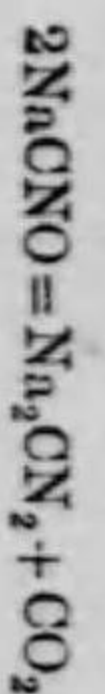
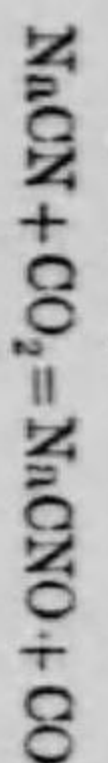


茲ニ一旦生シセルNaCN<sub>2</sub>、CaCl<sub>2</sub>ト相互作用シCaCN<sub>2</sub>、O及NaClヲ生成スベシ即チ前記ノ如ク熔融法ニ依ル石灰窒素ヨリシヤン化物ノ生成反應ハ可逆反應ニシテ上記ノ兩式ハ次

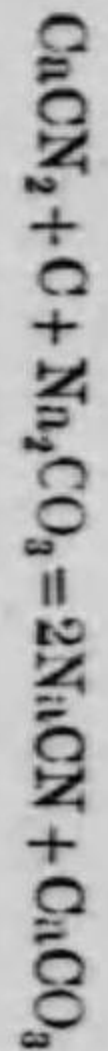
ノ如ク總括スルヲ得ベシ。



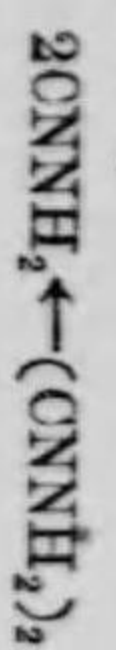
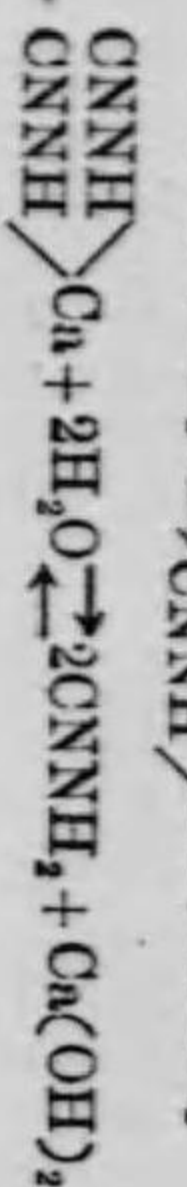
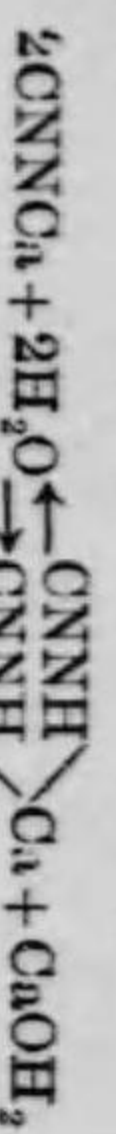
其反應生成物中シヤナミド及シヤン化物トシテ存在セル窒素ノ割合ハ食鹽トCaCN<sub>2</sub>トノ割合ニヨリ左右セラルベキモ尙ホ此他左ニ示ス如キ種々ノ反應副生シ其或モノハ窒素ノ遊離ニ由リ之レガ損失ノ原因ヲ爲スコトアルベシ



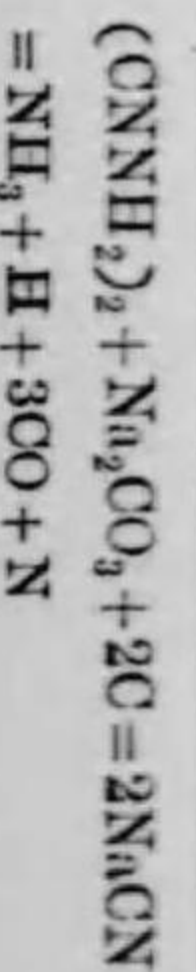
熔融劑トシテ食鹽ニ代フルニ無水炭酸曹達ヲ用フルトキハ其反應可逆的ナラズシテ次ノ如ク進行スベシ。



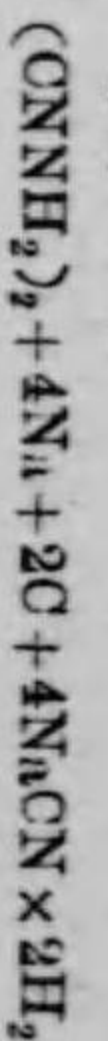
次ニ濕式法ニヨリ石灰窒素ヨリ「シヤン化物ヲ生成セシメン」ハ先ヅ石灰窒素ヲ水ト共ニ煮沸スルトキハ次式ノ反應ヲ起スベシ。



之レニ依リ水ニ溶解シ難キ結晶性ノ二シヤン二アミドヲ生ジ之レヲ無水炭酸曹達及炭素ト共ニ熔融スルトキハ次ノ如ク「シヤン化ナトリウム」ヲ生成スベシ。



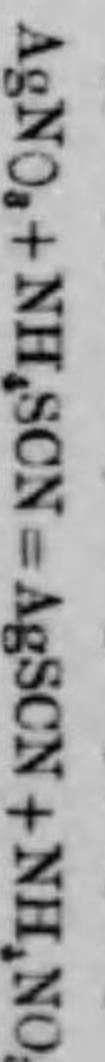
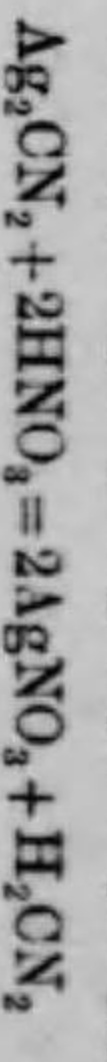
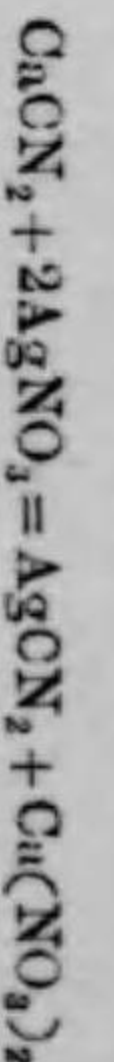
又炭酸アルカリノ代リニ金屬ナトリウムヲ用フルトキハ次式ノ如ク「シヤン化ナトリウム」ヲ生成スベシ。



三 石灰窒素及其他ノ原料

石灰窒素 本試験ニ供シタル石灰窒素ハ本邦某工場ノ製品ニ係リ之レガ全窒素ノ定量ニハキールダール氏法ニ依リ試料〇・五瓦ヲ取リ水銀一滴ト濃硫酸一五瓦ト共ニ約二時間加熱シタル後常ノ如ク之レガ窒素ヲ定量セシニ其結果全窒素二〇・三三%ヲ得タリ次ニ石灰窒素中ノ「カルシウムシヤナミド」ノ定量ヲ行ヘリ其定量法ニ關シテハ從來研究報告ニ乏シカラザルモ茲ニハ「グリニューベ及クリニューゲル兩氏 (G. Gruble and J. Krüger; Z. angew. Chem., 1914, 326)ノ方法ヲ最適當ナリト認メ同法ニ倣ヘリ即チ石灰窒素五瓦ヲ五〇〇—四五百ノ計重フラスコ」ニ秤取シ水四〇〇—四五百ノ水ヲ加ヘ三時間許リ絶エズ振盪シタル後標線迄水ヲ加ヘテ振盪後乾燥濾紙ヲ用ヒテ濾過シ其濾液二五瓦ヲ「ピーカー」ニ取り青色リトマス試験紙ガ僅カニ赤變スルニ至ルマデ攪拌

シツ、稀薄硝酸(1:30)ヲ加ヘ次ニ水ヲ加ヘテ約三〇〇瓦トナシ之レニ硝酸銀ノ〇・一規定溶液四〇瓦ヲ加ヘ次ニ赤色リトマス試験紙ガ青變スルニ至ルマデ稀薄アンモニア液ヲ加ヘ充分攪拌シテ生成セル「シヤナミド銀鹽」ノ黄色沈澱ヲシテ濾別シ易キ状態トナシ之レヲ靜置スルコト一時間ノ後濾別シ水ニテ反覆洗滌シ濾液ガ食鹽水ニテ銀鹽ノ反應ヲ呈セザルニ至リ稀薄硝酸(1:5)ヲ以テ濾紙上ノ沈澱ヲ溶解セシメ其溶液ヲ五〇〇瓦容ノ共栓硝子壺ニ取リ「フォルハート氏法 (Volhard)ニ依リ鐵明礬ヲ指示藥トシ「チオシヤン酸アンモニウム」ノ〇・一規定溶液ヲ以テ銀分ヲ滴定セリ其滴定ノ終末ニ近ヅクニ從ヒ密檢シテ充分ニ振盪シ本規定液ヲ以テ最早チオシヤン酸銀ノ淡紅色ガ消滅セザルニ至レバ滴下ヲ止メ其所要耗數ニ三・二〇三八ヲ乘スルトキハ「カルシウムアミド」ノ百分率ヲ得ベシ本分析ノ基礎トスル反應式ヲ列記スレハ次ノ如シ。



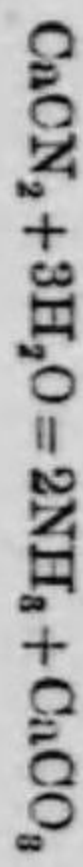
本分析ノ結果カルシウムシヤナミド五三・三三%ヲ得タリ即チ其含有窒素ハ一八・六八%ニ相當ス之レト全窒素量トノ差一・六四%ハ



正ニ市販石灰窒素カ空中ノ炭酸瓦斯ト濕氣トノ作用ヲ受ケテ生成セルニシヤンニアミド、尿素及其他ノ窒素化合物ニ歸スヘキモノトス

木炭 細粉セル備長炭ヲ空氣浴ニテ充分乾燥シテ用ヒタリ其灰分三・四九%ナリ。

食鹽 主トシテ日本藥局法ニ適合セルモノヲ空氣浴ニテ充分乾燥シテ用ヒタリ然ラサル場合ニハ特ニ其旨ヲ記載セリ。



四 食鹽ヲ熔融劑トセル場合

イ) 實驗裝置 反應容器トシテ有蓋鐵製坩堝ヲ用ヒ之レガ加熱ニハ最初鼓風機ヲ以テシタルモ本實驗ノ目的ニ向ツテハ不便ナカラサリ

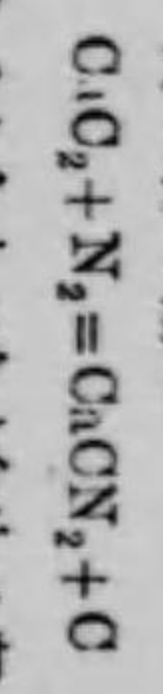
使用セル坩堝爐ニ類シ加熱室ハ深一九種、幅一一種、長一五・五種ニシテ加熱室ノ蓋ニハ小孔ヲ設ケ之レニ高溫度計(ロヂウム白金ロヂウムエレメント)ヲ挿入シテ爐内ノ溫度ヲ測定スルニ便ナラシメ抵抗體タル「コークス

粒ノ大サハ一種平方ニ付四個ノ目ノ篩ヲ通過シ九個ノ目ノ篩上ニ止マレルモノトシテ兩電極間ノ距離ハ約五五種ニシテ兩極端ノ周圍ニハ石墨末ヲ充填シ「コークス粒ヲシテ直接ニ電極ニ接觸セザラシメ以テ該接觸面ノ電氣抵抗ヲ低減スル如クナセリ、本電氣爐ニ電流ヲ通ジ始ムル當初ニ於テハ三五〇アンペアノ電流ヲ通ゼンガ爲メニハ九〇ヴォルトノ電壓ヲ要スルモ幾分時ナラスシテ爐内ノ抵抗次第ニ遞減シ從テ通過電流遞増スルヲ以テ使用電壓ヲ降下セシムル等爐内ノ溫度ヲシテ所要ノ程度ニ到達セシムルマテニハ時々電流ノ調節ヲ行フヲ要スレ共ニ且所要ノ溫度ヲ保ツニ適當ナル電壓、電流ヲ見定メ得ルニ至レハ以後ハ比較的長時間ニ涉リ殆ント恒一溫度ヲ保持シ得テ實驗上大ニ便利ナルヲ知レリ本電氣爐ニ於テ約九〇〇度ノ溫度ヲ保ツ爲メニ要シタル電力ハ大約電流三五〇アンペア、電壓二二ヴォルトナリ。

原料ノ配合比、加熱溫度及加熱時間ノ影響

石灰窒素ヨリ「シヤン化物ノ生成ニ於テハ原料ノ配合比加熱溫度及加熱時間等ハ其生成率ヲ左右スル主ナル因子ナルコトハ幾多ノ豫備試驗ニヨリ之レヲ觀察セリ。

石灰窒素カ炭灰ト窒素トヨリ生成セラレ、ニ當リ左ニ示ス如ク



カルシウムシヤナミド分子ニ對シ一原子ノ遊離炭素ヲ含有スルヲ以テ石灰窒素ヨリ「シヤン化物ヲ作ル際其生成反應式ノ要求スルカ如ク特ニ他ノ炭素ヲ混加スル必要之レナキカ如キモ該遊離炭素ハ石墨質ナルヲ以テ一般ニ知ラル、如ク反應ニ與ルヲ容易ナラサルヲ以テ本原料中ニハ特ニ木炭末ヲ混和スルコトヲ可トセリ而シテ其混和スヘキ木炭ノ割合ハ「シヤン化物ノ生成率上ニ大ナル影響ナキカ如キモ多キニ過クルトキハ熔融ヲ妨グルカ如キ惡影響ヲ來ス虞アリ其適當ナル割合ハ石灰窒素五ニ對シ木炭末一ナリト認メ本研究ニ於ケル配合ニハ總テ此比ヲ失ハサルコト、セリ而シテ熔融劑トシテ之レニ混和スヘキ食鹽ノ割合ヲ異ニセルモノ五種ヲ選擇シ其ヨク混和セル原料一四瓦ヲ容量五〇瓦ノ蓋附薄壁鐵製坩堝ニ取リ加熱溫度及時間ヲ種々ニ變更シ之レカ影響ヲ探査シ其結果左記ノ五表ヲ得タリ其反

應生成物中ノ「シヤン化物ノ定量分析法ニ就テハ便宜ノ爲メ次項ニ掲クルコト、セリ。左記諸表中ノ溫度ハ原料ヲ裝填セル坩堝中ニ裝入スルニ當リ豫メ測定シタルモノニシテ少ナクモ熔融操作中ハ其溫度ヲ保持セラレタルモノト見ルヲ得ヘシ又其時間ハ坩堝内ニ裝入シ之レヲ取り出ス迄ニ要シタルモノヲ示スモノナリ茲ニ附記スヘキハ坩堝中ニ裝入スルニ當リテハ一旦爐蓋ヲ取除キタル後室溫ヲ有セル坩堝ヲ裝入スルヲ以テ一時爐内ノ溫度下降スルハ免カレサル所ナレハ嚴密ニ言ヘハ坩堝内ノ原料ハ左記諸表中ニ示サル、所ノ溫度ニ一定時間精確ニ曝露セラレタルニ非サルナリ。

第一表

Table with 4 columns: 石灰窒素, 食鹽, 木炭, 備考. Rows show different weight ratios and their corresponding melting results.

第二表 石灰窒素ヨリシヤン化物ノ生成ニ於ケル「シヤン化物ノ生成百分率

Table with 4 columns: 石灰窒素, 食鹽, 木炭, 備考. Rows show different weight ratios and their corresponding yield percentages.

第三表 石灰窒素ヨリシヤン化物ノ生成百分率

Table with 4 columns: 石灰窒素, 食鹽, 木炭, 備考. Rows show different weight ratios and their corresponding yield percentages.

第四表 石灰窒素ヨリシヤン化物ノ生成百分率

Table with 4 columns: 石灰窒素, 食鹽, 木炭, 備考. Rows show different weight ratios and their corresponding yield percentages.

木炭一

Table with 4 columns: 石灰窒素, 食鹽, 木炭, 備考. Rows show different weight ratios and their corresponding yield percentages.

第五表 石灰窒素ヨリシヤン化物ノ生成百分率

Table with 4 columns: 石灰窒素, 食鹽, 木炭, 備考. Rows show different weight ratios and their corresponding yield percentages.

以上ノ實驗成績ニ徴スルニ良好ナル成績ハ石灰窒素食鹽及木炭ヲ夫々5:5:1又5:5:2:1ナル比ニ配合セルモノニシテ換言スレバ熔融劑タル食鹽ノ量ヲ生成反應式CaCN<sub>2</sub> + 2NH<sub>3</sub> + C = 2CaC<sub>2</sub>N<sub>2</sub> + CaCN<sub>2</sub>ノ要求スル割合ヨリモ約二―三倍多ク取レル混和物ヲ九〇〇―九五〇度ノ溫度ニ於テ熔融スルコトヲ最良トスヘク



其熔融時間ハ一〇分間ニテ充分ナリト認めラ  
ル。  
熔融劑タル食鹽カ餘リ少量ニ過クルトキハ可  
ナリ温度ヲ高ムルニ非ラサレハ完全ナル熔融  
行ハレス從ツテ反應不完全ニ陥リ易シ又多量  
ニ過クルトキハ比較的低温度ニテモ容易ニ熔  
融スヘキモ反應速度ノ遲滞ヲ免ル、能ハサル  
結果良好ナル生成率ハ決シテ望ムヘカラス。  
加熱温度ハ低キニ過クルトキハ反應不完全ニ  
終リ又高キニ過クルトキハ一旦生成セルシ  
「ヤン化物」一部分分解セラレヘシ而シテ加熱  
温度九〇〇度以上ニ昇ルトキハ坩堝ヨリ白色  
煙霧ノ上昇スルヲ見尙一層温度ノ上昇スルト  
キハ殊ニ著シ、其凝縮セルモノハ甚ダシク吸  
濕性ヲ帶フルヲ以テコハ恐ラクハ主トシテ鹽  
化石灰及食鹽ナルヘシ。  
シヤン化物ノ生成反應ハ適當ナル温度ニ於テ  
ハ可ナリ短時間ニ終ルヘキヲ以テ加熱時間カ  
三〇分時以上長キニ渉ルトキハ明カニ「シヤ  
ン化物」一部ハ分解セラレ又一〇分時ニ及ハ  
サルトキハ反應不完全ナルカ如シ。  
食鹽ヲ熔融劑トスル場合ニ於テハ反應生成物  
ハ坩堝原料ニ對シ約二—五%ノ重量減少ヲ來  
シタリ。  
(ハ)反應生成物ノ分析法 坩堝内ノ反應生成物

ハ粉碎スルコトナク全部其儘「ビーカー」ニ取  
リ水ヲ加ヘテ放置後其固塊ノヨク崩壊セルヲ  
待チ之レヲ五〇〇ccノ容量ノ計量フラスコニ移  
シヨク振盪スルコト約二時間後標線迄水ヲ加  
ヘテ振盪後乾燥濾紙ニテ濾過シ其濾液五〇cc  
ヲ取り「リービッヒ氏法」ニ依リ〇・一規定硝  
酸銀液ニテ五%ノ沃化カリウム液ヲ指示藥ト  
ナシ其中ノ「シヤン化物」ナトリウムヲ測定セリ  
上記諸表ニ掲ゲタルモノハ本測定法ニ依レル  
結果ナリ、本反應生成物ノ如キ少ナカラサル  
不純物ヲ含有スル試料ニ對シ「リービッヒ氏  
法」カ果シテ正確ナル結果ヲ與フルヤ否ヤニ就  
テハ斯ル場合ノ定量法トシテ既ニ定評アル「フ  
エルド氏法」ト比較對照セルニ常ニ相一致セル  
結果ヲ見タリ「フェルト氏」(W. Feld: Z. Ga  
schemsch. 1903, 661, 629, 632, 560)ノ定量法  
ハ次ノ如ク行ヘリ、反應生成物ヲ細粉セシメ  
ノ約一瓦(シヤン化物ナトリウム)ノ〇・一瓦—  
〇・二五瓦ヲ含有ス「フラスコ」ニ取リ水ヲ加ヘ安全漏斗及  
瓦斯逃出口管ヲ有スル「ゴム栓」ヲ施シ約一時間  
放置シタル後試料ヲ溶解スルヲ待チ瓦斯逃出  
管ニ「リービッヒ氏冷却器」、一規定ノ苛性曹  
達溶液各二〇ccヲ容レタル「シヤン化物」水素吸  
收器二個及「アスピレーター」ヲ順次連結シ安  
全漏斗ヨリハ硝酸鉛ノ飽和溶液約三〇ccヲ注

入シ「フラスコ」ヲ石綿付鐵網上ニテ加熱スル  
ト同時ニ「アスピレーター」ニ依リ吸氣作用ヲ  
行フトキハ次ノ反應ニ依リ。  
 $2\text{NaCN} + \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 + 2\text{H}_2\text{O} = 2\text{HCN} + 2\text{NaNO}_3 + \text{Pb}(\text{OH})_2$   
發生セ「ルシヤン化物」水素ハ吸收器中ニ吸收セ  
ラレ「シヤン化物」ナトリウムヲ生成スルヲ以テ  
之レヲ三〇〇ccノ容量ノ共栓壺ニ移シ「リービッ  
ヒ氏法」ニ依リテ定量シタリ。  
更ニ進ンテ硫酸銅液ヲ用フル「シヤン化物」  
測定法ヲ試驗セント欲シ結晶硫酸銅二五瓦ヲ  
一立ノ水ニ溶解セル者ヲ作り「リービッヒ氏  
法」ニ依リテ定量セル既知量ノ「シヤン化物」  
ウム液ヲ以テ豫メ之レカ規定度ヲ檢定シ「ア  
ンモニア」ヲ指示藥トシテ本反應生成物ノ水  
溶液ヲ滴定セルニ其滴定ノ終局ニ際シ偶々黃  
綠色ヲ呈シ(研究ノ結果コハ「フェロシヤン化  
物」ニ歸因スルヲ知レリ)之レガ爲メ滴定ノ  
終局ヲ判別シ難キニ由リ稍々過大ノ結果ヲ與  
フルノ虞ナシトセス然レトモ豫備的試驗ニ於  
ケル場合ノ如キ正確ナル結果ヲ要セサル場合  
ニハ本測定法ハ採用シ得ヘク且ツ「リービッ  
ヒ氏法」ノ如ク比較的高價ナル硝酸銀ニ代リ安  
價ナル硫酸銅ヲ用ヒ得ルノ利アリト云フヘシ。  
(ニ)シヤン化物ノ生成率 前記諸表中ノ「シヤン

化物ノ生成百分率ハ原料タル石灰窒素中ニ含  
有セラル「カルシウムシヤナミド」ヨリ生成  
スヘ「キシヤン化物」理論數ニ對スル割合ヲ  
示スモノニシテ其生成率ハ本研究ニ於テハ平  
均七〇—七五%ヲ得ルコト容易ナルヲ認メタ  
ルガ尙ホ進ンデ大ナル坩堝ヲ用ヒ混合原料一  
回ノ裝填量四二〇瓦ヲ取リタル場合ニ於テモ  
殆ンド同様ノ結果ヲ得タリ。  
次ニ本反應生物中ノ全窒素ヲ定量シ之ヲシヤ  
ン化物ノ形ニ於ケル窒素量ト比較セルニ多ク  
ノ場合ニ於テ前者ハ後者ヨリ多キコト僅カニ  
數%ナルヲ以テ原料中ノ全窒素ト反應生物中  
ノ其レトノ差ハ遊離損失ニ歸スルモノナルベ  
ク反應生成物中ニ「カルシウムシヤナミド」ノ殘  
存セル者ハ甚ダ少量ニ止マレリ右窒素ノ損失  
原因ヲ考フルニコハ既ニ記述セルカ如ク主ト  
シテ熔融操作中生成セル「ナトリウムシヤナ  
ミド」ノ單獨分解  $2\text{NaCN} = 2\text{NaC} + 2\text{Na} + \text{N}_2$   
ニ歸スベキモノニシテ其ノ他尙ホ原料タル石  
灰窒素中ニ吸收セラレタル水分カ熔融  
ノ初期ニ於テ「カルシウムシヤナミド」ニ作用  
シ「アンモニア」ノ遊離發生セルモ亦窒素損失  
ノ一原因ト見ルヘキナリ。

五 炭酸曹達ヲ熔融劑トセル場合  
此場合ニハ食鹽ヲ熔融劑トセル場合ニ於ケル  
ヨリモ大ナル坩堝ヲ用ヒ一回ノ裝填料五〇〇  
瓦ヲ取り一定時間加熱シタル後坩堝内ノ反應  
生成物ヲ鐵匙ヲ以テ有蓋鐵製容器ニ掏出シ  
空氣ト接觸ヲ絶テテ放冷セリ之レカ抽出ニ際  
シ反應生成物ハ高温度ヲ有スルヲ以テ空氣ニ  
觸レテ盛ニ燃燒シ「シヤン化物」ノ生成率ヲ低  
下セシムル虞アレハ此際適當ナル注意ヲ要ス  
ヘシ次ニ本生成反應ニ關スル諸影響ヲ探査シ  
得タル結果ヲ示サン但シ反應生成物中ノ「シ  
ヤン化物」ノ定量法ハ硫酸銅法ニ據レリ

水炭酸曹達七一〇ニシテ即チ生成反應式ノ  
示ス割合ノ一・一五倍ニ略當スルモノナリ。  
第二表 加熱温度ノ影響

石灰窒素	炭酸曹達	木炭	加熱温度	加熱時間(分)	シヤン化物ノ生成百分率
10	10	10	90	35	49.8
10	10	10	95	35	60.8
10	10	10	100	35	67.5
10	10	10	105	35	67.6
10	10	10	110	35	69.7
10	10	10	115	35	70.9
10	10	10	120	35	70.9
10	10	10	125	35	70.9
10	10	10	130	35	70.9
10	10	10	135	35	70.9
10	10	10	140	35	70.9
10	10	10	145	35	70.9
10	10	10	150	35	70.9
10	10	10	155	35	70.9
10	10	10	160	35	70.9
10	10	10	165	35	70.9
10	10	10	170	35	70.9
10	10	10	175	35	70.9
10	10	10	180	35	70.9
10	10	10	185	35	70.9
10	10	10	190	35	70.9
10	10	10	195	35	70.9
10	10	10	200	35	70.9
10	10	10	205	35	70.9
10	10	10	210	35	70.9
10	10	10	215	35	70.9
10	10	10	220	35	70.9
10	10	10	225	35	70.9
10	10	10	230	35	70.9
10	10	10	235	35	70.9
10	10	10	240	35	70.9
10	10	10	245	35	70.9
10	10	10	250	35	70.9
10	10	10	255	35	70.9
10	10	10	260	35	70.9
10	10	10	265	35	70.9
10	10	10	270	35	70.9
10	10	10	275	35	70.9
10	10	10	280	35	70.9
10	10	10	285	35	70.9
10	10	10	290	35	70.9
10	10	10	295	35	70.9
10	10	10	300	35	70.9
10	10	10	305	35	70.9
10	10	10	310	35	70.9
10	10	10	315	35	70.9
10	10	10	320	35	70.9
10	10	10	325	35	70.9
10	10	10	330	35	70.9
10	10	10	335	35	70.9
10	10	10	340	35	70.9
10	10	10	345	35	70.9
10	10	10	350	35	70.9
10	10	10	355	35	70.9
10	10	10	360	35	70.9
10	10	10	365	35	70.9
10	10	10	370	35	70.9
10	10	10	375	35	70.9
10	10	10	380	35	70.9
10	10	10	385	35	70.9
10	10	10	390	35	70.9
10	10	10	395	35	70.9
10	10	10	400	35	70.9
10	10	10	405	35	70.9
10	10	10	410	35	70.9
10	10	10	415	35	70.9
10	10	10	420	35	70.9
10	10	10	425	35	70.9
10	10	10	430	35	70.9
10	10	10	435	35	70.9
10	10	10	440	35	70.9
10	10	10	445	35	70.9
10	10	10	450	35	70.9
10	10	10	455	35	70.9
10	10	10	460	35	70.9
10	10	10	465	35	70.9
10	10	10	470	35	70.9
10	10	10	475	35	70.9
10	10	10	480	35	70.9
10	10	10	485	35	70.9
10	10	10	490	35	70.9
10	10	10	495	35	70.9
10	10	10	500	35	70.9

第三表 加熱時間ノ影響

石灰窒素	炭酸曹達	木炭	加熱温度	加熱時間(分)	シヤン化物ノ生成百分率
10	10	10	90	15	33.9
10	10	10	90	30	53.9
10	10	10	90	45	67.9
10	10	10	90	60	70.9
10	10	10	90	75	70.9
10	10	10	90	90	70.9
10	10	10	90	105	70.9
10	10	10	90	120	70.9
10	10	10	90	135	70.9
10	10	10	90	150	70.9
10	10	10	90	165	70.9
10	10	10	90	180	70.9
10	10	10	90	195	70.9
10	10	10	90	210	70.9
10	10	10	90	225	70.9
10	10	10	90	240	70.9
10	10	10	90	255	70.9
10	10	10	90	270	70.9
10	10	10	90	285	70.9
10	10	10	90	300	70.9
10	10	10	90	315	70.9
10	10	10	90	330	70.9
10	10	10	90	345	70.9
10	10	10	90	360	70.9
10	10	10	90	375	70.9
10	10	10	90	390	70.9
10	10	10	90	405	70.9
10	10	10	90	420	70.9
10	10	10	90	435	70.9
10	10	10	90	450	70.9
10	10	10	90	465	70.9
10	10	10	90	480	70.9
10	10	10	90	495	70.9
10	10	10	90	510	70.9
10	10	10	90	525	70.9
10	10	10	90	540	70.9
10	10	10	90	555	70.9
10	10	10	90	570	70.9
10	10	10	90	585	70.9
10	10	10	90	600	70.9
10	10	10	90	615	70.9
10	10	10	90	630	70.9
10	10	10	90	645	70.9
10	10	10	90	660	70.9
10	10	10	90	675	70.9
10	10	10	90	690	70.9
10	10	10	90	705	70.9
10	10	10	90	720	70.9
10	10	10	90	735	70.9
10	10	10	90	750	70.9
10	10	10	90	765	70.9
10	10	10	90	780	70.9
10	10	10	90	795	70.9
10	10	10	90	810	70.9
10	10	10	90	825	70.9
10	10	10	90	840	70.9
10	10	10	90	855	70.9
10	10	10	90	870	70.9
10	10	10	90	885	70.9
10	10	10	90	900	70.9
10	10	10	90	915	70.9
10	10	10	90	930	70.9
10	10	10	90	945	70.9
10	10	10	90	960	70.9
10	10	10	90	975	70.9
10	10	10	90	990	70.9
10	10	10	90	1005	70.9
10	10	10	90	1020	70.9
10	10	10	90	1035	70.9
10	10	10	90	1050	70.9
10	10	10	90	1065	70.9
10	10	10	90	1080	70.9
10	10	10	90	1095	70.9
10	10	10	90	1110	70.9
10	10	10	90	1125	70.9
10	10	10	90	1140	70.9
10	10	10	90	1155	70.9
10	10	10	90	1170	70.9
10	10	10	90	1185	70.9
10	10	10	90	1200	70.9
10	10	10	90	1215	70.9
10	10	10	90	1230	70.9
10	10	10	90	1245	70.9
10	10	10	90	1260	70.9
10	10	10			



10	1000	四五	六五・五五
10	1000	四五	六五・五五
10	1000	四五	六五・五五

上表ニ示シタル時間ハ食鹽ノ場合ニ於ケルカ如ク室溫ヲ有スル原料ヲ裝填シテヨリ之レヲ取出ス迄ニ要シタル加熱時間ニシテ表示ノ溫度ニ達スル迄ニハ約二〇分間ヲ要シタルヲ以テ焙融後ノ加熱時間ハ約一〇分間ニテ適當ナリト見ルベシ。

炭酸曹達ヲ焙融劑トスル場合ニ於ケル反應生成物ハ裝填原料ニ比シ約一五—二〇%ノ重量減少ヲ來シタリ是レ炭酸石灰ノ解離、シヤナミドノ分解及反應生成物其他ノ燃焼等ニ歸スベキモノ、如シ。

六 食鹽ト炭酸曹達トノ混合物ヲ焙融劑トセル場合

食鹽又ハ炭酸曹達ヲ單獨ニ焙融劑トセル場合ニ就テハ既ニ記述セルガ更ニ進ミテ此等兩者ノ混合物ガ焙融劑トシテノ價值如何ニ就テ攷究セリ。

炭酸曹達ト食鹽トノ共融體(食鹽三四・七%)ノ焙融點ハ六二〇度ナルヲ以テ食鹽(融點七七八度)或ハ炭酸曹達(融點八二〇度)ノミヲ各單獨ニ使用シタル場合ニ比シ其焙融溫度ヲ

著シク低下シ得ベク從テ炭酸曹達ノミヲ單獨ニ焙融劑トスル場合ニ見ル如キ反應生成物タル炭酸石灰ノ解離(解離溫度八二五度)ノ結果遊離スベキニ酸化炭素ノ惡影響ヲ避クルヲ得ンカ。

以上ノ考ヘノ下ニ食鹽ト炭酸曹達トノ混合物ヲ焙融劑トセルモノニ就テ實驗シタルニ次ノ如キ結果ヲ得タリ。

配 合 比	石灰 炭酸曹達 食鹽 木炭	加熱溫度	加熱時間(分)	シヤン化物ノ生成百分率
五・五	五・五	九〇	二〇	七二・六
五・五	五・五	九〇	二〇	七二・六
五・五	五・五	九〇	二〇	七二・六
五・五	五・五	九〇	二〇	七二・六

以上ノ成績ヨリ見ルニ豫期ノ如ク著シク良好ナル成績ヲ得サリシモ食鹽或ハ炭酸曹達ヲ單獨ニ焙融劑トシタル場合ヨリモ操作平易ナルカ如ク又食鹽ノミヲ焙融劑トシテ使用シタル場合ヨリモ混合焙融劑ヲ使用シタル場合ニハ其焙融劑ノ量ヲ低下シ得ヘク殊ニ共融混合物ヲ使用シタル場合ニハ一層著シカリシ。

七 反應生成物及其應用等

食鹽ヲ焙融劑トセル場合ニ得タル反應生成物ハ「シヤン化ナトリウム、食鹽、鹽化カルシウム、石灰、炭素等ヨリ成ル黒灰色ノ有孔性固塊ニシテ」シヤン化物ノ生成率七五%ノ場合ニハシヤン化ナトリウムノ含量「八・四二%ニ達シ此物ハ二四・三%ノ「シヤン化カリウム」ヲ含有セル者ニ匹敵ス此種ノ粗製シヤン化物ハ甚タ容易ニ水ニ溶解スルヲ以テ不溶性ノ夾雜物ヨリ迅速ニ濾別スルヲ得ヘシ而シテ其濾液ハ直チニ金銀礦ノ製鍊藥若シクハ「シヤン化物」ヲ溶液トシテ使用スル工業ニ其應用ヲ見出し得ヘシ既ニ外國ニ於テハ此種ノ粗製品ハ Cyankeimstrugat 或ハ Potassium Cyanide substitute ナル名稱ヲ以テ供給セラレ在來ノ市販品ニ代用セラレツ、アリ而シテ其含有セル「シヤンゼン」ニ就テハ普通「シヤン化ナトリウム」ト其効力全然同等ナリト稱セラル。本實驗ノ結果ニ基キ純シヤン化ナトリウム一噸ニ相當スル焙融塊ヲ作ルニ要スル原料代ヲ算定スルニ次ノ如シ但シ原料配合比ハ市販石灰窒素(カルシウムシヤナミド五三・三三%)五、食鹽八、木炭一ノ割合トシシヤン化ナトリウム」ノ生成率ヲ七五%トス。

原料名	數量	價格	備考
石灰窒素	二・〇八	二五・一〇	一噸ニ付一二五
食鹽	三・六六	六・七三	一〇〇斤ニ付
木炭	〇・四八	七・七三	一貫目ニ付〇
合計	六・二二	三九・五六	

即チ平時ノ價格ニ見積リ原料代三〇・一五六圓ノ支出ニ對シ製品代八九六圓(一一九—一三〇%青化加里一封度四〇錢ノ割)ヲ收メ得ル計算トナルヘシ然レ共此種ノ粗製品ハ含量低キヲ以テ純度高キ在來品トノ純分比較ニヨリ算出セル價格ニヨル能ハサルヲ以テ假ニ之ヲ純度高キ在來品ノ價格ノ三分ノ二トスルモ其製品代五九七・三三圓トナリ之ニ他ノ諸生産費ヲ計上スルモ甚タ廉價ニ供給シ得ラルヘシ曩ニ米國シヤナミド會社ノ技師長ランジス氏(W. S. Landis: Met. Chem. Eng., XII, 1915, 218)ハ此種ノ粗製シヤン化物ハ純分比較ニ於テ純度高キシヤン化物ノ時價ノ約三分ノ二ヲ以テ容易ニ供給シ得ラルヘシト言ヘルハ此間ノ消息ヲ傳フルモノト言フヘシ此物ハ從來ノ純度高キシヤン化物ト異ナリ其使用ニ際シ溶解ト濾過ノ兩操作ノ施行ニ特殊ノ手數ヲ要スルモ此煩冗ハ其供給價格ノ低廉ニヨリテ償ヒ得ラル、ヲ以テ此種粗製品ハ汎ク應用セラル、ニ到ラン。

此反應生成物ヨリ純シヤン化ナトリウム」ヲ製造スル爲ニ其水溶液ヨリ「シヤン化ナトリウム」ヲ回收スルニ當リ其水溶液ヲ常壓下ニ於テ蒸發濃縮ヲ行フトキハ一方ニ於テ  $\text{NaCN} + \text{H}_2\text{O} = \text{HCN} + \text{NaOH}$  ナル反應式ニ從ヒ解離セル「シヤン化水素」ハ水蒸氣ト共ニ逃散シ他方ニ於テ  $\text{NaCN} + 2\text{H}_2\text{O} = \text{NH}_3 + \text{NaHCO}_3$  ナル反應式ニ從ヒ加水分解作用ニヨリ「アンモニア及蟻酸ナトリウム」ヲ生成シ「シヤン化ナトリウム」ノ收量力著シク低減セラル、ヲ以テ其損失ヲ防カンカ爲メニハ多大ノ注意ヲ拂ヒ大ナル減壓下ニ其水溶液ノ蒸發ヲ行ハサルヘカラス、依テ本反應生成物ノ水溶液ヲ眞空蒸發ヲ行ヒテ濃縮シ分別結晶法ヲ行ヘリ然レトモ其目的ヲ達スルコト容易ナラサルヲ以テ寧ロ酸殊ニ硫酸ト共ニ分解蒸溜スル方法ニヨルヲ便トス則チ硫酸ヲ以テ「シヤン化水素」ヲ遊離セシメ其分解容器ニ接続セシメタル「リ」イビツヒ氏冷却器ハ五〇—六〇度ノ溫度ヲ保持シテ此所ニ大部分ノ水蒸氣ヲ凝縮セシメタル後苛性曹達ノ水溶液中ニ吸收セシメ其飽和シタルヲ俟テコレヲ減壓下ニ蒸發シテ「シヤン化ナトリウム」ヲ收得スルモノトス、シヤン化水素ヲ「アルカリ」ニ吸收セシムル際ニ注意スヘキハ苛性曹達液カ「シヤン化水素」ニテ

過飽和トナルヲ防クヘキコトナリ然ラサレハ褐色ノ分解生成物ヲ生シ時間ノ經過ト共ニ漸次其濃度ヲ増シ黑色ノ沈澱ヲ生シ以テ「シヤン化ナトリウム」ノ製品ヲ汚染スルノ虞アリ。斯ル水溶液ニ於ケル精製方法ニ就テハ深ク研究スル所ナカリシモ其作業複雜ナルト同時ニシヤン化物ノ損失ヲ伴フコト論ヲ俟タサルナリ。

炭酸曹達ヲ焙融劑トセル場合ニハ食鹽ノ場合ニ比シ其生成率取テ軒軒ナク又炭酸曹達ハ食鹽ヨリモ高價ナルカ故ニ生成品ノ價モ隨テ不廉ナルコト當然ニシテ他ニ之ヲ價フニ足ル如キ利點ヲ見出し得サレハ此粗製品ヲ「シヤン化物」ノ代用品タラシメンニハ焙融劑トシテ食鹽ヲ用フルヲ得策トスヘシ然レトモ若シ其粗製品ノ精製ヲ行ハンニハ其水溶液ハ主トシテシヤン化ナトリウム、炭酸曹達、苛性曹達ヨリ成ルヲ以テ之ヲ眞空蒸發ニ處シ分別結晶法ニヨリ其目的ヲ達センコト必スシモ難キニ非ラサルカ如シ或ハ又此水溶液ヲ黃血鹽ノ製造原料ニ供シ得ヘシ。

八 摘 要

(一)市販石灰窒素「シヤン化物」ニ變スル割合ハ主トシテ原料配合比、焙融時間及加熱溫度



一層平易ナリ。

### 二 赤血鹽ノ電解の製法

工業試験所技師工學博士 小寺房治郎  
元工業試験所技手 林 重吉

- (一) 配合比ハ生成反應式ノ要求スル割合ヨリモ食鹽ハ二―三倍、木炭ハ一―二・五倍多ク取ルコト。
- (二) 加熱温度ハ攝氏九〇〇―九五〇度ニ保ツコト。
- (三) 加熱時間ハ裝填原料ノ熔融後約一〇分間ニテ充分ナリ。
- (四) 炭酸曹達ヲ熔融劑トスル場合ニハ次ノ條件ニ從フヲ可トス。
- (イ) 配合比ハ其生成反應式ノ要求スル割合ヨリモ炭酸曹達ハ一―一・五倍、木炭ハ一―二・五倍多ク取ルコト。
- (ロ) 加熱温度ハ攝氏九五〇―一〇〇〇度ヲ保ツコト。
- (ハ) 加熱時間ハ裝填原料ノ熔融後約一〇分間ニテ充分ナリ。
- (五) 炭酸曹達ト食鹽トノ混合物ヲ熔融劑トスル場合ニハ炭酸曹達ノミノ場合ニ比シ所要加熱温度約一〇〇度低下スルヲ得ヘク且ツ其採業

ルカリ性溶液ヲ電解スルトキハ陽極ニ於テ  
 $Fe(OH)_3 + (+) \rightarrow FeCN^{III}$   
 ナル反應ニヨリテ黄血鹽ハ酸化セラレテ赤血鹽トナルナリ然レトモ之ニ關シテハ尙説ヲナスモノアリテ陽極ノ電氣的酸化ヨリハ寧ろ陽極ニ發生スル發生期ノ酸素ニヨリ直接化學的ニ酸化スト云ヘリ是レ恐ラクハ前記方程式ノ如ク陽極ノ電氣的酸化ニヨリテ酸化セララルモノナルヘシ斯ノ如クニシテ酸化漸時進行シ陽極室ニ放テ  $Fe(OH)_3$  カ僅少ナル時ハ  $Fe(CN)_6^{III}$  及  $OH^-$  ノ放電ヲ惹起シ浴電壓ハ急ニ上昇シ酸素ヲ發生スルニ至ル。  
 陰極ニ於テハトハ水ト作用シテ  $KOH$  ヲ生成シ水素ヲ發生ス而シテ  $KOH$  ニ於ケル  $OH^-$  イオンノ幾分ハ電氣ヲ荷ヒテ陽極室ニ來ル故ニ電解ノ進行ト共ニ陽極液ハ漸次アルカリ性ヲ呈スルニ至ル又  $Fe(CN)_6^{III}$  及  $Fe(CN)_6^{II}$  ハ隔膜ヲ透過シテ幾分陰極室ニ移動ス。  
 裝置其他 電解槽ハ硝子製ノ高さ三吋四分ノ一縱三吋横二吋八分ノ七ノ立方形ノ者ヲ用ヒ「アスベスト」ノ隔膜ヲ以テ槽内ヲ二〇〇託及一〇〇託ノ二室ニ區劃シ二〇〇託ノ室ヲ陽極室トセリ、尙陽極液ハ硝子製攪拌棒ニテ強ク攪拌セリ電解液ニハ陽極液トシテハ中性ノ黄

血鹽溶液ノ二三%内外ノモノ陰極液トシテハ十分ノ一規定苛性加里溶液ヲ使用セリ。  
 黄血鹽溶液ノ分析ハ十分ノ一規定過錳酸加里溶液ヲ以テシ赤血鹽ノ分析ハ沃度加里ト硫酸亞鉛ヲ加ヘテ沃度ヲ游離セシメ此游離沃度ヲ十分ノ一規定次亞硫酸曹達液ニテ滴定セリ。

### 實驗之部

#### (一) 温度ノ影響ニ關スル試驗

回数	温度 (攝氏)	浴電壓 (ヴォルト)	電解 酸素發生即一〇〇%ノ電流ニテ陽極液中ニ存在セシ黄血鹽ノ量(瓦)
1	二三乃至二五	二・四―二・〇	二・九
2	二五乃至二八	二・四―二・〇	三・一
3	三〇乃至三五	二・四―一九	三・三
4	三〇乃至三五	二・一―一・八	三・六
5	四〇乃至四四	二・〇―一・八	三・六
6	五〇乃至五五	二・〇―一・七	三・六
7	五五乃至六〇	一・九―一・七	三・三
8	六五乃至七〇	一・九―一・七	三・四

時間ハ陽極ヨリ酸素ノ發生スル點ニテ中止シ生成セル赤血鹽ノ量アルカリノ量黄血鹽ノ量ヲ定量セリ蓋シ陽極ヨリ游離酸素ノ發生ヲ見ルマテハ酸化ハ理論的%ニテ進行スルモノナリ。  
 電解液黄血鹽二二・四八%溶液十分ノ一規定苛性加里液、電極、白金、電流密度、一平方糎ニ付〇・〇一五アムペア。  
 酸素發生ノ點 一〇〇%電流ニテ陽極液中ニ存在セシ黄血鹽ノ量(瓦) 摘要  
 二・九  
三・一  
三・三  
三・六  
三・六  
三・六  
三・三  
三・四

増大ス高温ニ於テ「アルカリ性強キ赤血鹽溶液ハ甚ダ分解シ易ク實際ニ於テ上記五五度以上ニ於テハ明ニ曇リヲ生ジ酸化鐵ヲ生成セルヲ見ル電解後隔膜ハ酸化鐵ノ赤色ヲ帶ベリ是レ恐ラク次ノ如キ反應ニヨルモノナルベシ。  
 $13K_2Fe(CN)_6 + 6H_2O + 9KOH \rightarrow Fe(OH)_3 + 6NH_3 + 12K_3Fe(CN)_6 + 6CO_2$   
 故ニ黄血鹽ノ電解的酸化ニ於テハ五〇度以上ノ温度ハ無益有害ナリ徒ラニ生成セル赤血鹽ノ化學的分解ヲ惹起セシムルモノナリ。  
 陽極液ニ増加スル「アルカリ」ノ濃度ハ電解並ニ蒸發結晶ニ當リ影響ヲ與フルヲ少ナカラザルヲ以テ左ニ生成セル「アルカリ」ハ陰陽兩室ニ如何ナル割合ニ配分セララルカヲ示サン。  
 生成セ 陽極室 全量ニ 陰極室 全量ニ  
 回温度  $KOH$  ニアリ 對シ同  $KOH$  シ同  
 數(攝氏)ノ總量ノ量(%)ノ量(%)  
 1 二三乃至二五 二・四―二・〇 二・九 三・一  
 2 二五乃至二八 二・四―二・〇 三・一 三・三  
 3 三〇乃至三五 二・四―一九 三・三 三・六  
 4 三〇乃至三五 二・一―一・八 三・六 三・六  
 5 四〇乃至四四 二・〇―一・八 三・六 三・六  
 6 五〇乃至五五 二・〇―一・七 三・六 三・三  
 7 五五乃至六〇 一・九―一・七 三・三 三・四  
 8 六五乃至七〇 一・九―一・七 三・四 三・三



上記ノ如ク生成セルアルカリハ陰極室ニ五〇乃至六〇%陽極室ニ四〇乃至五〇%ヲ配分ス而シテ温度ノ上昇ト共ニ陰極室ニ留マル量ヲ増加ス。

(二) 電流密度ノ影響

回数	電流密度	酸素發生マテニ生成セル赤血鹽ノ量(瓦)	ニテ酸化セラレシ赤血鹽ノ(%)	溶電壓(ボルト)
1	0.02amp/cm <sup>2</sup>	二・八九	八三・三	二・五—二・二—二・八
2	0.015amp/cm <sup>2</sup>	三・〇〇	八五・九	二・四—二・九—二・五
3	0.01amp/cm <sup>2</sup>	三・〇五	八八・七	二・〇—二・九—二・五
4	0.005amp/cm <sup>2</sup>	三・九五	九四・二	一・七—二・六—二・三

電流密度ハ小ナルホト其酸化能率ハ良好ニシテ〇・〇〇五アマペヤ(一平方厘ニ付)ニ於テ陽極液中ニ含まタル赤血鹽ノ九四・二%ヲ一〇〇%ノ電流能率ニテ酸化スルコトヲ得タ

陽極物質

陽極物質	溶電壓(ボルト)	使用赤血鹽ノ量(瓦)	生成セル赤血鹽ノ電流能率(%)	陽極液中ニ殘留シタル赤血鹽ノ(%)	溶電壓(ボルト)
過酸化化セシ表面ノ鉛板	三・四—一・九—二・九	四・五	三三・六	八〇・九	〇・六—三・九
平滑白金板	二・二—二・〇—三・四	四・五	三四・四	八六・六	〇・四—一・八
ニッケル板	二・〇—一・九—二・四	四・五	三五・七	八四・四	〇・三—七・八
銅(新ニ鍍金セシモノ)	三・七—二・二—三・五	四・五	三三・〇	八九・三	〇・三—五・六
鐵	二・六—二・一—二・三	四・五	三三・二	八三・九	〇・三—一・一

備考 電流密度=0.015 amp/cm<sup>2</sup> 温度30°—35°(C) 陽極液 10% KOH 以上ノ結果ニ見ルニ電極物質ニヨリテ差異ヲ

トシテハ黄血鹽ノ中性溶液ニ二・四%ノモノ陰極液ハ十分ノ一規定苛性加里溶液ニシテ電解温度ハ攝氏一二乃至一五度電極ハ白金ヲ用ヒタリ陽極液ハ二〇〇%純陰極液ハ一〇〇%純ヲ用ヒタリ。

(三) 陽極物質ト酸化トノ關係

此場合ニハ陽極液中ニ存在スル赤血鹽ノ全量ヲ酸化シテ其優劣ヲ比較セントセリ。

(1) 電極、白金、陰極液 〇・二五モル 黄血鹽溶液 一六〇瓦 陽極液黄血鹽飽和溶液 三五〇瓦 温度 二五乃至三〇度(攝氏)

電流密度 〇・〇二アマペヤ(一平方厘ニ付) 電極(ウ) 生成セル赤血鹽ノ電流能率(%) 陽極液中(オルト) 赤血鹽ノ量(瓦) 〇・二—〇・一—〇・一 九三・一 一八・六

摘要 酸素發生ト共ニ電解ヲ中止セリ 酸素瓦斯陽極面ヨリ發生スルニ至ルモ尙結晶ノ析出ヲ見ス。

此際ニ於ケル「アルカリ」ノ生成量及其配分ノ状態ハ次ノ如シ。

生成セル 陰極室ノ 陽極室ノ 陰極室 陽極室 KOH(瓦) KOH(瓦) ニアルニアル 總量(瓦) 一一・〇 五・三 六・三 三・三

(2) 條件 陰極液 1% KOH溶液 100瓦 温度 三度 電極 ニッケル 電流密度 〇・〇一五 アムペヤ(一平方厘ニ付)

電壓(ウ) 生成セル電流能率(%) 陽極液中ニ黄血鹽(オルト) 赤血鹽ノ量(瓦) 殘リシ黄血鹽ノ變化(瓦) 二・二—一・二—三・七 八三・五 九八・五

板及銅板ハ電壓高ク「ニッケル」ハ電壓最モ低ク能率モ亦良好ナリ白金鐵何レモ使用シ得ヘシト雖工業上實行スルニ於テハ「ニッケル」ヲ最良トス鐵ハ電壓高ケレトモニッケルニ次キ使用ス可キ物質ナリ前記ノ數字ノ示ス如ク四五・四瓦ノ黄血鹽ヲ含ム陽極液ヲ完全ニ酸化シ終ルニハ「ニッケル」板ニテハ八二乃至八三%ノ電流能率ヲ以テスルヲ得ヘシ其他白金鐵銅等ヲ使用スルモ存在ノ黄血鹽ノ九九%乃至九九・三%ヲ八四乃至八九%ノ電流能率ニテ酸化スルコトヲ得ルナリ。

電解進行中ニ陽極室ニ直ニ赤血鹽ヲ結出セシムルコトニ就テ。 ジ、グリ、D. G. Grubb氏ハ其研究報告中ニ電解シテ直ニ赤血鹽ヲ結晶析出スルコトノ可能ヲ發表セリ之ニ關シテ實際圓滑ニ進行セハ蒸發ニ起因スル損失ヲ防キ頗ル好都合ナリ氏ノ採用セル條件ハ温度ハ二五度(攝氏)電流密度 0.02amp/cm<sup>2</sup> 陽極ニハ「ニッケル」陽極液ハ飽和ノ黄血鹽溶液ヲ陰極液ニハ半飽和ノ黄血鹽溶液ヲ用ヒ陽極液ハ常ニ飽和状態ニ保ツ爲メニ電解中絶ニス粉末黄血鹽ヲ添加セリ、次ノ試驗ハ之ニ倣ヒテ實際シタルモノナリシモ遂ニ結晶ノ析出ヲ見ルコト能ハサリキ即チ次ノ如シ。

生成セル 陰極室ノ 同上全 陽極室 同上全 KOH(瓦) KOH(瓦) 量ニ對シ 量ニ對シ 總量(瓦) 量(%) (瓦) スル% 二二・六 八・八 六・九 三・九 三〇・一

電解液ヨリ赤血鹽ノ結晶製出ニ就テ。 電解液ヨリ蒸發濃厚ニヨリテ赤血鹽ヲ結晶析出スルニ當リ電解ヲ如何ナル程度迄進ムヘキカ換言スレハ如何ナル電解液ヲ製スヘキカハ頗ル重要ナル問題ナリ之ニハ次ノ三場合ヲ生ス。

- (イ) 飽和液ヲ用ヒ一〇〇%ノ電流能率ニテ酸化シタル赤血鹽ノ多量ト黄血鹽ノ少量ヲ含ム混合液ヨリ結晶ヲ得ルコト。
- (ロ) 飽和液ヲ電解シテ黄血鹽ノ全量ヲ酸化シ此ノ赤血鹽ノミノ溶液ヨリ結晶ヲ得ルコト。
- (ハ) 飽和液ヲ電解シ電解中時々粉末黄血鹽ヲ添加シテ液ヲ常ニ飽和状態ニ保チ出來ル丈ケ濃厚ナル赤血鹽ノ溶液ヲ得テ之ヨリ結晶ヲ析出セシムルコト。
- (イ) 液ハ一〇〇%ノ電流能率ニテ八五%内外ノ黄血鹽ヲ酸化シ得ルニヨリ約一五%内外ノ黄血鹽ヲ含ム液トナル之ヨリ容易ニ赤血鹽ノミヲ析出結晶セシムルコトヲ得ハ電流能率ハ最良ナルヲ以テ頗ル好都合ナリ然レトモ實際之ヲ試ムルニ析出セル赤血鹽中ニ黄血鹽ノ結晶

モ同時ニ結晶シ出テ赤血鹽ノミヲ結出セシムルコト甚タ困難ナリ故ニ電流能率ハ幾分低下スルモ陽極液ノ黄血鹽ノ全部ヲ酸化シタル液(ロ)或ハ(ハ)ノ液ヨリ赤血鹽ノ結晶ヲ製出スルヲ可トス、燃料ノ關係ヨリスレハ可能ノ濃厚ナル赤血鹽ノ溶液ヲ作り之ヨリ製造スルヲ得策トスルヲ以テ(ハ)ノ場合ヲ採用スルヲ可トス。

(ハ) 場合ニハ粉末黄血鹽ノ添加ハ酸素發生ノ時ニ中止シ尙電解ヲ進メテ悉ク黄血鹽ヲ酸化スルヲスレハ八二乃至八三%ノ電流能率ニテ酸化ヲ完結スルヲ得ヘシ。

蒸發ハ減壓ノ下ニ低溫ニ於テスルヲ可トス温度五〇度(攝氏)以上ニテハ分解シテ損失スル恐れアリ殊ニ「アルカリ」性強クシテ温度高キトキハ其赤血鹽ノ分解一層大ナリ故ニ五〇度以下ノ溫度ニテ低壓ヲ利用シテ蒸發濃厚ナラシメ次ニ冷却シテ赤血鹽ノ結晶ヲ造ルナリ大ニシテ美ナル結晶ハ比較的稀薄ナル溶液ヲ徐々ニ冷却スルトキニ析出ス濃厚液ヲ急ニ冷却スレハ小ナル結晶ヲ生成ス。

結論 一、黄血鹽ヲ電解ニヨリ酸化シテ赤血鹽ヲ製造スルコトハ極メテ圓滑ニ然モ比較的簡易ニ實行シ得ヘシ。



二、電解酸化ノ最良條件ハ(1)三〇乃至五〇度ノ温度(2)0.05amp/cm<sup>2</sup>ノ電流密度(3)ニツケルノ電極ヲ使用スルニアリ。

三、赤血鹽ヲ結晶セシムル電解液ハ黃血鹽ノ全部ヲ酸化シタル液ヨリスヘシ、一〇%以上ノ黃血鹽ヲ含ムモノハ結晶中ニ黃血鹽ノ結晶ヲモ混シ來ラシム。

四、電解液ノ蒸發ハ減壓ノ下ニ五〇度以下ノ温度ニテスルヲ可トス。

### 三 沃度フォルムノ電解製造ニ關スル試験報告

工業試験所技師工學博士 小寺房治郎  
元工業試験所技手 林 重吉

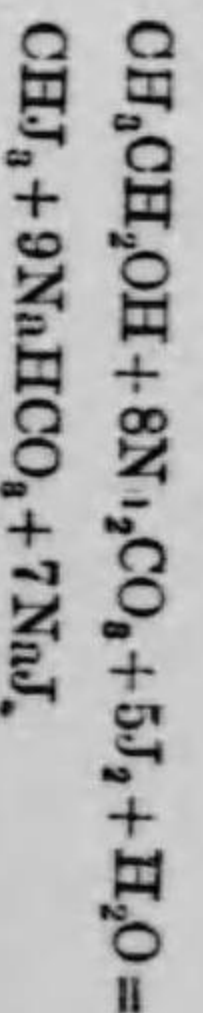
#### 一 緒 言

沃度フォルムハ一八二二年セリユラス (Serullas) 氏ノ初メテ發見セル化合物ニシテ一八三四年ジウマ (Duma) 氏ハ正確ニ其組成ヲ決定セリ沃度フォルムハ專ラ醫藥トシテ使用セラル本化合物ハ創傷ノ治療ニハ頗ル重要ノ藥品ニシテ或ハ撒布劑トシ或ハ軟膏トシ或ハコロジウムニ溶解シテ用フ其性緩和ニシテ局所ヲ刺戟セサルカ故ニ沃度丁幾ニ優ルト稱セラル又油ト合劑ヲ作りテ諸症ニ注射スルコ

トアリ其他丸藥或ハ散藥トシテ内用ニ供セラ  
ルコトアリ。

沃度フォルムハ黄色細小ノ葉狀結晶又ハ粉末狀ヲ呈シ稍サフランニ類スル一種獨特ノ臭氣ヲ有シ之ニ觸ルレハ脂肪様ノ感覺アリ攝氏一二〇度ニ於テ熔融シ水ニ殆ト溶解セス約八十分ノ「アルコホル」一〇分ノ沸騰酒精又ハ六分ノエーテルニ溶解ス水蒸氣ノ存在ニ於テ加熱スレハ容易ニ昇華ス此化合物ヲ化學的ニ製造スル主要ナル方法ニアリ。

(a) 二分ノ炭酸曹達ヲ一〇分ノ水ニ溶解シ之ニ酒精(比重〇・八三)一分ヲ注加シテ六〇乃至八〇度ニ加熱シ之ニ細碎セル沃度一分ヲ徐々ニ投加シテ沃度フォルムヲ生成セシム反應次ノ如シ。



此方法ニ於テハ使用セル沃度ノ三〇%カ沃度フォルムノ生成ニ費サルルニ過キスシテ他ノ七〇%ハ沃化金屬トナリテ溶存ス故ニ更ニ之ニ炭酸曹達ト「アルコホル」ヲ補填シ徐々ニ鹽素ヲ通シテ沃素ヲ遊離セシメ再ヒ沃度フォルムノ生成ニ利用シ得レトモ此兩階段ニ於テ得ラルル沃度フォルムノ總量ハ使用セル沃度ノ四〇乃至五〇%ニ過キス母液ニハ尙

多量ノ沃度ヲ含有スルヲ以テ之カ回收ノ手段ヲ講セサルヘカラス是レ頗ル煩雜ニシテ然モ其生成率上記ノ如ク不良ナルハ實ニ此方法ノ缺點トスル所ナリ。

(b) 他ノ方法ハ「ボイス氏 (Boys) ノ考案ニ係ルモノニシテ從來我國ニ於テハ多ク此方法ヲ採用セリ其要旨ハ沃度加里五〇分、苛性曹達五分アセトン四〇分アルコール約八〇〇分ヨリ成ル溶液ニ次亞亞素酸曹達ノ溶液ヲ加ヘ以テ沃度フォルムヲ析出セシムルモノニシテ特徴トスル所ハ使用セル沃度ノ約九八%ヲ沃度フォルムニ化成シ得ルニアリ。

#### 二 本 論

沃度フォルムノ電解的製造ニ關シテハ一八八四年伯林ノ「イー・シエリク」(E. Schering) 化學工業會社カ獨逸ニ於テ得タル特許(D. R. P. 29771, March 7, 1884) ヲ最初ノモノトス翌一八八五年同様ノ特許(U. S. P. 372940, July 28, 1885) カ米國ニ於テ「セアドレ、ケム」氏(Theodore Kempf) ニヨリ得ラレタリ其後數多ノ學者此問題ヲ研究シ其成績ヲ發表セリ即チ「ヘルプス及「ルツ」兩氏(K. Eids & W. Herz, Zeitschr. Elektrochem., 4, 133-118 (1897)) ハ「アルコホル」ヲ使用シ陰極ニハ「ニツ

ケル線ノ網ヲ用ヒテ試験シ「フェルスタ及メ」フ「ス」兩氏(F. Foerster & W. Meyers, Zeitschr. Elektrochem., 4, 268-272(1897)) ハ陰極ニ「バーチメント紙」ニテ包メル鉛板ヲ用ヒ以テ陰極面ノ還元作用ヲ防グノ手段トシ電流能率九〇%以上ヲ得タリ又アセトン」ヲ用ヒテ試験セルハ「アボット」氏(How Abbott, Journ. Phys. Chem., 7, 84(1903))「チーブル」氏(J. E. Teeple, Journ. America. Chem. Soc., 26, 170(1904))「ロウ」氏(G. A. Roush, Trans. America. Electro. Chem. Soc., 8, 287(1905)) 等ナリ斯クテ理論ノ闡明セラレ製法亦大ニ進歩シ現時歐米ニ於テハ沃度フォルムノ製造ニ悉ク電解法ヲ採用スルニ至レリ蓋シ電解法ハ操作簡單ニシテ反應圓滑ニ進行シ生成率ハ殆ド理論數ニ近ク生成品極メテ純粹ニシテ電解槽ヨリ取り出シ水洗シタルノミニテ既ニ一〇〇%ノ純度ノモノヲ得ルノ特點ヲ有ス。

### 三 沃度フォルムノ電解生成理論

「アルカリ金屬」ヲ折出シ直ニ水ト反應シテ苛性アルカリ」ト水素トヲ生ジ陽極ニハ沃素ヲ遊離シ其沃素ハ一部分直ニ加水分解ニヨリ次亞沃素酸及次亞沃素酸アルカリ」ヲ生ズルコト次ノ如シ。

i.  $\text{J}_2 + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \text{NaJ} + \text{NaHCO}_3$   
 $\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{Na}_2\text{O} + \text{NaHCO}_3$

而シテ遊離セル沃度ノ大部分ハ上記ノ反應ニ與カラメシテ第二段ノ反應ニ入ル則チ「アルコホル」ノ沃素ヲ沃素ニテ置換シテ「 $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH}$ 」ヲ生成スルコト次式ノ如シ。

ii.  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH} + 3\text{J}_2 \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH} + 3\text{HI} + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$

アセトン」ヲ使用セル場合ニハ。

$\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}\cdot\text{CH}_3 + 3\text{J}_2 \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{CO}\cdot\text{C}_6\text{H}_5 + 3\text{HI}$

斯クテ生成セル「 $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH}$ 」ハ更ニ次亞沃素酸ト反應シテ沃度フォルムヲ化成ス。

iii.  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH} + 2\text{HIO} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5 + 2\text{HI} + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$

アセトン」ノ場合ニハ加水分解反應ニヨリテ沃度フォルム」ヲ生成ス。

$\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}\cdot\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5 + \text{CH}_3\text{COOH}$

以上ノ沃度フォルム生成反應ヲ總括スルトキハ次式ヲ以テ表ハスコトヲ得ベシ。

アルコール」ノ場合  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH} + 3\text{KJ} \rightarrow$

$\text{K}_2\text{CO}_3 + \text{C}_6\text{H}_5 + \text{KOH} + 5\text{H} + 3\text{H}_2\text{O}$

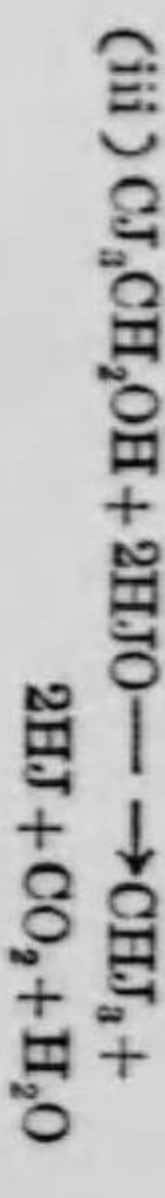
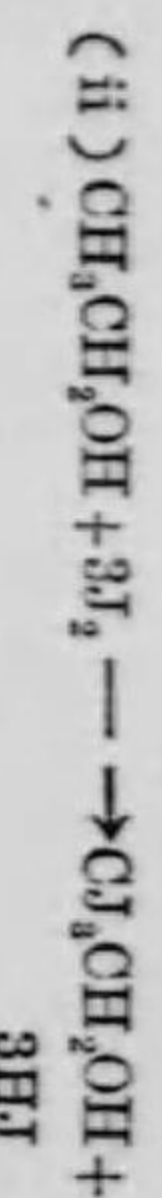
アセトン」ノ場合  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH} + 3\text{KJ} \rightarrow \text{C}_6\text{H}_5\text{CO}\cdot\text{OK} + 2\text{KOH} + \text{C}_6\text{H}_5 + 3\text{H}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$

上式ニ明カナル如ク「アルコホル」ノ場合ニハ一分子ノ沃度フォルムノ生成ニ對シ五分子ノ沃素ヲ發生シ「アセトン」ノ場合ニハ三分子ノ沃素ヲ發生ス是レ前者ハ一分子ノ沃度フォルムヲ化生スルニ「〇」フアラデー」ノ電量ヲ要シ後者ハ六フアラデー」ニテ足ルヲ示スモノナリ、斯クノ如ク同量ノ沃度フォルム」ノ製出ニ對シ「アルコホル」ノ場合ニハ「アセトン」ノ場合ヨリ多量ノ電量ヲ要ス此理ハ「アルコホル」ノ場合ニハ「アルコホル」ノ一部ヲ酸化シテ炭酸瓦斯ヲ生成スルニ要スル沃素ヲ遊離スル爲メニ電流ヲ費スニ因ルモノト信セラル又アルコホル、アセトン何レノ場合ニモ苛性アルカリ」ヲ生ジ「アセトン」ノ場合ハ「アルコホル」ノ場合ノ二倍量ナルヲハ注目スベキ點ナリ。

前記ノ諸反應ノ外幾多ノ副反應アリテ電流能率ヲ低下スルハ免ルベカラズ就中主要ナル損失原因ニアリ其一ハ陰極ノ還元作用ニシテ他ノ「 $2\text{HIO} + \text{J}_2 \rightarrow \text{J}_2\text{O}_2 + 2\text{H} + 2\text{J}^-$ 」ナル反應ニヨリテ沃素酸ヲ生成スルガ爲メナリ前者ヲ防止スルニハ適當ナル隔膜ヲ使用セザルベカラズ後者ヲ防グニハ液ノ「アルカリ性」ヲ適

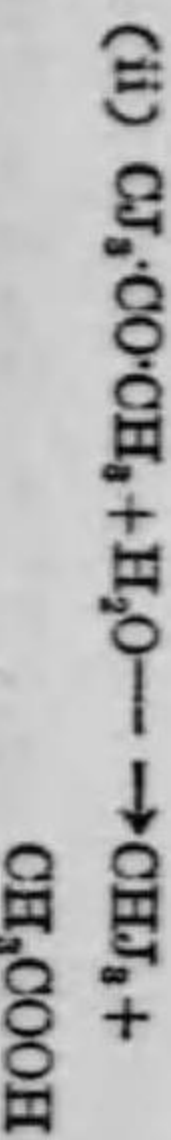
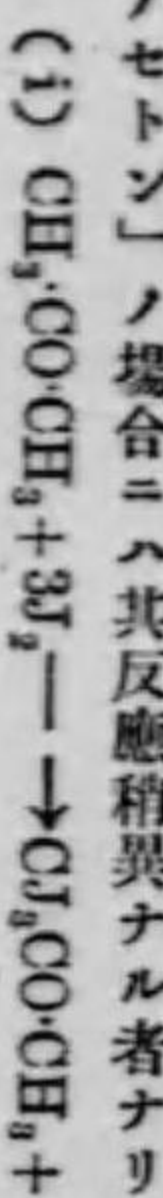


當ニ調節セザルベカラズ強アルカリ性或ハ酸性何レニ傾クモ沃素酸ノ生成ヲ促進スルノ度アリ理論上ノ生成量ニ就テハ次式ヨリ算出スルコトヲ得ル。



即チ(i)式ニ「アラデー」ヲ要シ(ii)式ニ於テ「アラデー」ヲ要シ(iii)式ニ於テハ(ii)式ニ生成セル一分子ノ  $(\text{C}_2\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH})$  ト(i)式ニ生成セル  $(\text{H}_2\text{O})$  二分子トガ相反應シテ一分子ノ沃度フォルムヲ生成スルナリ故ニ一分子ノ沃度フォルムヲ生ズルニハ「アラデー」ノ電量ヲ必要トス從テ「アンペヤ」時ニ生成スベキ量ハ次ノ如シ。

$394 \times \frac{1}{10} \times \frac{3600}{96540} = 1.469\text{gr}$



此場合ニハ(i)式ニテ「アラデー」ヲ要スルノミニシテ(ii)式ノ加水分解ニヨリテ沃度フォルムヲ生ズルナリ故ニ

$394 \times \frac{1}{6} \times \frac{3600}{96540} = 2.448\text{gr}$

電量ノ計量 電解ニ費サレタル電氣ノ量ハ銅タウロム計「アンペーター」ヲ使用シテ之ヲ量リタリ但單ニ「アンペーター」ニノミ依リタル場合アリ「クワロム」計ヲ使用セル場合ニハ次式ニヨリ電量ヲ算出セリ。

$X = \frac{m}{31.8} \times \frac{96540}{3600}$

Xハ「アンペヤ」時ノ數ニハ折出セル銅ノ重量ヲ瓦ニテ表ハシタル數ナリ。

製品ノ試験法 日本藥局方ノ規定ニヨレバ沃度フォルム一分ヲ水一〇分ニ和シ一分間能ク振盪シタル後濾過ス濾液ハ次ノ諸性ヲ具備スルヲ要ス。

- (一) 無色ニシテ中性ナリ黄色ヲ呈シ或ハアルカリ性ヲ呈スベカラズ。
- (二) 硝酸銀溶液ヲ加フルモ蛋白白濁ヲ起スニ過ギズ。
- (三) 硝酸バリウム液ヲ加フルモ變化スベカラズ、鹽素及沃素ノ痕跡アルモ良シトス。

四 電解試験

本試験ニ於テハ「アルコホル」ヲ使用セリ今「アルコホル」ト「アセトン」トノ得失ヲ一考センニ「アセトン」ノ利トスル點ハ同一ノ電量ニ生成スル沃度フォルムノ量ノ多量ナル點ニアリ而シテ「アルコホル」アセトン單位量ノ價格ハ略

同一ニシテ原料トシテノ價格ニハ「甲乙」スル處ナシ「アセトン」ノ缺點トスル所ハ電解反應ノ好適温度ナル攝氏六〇乃至七〇度ニ於テ仕事スルコトノ困難ナルコト其ナリ是レ「アセトン」ノ沸騰點ハ常壓ニテ五十六度(攝氏)ナルヲ以テナリ又「アセトン」ノ場合ニハ「アルカリ」ノ生成量多ク從テ此過量ノ「アルカリ」ハ電解ヲ妨害シ沃度フォルムノ生成反應ヲシテ阻滯ニ進行セザラシム、工業的見地ヨリハ操作簡單ニシテ反應ガ容易ニ阻滯ニ進行スルコトハ最モ肝要ナレバ此等ノ點ヨリ「アルコホル」ヲ採用シタルナリ。

試験ノ要項トシテハ(一)温度ノ電解反應ニ及ボス影響(二)沃度加里ノ濃度ト電解トノ關係(三)アルコホルノ濃度ト沃度フォルムノ生成率トノ關係等ニシテ、是等ハ既ニ歐米學者ノ試験ニヨリ略解決セラレタル所ナレドモ果シテ容易ニ斯クノ如ク實行シ得ラルルヤ否ヤハ自ラ別問題ナリトス。

本試験ハ最初ハ小形ノ「ビーカー」ト小白金板トヲ用ヒ〇・八アムペヤノ小サキ電量ヲ通ジテ試験シ前記ノ諸要項ニ於テ其最良ノ條件ヲ認知シタル上第二回目ノ試験ニハ稍大ナル装置トシ總テ最良ノ條件ヲ適用シテ試験シ豫定ノ如ク良好ノ結果ヲ來サヤ否ヤヲ驗セリ。 装置 電解槽ニハ上徑八厘下徑七厘高十五厘

内容六〇〇ccノ口無「ビーカー」ヲ用ヒ護膜栓ニテ密ニ塞ギ以テ「アルコホル」及沃度フォルムノ揮散ヲ防グリ電極ニハ兩極共ニ白金ヲ用ヒ陽極ニハ二〇平方厘ノ板、陰極ニハ白金線ニテ棒ヲ作り之ヲ「バーチメント」紙ニテ被包セルモノ二個ヲ以テセリ此「バーチメント」紙ハ隔膜ノ作用ヲナスモノニシテ還元ヲ防止スル手段ナリ又此陰極ハ陽極ニ比シ其面積者シク小ニシテ從テ陰極電流密度ハ大トナリ幾分還元ヲ少クシ攪拌ヲ強盛ニス陽極ヲ中央ニ陰極ヲ左右兩側ニ置キ又炭酸瓦斯導入管ヲ陽極下ニ開口セシム尙槽ノ中央部下方ニ攪拌棒ヲ裝置シ小モーターニテ廻轉セシム此外寒暖計ヲ挿入シ加温ニハ此全装置ヲ大形ノ「ビーカー」中ノ湯ニ浸シ温度ノ調節ヲナス、アンペーター

試験回数	温度(攝氏)	浴電壓(ボルト)	アンペヤ時
1	二〇乃至二五	二〇乃至二二	二・四
2	三〇同	二四同	二・四
3	四〇同	二六同	二・四
4	五〇同	二八同	二・六
5	五五同	三〇同	二・六

電解進行ノ狀況ヲ知ル爲メニ次ノ表ヲ掲グ。

時間	温度(攝氏)	浴電壓(ボルト)	電解液ノ狀態
五分後	二五	二二	同上
七〇分後	三〇	二二	同上
二時間後	三六	二二	同上

電流ヲ通シ時 六五 二〇 炭酸瓦斯ヲ導 入ス、黄色

「ター」「ヴォルト」メーター、銅クワロム計ヲ連結スルコト勿論ナリ。

電解液ハ沃度加里及炭酸曹達ノ水溶液ニ「アルコホル」ヲ加ヘタルモノヲ以テシ電流密度ハ一平方厘ニ付二アンペヤヲ以テシ炭酸瓦斯ノ導入ハ生成スル「アルカリ」ヲ中和スル目的ニシテ電解液ヲ常ニ黄色ニ保ツノ度ニ於テシ「キツ」装置ニテ大理石ト鹽酸トヨリシテ發生セシム陰陽兩極間ノ距離ハ二厘ナリ。

(1) 温度ノ影響ニ關スル試験 電解液ハ炭酸曹達四〇瓦、沃度加里五〇瓦ヲ水四〇〇ccニ溶解シ之ニ九六%アルコホル一〇ccヲ加ヘ電流密度ハ一平方厘ニアンペヤ〇・八アムペヤノ電流ヲ通ジテ電解ヲ繼續スルコト三時間ニシテ次ノ結果ヲ得タリ。

沃度フォルム 生成量(瓦)	理論上ノ生成量(瓦)	電流能率(%)
三・四三	三・五〇	九八・〇
三・五三	三・五〇	一〇〇・〇
三・七三	三・五〇	一〇六・三
三・八三	三・五〇	一〇八・〇
三・九三	三・五〇	一〇九・七



二・五時間後モ 同上  
 三時間後 同上  
 時間 温度 浴電壓 電解液ノ状態  
 (攝氏)(ヴォルト) 液直チニ褐色  
 電流ヲ通 四 二〇 少量炭酸瓦斯  
 ゼン時 三 二〇 ヲ導入  
 三〇分後 三 二〇 炭酸瓦斯ノ導  
 入中止褐色  
 一・五時間後 二 二〇 褐色結晶析出  
 三後時間 四 二〇 同上  
 此表ニ明ナル如ク低温ニ於テハ電流ノ流通ト  
 同時ニ液ハ遊離セル沃度ニヨリ褐色ヲ呈シ炭  
 酸瓦斯ヲ導入セサルモ此褐色ハ消失モスシテ  
 電解ヲ終レリ是レ即チ低温ニテハ遊離セサル  
 沃度カ沃度フォルムニ化成スル反應ノ遅緩  
 ナルコトヲ示スモノナリ之ニ反シテ高温即チ  
 六〇度乃至六五度ニ於テハ適量ノ炭酸瓦斯ヲ  
 絶エス導入スルモ液ハ常ニ黄色ヲ保チ反應速  
 度ノ大ナルコトヲ示ス。  
 (2)沃度加里ノ濃度ト沃度フォルム生成率トノ  
 關係  
 温度ハ常ニ五五度乃至六五度ニ於テシ電解液  
 ニハ四〇〇〇耗ノ水ニ沃度加里ノ量ハ次ノ如ク  
 變ジ炭酸曹達ハ四〇瓦九六%アルコホル一〇  
 〇耗ヲ加ヘタルモノヲ以テセリ。

沃度加里含量(瓦)	浴電壓(ヴォルト)	沃度フォルム生成量(瓦)	沃度フォルム生成率(%)
1 二〇	二・二	三・五	一七・五
2 四〇	二・二	七・〇	一七・五
3 六〇	二・二	一〇・五	一七・五
4 八〇	二・二	一四・〇	一七・五
5 一〇〇	二・二	一七・五	一七・五
6 一二〇	二・二	二一・〇	一七・五
7 一四〇	二・二	二四・五	一七・五
8 一六〇	二・二	二八・〇	一七・五
9 一八〇	二・二	三一・五	一七・五
10 二〇〇	二・二	三五・〇	一七・五
11 二二〇	二・二	三八・五	一七・五
12 二四〇	二・二	四二・〇	一七・五
13 二六〇	二・二	四五・五	一七・五
14 二八〇	二・二	四九・〇	一七・五
15 三〇〇	二・二	五二・五	一七・五
16 三二〇	二・二	五六・〇	一七・五
17 三四〇	二・二	五九・五	一七・五
18 三六〇	二・二	六三・〇	一七・五
19 三八〇	二・二	六六・五	一七・五
20 四〇〇	二・二	七〇・〇	一七・五

○度乃至六五度ニ於テ最良ノ結果ヲ示セリ最  
 モ此以上ノ温度ニ於テ更ニ良好ナルヤモ知ル  
 ヘカラサルモ、本試験ニ於テハ六五度以上ノ  
 高温ニテハ試験セザリキ沃度加里ノ量ハ稍大  
 ナル影響ヲ與フルモノニシテ電解液トシテハ  
 水四〇分九六%アルコホル一〇分沃度加里五  
 分炭酸曹達四分ノ割合ニ混合セルモノ最適ナ  
 リ從テ實際ノ製造ニ當リテハ此割合ヲ不變ニ  
 保持スル爲メ、沃度加里、アルコホル等ヲ絶  
 エス補給シテ電解ヲ進メサルヘカラス。  
 尙電流密度ノ影響、電極ニ關スル研究等モ必  
 要ト認メタルモ、此等ハ後日ニ譲ルコトトセ  
 リ最モ陰極ニハ鉛、ニッケル等ノ使用シ得ヘ  
 キコトハ「エルブ(Ellis)」フェルスタ(Ferris  
 氏)ノ試験セルトコロナリ。  
 前掲ノ試験ニヨリテ最良ノ條件ノ大體ヲ知り  
 得タルヲ以テ此等ノ條件ヲ用ヒ稍大キク試験  
 セリ。  
 装置、電解槽ハ約二〇立容ノ硝子製圓筒槽  
 ニシテ陽極白金板ハ三〇〇平方厘米陰極ハ白  
 金線ニテ作レル棒ヲバーチメント紙ニテ包メ  
 ルモノ二個ナリ陽極ヲ中央ニ陰極ヲ其左右兩  
 側ニ置キ、陰陽兩極端ニ硝子棒ニテ作レル  
 攪拌棒ヲ挿入ス爲メニ陰陽兩極間ノ距離ヲ稍  
 大ナラシメ(七・五釐)後ニ示ス如ク浴電壓ヲ

大ナラシメタルモノノ如シ炭酸瓦斯導入口及  
 寒暖計ヲ挿入スルコト前同ニ於ルカ如シ。  
 電解液其他 電解液ハ水八・八立中ニ炭酸曹  
 達六六〇瓦沃度加里一〇〇〇瓦ヲ溶解シ之ニ  
 九六%アルコホル二・二立ヲ加ヘタルモノナ  
 リ電流密度ハ一平方分付一・五アムペヤヲ  
 電解時間 電量(アムペ) 温度(攝氏)  
 1 三時間七分 三三・五 六〇乃至六五  
 2 四時間四分 四三・〇 六〇乃至六五  
 3 一時間 一六・〇 六〇乃至六五  
 4 一二時間三分 一一・五 六〇乃至六五  
 電解進行ノ状態ハ前同ノ場合ト略同一ナレト  
 モ沃度フォルムハ生成セラルルヤ瓦斯ト共ニ  
 浮上シ漸次液面ニ堆積シテ沈降スルコトナシ  
 然レトモ電流ヲ切斷シ數時間放置シテ冷却セ  
 シムルトキハ直ニ沈澱ス又陽極面ハ沃度フォ  
 ルムノ薄層ヲ以テ包被セラレ單ナル液ノ攪  
 拌ノミニテハ剥脫セシムルコト困難ナリ尙本  
 試験ニ於テハ同一ノ電解液ヲ繼續使用シタル  
 モノニシテ一・二、三、四トノ間ニ稍著シキ差  
 異アルハ初回ニ於テハ電解液ヲ沃度フォルム  
 ニテ飽和スルニ消費セラレタルニヨルモノナ  
 ラン。  
 製品ノ處理 生成セル沃度フォルムハ秤量セ  
 ル濾紙上ニ濾別シ水ニテ能ク洗滌シテ濾液カ

以テス尙本試験ニ於テハ沃度加里及アルコホ  
 ルノ濃度ヲ一定ニ保持スル爲メ計算ニヨリ  
 テ粉末沃度加里ヲ一時間ニ一六・七二瓦ヲ補  
 供シアルコホルハ一時間ニ九六%ノモノ三瓦  
 宛ヲ補供セリ斯クノ如クニシテ四回ノ試験ノ  
 結果ハ次ノ成績ヲ示セリ。  
 浴電壓 沃度フォルム 電流能率  
 (ヴォルト) 生成量(瓦) (%)  
 1 二・二 三・五 一七・五  
 2 二・二 七・〇 一七・五  
 3 二・二 一〇・五 一七・五  
 4 二・二 一四・〇 一七・五  
 5 二・二 一七・五 一七・五  
 6 二・二 二一・〇 一七・五  
 7 二・二 二四・五 一七・五  
 8 二・二 二八・〇 一七・五  
 9 二・二 三一・五 一七・五  
 10 二・二 三五・〇 一七・五  
 11 二・二 三八・五 一七・五  
 12 二・二 四二・〇 一七・五  
 13 二・二 四五・五 一七・五  
 14 二・二 四九・〇 一七・五  
 15 二・二 五二・五 一七・五  
 16 二・二 五六・〇 一七・五  
 17 二・二 五九・五 一七・五  
 18 二・二 六三・〇 一七・五  
 19 二・二 六六・五 一七・五  
 20 二・二 七〇・〇 一七・五  
 硝酸銀溶液ニ反應セサルニ至ラシメ之ヲ漏斗  
 ノ儘水蒸氣乾燥器ノ寒暖計挿入口ニ差入レテ  
 乾燥セシメ更ニ之ヲ「デシケーター」内ニテ十  
 數日乾燥シ目方一定トナレル後秤量シテ生成  
 量ヲ確定シ既述ノ方法ニテ定量ス。  
 製品ノ品質 黄色葉狀ノ細小ナル結晶ヲナシ  
 温度二〇乃至二五度ニ於テ得タルモノハ粉末  
 狀ヲ呈ス一種特有ノ臭氣ヲ有シ水ニ溶解セス  
 アルコホルニ完全ニ溶解ス其他日本藥局方ノ  
 試験ニ合格ス其〇・一瓦ヲ取りテ湯煎上ニ加  
 熱シ昇華セシムルトキハ完全ニ揮散シテ秤量  
 シ得ヘキ残渣ヲ留メス尙既ニ記述セル方法ニ  
 ヨリ之ヲ定量セル三回ノ平均 九九・七%ノ純  
 度ヲ示セリ。

沃度フォルム一担ノ生産費 以上ノ試験ノ結  
 果ヨリシテ一担ノ沃度フォルムノ生産費ヲ概  
 算スルコト次ノ如シ。  
 原料費(1)沃度加里 一・二六三担一〇圓  
 トスレバ一・二四六三錢  
 九六%ノモノ一・二二瓦  
 一担一・二〇錢トスレバ  
 一四錢六厘  
 揮散ニヨル損失ヲ三割  
 トスレバ合計約二〇錢  
 (2)アルコホル 六〇〇瓦一担一四五〇  
 錢トスレバ九〇錢  
 (3)炭酸曹達 六〇〇瓦一担一四五〇  
 錢トスレバ九〇錢  
 電力費 電流能率ヲ九五%トシ電解電壓ヲ  
 三・五ヴォルトトスレバ次ノ如シ。  
 (1)電解用電力 二・五キロワット時今  
 一キロワット時ヲ金壹  
 錢五厘トスレバ金參錢  
 八厘  
 (2)攪拌用電力 約參厘  
 故ニ原料費電力費ノ合計金一三圓七九錢  
 但此中炭酸曹達ハ消費シ盡サルモノニア  
 ラズ故ニ其費ヲ減ズルコトヲ得ベク半額ト  
 スレバ金一三圓三四錢トナル。  
 此外ニ必要ナル費用ハ電解液ヲ六五度内外ニ  
 保ツ爲メノ燃料費及炭酸瓦斯ノ發生費ナリ此



等ハ精密ニ計量スルコト困難ナルモ炭酸瓦斯ハ一時間ニ約七・五立ヲ通ストキハ之カ發生ヲ要スル炭酸ノ費用約二五錢ナリ故ニ原料費、電力費ノ總計ハ金一三四五九錢トナルコト外ニハ少許ノ燃料費ト工賃トヲ要スルアルノミ而シテ極純沃度フォルム一底ノ代價ハ一六圓乃至一七圓ナリ。

### 五 結 論

- 一、沃度フォルムノ電解的製造ハ簡單ニシテ圓滑ニ進行シ電流能率九五%以上ヲ得。
- 二、生成品ノ處理亦極メテ容易ニシテ手數ヲ要スルコト甚ダ少シ。
- 三、製品ハ極メテ純粹ニシテ直ニ醫藥ニ用フルコトヲ得ベシ。
- 四、經濟的ニ製造スルコトノ可能ナルヲ信ズ。

### 四 電解鹽素ノ利用方法

工業試驗所技師 野原 彝夫  
歐米ニ於テ「アルブラン」法若クハ電解法ニヨル「アルカリ」製造工場ハ副産物トシテ多量ノ鹽素ヲ產出セリ此鹽素ハ多クハ漂白粉トシテ僅ニ其一分ヲ鹽酸トシテ市場ニ出シ居レルガ漂白粉

ノ供給ハ需要ニ超過セリ若シ此二法ノミヲ以テ現時ノ「アルカリ」ノ需用ニ應スル額ヲ製造スル時ハ漂白粉ノ製産額ハ一層過多トナリ遂ニハ適度ノ市價ヲ維持スルコト能ハス下落シテ其製造ハ殆ト利益ヲ擧グル能ハサルニ至ルヘキナリ元來鹽素瓦斯若クハ鹽酸瓦斯ハ有害ナルモノニシテ大氣中ニ放散スヘカラサルヲ以テ利益ヨリモ寧ロ公衆衛生ノ爲ニ止ムコトヲ得ス此製造ハ行ハル、モノナリ而シテ「ソルベ」式ニヨル「アルカリ」製造工場ハ殆ト鹽素ヲ化ノ有害ナラシメス之ヲ放棄能ク經營シ得ルノ狀態ニアリ故ニ執レノ方法ニ據ルモ鹽素利用ノ問題ハ盛ニ攷究サレ居レリ若シ此鹽素ヨリ漂白粉ヲ製造スルノ外他ニ汎ク應用ノ途アリテ之ヲ有利ナル事業ニ使用セラル、方法發見セラル、トキハ爲ニアルカリノ價額ヲ低下スルモ優ニ製造工場ノ經營ヲ行ヒ得ルヲ以テアルカリ製造工業ノミナラス一般ノ化學工業ヲ裨益スルコト蓋シ渺カラサルヘシ。

關東酸曹株式會社、一七三、七〇一、七二、八八〇

計 五、六八、四三六、三五五、四一八

而シテ此等輸入額ハ化學工業ノ進步ニ伴ヒ逐年増加シ明治四十一年ニハ合計百九十二萬九千八百三圓ニ達セリ今明治三十五年ヨリノ輸入額ヲ示セハ左ノ如シ。

年	苛性曹達	炭酸曹達
三十五年	一三、四七、七三〇	一、九三〇、一三三
三十六年	一一、三三、五五五	二、五七五、二九九
三十七年	九、七〇、六〇八	一、一三〇、二七三
三十八年	一七、〇六、八三〇	一、六四三、三三一
三十九年	一四、五三、六六九	二、〇六三、七五七
四十年	一七、〇八、二九一	二、五三六、八三九
四十一年	一五、七六、七六〇	二、四、七、四八一

苛性曹達ノ輸入ハ内地製産額ノ約三倍ニシテ炭酸曹達ノ輸入ハ十倍ニ達セリ更ニ漂白粉ノ内地生産額ヲ觀ルニ是レ主トシテ「アルブラン」法ニヨリ苛性曹達及炭酸曹達製造ノ際得ラル、副産物ニ屬セリ明治四十一年府縣別製産額ヲ示セハ次ノ如シ。

地方	苛性曹達	炭酸曹達
東京	四、〇〇、一〇〇	三、三三、四五六
大阪	五、九〇、五八九	三、八一、二五三
静岡	五、〇〇、〇〇〇	五、〇〇
山口	三、二〇、一三三	一、七五、八七四
和歌山	一、一五、〇〇〇	七、六〇〇

### 計

項目	明治四十一年	五割増ノ場合	五割増ノ場合
苛性曹達	三、二、四、八、一〇〇	三、二、七、三、三三三	三、二、七、三、三三三
炭酸曹達	二、七、〇、一、八九九	四、〇、五、六、八八八	四、〇、五、六、八八八
漂白粉	一、〇、三、八、一、三六六	一、五、五、七、〇、〇九九	一、五、五、七、〇、〇九九
更ニ内地製産額モ明治四十一年ヨリ五割増加スルモノトセハ左ノ如シ。			
苛性曹達	五、六、八、一、〇〇〇	八、五、三、一、一六六	八、五、三、一、一六六
炭酸曹達	二、五、五、四、八	三、八、三、一、六七七	三、八、三、一、六七七
漂白粉	一、〇、三、八、一、三六六	一、五、五、七、〇、〇九九	一、五、五、七、〇、〇九九
今右ノ假定セル需要額ト製産額トノ差額ヲ見ルトキハ次ノ如シ。			
需要額	製産額	差 額	
苛性曹達 三、二、七、三、三三三	八、五、三、一、一六六	五、二、五、七、八三三	
炭酸曹達 四、〇、五、六、八八八	三、八、三、一、六七七	〇、二、二、五、二一一	
漂白粉 一、五、五、七、〇、〇九九	一、五、五、七、〇、〇九九	〇	

此等差額丈ケノ苛性曹達及炭酸曹達ヲ電解法ニヨリ供給スル時ハ大約一億三萬斤ノ漂白粉製産過多トナルヘシ故ニ豫メ酸素利用ノ方法ヲ攷究スルハ電解法ノミナラス一般ノ「アルカリ」製造工業ヲ盛大ナラシムル前提トシテ焦

### 一 鹽化硫黃

鹽素利用ノ目的ヲ達スルト同時ニ我國ノ特産物タル硫黃利用ノ目的ヲ達センガ爲ニ此等ヨリ一鹽化硫黃ヲ製造セント欲シ其取調及研究ヲ行ヒタリ。

一鹽化硫黃ノ用途ハ主トシテ「ゴム」ノ加硫ニ用ユルニ在リ其他「ゴム」代用品ノ製造メン「ハーデ」油魚油玉黍蜀油等ノ非乾燥油ヨリ人工乾燥油ノ製造油ノ濃化及印刷インキノ速製等ニ用途ヲ有ス者ニシテ現在東京ニ於テ「ゴム」ノ加硫ニ日々約百封度ヲ消費シ居レリト云フ故ニ「ゴム」製造其ノ他前記ノ工業隆盛トナル曉ニハ一鹽化硫黃ノ消費額増加スヘク又歐米ノ市場ニ出シ得ルニ至ラハ益々其製産額ヲ増加シ得ヘク後來有望ナル鹽素ノ一用途ナルヘシ。

我國硫黃ノ輸出額ハ次ニ示スカ如ク逐年増加ノ傾向ヲ示セリ。

年	六、〇、八、〇、〇〇〇	一、三、三、四、四〇〇
四十一年	五、〇、八、五、七、七九	一、〇、七、七、九、九
四十年	五、三、〇、九、四、四四	一、〇、九、一、三、八九
三十九年	六、三、八、三、七、〇〇	一、二、九、一、九、二
三十八年	四、八、九、一、六、四四	九、七、一、九、二

此相場ハ明治四十二年百斤ニ付キ最高二圓二

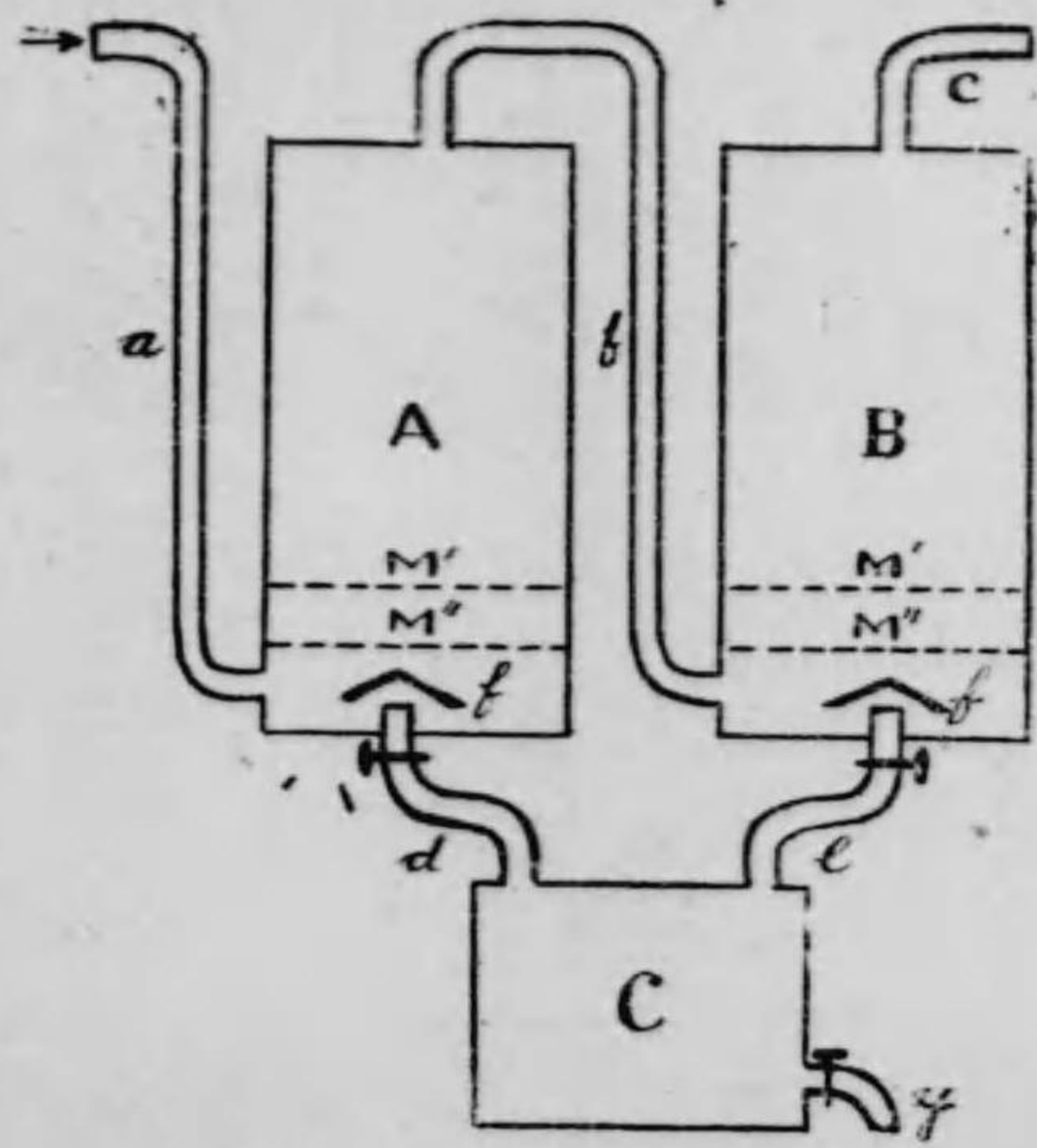
十七錢最低二圓ニシテ北海道野嶺山ノ精製硫黃ハ百斤ニ付平均一圓三十八錢ニテ販賣サレタリ故ニ硫黃ノ買入値段ヲ百斤二圓百封度一圓三十三錢ニ計算スル時ハ充分安全ナルヘハ三圓トナルヘシ。

三十二封度ノ精製硫黃ト三十五封度半ノ鹽素トヲ化合セシムルトキハ殆ト損失ナク製品トシテ六十七封度半ノ一鹽化硫黃ヲ得ヘシ故ニ一鹽化硫黃百封度ニ對スル原料ノ價ハ五圓十錢ヲ要ス此外製造費荷作費等ヲ百封度付二圓トセハ合計七圓十三錢ナリ然ルニ現時ノ地品ノ値段ハ百封度二十五圓乃至三十圓ナルモノノ如シ之カ製造ハ實ニ有望ナリト謂フヘシ。

此製造方法ハ始メ「レトルト」内ニ硫黃ヲ攝氏百二十度位ニ熱シ熔融シ置キ乾燥シタル鹽素瓦斯ヲ導ク時ハ硫黃ト鹽素トハ直チニ化合シ殆ト鹽素瓦斯ニ損失ヲ招クコトナク暗赤色ニシテ油狀ヲナセル鹽化硫黃ヲ得ヘシ而シテ「レトルト」内ニハ游離硫黃ナク鹽素瓦斯逸出ルニ至ラハ鹽素瓦斯ヲ導キ止メ更ニ硫黃ヲ加ヘ



蒸溜シ百三十五度乃至百三十九度ノ間ニ來ル  
蒸溜物ヲ集ムルトキハ琥珀色ヲナセル不快ニ  
シテ刺鼻臭ヲ有スル比重一・七〇五五沸騰點  
攝氏百三十八度ナル一鹽化硫黃ヲ得ヘシ。  
若シ工業的ニ此製造ヲ行ハント欲スルトキハ  
次ノ裝置便ナルヘシ。



此裝置ハ全部鉛板ニテ製シA B二室ニハ塊硫  
黃ヲ充シC管ヨリア室ニ鹽素瓦斯ヲ通スル時  
ハ低溫ニ於テモ一鹽化硫黃ヲ製造スル事ヲ得  
ヘシ而シテ化學變化ニ與ラサリシ鹽素瓦斯ハ  
C管ヨリ逃レ出テB室ニ入り殆ト全ク化合シ

盡スヘシ二A B二室内ニハ粗孔ヲ穿テ鉛  
板M<sub>1</sub>アリテ硫黃ヲ支持シ其ノ下ニハ稍細孔  
ヲ穿テ鉛板M<sub>2</sub>アリM<sub>1</sub>ヨリ落トセル硫黃ヲ支  
持スルモノトス而シテd e二管ハA B二室内  
ニ生セシ鹽化硫黃ヲ該受器Cニ導クモノニシ  
テ其ノ管ノ上部ニハフナル帽狀ヲナセル覆ヒ  
ヲ備ヘ落下スル硫黃ノ小片カ管ヲ塞グ  
事ヲ豫防スC内ニ集リタル鹽化硫黃ハ  
コックヨリ取出ス事ヲ得ヘシ又Cナ  
ル管ヨリ鹽化硫黃蒸氣又ハ鹽素瓦斯逃  
レ出ルコトアルヘケレハ石灰ヲ入レア  
ル室ニ導キ有害瓦斯ノ大氣中ニ放散ス  
ルコトヲ豫防スヘシ。

前記セル方法ニヨリ此鹽化硫黃ヲ蒸溜  
精製スルトキハ純粹ナル一鹽化硫黃ヲ  
得ヘシ。

若シ硫黃ニシテ「セレンウム」若クハ「テ  
ルリウム」ヲ不純物トシテ含有スル時  
ハ一鹽化セレンウム及一鹽化テルリウ  
ムヲ生シ鹽化硫黃中ニ溶解混入シ濃赤  
褐色ナル鹽化硫黃ヲ得ヘシ然ルニ「セレンウ  
ム」及「テルリウム」ノ鹽化物ハ不安定ナル化合物  
ニシテ若シ此等ヲ含有スル鹽化硫黃ヲ沸騰セ  
シムルトキハ此溫度ニテハ一鹽化物ハ凡テ最  
モ安定ナル四鹽化物ニ轉化スヘシ此等四鹽化

### 五 粘土ヨリアルミナヲ得ル實驗報告

技手 高井 詳作

物ハ高溫ニ於テハ一鹽化硫黃ニ溶解スト雖常  
温ニテハ不溶解性ノ者ニシテ白色ナル結晶ト  
シテ析出スル者ナリ故ニ「セレンウム」及「テ  
ルリウム」ヲ含有スル不純硫黃ヨリ純粹ナル一鹽  
化硫黃ヲ製造セント欲セハ始メ生シタル鹽化  
硫黃ヲ一度沸騰セシメ放置冷却シ不純物ノ四  
鹽化物結晶トナリ析出スルヲ待チ其上澄液ヲ  
レトルトニ取リ硫黃ヲ加ヘ蒸餾ニ處スヘシ。  
硫黃中ニ不純物トシテ砒素ヲ含有スル時ハ砒  
素ハ三鹽化砒素トナリ一鹽化硫黃ニ混入シ「セ  
レンウム」及「テルリウム」ノ如ク容易ニ分離スル  
コト能ハサルモ三鹽化砒素ハ劇毒アル毒ト  
ナリ揮發スルモノナレハ原料硫黃ニハ砒素ヲ  
痕跡以上ニ含有セサルヲ可トス。

### 緒言

「アルミニウム」金屬ハ現今專ラ「ボウキサイ  
ド」ヲ原料トシテ使用スルトモ其產地自ラ限  
アリ其不純物ハ「バイヤ」法或ハ「サブツク」法  
等ニヨリテ必ス除去セサル可ラス之ニ反シテ  
其硫酸鹽類例ヘハ「カオリン」粘土等ハ殆ト

隨處ニ多量ニ發見セラル、カ故ニ古來此等ヲ  
用キテ純粹ナル「アルミナ」ヲ作ラント企テタ  
ル學者多ケレトモ未ダ何レモ工業的ニ成功シ  
タル者アルヲ聞カス試ニ其方法ヲ大別スルト  
キハ

一「カオリン」又ハ粘土ノ硫酸ヲ除去スル目  
的ヲ以テ硫酸ニ對シテ合力大ナル金屬又ハ  
其鹽類ヲ混シ更ニ炭素材料ヲ加ヘ分割的ニ之  
ヲ還元熔融シテ得タル生成物ヲ化學的若シク  
ハ機械的方法ヲ以テ「アルミナ」ヲ分離スルコ  
ト。此目的ノ爲メニ鐵、酸化鐵或ハ鐵礦等ヲ用  
キテ「アルミナ」含有ノ鐵礦等ヲ作リ之  
ヲ粉末ニナシタル後磁石(1)或ハ生石灰(2)  
ヲ用キテ「アルミナ」ヲ分離スルニ此方法  
ハ硫酸除去劑ト炭素材料トノ適當ナル配合ニ  
ヨリテ生成物中ノ鐵質ヲシテ磁力作用ニヨル  
「アルミナ」分離ヲ容易ナラシメ得ル程度ニ作  
ルコト及電爐内ニ於テ熔融セシムルニ際シ其  
事自ラノ難易ト並ニ比重ニヨル分割法ノ成否  
トニヨリテ解決セラル可クグレッツベルハ此方  
法ヲ實驗シテ原料ノ硫酸含有量ヲハ「ボウキ  
サイド」ノ程度ニマテ減減セシメ以テ「ボウ  
キサイド」ノ代用品トシテ優ニ使用セラル、  
コトヲ結論セリ(3)。

ヲ加ヘ之ヲ適當ナル溫度ニ熱スルコトニヨリ  
テ「アルミナ」及硫酸ヲ夫々相應セル炭化物  
トシ水ヲ以テ處理スルトキハ「アルミニウム」  
水酸化物「メタン」瓦斯及炭化砒素ヲ作り比  
ニヨリテ分離十分ニスルコト。(4)要スル  
ニ此方法ハ炭化物製造ニ當リ多大ナル困難ニ  
遭遇ス可ク此等化合物ノ熱ニ對スル安定度ニ  
ヨリテ其工業的可能ノ程度ヲ推シ得可キモ未  
タ此等ニ關シ學術的研究ノ報文ニ接セス尙此  
方法ニ關シテハ更ニ報告スルノ時期アル可  
シ。

然ルニ一九〇二年アドルフ・カイゼルハ可溶  
性複硫酸鹽ヨリ硫酸ヲ除去スル方法ヲ發見シ  
(5)而シテ此方法ニヨリテ作ラル可キ曹達  
「アルミネート」溶液ハ有名ナル「バイヤ」法ヲ  
用キテ純良ナル「アルミナ」ヲ得可ク(6)豫備  
的試驗ニヨリテ該方法ノ略合理的ニシテ且實  
用的ナルコトヲ窺知スルヲ得タリ隨テ「カオ  
リン」又ハ粘土等ヨリ複硫酸鹽ヲ作ルコトニ  
於テ成功センカ頓テ此等材料カ「アルミニ  
ウム」工業ノ原料トシテ使用サルヲ得ルヤ否  
ヤノ問題ニ向ヒ一ノ解答ヲ與フルモノト云フ  
ヲ得可シ此點ニ就テカウレスハ粘土ニ食鹽ト  
炭素材料トヲ混シ之ヲ適當ナル溫度ニ熱シ過  
熱蒸氣ヲ通スルトキハ比較的容易ニ可溶性硫



硅藻「アルミニウム」或ハ「クロウム」ノ酸化物ニ食鹽ヲ混和シ高熱ノ下ニ過熱蒸氣ヲ作用セシムルトキハ夫々相應セル曹達鹽ト鹽酸トヲ作ル可キモ單ニ食鹽ト水蒸氣トノミナルカ又ハ食鹽ト金屬酸化物トノミナルトキハ互ニ反應セサルカ或ハ其反應甚タ困難ナルコトハ已知ニ「ブロン氏」ノ實驗セル所ナリ(8)、「カオリ」ノカ之ト類似ノ反應ヲナスコトハ容易ニ推知スルヲ得可ク已ニ此點ニ就テモカイザア、ウキリアムス、及ヤシタ並ニゴルゲ等ノ觀察セシ所ナリキ(9)。然レトモ其反應速度ノ甚タ遅々タルコト。高温度ノ必要ナルコト、酸瓦斯凝縮ノ困難ナルコト等數種不便ノ爲メニ未ダ工業的ニ應用セラル、ノ域ニ達セザリキ。是ニ於テカウレスノ提言ニヨル炭素材料ノ存在カ此反應ニ如何ノ影響ヲ及ボスヤ尙進ミテ其工業的可能度ニ就テ研究スルコトトセリ。

タル後其温度ニ於テ一定時間過熱蒸氣ヲ通シ其際發生スル鹽酸ヲ定量シ之ヲ以テ時間的平均速度ト認メ斯クシテ反應速度ヲ判定スル唯一ノ資料トナセリ。

實驗ノ方法

鹽酸ノ凝縮ハ此場合最重要ナルコトハ明ニ推知スルヲ得可ク實際工業的操作ニ於テ今日尙完全ヲ期シ難ク殊ニ一酸化炭素瓦斯等ノ存在スル場合ニ於テ然リトス豫備試驗ニ於テ二箇ノ吸收塔ニ水ヲ入レ外圍ヨリ之ヲ氷ニテ冷却シタル後酸瓦斯ヲ通過セシムルトキハ尙酸含有量ハ約二五%ナリ更ニ之ヲ苛性曹達ノ稀薄溶液ニ二回通過セシメテ十分ニ捕集ノ目的ヲ達スルコトヲ得タリ然レトモ尙酸瓦斯ノ逸逸ヲ試驗スル爲メ最後ノ塔中ニ酸性トナセル硝酸銀ノ十分一規定溶液ノ一定量ヲ入レ白濁ノ有無ヲ驗スルコトトセリ。

供試材料トシテハ豫メ粉末トセル粘土、食鹽炭素材料(木炭或ハ「コークス」)木屑ヲ適當ノ計算量ニ能ク混和シ之ヲ少量ノ水ニテ捏ネ略同一ノ壓力ヲ加ヘテ型ニテ圓筒形(直徑一二センチサ凡四〇耗)ニ成形シ凡ソ一〇〇度ニテ十分乾燥シタルモノヲ用キタリ。各原料ノ分析ノ結果左ノ如シ。

熱灼減量	一三・九%
硅藻	四四・二%
「アルミナ」	三六・九%
酸化鐵	〇・三%
酸化カルシウム	〇・四%
「マグネシア」	〇・三%
酸化加里	〇・〇%
酸化曹達	〇・七%
「コークス」	一・三%
水分	一三・四%
不溶解物	二・九%
酸化鐵(並アルミナ)	二・七%
酸化カルシウム	二・七%
炭素(差)	〇・三%
木炭	八・四%
水分	極微量
不溶解物	〇・〇%
酸化鐵	〇・〇%
酸化カルシウム	一・九%
「アルカリ」(加里鹽トシテ)	八・五%
炭素(差)	八・五%
食鹽	一・五%
水分	九・三%
鹽化ナトリウム	九・三%
硫酸カルシウム	〇・〇%

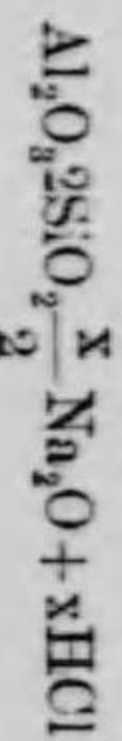
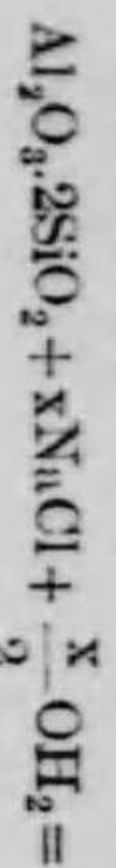
研究ノ目的及其方法

茲ニハ單ニ實驗室的小規模ノ仕掛ヲ以テ此反應力炭素材料ノ存否ニヨリテ如何ナル影響ヲ蒙ルヤヲ視併セテ其最モ適當ト思惟スル條件ヲ索ムルヲ以テ主タル目的トセリ其方法トシテハ粘土、食鹽、及炭素材料ヲ適當ニ配合シタル混和物ヲ豫シメ一定ノ求ムル温度ニ熱シ

硫酸苦土

〇・〇〇%

此原料ノ割合比ハ左ノ方程式ニヨリテ凡テ原料粘土中ノ「アルミナ」「モル」ニ對シ食鹽X「モル」ヲ用ユ但Xハ二一八「モル」ニ當ル。



幾多實驗ノ結果ヨリ炭素材料ノ附加ハ單ニ物理的ニ質ヲ粗糲ニテ以テ過熱蒸氣トノ接觸面積ヲ増加シ之ニ依リテ反應速度ヲ著シク大ナラシムルモノナラントノ豫想ヲ肯定セシモ尙其量及品位カ如何ナル影響ヲ及ボスヤヲ視ンカ爲メニ各材料中ノ炭素材料ハ左表ノ如ク定メタリ。

拱試材	木炭	「コウ」木屑	原料粘土	「ア
料ノ符	(%)	(%)	ルミナ	「一」モ
	(%)	(%)	セルニ對シ使用	セラレタル食鹽
			ノ「モル」數	
A	—	—	三〇	六〇
B	—	—	一八〇	六〇
C	—	—	六〇	六〇
D	—	—	六〇	六〇
E	—	—	—	—
F	—	—	六〇	六〇
G	—	—	六〇	六〇
H	—	—	六〇	六〇

I

六〇

一六〇

ハ

此材數個ヲ互ニ一列ニ聯ネ恰モ一本ノ圓筒棒ノ如クシ之ヲ豫メ「アスベスト」板ニテ内面ヲ被覆セル鐵管(内徑五〇耗長五〇〇耗)中ニ入レ「ハラウス」式電氣爐ニテ熱ス之ヲ爲スニ適當ナル注意ヲ以テスレハ温度ハ凡テ表中記載ノモノヨリ五度以内ノ差ニ保タシムルコトヲ得ヘシ温度ノ測定ハ保護管中ニ入レタル白金、白金「イリヂウム」ヨリ成ル「エレメント」ヲ使用シ更ニ之ヲ獨乙王立試驗所ノ檢定ヲ經タル白金、白金「ロデウム」ノ「エレメント」ト比較シテ適當ナル補正ヲナシタリ。

過熱蒸氣ハ反應物カ豫メ一定ノ温度ニ熱セラレタルトキ此温度ニテ一定時間略一定ノ速度ニテ加フルコトトセリ、之カ爲メ蒸氣發生器ハ前後一様ノ大サノ瓦斯爐ヲ以テ熱スルコトトシ尙凝縮液ノ耗數ヲ以テ左券トセリ水蒸氣ノ作用ニヨリテ裝置内ニ發生セル鹽酸瓦斯ハ可及的速ニ之ヲ取出ササル可ラス之カ爲メ裝置内ノ壓力ハ常ニ多少ノ減壓ナルコトヲ要ス此目的ニ對シ適當ナル水唧筒ヲ用キ其壓力ハ開キタル硝子管内ノ水柱差ニテ近似數ヲ得ルコトトシ之ヲ鐵管ノ後端ト第一凝縮裝置トノ間ニ置キタリ各實驗ノ初ニ當リ鐵管ノ兩端連結部ハ凡テ水箴セル粘土及「アスベスト」粉末

ヲ水ニナ担ネタルモノヲ以テ目塗ヲナス各實驗ノ終ニハ凝縮塔ヲ取外シ此凝縮液ヲ二〇〇耗測量圓筒ニ入レ一定量ニ達スルマテ蒸溜水ニテ稀釋シ其一部分ヲ取りテ鹽酸ノ量ヲ炭酸曹達規定液ニテ測定ス(メチルオレンヂ)。吸收塔中ノ二〇—四〇耗苛性曹達溶液ニヨル鹽素吸收量ハ硫酸ニテ中和セル後ニ硝酸銀十分一規定液ニテ定量ス(クラウム酸加里)。最後ノ硝酸銀溶液ニ白濁ヲ生シタルトキ之ヲ中和シタル後鹽化加里十分一規定液ニテ前後ノ耗數ノ差ニヨリテ鹽酸ノ量ヲ算出ス以上ノ鹽酸ノ量ヲ合計シ所有ノ鹽化「ナトリウム」ニ對スル所得率ヲ%ニテ表示スルコトトセリ。實驗第一乃至第四ハ各表中記載ノ或時期ニ於ケル温度ハ凡テ其時間内ニハ正確ニ其温度ニ保タシメ尙次期ニ於ケル温度ニ到ラシムルニハ水蒸氣ノ送入ヲ中止シ其温度ニ達スルヲ待チ始テ過熱蒸氣ヲ通シタルナリ。實驗第一。A號 四一・七瓦。壓力ハ大氣壓ト同様ニ保テリ其結果左ノ如シ。

時刻	繼續	鹽酸	凝縮	鹽酸
温度(時分)	時間	收得液	收得	備考
	(時)	量(瓦耗)	率%	
—	午前八—四	—	—	實驗
六〇	自九—五	一〇〇・三	二八・三〇	開始
	至二〇—五	—	—	



七〇 自午後三時一十分 一〇・一〇八 三・一〇二 凝縮  
 八〇 自午後三時一十分 一〇・二〇一 三・二八八 液着  
 九〇 自午後三時一十分 一〇・一六三 三・一五二 色ス  
 一〇〇 自午後三時一十分 一〇・一六六 三・一四七

製品二三・五瓦、高温測定器ノ連結球ノ直下ノ反應生成物約五種丈切取りテ分析スルニ左ノ如シ。

不溶解物 一・三五% 硫酸 三・八〇三%  
 「アルミナ」(鐵分極少量) 三・二六四% 酸化「カルシウム」〇・六五 「アルカリ」(曹達トシテ) 二七・〇二% 鹽化ナトリウム 〇・三二%

其「モル」比ヲ求ムルニ左ノ如シ。  
 $Al_2O_3 : SiO_2 : Na_2O : NaCl = 1.00 : 1.98 : 1.40 : 0.01$

實驗第二。A號四一・二瓦。減壓八〇—九〇耗(水柱ニテ)

時刻	鹽酸凝縮量(瓦)	凝縮液收得率(%)	備考
午前九時	—	—	開始
自 一〇時	一〇・〇六	三・五	
至 一〇時四十分	一〇・一六	三・〇	
午後三時	一〇・二二	三・八	
至 三時三十分	一〇・二二	三・八	

九〇〇 自午後三時一十分 二・一七 一〇・一六六 三・五五  
 一〇〇〇 自午後三時一十分 四・一五 一〇・一四四 四・三八

鹽酸收得率合計六五・七%ニシテ製品ハ二・五瓦ナリ、前と同様ニシテ分析スルトキハ

不溶解物 一・九七% 硫酸 三・六二七%  
 「アルミナ」(鐵分極少量) 三・一八六%  
 鹽化「カルシウム」〇・八一% 「アルカリ」二・八三八% 食鹽 〇・七一%  
 之ヨリ「モル」比ハ  
 $Al_2O_3 : SiO_2 : Na_2O : NaCl = 1.00 : 1.94 : 1.46 : 0.02$

實驗第三。A號三九・七瓦。減壓七五—八五耗(水柱ニテ)

時刻	鹽酸凝縮量(瓦)	凝縮液收得率(%)	備考
午前八時	—	—	開始
自 九時	九・四六	四・一	
至 一〇時	一〇・〇五	四・一	
午後三時	一〇・一七	三・六	
至 三時三十分	一〇・一七	三・六	

製品二五・八瓦。前同様ニ分析シテ。  
 不溶解物 二・五六% 硫酸 三・八〇七%  
 「アルミナ」(鐵分極少量) 三・二四四%  
 酸化「カルシウム」一・〇二 「アルカリ」

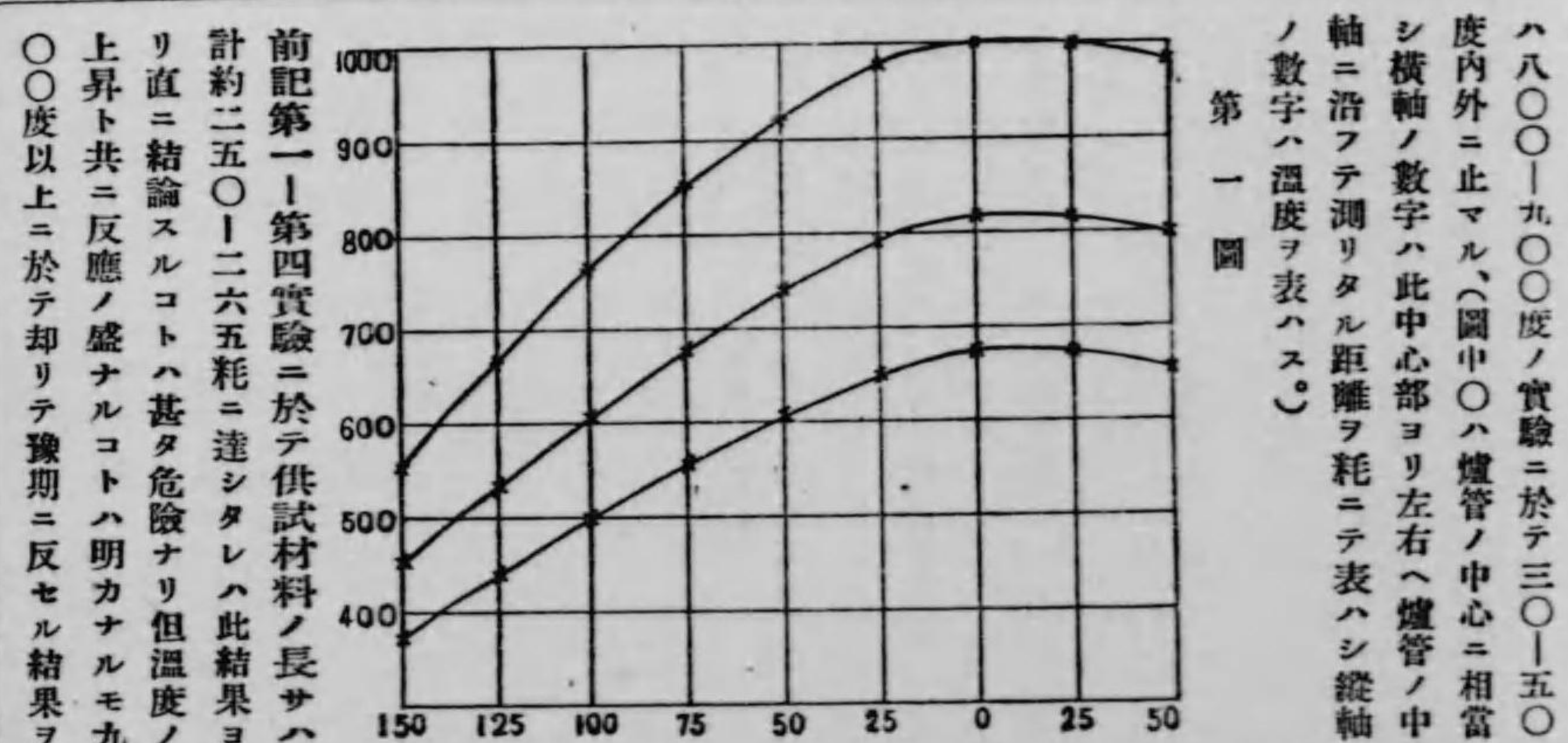
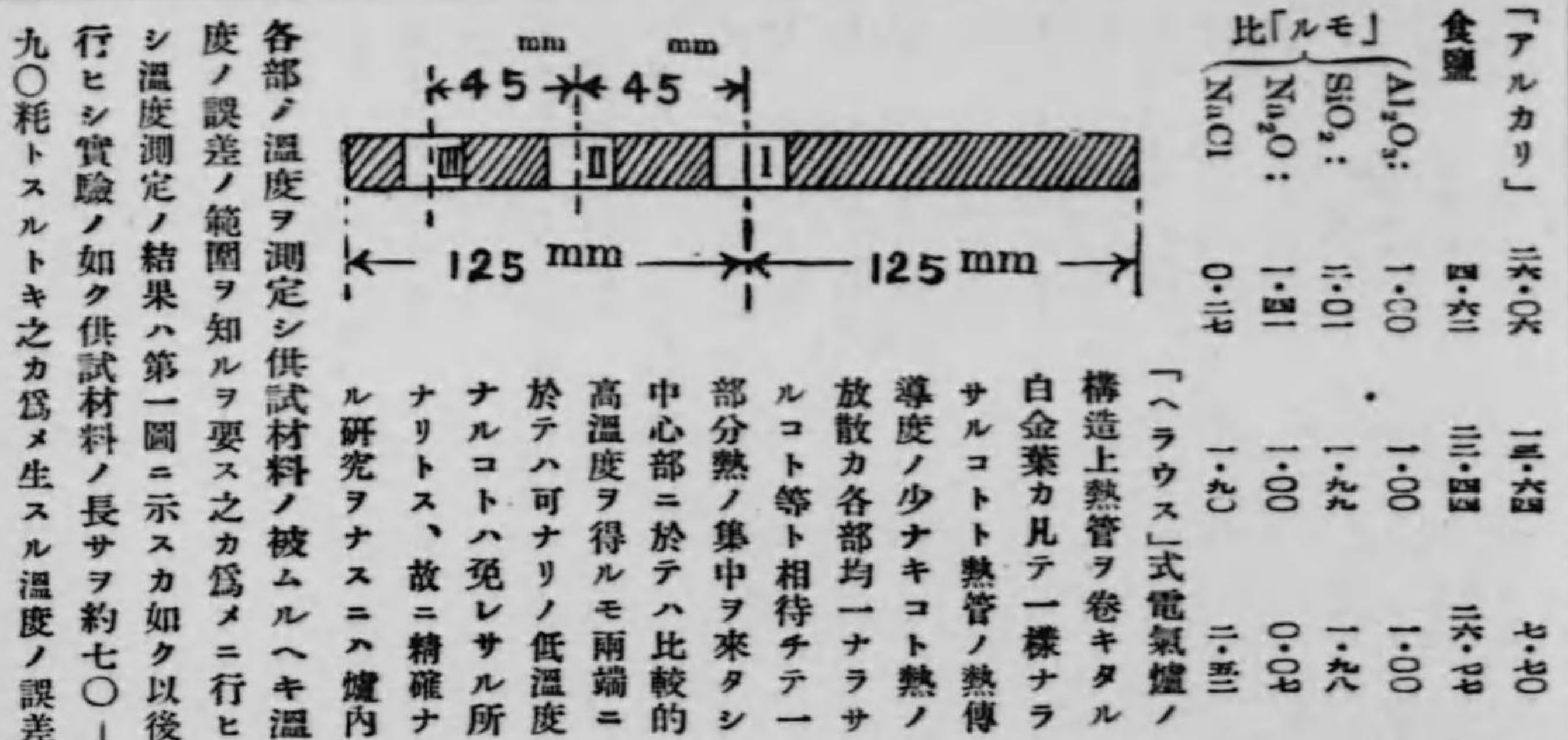
二四・一七% 食鹽 二・一九四%  
 之ヨリ「モル」比ヲ求ムルニ  
 $Al_2O_3 : SiO_2 : Na_2O : NaCl = 1.00 : 2.06 : 1.23 : 0.16$

實驗第四。B號四二・〇瓦。減壓八〇—九〇耗(水柱)

時刻	鹽酸凝縮量(瓦)	凝縮液收得率(%)	備考
午前九時	—	—	開始
自 一〇時	一〇・〇五	三・九	
至 一〇時四十分	一〇・一七	三・九	
午後三時	一〇・一七	三・九	
至 三時三十分	一〇・一七	三・九	

製品二七・五瓦。分析スヘキ材料ハ左圖ノ如キ位置ニアル部分ヲ切取りテ用キタリ各部分分析結果ハ左ノ如シ。

位置	I (凡ソハ)	II (凡ソセ)	III (凡ソク)
不溶解物	三・五%	三・〇%	一・〇%
硫酸	三・三	三・六	三・六
炭素	—	四・九	九・九
「アルミナ」	二・八	三・一〇	一・八〇〇
酸化「カルシウム」	〇・七	〇・九	〇・五



得タルハ全ク表記ノ溫度カ供試材料全部ヲ支配セシニアラサルコトヲ證スルモノナリ實驗第一ト第二トニヨル製品ノ分析結果ニヨレハ兩者大體同一ナルカ如キモ鹽酸收得率ハ爐内ノ壓力即チ酸瓦斯ノ引キ方ニヨリテ異ナレリ從テ以後ノ實驗ニハ此引キ方ヲ略一定シテ之カ爲メニ生スル影響ヲ同一ナラシメタリ。

製品ノ「アルカリ」含有量ハ七—二九%ノ間ヲ往來ス(計算量三五・八%) 此原因ニ關シテハ再述ノ時アルモ要スルニ食鹽カ比較的低溫度七五〇—八二〇度ノ熔融點)ニ於テモ分解スルコトナク氣化スルコトニヨリテ説明セラル可ク尙證明セサル事柄ナルモ事實可能ナル原因トシテ如上ノ裝置ニ於テハ爐内ノ供試材料ノ周圍ニ生セル還元瓦斯ノ爲メ幾分カ「アルカリ」ノ損失ヲ來タスコトモアルヘシ。

(一) 溫度ノ影響 前記ノ實驗ニ於テ溫度ノ影響ノ頗ル大ナルコトヲ知り且ツ酸收得率ハ溫度ノ上昇ニ比例スヘキヲ豫想セシメタレハ先ツ此點ヨリ研究ヲ開始セリ、豫備試驗ニ於テハ六〇〇度ニ於テ已ニ認メ得ラルヘキ反應ヲ呈シタルハ此反應ノ始マルヘキ溫度ノ測定ヲナセリ實驗ノ方法ハ大體前同様ニシテ唯凝縮裝置ニ代フルニ酸性硝酸銀溶液ヲ以テシタルニ過キス溫度ヲ繼續的ニ徐々ニ高メツ、





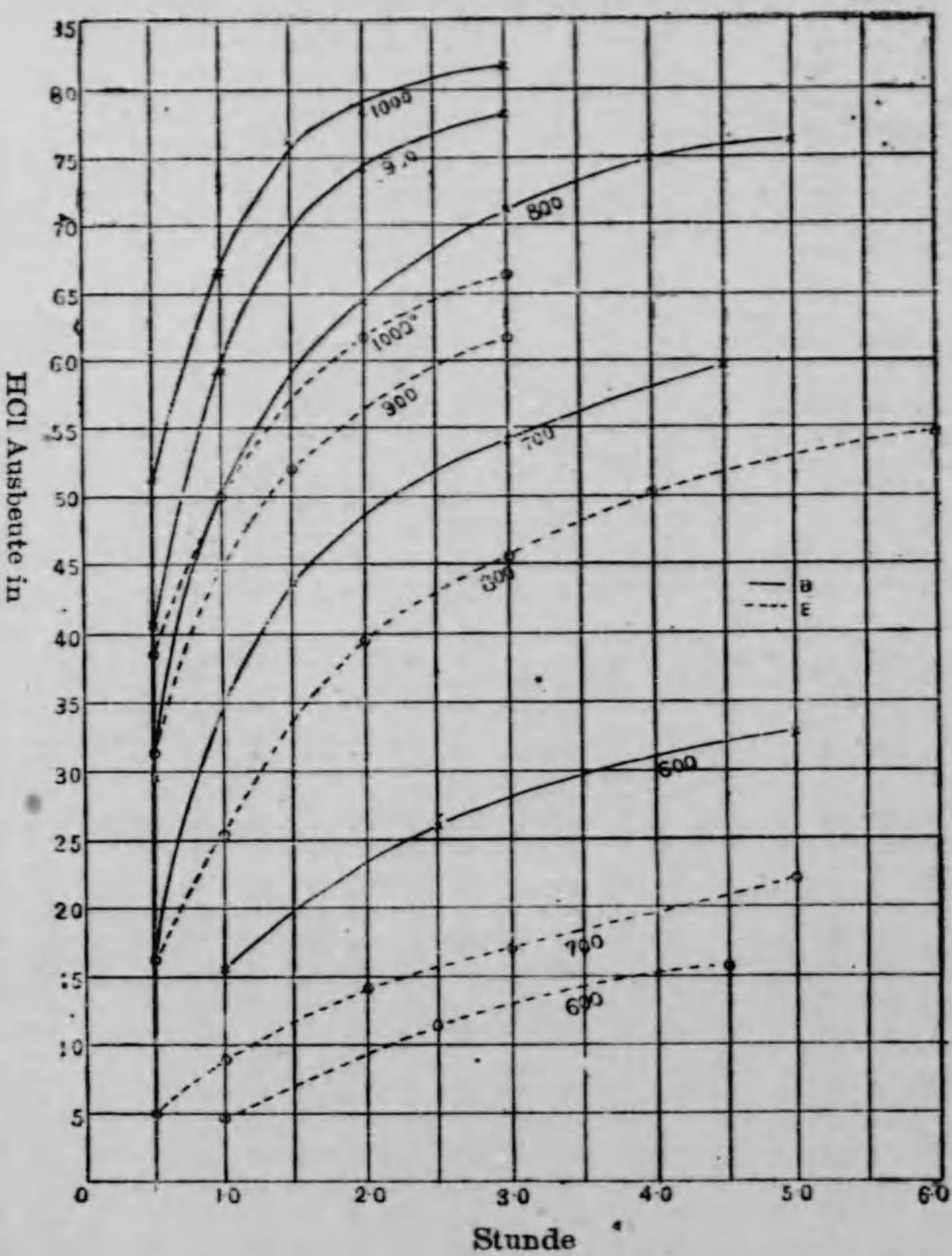


三	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63
二	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63
一	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63
八	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63
六	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63
四	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63
三	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63
二	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63
一	凝縮液少シク着色ス	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63	1.0	0.63

右ノ結果ヲ圖示スルトキハ此關係一層明白トナルヘシ圖中横軸ハ時間ヲ縱軸ハ鹽酸收得率ヲ%ニテ示セルモノナリ、實線ハ實驗第六號ノモノニ虛線ハ第七號ノモノニ相當ス(第二圖)先ツB曲線ニ付テ見ルニ六〇〇度ノ時ハ殆ント直線的ニシテ七〇〇度以上ニ及ヒテ最初一二時間後ニ急激ナル彎曲ヲ示ス而シテ

此彎曲度ハ温度ノ上昇ト共ニ益々大トナリ八〇〇度五時間ニシテ鹽酸收得率七六%九〇〇度ノトキ同一ノ結果ヲ得ルニハ二時間二〇分一〇〇〇度ノトキ一時二〇分間分ヲ要ス爰ニ注意スヘキハ温度ノ高低ニヨリ食鹽ノ揮發度ヲ異ニシ且此食鹽カ過熱蒸氣ト互ニ化合シテ鹽酸ヲ作ルコトモ温度ニヨリテ同一ナラサルコ

トヲ想定スルトキハ此等ノ收得率ヲ以テ直ニ各々異ナル温度ニ於テ嚴格ナル意義ニ於テ互ニ比較スルヲ得可キ性質ノモノニアラサルコトハ明ナリ然レトモ同一温度ニ於ケル此等ノ影響カ互ニ相等シキコトヲ想像スルトキハE曲線ノ相當セル温度ニ於ケルモノトハ互ニ比較スルヲ得ヘシE曲線ニ付テ一言センニ七〇

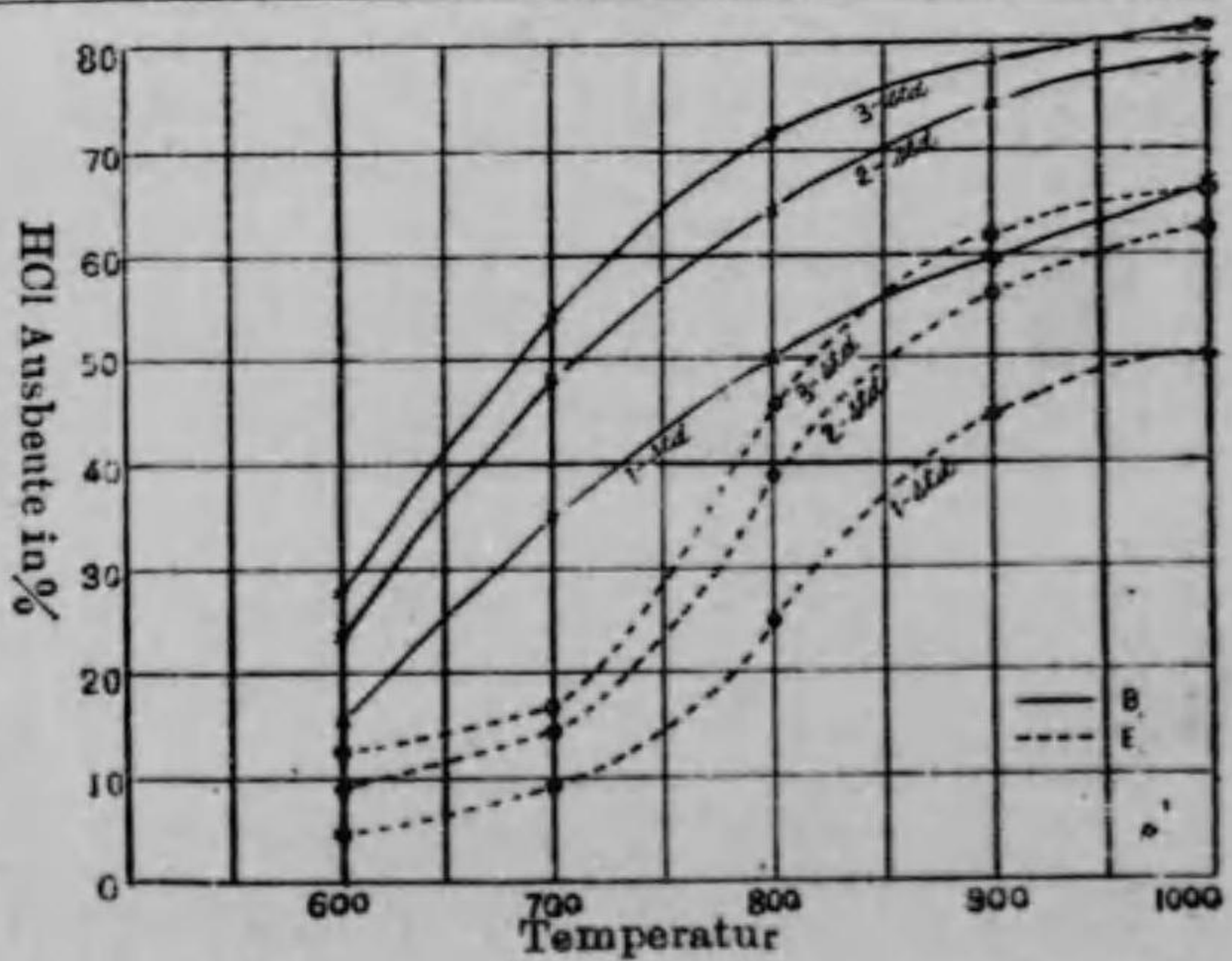


○度マテハ殆ント直線的ニシテ且其收得率モ甚タ大ナラサレトモ八〇〇度以上ニ於テハ其%ノ比較的大ナルコトヲ示ス且B曲線ノ七〇

○度以上ノ場合ト同様ナル彎曲線ヲE曲線ニアリテハ八〇〇度以上ニ於テ認ムルコトヲ得可シ此彎曲ヲ生スルコトハ(一)反應ノ進行ト

共ニ蒸氣トノ接觸表面カ著シク減少スルコト隨テ反應系ノ各分子ノ割合カ時々刻々ニ異ナ

%ルコト(二)食鹽ノ上記ノ作用カ同様ノ狀況ニ於テハ同様ノ結果ヲ與フルコトニ由ルナラ



第二圖ヨリ第三圖ヲ作成シ以テ同一時間ニ於ル收得率ノ温度ニヨリ影響ヲ見ルニ(第三圖參照)B曲線ニ於テハ温度ト鹽酸トノ收得率

ハ殆ント正比例スルモE曲線ニ於テハ然ラス今兩者ノ同一温度ニ於ル收得率ヲ比較センニ七〇〇度ニ於テ前者ハ後者ノ約一〇倍九〇〇一〇〇〇度ニ於テ二・二・五倍ノ結果ヲ得



タリカウレス氏ノ稍大仕懸ニナセル實驗ニヨ  
レハ炭素材料ノ存在ニヨリテ約九倍丈反應速  
度ヲ高ムルト云ヘリ右ノ實驗ニ於テハ比較  
低溫度ニ於テノミ氏ノ結果ト一致スルヲ視  
ル、然レトモ茲ニ大ニ注意スヘキハ若シ供試  
品ノ容積カ氏ノ使用セシカ如ク大ナルトキハ  
過熱蒸氣ノ供試品ノ内部ヘノ貫通速度ハヨリ  
少ナル容積ヲ有スルモノヨリモ比較的遲緩ス  
ルコトナリ從テ炭素材料ノ影響カ高溫度ニ於  
テモ前述ノ比ヨリモ大ナルモノナルヘシ氏ハ  
尙反應カ一〇三五度ニ於テ最盛ナリト稱セ  
シモ斯ル高溫度ハ必要ナラサルヘク食鹽ノ揮  
發及氯化セル食鹽ト過熱蒸氣トノ反應ヲ考  
ルニ及ヒ殊ニ其然ルヲ視ル(此事ニ關シテハ  
後ニ再述スル所アルヘシ)、前記ノ實驗ニ於テ  
鹽酸收得率ハ八〇%内外ヲ以テ其最高價トナ  
セリ今其理由ヲ考フルニ(一)食鹽カ沸點(約  
九三〇度)以下ニテ已ニ盛ニ揮發スルノ特性  
ヲ有スルヲ以テ實際粘土ト反應スル食鹽ハ方  
程式ノ與フルモノヨリモ多少減少セリト見做  
サ、ルヘカラス此事タル勿論溫度ニ對スル此  
等反應速度ト食鹽カ此反應ニ與カラスシテ速  
ニ揮發スル速度及氯化セル食鹽ト蒸氣トノ反  
應速度ノ如何ニヨリテ確定スヘク前記ノ鹽酸  
收得率ト成成品ノ分析結果ヨリ考フルトキハ

明ニ此豫想ヲ肯定セリ(前記表中一〇〇〇度  
ノ實驗ニ於テハ九二〇—九三〇度ヨリ過熱蒸  
氣ヲ通過セシメテ其損失ヲ少カラシムルノ手  
段ヲ講セリ)(二)酸含有ノ瓦斯カ銅及鐵ノ導  
管ヲ通スル際ニ此等金屬ト化合シテ凝縮裝置  
内ニ入り來ルコトアリ實際二三ノ實驗ニ於テ  
凝縮液ノ着色セラレタルヲ見タリ定性的ニ銅  
及鐵ノ鹽化物ナルコトヲ知ル或ル一部分ハ導  
管内部ニ附着シテ凝縮裝置内ニ現レ來ラサル  
コトモアルヘシ此等ハ凡テ鹽酸收得率ヲ少ナ  
ク認メシムル原因ナルモ其量ハ甚大ナラズ  
(三)供試材料中ノ不純物ノ鹽化及其揮發並ニ  
氯化セル鹽化物カ水蒸氣トナスヘキ反應ニヨ  
ル元來此場合ニ主トシテ考ヘラルヘキ不純物  
ハ「カルシウム」及鐵ノ化合物ナリ而シテ此等  
ノ一部分又ハ全部カ鹽化物トナリ鹽化鐵ハ沸  
點二八〇—二八五度ナレハ前述ノ實驗裝置ニ  
アリテハ十分容易ニ凝縮裝置内ニ入り來リテ  
酸ヲ不純ナラシム勿論此鹽化物カ一部分過熱  
蒸氣ト反應シテ鹽酸ヲ作ルヘキコトハ考ヘラ  
ル、之ニ反シテ鹽化「カルシウム」ハ融點七八  
〇度ニテ沸點ハ之ヨリモ尙高カルヘク一度生  
セル鹽化物ハ揮發前供試材料ノ表面ニ於テ過  
熱蒸氣ノ作用ニヨリテ分解セラレテ酸化「カ  
ルシウム」水酸化「カルシウム」ヨリ酸化「カ

ルシウム」ニ變スルコトハ單ニ五三〇—五四  
〇度ニ加熱スレハ可ナル事實ヨリシテ(10)右  
ノ實驗ニ於テハ水酸化「カルシウム」ノ存在  
ハ考フルヲ得ス)ハ其儘材料中ニ殘留シ獨リ  
鹽酸ノ凝縮裝置内ニ進入スヘシ此ノトキハ  
酸化「カルシウム」ニヨリテ幾分其反應ヲ遲緩  
サル、カ如キ觀アリ酸化「カルシウム」ヲ多量  
ニ混和シテ同一ノ條件ノ下ニ行ヘル實驗ニヨ  
ルモ同一時間内ノ鹽酸收得率甚少ナルヲ認  
メタリ凝縮裝置内ノ溶液中銅又ハ鐵「イオン」  
ノ存在ハ定性シ得ルモ當テ「カルシウム、イオ  
ン」ヲ發見セザリシコトモ亦其證トナスニ足  
ル、(11)又砒素化合物ハ鐵化合物ト略同様ノ  
作用ヲナスヘシ(供試材料中砒素ヲ認メス)  
凡ソ此等不純物ノ作用ハ未タ正確ナル研究ヲ  
得サルカ故ニ何等一定ノ結論ヲナスコトヲ得  
ス。  
(二)炭素材料ノ分量及其品位ニ關ス  
ル影響 炭素材料ノ附加作用ハ恐ラク  
化學的ニアラスシテ物理的ニ單ニ質ヲ粗糲ナ  
ラシムルニ過キサレヘシ從テ其影響モ略推知  
サル、カ如キモ尙一應順序トシテ實驗スルコ  
ト、セリ其方法ハ前述ノ如ク供試材料トシテ  
HClF號ヲ用キタリ過熱蒸氣通過時間ハ各  
一時間減壓六〇—七〇托(水柱ニテ)ナリ其結

果左ノ如シ。

實驗第八 F號ノミハ二時間マテ過熱蒸氣ヲ  
通セリ(表D中ハ其結果ナリ)

供試品 番號	使用セル 供試品重 量(瓦)	溫度	鹽酸收 得率(%)	凝縮液 (瓦)
C-1	17.5	700	75.5	2.1
2	18.0	800	52.0	4.2
3	19.3	900	56.7	5.5
4	18.6	1000	61.0	4.9
F <sub>1</sub> -1	18.1	700	59.1	4.4
2	17.5	800	50.5	4.6
3	17.8	900	56.2	5.3
4	19.2	1000	63.0	5.8
供試品 番號 <th>使用セル 供試品重 量(瓦)</th> <th>溫度</th> <th>鹽酸收 得率(%)</th> <th>凝縮液 (瓦)</th>	使用セル 供試品重 量(瓦)	溫度	鹽酸收 得率(%)	凝縮液 (瓦)
D-1	17.1	900	53.2	4.2
2	18.2	800	53.7	5.1
3	18.3	900	55.6	5.6
4	17.5	1000	59.5	6.4
F <sub>2</sub> -1	F <sub>1</sub> ト同ジ	700	49.7	4.4
2	17.5	800	63.2	4.4
3	17.5	900	67.8	4.4
4	17.5	1000	73.6	4.4

木炭ノ引火溫度ニ關係ヲ有スルカ如シ然レト  
モ其含有量ノ多少ニヨリ影響ハ左程著シカラ  
ス三〇%木炭混入材料ヲ使用スルモ八〇〇度  
ニ於テ稍著シキ鹽酸ノ收得率ヲ與フルニ過キ  
ス一八一六%ノトキ實驗誤差ノ範圍内ニ屬シ  
未タ實際ニ顯著ナル差ヲ認メス但何レノ場合  
モ概シテ同様ナル傾向ヲ有ス而シテ木炭ハ  
「コークス」ニ比シ不純物ノ少キ點ニ於テ比較  
的良好ノ結果ヲ與フルコトハ其不純物ノ此際  
ニ於ル作用ヲ考フルモ明ニシテ且實驗ノ結果  
モ亦此ノ傾向ヲ示セリ其附加量ヲ增加スル  
キハ裝填材料カ同一量土ニ對シテ大ナル面積  
ヲ占メ從テ爐内ノ容積ヲ増シ且燃料ノ消費量  
ヲ増ス故ニ此附加材料ノ量ハ假令收得率ニ多  
少ノ影響アルモ一定限度ヲ超ユルコトハ經濟  
上許スヘカラサルコトナリ經驗ノ示ス所ニヨ  
レハ木炭一〇%木屑六%ヲ最モ適當ナル附加  
量トスルカ如シ。  
(三)食鹽含有量ト其影響 此實驗ニ於  
テ木炭木屑共ニ六%トシ食鹽含有量ハ粘土中  
「アルミナ」「モル」ニ對シテ二—八「モル」ヲ  
計算シテ混和セル供試材料ヲ用ニ實驗ノ方法  
ハ前ト同シク過熱蒸氣通過中ノ壓ハ負六〇—  
七〇托(水柱)ナリ。

供試品 番號	使用量 (瓦)	溫度	時間	鹽酸收 得率(%)
G-1	17.1	700	1.0	53.5
2	18.5	800	1.0	56.2
3	18.8	900	1.0	57.6
4	18.6	900	1.0	55.5
5	19.4	1000	1.0	58.2
H-1	18.6	700	1.0	53.5
2	19.6	800	1.0	59.1
3	19.6	900	1.0	59.5
4	18.6	900	1.0	56.2
6	18.8	1000	1.0	61.0
I-1	17.1	700	1.0	59.5
2	17.8	800	1.0	63.5
3	18.5	900	1.0	64.5







即チ食鹽ノ眞ノ損失ハ其含有量ニ比例セス其「アルミナ」ニ對スル「モル」比カ一ト四ノトキ損失最少ニシテ之ヨリ大ナルトキモ少ナルトキモ共ニ大ナリ、同一食鹽含有量ノトキハ却リテ溫度及時間ト正比例ス、是レ恐ラク食鹽ノ化學的結合カ一ト四トノ比ノトキ最モ好都合ニ行ハル、ニヨルナラン、食鹽關係の損失ハ此ノトキ最少ニシテ一ト八、一ト六、一ト二此ノ順ニ其量ヲ増加ス蓋食鹽カ過剩ニ存在スルトキ副反應ニヨル鹽酸生成力比較的盛ナルコト並ニ一ト二ノ「モル」比ノトキハ食鹽ノ第一及第二反應カ共ニ大ナラサルコトニ歸スヘシ一般ニ第二反應カ食鹽含有量ニ比例シ且溫度及時間ニ比例スルコトヲ視ルトキハ實驗第一〇ヨリ結論シ得タル想定ヲ事實ニ於テ肯定シ得ルコト明ナリ。

ヲ半減スルコトハ左程困難ニアラサルカ如シ此損失カ此方法ノ工業的可能度決定上ノ一因數タルヘク之ニ關シテハ他日更ニ多數ノ材料ヲ用キテ得ヘキ實驗結果ニ依リ報告スルノ期アルコトシ。

結論

一 實驗ニ依レハ粘土、食鹽及ヒ過熱蒸氣間ノ反應ハ約三九五—四〇〇度ニ始マリ七〇〇度マテハ其反應速度甚大ナラス八〇〇度ニ到リ活潑ナル進行ヲ爲シ爾後溫度ノ上昇ト共ニ益々盛ナリ。  
 二 炭素材料ノ附加ハ七〇〇—八〇〇度ニ於テ最モ有意義ナリ九〇〇—一〇〇〇度ニ於テハ其影響爾カ著シカラス(然レトモ尙炭素材料ナキトキノ二—三倍ノ反應速度ヲ有ス)食鹽ノ酸化ニ因ル損失及第二反應(即チ食鹽蒸氣トノ間ニ於ル)ヲ七五〇—九三五度ノ範

H 三	四一・八	五九・五	二二・六	三〇・二
H 四	四九・一	六五・二	一四・八	三四・三
B 一五	三四・二	七八・一	五・七	一八・五
B 二〇	二・四五	七六・一	三・三	三・二
G 二	三・〇	四六・二	負一・八	三四・二
G 三	四・〇	五七・一	〇・一	四〇・九
G 四	四・七	四四・五	二・九	三四・八

ニ對スルヨリモ寧ロ酸ノ純度ニ對シテ重大ナルコトヲ顧ミ第四三頁記載ノ事項ヲ以テ大略判定スルコトヲ得可シ。

複珪酸鹽ヨリ珪酸ヲ除去スルコト

「アルミニウム」工業ノ原料トシテ珪酸ノ存在ハ甚タ好マシカラサル所ナレハ此珪酸除去ノ工程ハ大ニ注目スヘキ所ナリ一九〇二年アドルフカイゼル氏ハ複珪酸鹽ニ適當量ノ石灰ヲ混和シ之ヲ熱灼シテ後水ニテ處理スル方法ヲ發見シ製品トシテ耐水「セメント」及曹達「アルミネート」溶液ヲ得タリ其他余ハ定性的ニ酸度瓦斯中ノ亞硫酸ヲ利用シテ明禁ト珪酸トニ分離シ得ラル、コトヲ研究セルモ其結果ハ他日ニ譲リ茲ニハ單ニカイゼル氏法ニ就キテ實驗ノ結果ヲ示スニ止メントス尙「CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>」系ニ關シテハ豫報的ナルモ一九一一年シエフアード及ランキン兩氏ノ研究ヲ參照スヘシ。

「アルミナ」二五・九七% 珪酸三〇・五二% 酸化「カルシウム」〇・三八% 「アルカリ」(Na<sub>2</sub>O)差)四三・一三% 「モル」比(一ト二・〇二ト二・六八)

溫度ニ熱シ冷却後水ニテ抽出ス、其得タル溶液ト殘留セル固體トハ共ニ適當ノ注意ヲ以テ分析ス其結果ハ左ノ如シ。  
 (一) 一〇〇〇度 四〇分  
 (二) 八五〇度 四〇分  
 (三) 七五〇度 四〇分  
 (四) 六〇〇度 四〇分



後ニ述フル理由ニ依リテ不可ナリトス、更ニ溶液ノ分析ノ結果ヨリ論スレハ(一)ニ於テハ珪酸ノ含有量僅ニ一・二五ニ過キス、温度ノ降下ト共ニ其量ヲ増加スレトモ極大値二・五ニ過キス此點ニ於テ此溶液ヲ第三工程ニ用ヒバイヤー氏法ヲ應用シ得ルヲ見ルヘシ、以上ノ外定性的實驗ニ依リテ次ノ諸項ハ直ニ歸納スルコトヲ得ヘシ。

一 複珪酸鹽ノ「アルカリ」含有量カ少ナキトキ其凝固温度ハ高カルヘク從テ此第二工程ノ反應ニ於テモ高温度ヲ要ス尙第一工程ニ於テ得タル複珪酸鹽ノ「アルカリ」含有量少ナルトキハ低温度ニテ此反應ヲ行ハント欲セハ曹達等ヲ加フルモ亦一方法ナラン。

二 複珪酸鹽中ノ珪酸ニ對シ石灰ノ過剰量ヲ用フルトキハ(イ)「アルミナ」ト化合シテ溶液中ニ進ムヘキ「アルミナ」ノ量ヲ減少シ(ロ)混和物ノ融點ヲ高クスヘシ。

三 複珪酸鹽中ノ珪酸ニ對シ石灰ノ量不足セルトキハ珪酸石灰ノ一部分カ溶液中ニ進入シ第三工程ニ於テ應用セラル、範圍以上ノ珪酸含有量トナルヘシ。

四 珪酸ノ過剰ナルトキ(イ)珪酸ハ更ニ「アルカリ」ト作用シテ硝子狀トナリ表面ヲ被ヒ水ニテ處理ハルトキ抽出ヲ困難ナラシムル

恐アルヘシ(ロ)「アルミナ」ニ化合シテ「アルミナ」ノ分離量ヲ減少ス。

故ニ以上ノ諸點ヲ考ヘ殊ニ石灰ノ量ハ嚴格ニ複珪酸鹽中ノ珪酸ニ對シテ「モル」比一ト二トノ割合ニ混和スルヲ要ス右ノ實驗ハ單ニ一種ノ原料ヲ用キタリ若シ夫レ此等三者ノ「モル」比ヲ異ニシ夫レ研究條件ヲ異ニスルトキハ其分裂の反應モ亦自ラ明了トナルヘキモ此等ニ關スル精細ナル研究ハ他日ニ譲リ茲ニ之ヲ省略セリ。

附言 カイゼル氏ニ依レハ反應後ノ石灰鹽中「アルミナ」量ハ二・三%「アルカリ」ノ量一・二%トアリ前記ノ結果ト大ナル差違アルヲ認メス。

### 三 曹達「アルミネート」液ヨリ「アルミナ」ヲ沈澱スルコト

此方法ニ就イテハ左ノ諸法アリ  
イ 炭酸瓦斯ヲ吹キ込ム方法  
ロ アルミナノ母粒ヲ用フル方法

今此兩者ヲ比較スルニ(イ)ハ比較的容易ニ其目的ヲ達スルヲ得レトモ高價ナル苛性鹽ヲ廉價ナル炭酸鹽ニ變スルニアレハ是レ明ニ工業ノ目的ニ反ス(ロ)ノ方法ハ既ニバイヤー氏ノ

特許ヲ得タルモノニシテ現ニ工業的ニ應用セラレツ、アルモノナリ依テ茲ニハ專ラ(ロ)ノ方法ニ依リテ實驗ヲ行ヘリ。

元來可溶性「アルミニウム」鹽類ノ溶液ニ安母尼ヲ加フルトキハ膠質沈澱ヲ生スルコトハ既知ノ事實ナルモ一八三三年ボンズドルフ氏ハ初メテ此溶液ヲ更ニ密閉器中ニテ苛性加里中ニ融カシ數日間放置シタルニ器底ニ粒狀沈澱ヲ認メ分析ノ結果水酸化「アルミニウム」 $Al(OH)_3$ ニシテ「アルカリ」ヲ含有セサルコトヲ確メ尙新ニ得タル沈澱物ハ常溫ニテ酸ニ犯サレサル事ヲモ試驗セリ一八六一年ミツヂエルリツヒ氏(13)ハ苛溶性「アルミニウム」鹽類ニ安母ヲ加ヘテ得タル「アルミナ」ハ永ク放置スルカ或ハ六〇度ニテ一〇時間又ハ一〇〇度ニテ半時間熱スルトキハ酸ニ對シ難溶ノモノトナリ分析ノ結果 $Al(OH)_3$ トシ尙之ヲ二六〇・三〇五度ニテ熱スルトキハ $AlO(OH)$ トナリタリト云ヘリバンド、セント、デル氏(一八五六)ハ二〇時間水浴上ニテ加熱シテ酸ニ難溶性ヲ帶ヒタル $Al_2O_3 \cdot 3OH$ ヲ得タリヴアソ、ペンメルン氏(14)ハ一八八二「ベリリウム」水酸化物ノ研究ニ依リテ $\alpha$ 形(膠狀)トシ形(粒狀)トシ存在ヲ認メ「アルミニウム」水酸化物ニ於テモ同一事實ノ存在ヲ指摘シ

形ヨリB形ニ轉移スルニハ單ニ水酸「イオン」トノ接觸ニ依リテ得ラルヘシトセリ、無水「アルミナ」ヲ永ク水中ニ放置スルトキハ $AlO(OH)$ ヲ作ルコトニ依リテ水酸「イオン」ノ影響ヲ受クルヲ見ルヘキナリ(15)

「アルミニウム」カ「アルカリ」液ニ溶解スルトキハ $AlO_2^-$ ノ式トナリ存在スルコトハカヴアツチー、ライト(16)プレスコット(17)ノイエス及ウイトネー(18)等ノ證明シタル所ナリ而シテ之ヲ十分ニ洗滌乾燥シテ更ニ之ヲ「アルカリ」ニ溶解スルトキハ $AlO_2^-$ 式ノ「イオン」ヲ生成スルコトハヘルツ(19)ホルボ

ルン及デイ(20)氏等ニ依リテ明ニセラレタリ、更ニデイ(21)ハンツシュ(22)氏ハ電導度測定ノ結果ヨリ推論シ $AlO_2^-$ 式「イオン」ハ不安定ニシテ何等認メ得ヘキ沈澱ヲ生セサル透明液ニ於テモ已ニ徐々ニ加水分解ヲナシ $Al(OH)_3$ 式ニ轉移スヘキヲ確メ「アルミナ」ノ大部分ハ膠質狀態ニ於テ液中ニ存在セルコトヲ證明セリ、之ヲ要スルニ「アルミニウム」水酸化物ハ酸トシテヨリモ寧ろ鹽基トシテ強ク隨テ「カチオン」トシテヨリモ「アニオン」トシテ僅ナル電氣的親和力ヲ有スルコトハ明カナル膠狀沈澱ヨリ轉移スルコトノ關係ニ就テハ未タ明快ナル證明アリタル

ヲ聞カス、蓋シ曹達「アルミネート」カ「アルミナ」ヲ「アルカリ」ニテ熔融スルトキハ必ス一方多少過不足ヲ生シ結晶狀ニ分離セラレ、コトナキカ故ニ精確ナル研究ヲ遂ケル能ハサルニ職由ス(23)サレハ此等ハ他日精確ナル研究ニ譲リ茲ニハ單ニバイヤー氏法カ如何ナル條件ノ下ニ於テ最良ニ應用セラル、カヲ研究セントス、バイヤー氏法トハ彼ボンズドルフ氏ニ依リ發見セラレタル新事實ニヨリ「ボーキサイト」ヲ「アルカリ」ニ溶解シテ之ヨリ純粹ナル「アルミナ」ヲ析出セシメ以テ「アルミニウム」金屬ノ電解法ニ使用スルモノナリ(6)デイツテ氏ハ一八九三年此方法ニヨリテ分離サレタル「アルミナ」 $Al(OH)_3$ ノ組成ヲ有シ「アルカリ」ニ對シテハ定量的ニ普通ノ「アルミナ」ト區別セラレ酸ニ對シテハ定性的差異ヲ示シ且前者ハ比較的結晶シ易キ傾向アリトナセリ、フランツ、ルツス(6)氏ハ此二種ノ「アルミナ」ニ就テ酸「アルカリ」ニ對スル溶解度ヲ比較シ且析離セル「アルミナ」ヲ六〇〇倍ノ顯微鏡ニテ檢視セルモ何等結晶形ヲ認メザリキト云フ、元來ボーキサイトノ精製法ニ就テハバイヤー氏法以外ニ種々アリ(24)最近ニ於テサアヘツク氏法モ亦漸ク學者ノ注目スル所トナレルモ現今工業的ニ行ハル、ハ殆トバ

イヤー氏法ナリトス、之ニ付テハ已ニフランツ、ルツス氏ノ研究アリ今回ノ實驗モ亦此ニ效ヒテ之ヲ爲スコト、セリ先ツバイヤー氏法ヲ應用スルニ方リ左記ノ諸影響ハ必ス看過スヘカラサルモノナリ。

(一)「アルカリ」ト「アルミナ」トノ「モル」比  
(二)濃度 (三)温度 (四)「オゾン」ノ添加ニヨル促進法(25) (五)加フヘキ母粒ノ狀態 (六)不純物ノ影響

就中理論上歸納シ得ラルヘキハ(一)ニアリテハ「アルミナ」ト「アルカリ」トノ比カ一ト一トニ近キ程夫レケ「アルミナ」分裂ニ於テ利益アルコト(二)ニアリテハ沈澱セルB形「アルミナ」ノ種々ノ濃度ノ「アルカリ」ニ於ル其溶解度ニヨリテ異ナル結果ヲ得ヘク(三)ニアリテハ水酸「イオン」ノ作用ニ基キ温度ノ高キ程可良ナルコト(四)ニアリテハ多少ノ效果アルヘキモ豫備試驗ニ於テ其效力甚タ顯著ナラス依テ全部此種實驗ヲ廢シタリ(五)ニアリテハ沈澱ニ依リテ得タル新鮮ナル水酸化物ハ熱灼シテ無水物トセルモノヨリモ優越セル結果ヲ與フルコト(六)ニアリテハ此場合存在ヲ考フヘキ不純物トシテ且「アルミニウム」電解法ニ於テ最モ嫌忌スヘキ不純物ハ珪酸ナレトモ此ハ已ニ第二ノ工程ニ於テ石灰ニヨリテ十分ニ除去シ得ヘケレ



ハ姑ク之ヲ考慮ノ外ニ置クモ敢テ不可ナカルヘキコト等ナリ、然レトモ右ノ條件ノ影響ヲ數字のニ明確ニ實驗セントテ次ノ方法ヲ用ヒタリ。

實驗ノ方法

「メルク」製最純ナル「アルミナ」ヲ苛性曹達ト共ニ「ニッケル」坩堝中ニ加熱シテ溶解シ其冷却後濾過シテ透明液トナシ比重計ニヨリテ種々ノ濃度ニ稀釋シ約二〇〇珣宛一様ノ「ピーカー」ニ入レ之ニ母粒ヲ添加シテ一定時間ヲ經過シタル後其溶液ヲシユライヘル及シユール濾紙(七種)ニテ濾過シ精密ニ五珣宛ヲ取り各溶液中ノ「アルミナ」ト「アルカリ」トノ比ヲ

求メ之ヨリ計算シテ分離セル「アルミナ」ノ量ト時間トノ表ヲ作レリ「アルカリ」ニ對スル硝子器ノ溶解度ハ別ニ定量セザリシモ長時間ノ經過ニ於テハ珣酸ノ溶解ヲ無視スルヲ得サレトモ以下ノ實驗ニ於テハ凡テ之ヲ考慮ノ外ニ置キタリ「アルミナ」ハ草野耕造氏(第一)第IV(佐藤貞造氏(第五)ノ定量セラレシモノアルカリハ濾過後直ニ自身ニ之ヲ行ヘリ「フェノルフタレン」ヲ指示藥トシ十分ノ規定鹽酸ヲ以テ滴定ス)唯温度及壓力ノ影響ヲ檢スルトキハ「オートクレイヴ」ヲ用ヒ容器ハ此場合止ムヲ得ス白金坩堝ヲ用フルコト、セリ勿論工業的ニハ鐵器ヲ用フ「アルミナ」ト「アルカリ」

トノ比ヨリ「アルミナ」ノ分離量ヲ計算スルニハ次ノ式ニ依レリ、初メノ兩者ノ比ヲ一トシトシ一定時間後ノ此比ヲ一トトスルトキハ溶液中ノ「アルミナ」ノ「アルミナ」ヨリ分離スル「アルミナ」ノ「アルミナ」數ハ左ノ式ニヨリテ得

$$\left[ \frac{1 + \left( \frac{b}{a} - 1 \right) \frac{t}{T}}{1 + \frac{b}{a}} \right] \cdot \frac{a}{a-b} = 1 : X$$

$$\therefore X = 1 - \frac{a}{b}$$

實驗第一 本實驗ハ適當濃度ノ溶液一定量ヲ一定ノ容積ヲ有スル「ピーカー」ニ入レ大氣中ニ放置シテ一定時間後ノ「アルミナ」ト「アルカリ」(Na<sub>2</sub>O)トノ「アルミナ」比ヲ求メタリ。

初比	比	五時間後
一・一三三	一・一三三	少シク混濁
一・一三三	一・一三三	結晶形沈澱少量
一・一三三	一・一三三	同右
一・一三三	一・一三三	膠狀沈澱極少量
一・一三三	一・一三三	ナシ

初比	比	五時間後
一・一三三	一・一三三	少シク混濁
一・一三三	一・一三三	結晶形沈澱少量
一・一三三	一・一三三	同右
一・一三三	一・一三三	膠狀沈澱極少量
一・一三三	一・一三三	ナシ

初比	比	五時間後
一・一三三	一・一三三	少シク混濁
一・一三三	一・一三三	結晶形沈澱少量
一・一三三	一・一三三	同右
一・一三三	一・一三三	膠狀沈澱極少量
一・一三三	一・一三三	ナシ

フ影響ヲ視ントセリ其結果ハ左ノ如シ。

供試材	初比	比	五時間後	母粒加入後約二時	母粒加入後約二〇分	第一回	第二回	第二回	第三回	第五回目
一	一・一三三	一・一三三	少シ混濁	少シ混濁	一・一三三	結晶狀沈澱	一・一三三	結晶狀沈澱	一・一三三	結晶狀沈澱
二	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右
三	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右
四	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右
五	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右
六	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右
七	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右
八	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右
九	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右
十	一・一三三	一・一三三	同右	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右	一・一三三	同右











24) Ch. Tech. d. Neuzel I. s. 476  
25) Friedrich Hirsch & Dr. Franz Russ: Öst. p. 2899, 1912

### 六 酪素下地試驗成績

工業試驗所技師 三山喜三郎  
工業博士 三山喜三郎

#### 一 緒 論

漆器製造ノ一工程タル塗下地ハ素地ト漆層トノ中間ニアリテ瘡目ノ發生ヲ防キ塗面ヲ堅硬ナラシムルヲ目的トスルモノニシテ漆器ノ耐久度ヲ左右スルノ力アルモノナルモ耐主堅牢ナル上地ヲ構成スルニハ多大ノ手數ト工費トヲ要シ然カモ外觀ヨリ其苦心ノ跡ヲ窺フニ由ナキヲ以テ價格ノ競争ヲ事トスル普通ノ商品ニアリテハ概ネ此工程ニ手抜キヲ爲シテ一時ヲ糊塗スルノ弊習アリ。

モノ多キハ遺憾ト謂フヘシ而シテ之カ原因タル主トシテ下地工程ノ復雜ニシテ費用多キニ歸スヘキモノナレハ之ヲ救済スルノ途ハ下地工費ノ節減ヲ圖ルノ外他ニ之ヲ求ムヘカラサルナリ。

本試驗ハ此種ノ要求ニ應セムカタメニ施行シタルモノニシテ酪素下地ト名クル耐久低廉ナル新種ノ塗下地ノ製法、應用、並ニ効力ヲ明カニシタルモノナリ。

#### 二 酪素糊即チ酪素溶液ノ製法

酪素ケージンハ牛乳ニ酸類ヲ加ヘテ製出セラレ、無色ノ粉末ニシテ水ニハ溶解セザルモノニシテ鹽基性ノ水溶液ニ溶解スルノ性アルヲ以テアムモニア水、石灰水、重土水、曹達溶液、礬砂溶液、水硝子溶液等ヲ用ヒテ溶液ヲ製出スルヲ常トス其用量ヲ例示スレハ左ノ如シ。

- 第 一 例 酪素 100 匁
- 第 二 例 酪素 100 匁
- 第 三 例 酪素 100 匁
- 第 四 例 酪素 100 匁
- 曹達灰 六乃至七匁
- 消石灰 四乃至七匁

水 三九五匁 水 一四八匁

水 三〇〇乃至二五〇匁 水 四〇〇乃至二五〇匁

必要アルトキハ一旦煮熱スルヲ安全トス。

溶解ノ順序ハ前表ノ割合ニテアムモニア、石灰、重土其他ノ鹽基ヲ湯湯又ハニ溶解シ置キテ之ヲ濾シ此中ニ醇素ヲ加ヘテ約半時間攪拌スルモノトス然ルトキハ毫モ粒狀體ヲ殘サザル糊液ヲ得ヘシ湯湯ニ代フルニ冷水ヲ以テスレハ溶解緩慢ニシテ一時間内外ノ攪拌ヲ要スルコトアリ又石灰ヲ用ヒテ酪素ヲ溶解スルトキハ溶液濃稠トナリ且ツ溶解者シク緩慢トナル。

土ハ石灰ト缺點ヲ同シクシ曹達其他ノモノハ生成皮膜稍々軟弱ナリ。

酪素下地ニフォルマリン水ヲ上引スルニ當リフォルマリン水ノ効力ト其稀釋程度トノ間ニ重大ノ關係アルコトヲ發見シタルヲ以テ前後數回ノ實驗ニヨリテ兩者ノ關係ヲ攷究セリ即チ硝子面並ニ素地面ニ塗布セル酪素下地ニ〇〇〇酪素二五〇アムモニア水三七、ニ濃度五水一六二、五ヲ混ジタルモノ。

#### 三 ふるむりん水ノ濃度

酪素下地ニフォルマリン水ヲ上引スルニ當リフォルマリン水ノ効力ト其稀釋程度トノ間ニ重大ノ關係アルコトヲ發見シタルヲ以テ前後數回ノ實驗ニヨリテ兩者ノ關係ヲ攷究セリ即チ硝子面並ニ素地面ニ塗布セル酪素下地ニ〇〇〇酪素二五〇アムモニア水三七、ニ濃度五水一六二、五ヲ混ジタルモノ。

### りまるおふ

試験番号	フォルマリソノ濃度	泥狀酪素地ニ對スルフォルマリソノ歩合	熱湯浸漬及沸煮試験	沸煮後ニ於ル下地層表面ノ濕布摩擦試験	沸煮後ニ於ル下地層裏面ノ濕布摩擦試験	堅牢度等級
一	三〇倍液	一一	熱湯ニテ忽ニ剝脫ス	頗ル着色ス	沸煮後ニ於ル下地層裏面ノ濕布摩擦試験	九
二	二五倍液	一一	同 前	同 前	(熱湯ニテ忽ニ剝脫ス)	九
三	二〇倍液	一一	熱湯ニテ所々剝脫ス	同 前	著シク着色シ崩潰ス	八
四	一五倍液	一一	沸煮スルモ剝脫セズ	僅ニ着色ス	僅ニ着色ス	五
五	一五倍液	一〇・五	同 前	同 前	頗ル着色ス	六
六	一五倍液	九	同 前	同 前	著シク着色ス	七



### 表較比力効ん

一三	一〇	七	九・六	同前	着色ナシ	殆ト着色ナシ	三
一四	一一	八	八・四	同前	着色ナシ	僅ニ着色ス	五
八倍液	一〇倍液	一二倍液	七・二	同前	殆ト着色ナシ	僅ニ着色ス	六
七	八	九	同前	着色ナシ	着色ナシ	殆ト着色ナシ	一
六	七	八	同前	殆ト着色ナシ	同前	殆ト着色ナシ	二
同前	同前	同前	同前	着色ナシ	着色ナシ	殆ト着色ナシ	四
同前	同前	同前	同前	着色ナシ	着色ナシ	殆ト着色ナシ	一

備考 一、フォルマリンノ濃度欄ニ三〇倍トアルハ藥局方フォルマリンニ二九倍量ノ水ヲ混ジタルモノナリ。  
二、濕布摩擦試験ハ沸煮一時間ノ後下地層ノ表面及裏面ヲ濕ヒタル白色綿布ニテ摩擦シ低粉ノ剥落ニヨリテ布面ノ着色セラル、程度ヲ比較シタルモノトス。

上表中五號ト一二號トハ上引フォルマリンノ正味分量ヲ同ジウスルモ前者ノ堅牢度ハ後者ニ及バズ又四號、七號及一一號ハ相互ニフォルマリンノ正味ヲ同ジウスルモ其堅牢度ニハ明白ナル等差アリテ一一號、七號及四號ノ順序ヲナセリ、此等ノ事實ハ酪素下地ニ對スルフォルマリンノ効力ガ濃度ノ高キ程大ナルコト換言スレバ稀薄液トシテ多量ニ用フルヨリ濃厚液トシテ少量ニ用フル方ガ効且ツ經濟的ナルコトヲ證明スルモノナリ。

上ノフォルマリンハ表面ニ停滯スルカ或ハ空シク素地中ニ吸收セラル、モノナルヲ以テ酪素下地ニ上引スベキフォルマリンノ濃度ハ下地ノ六乃至九%ニシテ充分之ヲ硬化シ得ベキ程度ノモノトセザルベカラズ、上表中此條件ニ合スルハ八號、一〇號、一一號、一二號、一三號及一四號ノ六種ナルガ故ニフォルマリンノ濃度ハ八乃至一二倍液ヲ適當トシ就中一〇倍液ヲ以テ實用上最モ便利ナルモノトス。

五倍以上ニ稀釋スルコトハ嚴重ニ之ヲ避クベシ又下地ノ乾燥充分ナラザル間ニフォルマリナ上引シ若クハフォルマリン水ノ發散シ盡サル間ニ水研ヲ行フトキハ著シクフォルマリンノ効力ヲ減殺シ下地ノ下層ヲ薄弱ナラシムルモノナルガ故ニフォルマリンノ上引ハ下地付ヨリ少クモ四時間ノ後ニ於テ水研ハ上引ヨリ少クモ四時間ノ後ニ於テスルヲ安全トス。

### 四 堅地、錆地及膠地ニ代用スベキ酪素下地

堅地、錆地及膠地ニ代用スベキ酪素下地ノ調製ニハ酪素ノ三・五倍糊又ハ四倍糊ニ水其他ノ調剤物二・五分又ハ三・七分用ヒ下地粉一〇〇分ヲ混合シタルモノヲ用ヒ下地粉一〇〇分ニ付酪素一五乃至三〇分トナル様調合スル

ヲ適當トス、調剤ノ割合ハ用途及季節ノ異ナルニ從テ多少ノ酌量ヲ加フヘキコト勿論ニシテ耐久堅牢ヲ主トスルモノニハ酪素ヲ増加シ又冬季ニハ夏季ヨリモ水量ヲ増加シテ其粘度

ヲ緩和スルヲ要ス、試ニ冬季ノ使用ニ適當ナル調剤割合ヲ例示スレハ左ノ如シ。

### 例合調地下素酪

下地	種類	下地粉	酪素	アムモニ	水	フォルマリ
代上堅地	酪素上堅地	地粉	一〇〇	四五	一三五	二一〇
代並堅地	酪素並堅地	地粉	一〇〇	三五・五	一一七・二・五	二〇〇
代上錆地	酪素上錆地	水	一〇〇	三七・五	一一六・二・五	二〇〇
代並錆地	酪素並錆地	水	一〇〇	三〇	一〇三・〇	一八〇
代膠地	酪素野地	水	一〇〇	二二・五	八九七・五	一六〇

備考 夏季ハ酪素四倍ノ代リニ三・五倍糊ヲ用ヒ春秋ハ其中間ノモノヲ用フヘシ。下地調製ノ順序ハ地粉、低粉等ノ下地粉一〇〇分ニ水四五〇乃至四七〇分ヲ加ヘテ練リ潰シタル後酪素糊三・五倍又ハ四倍糊ヲ混和シ必要ノ場合ニハ更ニ適當ノ水ヲ加フルモノトス刻苧、胡粉其他ノ下地粉ヲ混合スル場合ニモ之ニ準ス。

索地面ニ下地付ヲ行フニハ先ツ損所及接目ニ刻苧漆刻苧ヲ施シタル後、普通ノ塗付法ニヨリテ二、三回下地ヲ施スヘシ此下地ハ水分サヘ散失スレハ次回ノ地付ケヲ行フコトヲ得、地研キ亦至テ容易ナルカ故ニ堅地及錆地ニ比スレハ迅速ニシテ手数著シク簡易ナリ。

堅實ナル漆器ノ塗下地ニ見ルカ如ク初メノ一、二回ニ地粉ヲ用ヒ次回ニ切り粉トシテ混和シ、最後ニ錆ヲ使用スルコトハ酪素下地ニアリテモ亦良好ノ方法トス。斯クテ塗リ重ねタル塗下地ハ其マニテハ耐水性ニ乏シキヲ以テ比上ニフォルマリン水ヲ



上引シテ不溶性ノ化合物トナシ耐水堅牢ノ下地ヲシムルヲ要ス上引キニ用フルフォルマリンノ水ノ濃度ハ一〇倍液即チ藥局方フォルマリン一〇匁ニ水一〇〇匁ヲ加ヘテ一二〇〇匁ニ升トシタルモノヲ適度トス之ヨリ濃厚ナルハ差支ナキモ稀薄ナルハ著シク下地層ヲ軟弱ナラシムルヲ以テ一五倍以上ニ稀釋スルコトハ嚴ニ之ヲ避クヘシ。

フォルマリリン水ハ故ラニ鼻ヲ接シテ嗅キ入ルルトキハ刺激性ノ臭ヲ有スルモ七、八寸ヲ隔ツルトキハ殆ド之ヲ感ゼザルモノナルガ故ニ長キ大刷毛ヲ用ヒ且ツ廊下又ハ室外ニテ上引ヲ行フヲ便トス、多數ノ器物ヲ製出セントス

ル場合ニハ器物ノ太サニ適應セル有蓋ノ槽中ニフォルマリリンヲ入レ置キ少シク離レタル位置ヨリ下地付ノ器物ヲ順次ニ三分間位ツム浸漬スベシ、然ルトキハ毫モフォルマリリンノ臭ヲ感ルコトナクシテ敏速ニ上引ヲ進行セシムルコトヲ得ルナリ。

下地層ニ吸收セラレタルフォルマリリン水ハ酪素ト化合シテ不溶性ノ物質ヲ生成スルガ故ニ上引ヲ行ヒタル下地ハ殆ドフォルマリリンノ臭氣ヲ有スルコトナシ。

フォルマリリンノ上引ハ下地付ヨリ四時間以上ヲ隔ツルコトトシ充分ニ水分ヲ乾燥シテフォルマリリンノ滲入ヲ確實ナラシムルヲ要ス、又

フォルマリリンノ作用ハ水分ノ發散シ終ル時機ニ於テ著大ナルモノナルヲ以テ上引ノ充分ニ乾燥セザル間ハ水研ヲ行フベカラズ、乾燥ノ時間ハ濕氣少キ室内ニテハ三時間内外ナルモ濕氣多クハ半日以上ヲ要スルガ故ニ上引ヨリ水研マデニ四時間以上ヲ隔ツルヲ安全トス、乾燥ノ充分ナラザル間ニ水研ヲ行フトキハ著シク下地ノ耐水ト耐久度トヲ減少スベシ。

本法ノ酪素下地ト堅地、錆地及膠地トノ工費ヲ比較センガタメ下地粉一〇〇〇匁ヲ練リ合スニ必要ナル材料費ヲ比較スレバ左表ノ如シ(材料價格ハ凡テ平時ノ相場ニヨル)

酪素下地及堅地材料費比較表

第一表		第二表	
代上	代下	代上	代下
堅地	堅地	錆地	錆地
地粉	一〇〇〇匁	地粉	一〇〇〇匁
酪素	三〇〇	酪素	二五〇
アムモニア水(藥局方)	四五	アムモニア水(藥局方)	三七・五
フォルマリリン(藥局方)	二一	フォルマリリン(藥局方)	一八
計	六八・九	計	五五・九
代上	代四	代上	代三
堅地	一四錢目	錆地	一〇錢目
生漆	一八錢度	生漆	一八錢度
粉	一〇〇〇匁	粉	一〇〇〇匁
計	三五〇	計	三五〇
代上	代四	代上	代三
堅地	一四錢目	錆地	一〇錢目
生漆	一八錢度	生漆	一八錢度
粉	一〇〇〇匁	粉	一〇〇〇匁
計	三五〇	計	三五〇

酪素下地及錆地材料費比較表

第二表		第三表	
代上	代下	代上	代下
錆地	錆地	膠地	膠地
地粉	一〇〇〇匁	地粉	一〇〇〇匁
酪素	二五〇	酪素	一五〇
アムモニア水(藥局方)	三七・五	アムモニア水(藥局方)	一五〇
フォルマリリン(藥局方)	一八	フォルマリリン(藥局方)	一六
計	五五・九	計	三八・五
代上	代三	代上	代二
錆地	一〇錢目	膠地	一〇錢目
生漆	一八錢度	生漆	一八錢度
粉	一〇〇〇匁	粉	一〇〇〇匁
計	三五〇	計	三八・五
代上	代三	代上	代二
錆地	一〇錢目	膠地	一〇錢目
生漆	一八錢度	生漆	一八錢度
粉	一〇〇〇匁	粉	一〇〇〇匁
計	三五〇	計	三八・五

酪素下地及膠地材料費比較表

第三表		第四表	
代上	代下	代上	代下
膠地	膠地	不溶性膠地	不溶性膠地
地粉	一〇〇〇匁	地粉	一〇〇〇匁
酪素	一五〇	酪素	一五〇
アムモニア水	一五	アムモニア水	一五
フォルマリリン	一六	フォルマリリン	一六
計	三八・五	計	四〇・三
代上	代二	代上	代一
膠地	一〇錢目	不溶性膠地	一〇錢目
生漆	一八錢度	生漆	一八錢度
粉	一〇〇〇匁	粉	一〇〇〇匁
計	三八・五	計	四〇・三
代上	代二	代上	代一
膠地	一〇錢目	不溶性膠地	一〇錢目
生漆	一八錢度	生漆	一八錢度
粉	一〇〇〇匁	粉	一〇〇〇匁
計	三八・五	計	四〇・三

上表ニヨレハ酪素野地ノ材料費ハ薄弱劣等ナル膠地ト伯仲シ不溶性膠地ヨリ低廉ニシテ堅地及錆地ニ比スレバ僅ニ六分一内外ニ過ギズ加



之、酪素下地ハ地付ノ工合良好ニシテ乾燥迅速、研磨容易ナルガタメニ手数ノ省略亦著大ナルモノアリテ費ノ低廉ナルニ於テ他ノ下地

ノ到底企及スル所ニ非ザルナリ本法ノ酪素下地ト從來ノ下地ト同一ノ手板ニ施シタルモノニ就キ先ツ一時間ノ沸煮ヲ行ヒテニ濕布

摩擦及水研ヲ行ヒ、別ニ各種下地ノ吸水歩合ヲ測定シテ其耐久度ヲ比較シタニ其成績左表ノ如シ。

表較比度久耐地下塗

番號	塗下地ノ種類	下地配合割合	沸煮試驗	沸煮後ニ於ル下地面ノ濕布摩擦試驗	沸煮後ノ研ギ味	下地ノ吸水歩合等級
一	酪素上堅地	地粉一〇〇、酪素三〇	剝脱セズ	着色ナシ	上堅地ヨリ堅ク殆ト極上堅地ニ等シ	二六
二	酪素並堅地	地粉一〇〇、酪素二五	同前	殆ト着色ナシ	堅サ上堅地ニ等シ	二五・八
三	酪素上銷地	砥粉一〇〇、酪素二五	同前	着色ナシ	上銷地ヨリ堅ク殆ト極上堅地ニ等シ	二〇・五
四	酪素並銷地	砥粉一〇〇、酪素二〇	同前	僅ニ着色ス	並銷地ヨリ堅ク殆ト上銷地ニ等シ	一九
五	酪素野地	砥粉一〇〇、酪素一五	同前	頗ル着色ス	並堅地ニ等シ	二四・一
六	極上堅地	地粉一〇〇、生漆六五	同前	着色ナシ	最モ堅シ	二二
七	上堅地	地粉一〇〇、生漆五五	同前	僅ニ着色ス	酪素上堅地ト酪素並銷地ノ間ニアリ	二六・五
八	並堅地	砥粉一〇〇、生漆四五 新粉五	剝脱セズ 多少軟化	頗ル着色ス	酪素並堅地ヨリ軟ク酪素野地ニ等シ	二八
九	上銷地	地粉一〇〇、生漆五〇	剝脱セズ	殆ト着色ナレ	酪素上銷地ト等シク上堅地ヨリ堅シ	一八・三
一〇	並銷地	砥粉一〇〇、生漆四〇	剝脱セズ 多少軟化	頗ル着色ス	酪素並銷地ニ劣リ僅ニ並堅地ヨリ堅シ	一八・八
一一	不溶性膠地	砥粉一〇〇、膠一五	軟化シ局 部剝脱ス	著シク着色ス	遙ニ酪素野地ヨリ軟シ	二四
一二	膠地	砥粉一〇〇、膠一七・五	全部溶解 剝脱ス			四八

備考

一 下地ハ地粉又ハ砥粉ヲ少量ノ水ニテ練リ漬シタル後、酪素糊、上支那生漆、新粉糊、膠液等ヲ混合シ適量ノ水ヲ加ヘテ造リタルモノトス。

二 素地ニハ朴製手板ヲ用ヒ下地ノ吸水歩合試驗ニ限リ硝子板ヲ使用セリ。

三 酪素下地ハ充分乾燥ノ後フタルマリン一〇倍液ヲ上引セリ。

四 堅地ニハ地粉一〇〇分ニ生漆約四五分ト新粉約二二五分トヲ混合シ特ニ堅牢ヲ要スル場合ニ限リ新粉糊ヲ全廢シテ生漆ヲ增加スルヲ通例トス、故ニ表中ニハ前者ヲ並堅地、後者ヲ上堅地及極上堅地ト稱セリ。

五 吸水歩合ハ硝子板ニ塗リタル下地ヲ二四時間冷水ニ浸漬シ之ヨリ生シタル重量ノ増加ヲ秤リテ算出セリ。

向ホ酪素銷地ヲ椽材ノ椽素地ニ施シ製漆ヲ塗リタルモノヲ連日食膳ニ用ヒテ實地使用試驗ヲ行ヒタルニ使用一〇月ニ及フモ毫毛剝脱ノ傾向ヲ示サス日用飲食器トシテ充分ニ實用ニ耐フルモノナルコトヲ確メタリ。

五 澁地ニ代用スベキ酪素下地

澁地ハ柿澁ヲ主成分トスル塗下地ニシテ最も廣ク澁器製造ニ應用セラレ價格ノ廉ナル割合ニ耐久性ニ富ムモノナルカ今回澁ニ代フルニ

酪素糊即チ酪素溶液ヲ以テシテ一層耐久度ヲ増進シ然カモ著シク工費ヲ節約シ得ヘキコトヲ發見セリ。

澁下地ノ缺點タル瘡目ハ前章ニ述ヘタル酪素下地ヲ代用スルコトニヨリテ之ヲ防止シ得ヘキヲ以テ茲ニハ瘡目ヲ厭ハサル普通ノ澁地物ニ代用スヘキ酪素下地ヲ説明スヘシ。

本法ニ用フル酪素糊液ハ酪素ノ一六倍溶液即チ酪素一〇〇分、アムモニア水一五分及水一四八五分ヨリ成ルモノヲ適當トシ下地付ハ先ツ酪素糊液ト地炭粉末トノ混合物ヲ塗リテ乾

酪素下地及澁地比較表

酪素	澁
一 地炭付 酪素糊液五分地炭一分ノ混合物ヲ塗ル	一 地炭付一通 生漆六分地炭一分ノ混合物ヲ塗ル



二	松 煙 研	酪素糊液五分松煙一分ノ混 合物ヲ注キテ研磨ス	二	同	前 二 遍
三	木 賊 磨	乾キタルマ、木賊ニテ磨ク 損傷ノ箇所ヲ錆地又ハ酪素 錆地ニテ繕フ	三	漆 研	生漆ヲ注キテ研磨ス
四	傷 見	酪素糊液ヲ注キテ研磨ス	四	松 煙 研	生漆九分松煙一分ノ混合物 ヲ注キテ研ク
五	研 返 シ	酪素糊液ノミヲ塗ル	五	漆 引	生漆ノミヲ塗ル
六	引 掛	酪素糊液ノミヲ塗ル	六	傷 見	損傷ノ箇所ヲ錆地ニテ繕フ
七	上 引	一〇倍フォルマリン水ヲ引	七	研 返 シ	生漆ヲ注キテ研ク
			八	引 掛	生漆ノミヲ塗ル

主材料費

吸物桶(加賀丸)一二〇人前ニ付  
一六倍酪素糊液一升代金五錢地炭八〇匁代金一  
七錢、松煙二〇匁代金三錢、藥局方フォルマ  
リン四八匁代金一四錢合計一五錢

主材料費

吸物桶(加賀丸)一二〇人前ニ付  
生漆一升二合五匁代金三七五錢地炭八〇匁代金  
一七錢松煙二〇匁代金三錢合計四二六錢

即チ酪素炭地ハ溢地ニ比シテ工程ノ簡易ナル  
ノミナラス主材料費ニ於テモ溢地ノ四分一ニ  
過キサルカ故ニ溢地中ノ最低廉ナルモノダ  
ルハ固ヨリ論ヲ俟タサル所トス、尙ホ酪素地  
ノ溢地ニ比シテ便利ナル點三アリ、主材料タ  
ル酪素ノ固形體ナルコト、生漆ノ如キ變質ノ  
憂ナキコト及ヒ溶解ノ際、隨意ニ其濃度ヲ變  
更シ得ルコト即チ之ナリ此三點ハ貯藏、運搬  
及使用ノ上ニ便益ヲ與フルコト鮮少ナラサル  
モノナリ。

本法ノ酪素炭地ト溢地ト同一種ノ純漆地ニ  
施シ前章ノ比較試驗ニ準シテ沸煮試驗、濕布  
摩擦試驗及實地使用試驗ヲ行ヒタルニ何レノ  
試驗ニ於テモ酪素地ノ方邊ニ溢地ニ優リ充分  
實用ニ耐フルコトヲ認メタリ。

六 結 論

酪素下地ハ酪素溶液ヲ主劑トシテ構成シタル  
薄層ニ、フォルマリンヲ作用セシメテ耐久堅  
牢ノ物質ニ變セシムルヲ特色トスルモノナル  
カ其材料費ハ最廉ナル膠地ト相同シク不溶製  
膠地ヨリモ稍々廉ニシテ堅地及錆地ノ六分一  
溢地ノ四分一ニ過キス即チ現今ニ於ル溢地  
中ノ至廉ナルモノニ屬シ然カモ其耐久度ハ溢  
ニ溢地及並堅地ヲ凌駕シテ上堅地及上錆地ト  
比肩スルニ足リ最高價ナル極上堅地ヲ除クノ  
外ハ之カ右ニ出ツルモノナキノ好成績ヲ示セ  
リ。

スルノ特性ヲ有スルガ爲メニシテ膠及豆汁ノ  
如キ化學的成分ノ近似セルモノト雖モ實際ノ  
耐久度ニ於テハ酪素ニ及バザルコトヲ實驗セ  
リ。  
是ニ由テ之ヲ觀レハ酪素下地ハ(一)工費ノ至  
廉ナルコト(二)耐久度ノ大ナルコト(三)運  
搬、貯藏及用法ノ簡易ナルコトノ三點ニ於テ  
從來ノ溢地ニ卓越シ從テ廉價ノ裝飾漆器並  
ニ輸出漆器ハ固ヨリ一般日用漆器ニ適切ナル  
理想的ノ溢地ナリト謂フモ敢テ過言ニ非ザ  
ルヲ信ズ。

七 漆工工程短縮試驗成績

工業試驗所技師 三山喜三郎  
工學博士 澤口悟一  
同 技手 澤口悟一

一 流シ掛ケ下地及浸漬下地

塗下地ノ精成ハ漆器製造ノ工程中最モ手数ヲ  
要スル部分ニシテ木筵ハ刷毛ニテ粘糊ナル下  
地料ヲ塗布スルコト數回ノ後之ヲ研磨スルモ  
ノナルヲ以テ勞多クシテ然モ下地層ノ厚薄ヲ  
一様ナラシムルヲ得ス從テ工業的ニ多數ノ製  
品ヲ出スカ如キハ殆ト不可能ナルノ憾アリ故

ニ粘糊ナル下地料ヲ稀釋シテ流動性ヲラシメ  
流シ掛ケ又ハ浸漬ノ手段ニヨリテ簡易迅速ニ  
均齊ナル下地層ヲ全面ニ作成スルノ途ヲ開カ  
ント欲シ本試驗ヲ施行セリ。  
下地料ノ稀釋劑トシテハ水、松精油其他ノ揮  
發性溶劑ヲ攪用シ流シ掛ケ及ヒ浸漬ニ最モ便  
利ナル程度ニ下地料ヲ稀釋セリ此等ノ稀釋劑  
ハ下地料ノ流動ヲ容易ナラシムルノミナラス  
其器物面ニ附着シタルノ後速ニ發散シテ下地  
ノ乾燥ヲ促進シ内外全面ニ均齊ナル下地層ヲ  
構成セシムルノ効アルヲ以テナリ下地ノ稀釋  
劑ハ酪素下地ニアリテハ水ヲ最良トシ錆地及  
堅地ノ如キ生漆ヲ配合セルモノニアリテハ松  
精油ヲ最モ適當トス稀釋ノ程度ハ下地料ノ器  
物面ニ流下シ得ル範圍ニ於テ成ルヘク濃稠ナ  
ラシムルヲ要ス其割合例ヲ示スレハ次ノ  
如シ。

- (一) 酪素堅地  
地粉 一〇〇〇匁、  
酪素 二五〇匁、  
アムモニア水(藥局方) 三七五匁、  
水 一五六二・五匁(三升三合弱)
- (二) 酪素錆地  
砥粉 一〇〇〇匁、  
酪素 二〇〇匁、  
アムモニア水(藥局方) 三〇匁、  
水 一五七〇匁(三升三合弱)
- (三) 錆地  
砥粉 一〇〇〇匁、  
生漆 五〇〇匁、  
松精油 六〇〇匁、  
地粉 一〇〇〇匁、  
生漆 七〇〇匁、  
松精油 五〇〇匁、
- (四) 堅地  
稀釋下地ハ稀釋ノ程度ヲ過ルトキハ平滑ニ漆  
地ニ附着セシムルコト能ハサルヲ以テ割合ノ  
分量ヲ嚴重ニスルヲ要ス、  
上述ノ稀釋下地ハ何レモ乾燥良好ニシテ堅地  
及錆地ノ如キモ一晝夜ノ後ハ水研キヲ行フヲ  
得ヘシ。



和シタル稀釋下地ニ就キ流シ掛ケ及浸漬下地ノ成績ヲ比較シタルニ左ノ如シ。

稀釋劑ノ種類	研磨シ得ルマテノ乾燥時間	塗 膚	堅 固	備 考
松 精 油	二 四 時 間	緻 密	堅 硬	
酒 精	二 八 時 間	普 通	普 通	
ベ ン ザ ー ル	四 〇 時 間	普 通	普 通	揮發速キニ過キ使用ニ便ナラス
樟 腦 赤 油	五 〇 時 間	普 通	普 通	乾燥速キニ過ク
片 腦 油	五 〇 時 間	普 通	普 通	乾燥速キニ過ク

水ニテ稀釋シタル錆地及堅地モ流シ掛ケ及ヒ浸漬ニ適セサルニ非ザルモ之ヨリ得タル下地ハ多孔質ニシテ且軟弱ナル歟アリ、乾燥後ニ生漆ヲ摺リ込ムモ充分ニ之ヲ堅實ナラシムルコト困難ナリ。

流シ掛ケ及浸漬下地ハ刮リ物、淺彫物其他複雑ナル形状ノ器物ニ應用シテ内外同時ニ下地付ケヲ行ヒ得ヘキノミナラス殆ト全ク研磨ノ手續ヲ要セスシテ平滑ナル下地層ヲ形成スルノ便アリ斯ノ如キハ普通下地ノ及ブヘカラサル所ニシテ之カ爲ニ製造能率ヲ増進スルコト鮮少ニアラサルナリ。

### 二 流シ掛ケ法及ビ浸漬法ニ依ル上塗

本法ハ上塗ニ於テ漆層ヲ均齊ナラシムルコト

ノ困難ヲ除去シ節拾ヒノ煩ヲ省略センカタメニ流シ掛ケ及ビ浸漬法ヲ上塗ニ適用シタルモノニ外ナラス。

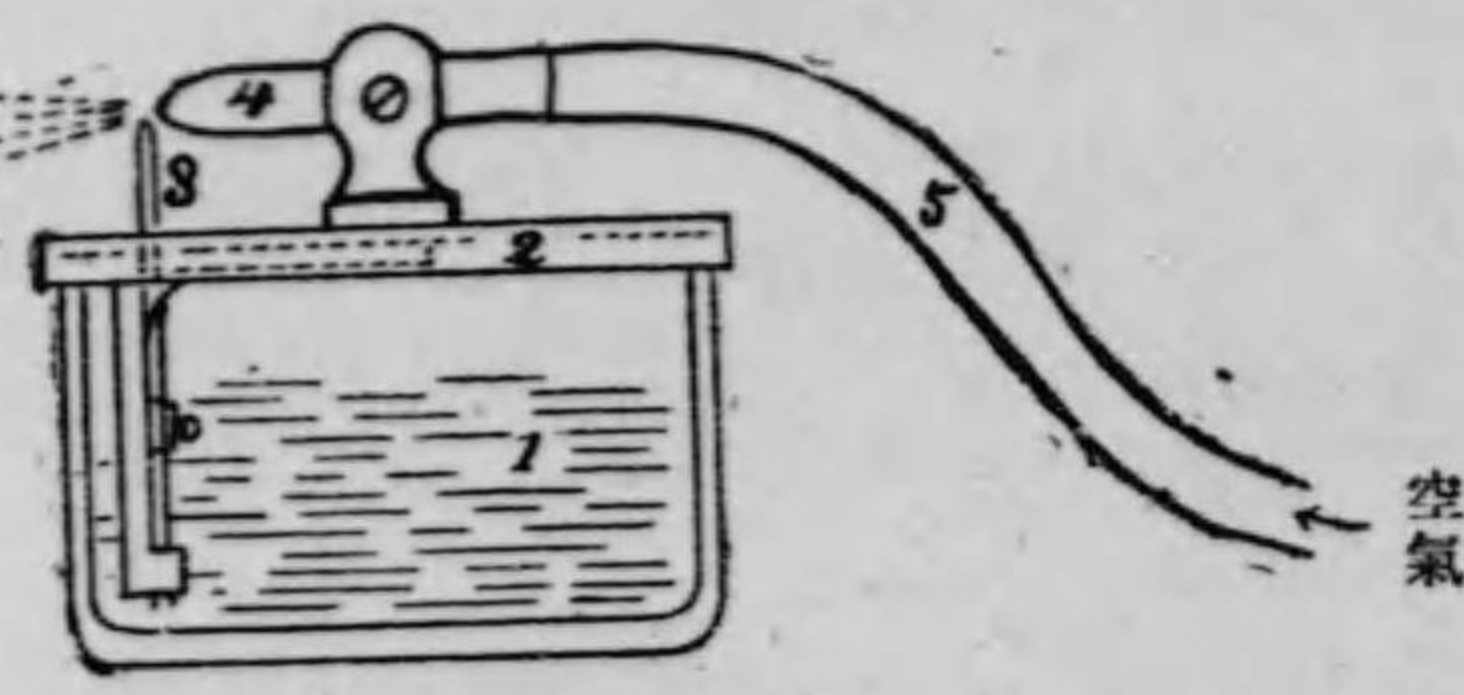
アセトンノ中何レカ最も適當セルヤヲ決セムカ爲メ各溶劑ヲ製漆ノ七割ツツ混シタルモノニ就キ塗漆試験ヲ行ヒタルニ其成績次ノ如シ。

製 漆	稀釋劑	乾燥度	光澤順位	順位	結節ノ有無	備考
花 塗 漆	ナ シ	一	一	一	有	刷毛塗
松 精 油	酒 精	二	二	二	無	流シ掛ケ
樟 腦 油	アセトン	三	三	三	無	同
同	同	四	四	四	無	同

右ノ成績ニヨレハ流シ掛ケ及浸漬法ノ稀釋劑トシテ適當ナルモノハ松精油ヲ最トシ酒精之ニ次ク此等ヲ應用セル浸漬塗ハ乾燥良好ニシテ塗膚、光澤共ニ何等ノ缺點ヲ示サルノミ

ナラス結節ノ少キ點ニ於テ遊ニ從來ノ刷毛塗ヲ壓倒スルモノアルカ故ニ精巧ナル花塗物ヲ製出スル上ニ於テ有力ナル方法ノ一タルヲ失ハサルヘシ。

本法ヲ行フニ當リテ注意スヘキコトハ松精油ノ精潔ニアリ廉價ノ松精油ヲ使用スルトキハ著シク乾燥ヲ遅緩ナラシムルノ虞アルヲ以テ松精油ノ如キ種類ノモノハ之カ使用ヲ避ケル



- 1 硝子製貯槽
- 2 金屬蓋
- 3 吸上ゲ管
- 4 吹付ケ管
- 5 導管

ヲ必要トス但シ漆塗物ニアリテハ乾燥劑ノ混和ニヨリテ多少此缺點ヲ捕フコトヲ得ヘシ。本法ヲ應用シテ吸物碗ニ黒漆ノ花塗ヲ行ヒ廻轉風呂内ニテ乾燥シタルニ光澤麗麗ニシテ毫モ結節ヲ生ゼズ蠟色塗ニ髣髴タルモノヲ得タ

吹キ付ケ法ハ噴霧器ヲ利用シテ漆汁ヲ器物面ニ吹キ付ケタルモノニシテ漆汁ノ用量ヲ節約シ全面ニ一様ナル薄層ヲ成生シ得ルノ便アリ、吹キ付ケ法ニ用フル噴霧器ハ隻手ニ攜帶シ得ヘキ小形ノモノニシテ其構造ハ大略上圖ノ如シ。

ニ入レ不規則ニ吹付ケ口ヲ動カシツ、漆汁ノ細霧ヲ噴出セシムルトキハ迅速且ツ巧妙ニ塗膚ナルばかし塗ヲ行フヲ得ベシ。

### 三 吹キ付ケ法ニヨル上塗

### 八 簡易乾漆製造法

吹キ付ケ法ニハ松精油、酒精其他ノ揮發性溶劑ニテ稀釋シタル製漆又ハ彩漆ヲ貯槽1ニ入レ送風機ヲ動カシテ吹付管4ノ尖端ヨリ風ヲ吹キ付ケタルモノトス然ルトキハ稀釋塗料ハ風力ノタメニ吸上管ノ頂上マデ吸ヒ上ゲラレ細霧トナリテ噴出スルガ故ニ斷ヘズ器物及噴霧器ノ吹付ケ口ヲ動カシテ全面塗料ヲ散布スルヲ要ス。

工業試驗所技手 澤口悟一  
從來ノ乾漆製造法ハ何レモ乾漆層ヲ作製スルニ十回以上ノ塗布 鋪地ニヨリ、噴地、要シ能ハサルヲ以テ多大ノ手数ト時日トヲ要ス加之彫刻物ニアリテハ原形破壞除去ノ際往々製品ヲ損傷シ形状複雑ナルモノニアリテハ數個ノ原形ヲ用ヒ各部分別製作シテ之ヲ組立ツルニヨリ接合部ニ噴ヒ違ヒヲ生シ補修ノ手数ヲ要スルノ缺點アリ。

吹キ付ケ法ヲ行フニハ松精油、酒精其他ノ揮發性溶劑ニテ稀釋シタル製漆又ハ彩漆ヲ貯槽1ニ入レ送風機ヲ動カシテ吹付管4ノ尖端ヨリ風ヲ吹キ付ケタルモノトス然ルトキハ稀釋塗料ハ風力ノタメニ吸上管ノ頂上マデ吸ヒ上ゲラレ細霧トナリテ噴出スルガ故ニ斷ヘズ器物及噴霧器ノ吹付ケ口ヲ動カシテ全面塗料ヲ散布スルヲ要ス。

本法ハ如上ノ缺點ヲ除去セントタメニ案出シタルモノニシテ(一)乾漆層作成ノ手数ヲ省略シ(二)剝離ノ際原形ヲ破壞スルヲ要セス(三)形狀ノ複雑ナルモノニアリテモ分割製作ノ煩ナク一舉シテ所要ノ乾漆層ヲ作製シ得ルノミナラス厚層ノモノト雖モ乾燥劑ノ混和ニヨリテ内部マテ充分ニ乾燥セシムルコトヲ得ルナリ  
本法ノ原形ハ石膏製又ハ素焼製トシ其内面ニ



砥粉又ハ一〇〇分及水六〇〇分ノ混合物ヲ吸  
取セシメテ薄層ヲ成生シ置クヘシ而シテ上ノ  
混合物中ニ少量ノ食鹽ヲ混和シ置クトキハ接  
觸部ニ於ケル生漆ノ固着ヲ防止スルコトヲ得  
ヘシ。

- 地粉 一〇〇ノ匁
- 生漆 七〇〇ノ匁
- 細末木粉 一〇〇ノ匁
- 石膏 一〇〇ノ匁
- コクソ綿 一二ノ匁
- 二酸化錳 三五ノ匁
- 水 一四〇〇ノ匁(二升九合)

複雑ナル形状ノモノニアリテハ右ノ混合物ヲ  
原型内ニ注入スルカ或ハ平面ノモノト等シク  
該混合物中ニ原型ヲ浸スヘシ然ルトキハ混合  
物中ノ水分ハ直ニ原型ニ吸收セラレ他ノ成  
分ハ原型面ニ止マリテ平等ナル乾漆層ヲ成生  
スヘシ而シテ乾漆層ノ厚薄ハ原型ト混合物ト  
ノ接觸時間長キ丈ケ厚層トナリ短キ程薄層ト  
ナルヲ以テ所要ノ厚サニ達スルニ及ヒ之ヲ中  
止シテ乾燥シ次ニ糊漆ヲ用ヒ布ヲ貼付シテ堅  
牢トナシ尙一層厚層ヲ要スルモノニハ再ヒ前  
法ヲ行ヒ二回目ニ布ヲ貼付シテ乾燥シタル後

### 九 漆風呂ノ廻轉裝置ニ就テ

工業試驗所技師 三山喜三郎  
工學博士

原型ヲ剝離スヘシ。  
斯クノ如クシテ剝離シタル表面ノ彫刻ヲ金銀  
鈔、彩漆等ニテ裝飾スルトキハ從來ノ高蒔繪  
ニ見サル雅趣ヲ呈スルヲ見ルヘシ。  
素焼製原型ハ多少漆汁ノ滲入スルコトアルモ  
之ヲ焼ケバ新製ノモノト同様トナルカ故ニ毫  
モ障害ヲ及ボサ、ルノ便アリ。  
本法ニ據ル乾漆製造ハ操作時間ヲ短縮シ形式  
ノ複雑ナルモノニモ容易ニ適用セラレ且ツ從  
來ノ乾漆製造ト異ナリ高蒔繪ノ如キ多大ノ時  
間ト努力トヲ要スルモノヲ乾漆層ト同時ニ製  
作シ得ルノ特長アリ從テ價格至廉ニシテ簡易  
迅速ニ多數ノ製品ヲ出スコトヲ得ヘシ。

漆器ノ製造法ニ於テ上塗乾燥ノ際塵埃ノ附着  
ヲ防止シ且ツ温度及湿度ヲ適順ナラシムル目  
的ヲ以テ普通ニ使用セララル漆風呂一名ハ手  
返シノタメニ引戸ヲ閉鎖シテ塵埃防止  
ノ目的ヲ以テ完ウシ得サルノミナラス多大ノ  
手数ヲ要スルノ不利アルカ故ニ之ニ代フルニ  
外部ヨリ全内容物ヲ廻轉シ得ヘキ改良廻轉風  
呂ヲ以テスルノ便利ナルコトハ曩ニ工業試驗

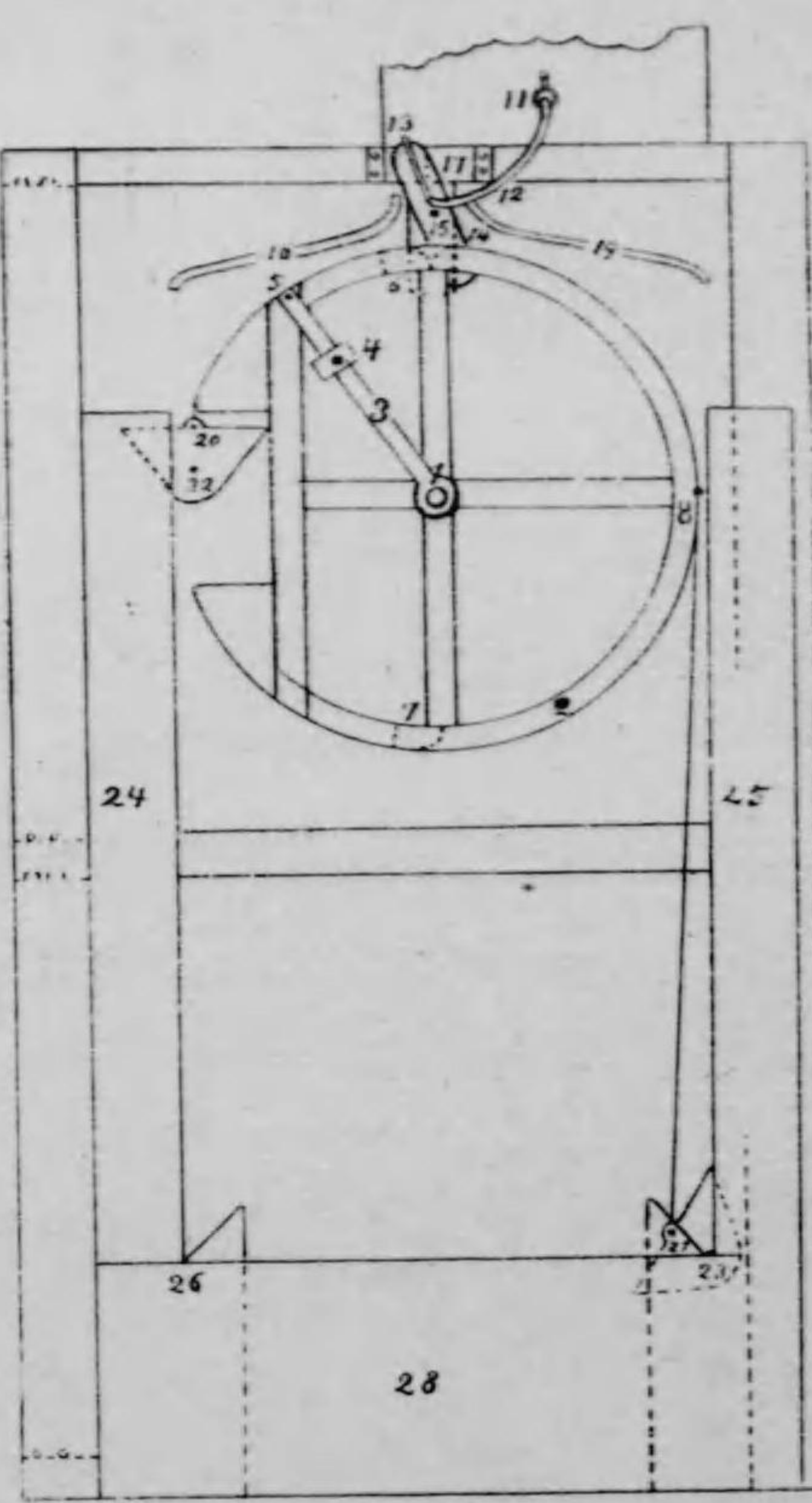
- 一 廻轉圓滑ニシテ内容物ニ振動ヲ與ヘサ  
ルコト。
- 二 一時間六、七回ノ割合ヲ以テ間歇的ニ  
上下顛倒シ度ヲ廻轉スルコト。
- 三 積込ニ輕重ノ變化ヲ生スルモ廻轉數ノ  
増減セサルコト。
- 四 積込ノ平均セサルトキ即チ重心カ廻轉  
軸ニ合セサル場合ニモ衝動其他ノ故障  
ヲ生セサルコト。
- 五 隨時廻轉ヲ中止シ得ルコト。
- 六 構造簡單ニシテ破損ノ憂ナク取扱方ノ  
容易ナルコト。

以上ノ條件ハ何レモ漆風呂ノ目的ヲ遂行スル  
タメニ必要缺クヘカラサルモノニシテ之ヲ具

備スルニ非サレハ實地ノ應用ニ於テ人力廻轉  
ト同一ノ効果ヲ生スルコト能ハサルモノト  
ス。

### 第一圖 廻轉裝置(十分一縮圖)

- 1 廻轉軸 2 車輪 3 重心調節器 4 分銅 5 重心調節器止メ 6 7 疣 8 9 鈎鉤固定點 10 調節器軸 11 からん 12 護管 13 配水管(銅製) 14 配水桿 15 配水桿廻轉軸 16 17 隣接漏斗 18 19 導管 20 21 バケツ手 22 23 バケツ軸 24 25 水避ケ 26 27 バケツ軸受ケ 28 排水受ケ



イ等ヲ組合セタル時計仕懸ハ管テ石用其他  
ノ地方ニ試ミラレタルコトアルモ積込物内容  
量ノ増減、重心ノ偏倚常ナキモノヲ一定ノ力

ニテ動かサシコトハ至難ニシテ廻轉ノ圓滑ヲ  
缺キ停滯、衝動ノ頻發ヲ免レサルノミナラス  
構造複雜ニシテ必要條件(一)(二)(四)(六)ニ

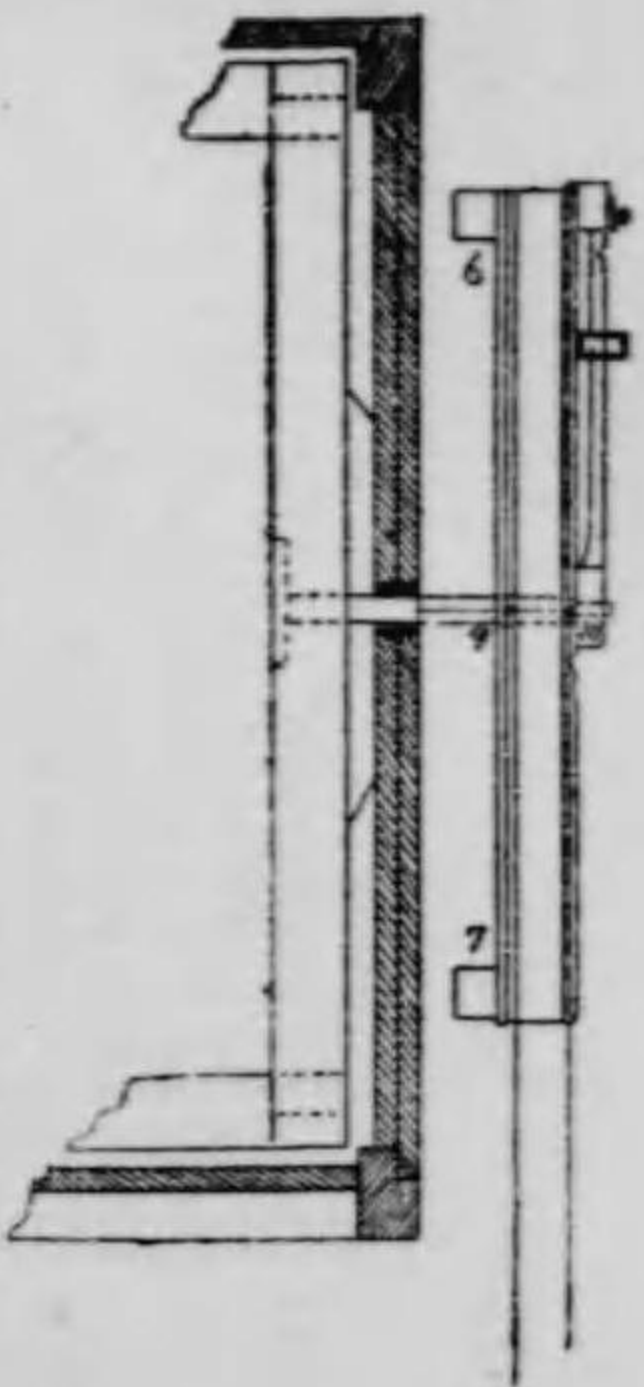
抵觸スルカ故ニ遂ニ成功ノ域ニ達セズシテ止  
メリ、電氣及瓦斯ヲ應用スルモノハ設備複雑  
ニシテ現時ノ漆器工場ニ相應セサルノミナラ  
ス時計仕懸ト全然同一ノ缺點ヲ有シ到底實用  
ニ供スルコト能ハサルモノトス、故ニ本試驗  
ニアリテハ僅少ノ水力ヲ利用スルノ方針ヲ採  
リ廻轉休止ノ間ニ集積セル落水ニヨリ間歇的  
廻轉ヲ起サシムルコト、シテ水車及之ニ類ス  
ル種々ノ裝置ヲ製造シ實地試驗ヲ行ヒタルニ  
幸ニシテ上述ノ條件ヲ具備セル左ノ廻轉ヲ創  
製スルヲ得タリ。

本裝置ノ構造上特ニ注意スベキモノ三アリ車  
輪ノ廻轉軸ニ重心調節器ヲ備ヘ風呂内ノ積  
込物ノ不平均ヲ調節スルコト其一ナリ、車輪  
ノ直上ニ隣接漏斗16 17 及特殊ノ配水桿14 アリ  
車輪ノ一轉(一八〇度)ノ廻轉ヲ毎ニ車輪表面ノ  
疣6 7ニ觸レテ左ヨリ右ニ、或ハ右ヨリ左ニ  
移動シ交替ニ左右ノバケツニ落水ヲ流下セシ  
ムルコト其二ナリ、左右ノバケツガ傾湯シ易  
キ形狀ト不安定ナル軸23トヲ有シ一定ノ所  
マデ落下シタル瞬間ニ此軸ノ廻リテ忽然廻轉  
シテ傾倒スルコト其三ナリ、此外本裝置ノ運  
轉ヲ圓滑ナラシムルタメ局部ノ構造ニ考案ヲ  
加ヘタルモノ多キヲ以テ茲ニ局部構造ノ大體  
ヲ説明スベシ。



(一)車輪 車輪ハ直径二尺内外ニシテ朴製ヲ便トス中心ニ方形ノ孔ヲ存シ嚴密ニ廻轉軸ニ嵌入ス。

第二圖 車輪ノ取附(十分一縮圖)



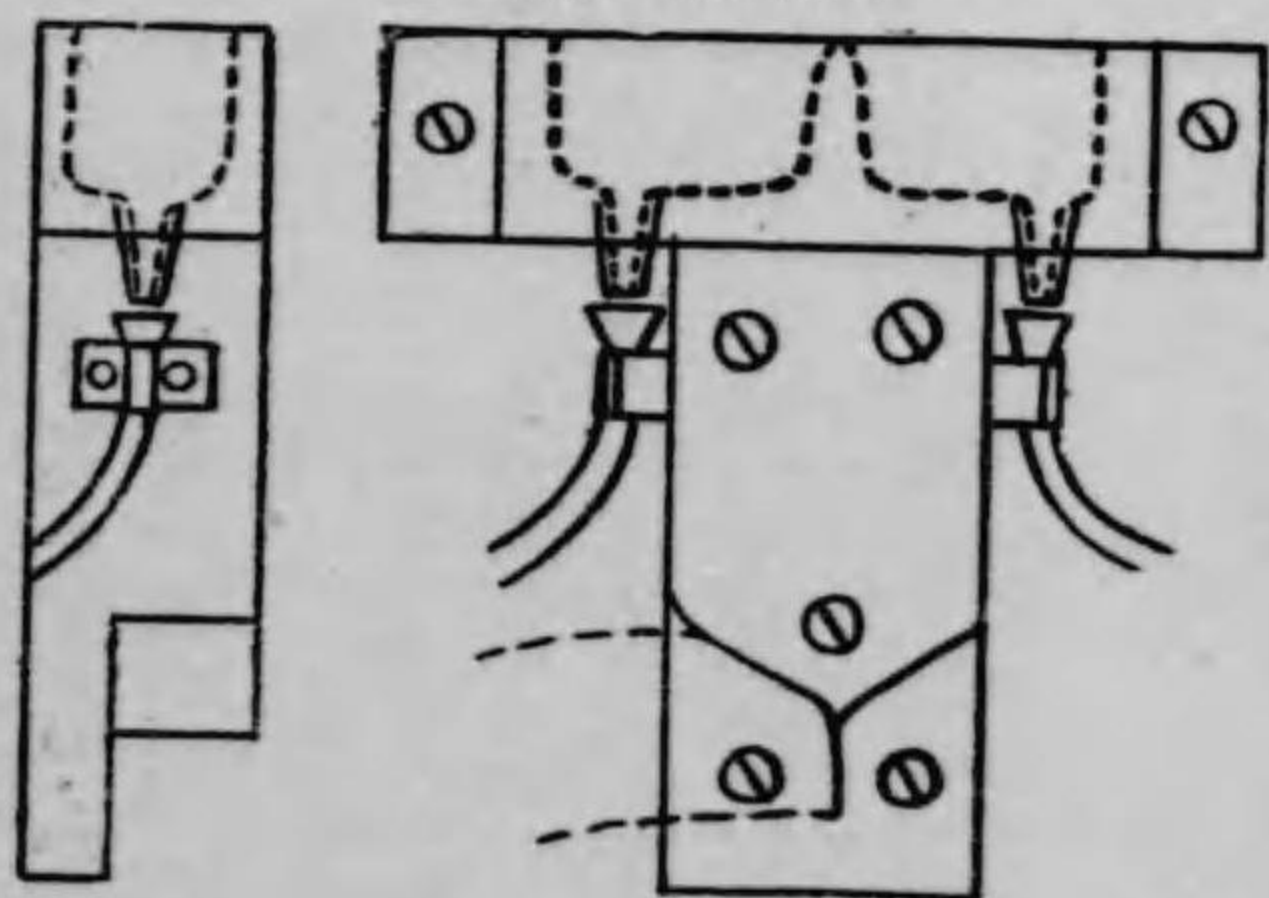
第三圖 疣(四分一縮圖)



(二)隣接漏斗及配水桿 配水桿ハ15ヲ中心ト

前面ニハ重心調節器アリテ廻轉軸ノ車輪外ニ出デタル部分特ニ此部分ヲニ嵌入シ之ヲ中心トシテ廻轉スルヲ得、重心調節器ハ細キ鐵棒ト之ニ沿ヒテ上下シ得ベキ鉛製又ハ鐵製分銅重量一〇〇〇乃ヨリ成リ何レノ方角ニモ廻リテ積込物ノ重心ヲ廻轉軸ニ來ラシム。  
車輪ノ背面ニハ6及7ノ二ツノ疣アリテ上下ニ相對ス疣ノ目的ニ二アリ車輪ノ一轉シ終リタル時風呂ノ側面ノ突起點ニ當リテ停止スルコト及配水桿ニ當リテ之ヲ左方又ハ右方ニ推シ遣ルコト即是レナリ車輪ノ周圍ニハバケツノ釣紐ヲ懸クベキ二條ノ小溝ヲ有シ89ノ二點ニ於テ左右各々二條ノ釣紐ヲ固定ス、又之ト反對ノ側ニ四所アリテ其ノ間ニバケツノ入り得ベキ空隙ヲ存ス。

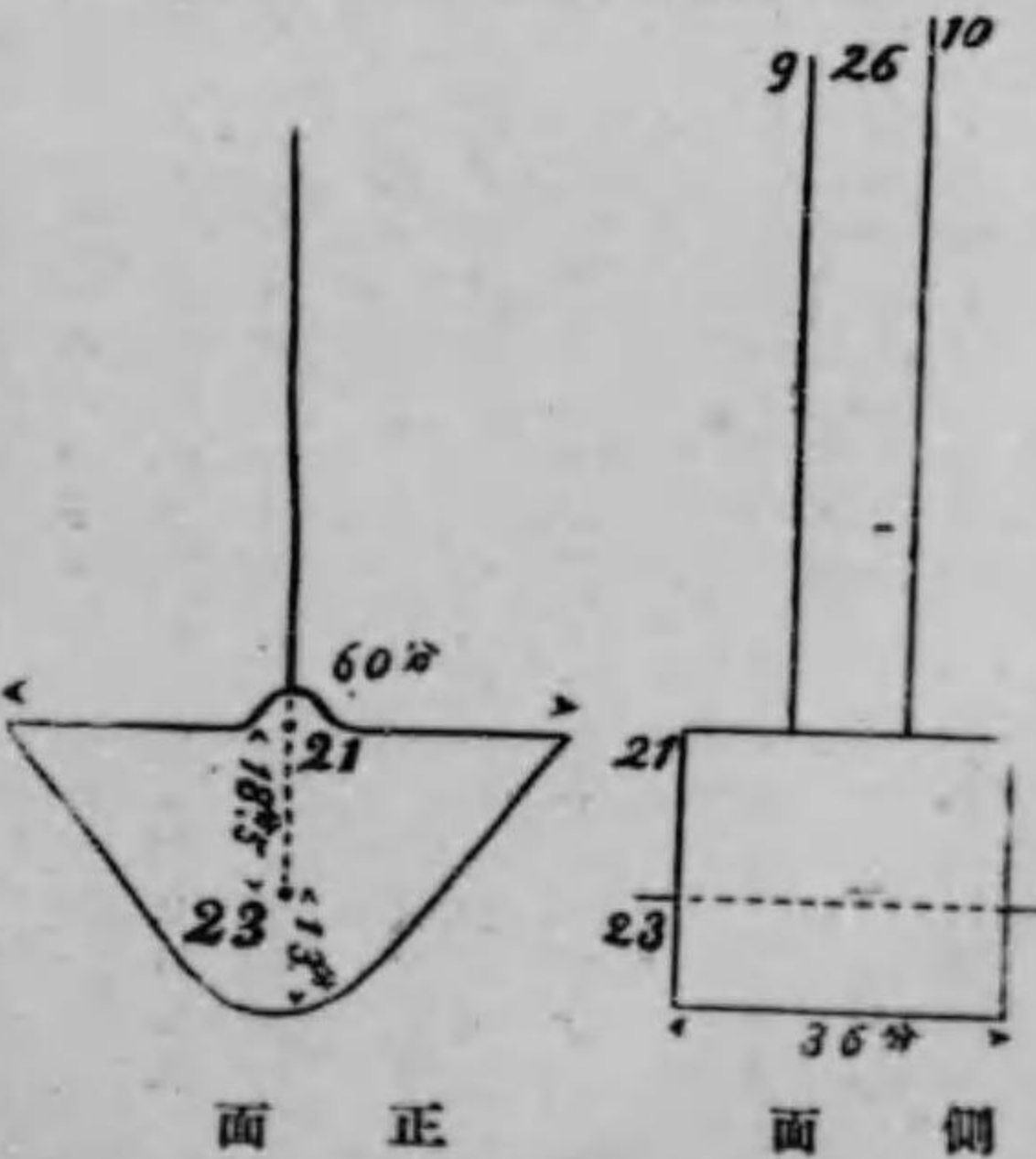
第四圖 隣接漏斗(圖縮一分四約)



シテ左右ニ廻轉スルヲ得ベク前面ニ配水管ヲ

撥フ配水桿ハ車輪ガ落水ヲ受ケテ一轉シタル時其裏面ノ疣ニヨリテ反對ノ側ニ推シ遣ラレ配水管13ヲ右ヨリ左ニ或ハ左ヨリ右ニ移動セシム配水管ノ尾ト水槽トノ中間ハ護管12ニテ連結セラレ水ハ斷ヘズ配水管13ヨリ隣接漏斗ニ入ル、隣接漏斗ハ長方形ノ小箱ノ中央ニ

第五圖 バケツ(五分一縮圖)



厚サ一分位ノ仕切りヲ設ケ左右ノ二室ノ底部ニ各々細管ヲ挿シ込ミ左右ノバケツニ水ヲ流入セシムル如クニシタルモノナリ。  
(三)バケツ バケツハ無垂ニ便ニシテ最モ速ニ水ヲ傾瀉シ得ベキ形狀ヲ可トスルガ故ニ短キナマコ形トシ水五乃至六合ヲ容レ得ベキモノトセリ其ノ中心ニ近ク軸アリ、此軸ハバケツ轉倒ノ中心トナルモノニシテ其位置ノ適否ハ轉倒ノ遲速ニ多大ナル關係ヲ有ス、第五圖ニ示セルハバケツ軸ガバケツ軸受ケニ達シテヨリ僅ニ八分ダケ懸垂點上ノ低下シタルトキ水ノ全部ヲ吐キ盡ス様ニシタルモノナリ、バケツハ傾瀉ノ際多少動搖ヲ免レザルカ故ニ前後兩側ニ定木板ヲ兼ネタル水避ケヲ附スルヲ便トス。  
(四)廻轉軸 廻轉軸ノ兩端ハ必ず金屬製トシ取付ケノ後金屬砂ニテ能ク擦リ合ハヌヲ要ス木製ニテハ摩擦大ニシテ水ヲ要スルコト多ク然モ廻轉甚ダ圓滑ナラザルガ故ニ實用上甚不利ナリ。  
金屬軸ハ第二圖ノ如キ形狀トスルヲ最良トス即チ風呂ノ内部ニアル木製廻轉軸ニ對シテ試驗所參ニ挿入セラル、部分ハ方形トシ、末端ハ半圓形トシ、風呂ノ側壁ヲ通過スル部分即チ軸止メトス、風呂ノ側壁ヲ通過スル部分即チ軸受ニ接スル部分ハ圓形、車輪ニ嵌入スル部分ハ方形、重心ノ調節器ニ嵌入スル部分ハ細ク圓形トスルナリ。  
(五)排水受ケ 排水受ケハ水三斗位ノ容積トシ形狀ハ適宜タルベシ此所ニ入りタル水ハ再ビ上ノ水槽ニ入レテ可ナレトモ大ナル塵埃ヲ除キ去ルコトヲ忘ルベカラズ。

本廻轉裝置ヲ使用スルニハ上塗セル器物ノ動搖セザル様ニ螺絲ヲ締メ、引續キ品物ヲ詰メ込込ヲ大差ナ先ヅ水心調節器ヲ動かシテ積込物ノ不均ヲ補正シ其重心ヲ廻轉軸ノ上ニ來ラシムルヲ要ス。  
重心ヲ調節スルニハ一方ノバケツニ水ヲ落シテ其圓滑ニ廻轉スル水量ヲ檢シ次に他方ノバケツニ水ヲ落シテ同様ニ其水量ヲ檢シ其分量ニ大差アルトキハ其分量ノ大略同一ナルヲ目安トシテ水量ノ多キ方ヘ少シク、調節器ノ桿ヲ廻ハシ且ツ分銅モ上下ニ動かシテ左右殆ド同様トナリタル時調節器ヲ固定スベシ重心ノ調節ハ圓滑ナル廻轉ヲナサシムルニ最モ重要ノ仕事ニシテ之ヲ怠ルトキハ衝動ヲ免レザルヲ以テ注意ヲ要ス。  
廻轉ノ速度ヲ定ムルニハ上部水槽ノカラシノ開キ方ヲ加減シ約一〇分毎ニ必要水量ノ流出スル様ニスベシ。  
實地使用成績 風呂内ニ重量一七貫、内七貫ハ積込物ヲ入レ本廻轉裝置ニヨリテ一時間六廻轉ノ速度ニテ廻轉シタルニ廻轉圓滑靜肅ニシテ疣ノ突起ニ衝突スル瞬間ニ於テモ振動ヲ感ズルニ至ラズ人手ヲ以テ廻轉スルニ優ルトモ劣ラザルノ成績ヲ得タリ。  
本裝置ニ於テ特ニ便利ヲ感ズルハ頻繁ニ積込

物ノ變動アルモバケツニ入り來ル水ノ量ガ増減スルノミニテ遲轉ニハ何等ノ故障ヲ生ゼザルコト及積込物ニ不均アルモ調節器ニヨリテ自由ニ重心ヲ調節シ重量ヲ平均セシメ得ルコトノ二點ニアリ。  
一廻轉ニ要スル水量ハ積込物一〇貫ニ對シ三合五勺ノ請台ナルガ故ニ一時間六廻轉トスレバ一〇時間ニ二斗一升ヲ要スルニ過ギズ加之構造簡單取扱容易ニシテ殆ンド何等ノ經營費ヲ要セザルモノナルヲ以テ漆風呂ノ廻轉裝置トシテ最モ輕便ナル種類ニ屬スベキモノナルヲ信ズルナリ。

一〇 第一回植物染料應用試驗成績報告

工業試驗所技師 高松徳治郎  
同 技手 齋藤修

本邦ニ於テ從來使用スル染料ノ大部分ハ人造染料即チこゝろたる色素ニシテ孰レモ輸入品ニ係リ内地染料トシテハ僅ニ天然染料即チ徳島縣産玉藍、沖繩縣及臺灣産泥藍ニ過ギズ然ルニ一昨三年六月歐洲戰亂起リシ爲メ染料輸入殆んど杜絶シ僅ニ内地在庫品及支那國ヨリ輸入スル染料ヲ使用スルモ現今其數僅少ニ



シテ隨 其價格ハ時局前ニ比シ數十倍ノ騰貴ヲ來シ一般色染業者ハ困難ヲ感ジツ、アリ此ノ時ニ際シ内地産人造染料ノ製造ヲ開始セシモノアルモ其種類ハ僅ニ『アニリンサルトル』黒色硫化染料及アリザリン泥狀等ノ數種ニ過キスシテ到底一般需用者ノ供給ニ應スルコト能ハス政府ノ保護ニヨリ日本染料株式會社ノ設立ヲ見ルニ至リシモ未タ其製品ノ市場ニ現ハル、ニ至ラス故ニ當所ニ於テ内地産植物染料ヲ調査シ一部其色染法ヲ研究シ併セテ其堅牢度比較試驗ヲ施行シ其成績ヲ發表シテ當業者ノ參考ニ供セントス。

一 綿布染法

第一法 綿布ノ重量ニ對シ三%ノ單寧酸ヲ取リ適量ノ水ニ溶解シ攝氏五〇度ニ加熱シ該液中ニ豫メ精練漂白シタル綿布ヲ浸漬スルコト三時間以上ニシテ絞リ上ケ其儘トワドル八度ノ鹽基性明礬液ニ浸漬スルコト一夜間ニシテ引上ケ水洗シ別器ニ所要ノ植物染料エキスヲ三〇倍量ニ對シノ温湯ニ溶解シタル液中ニ前記ノ媒染ヲ施シタル綿布ヲ浸漬シ能ク繰リ返シタル後徐々ニ温度ヲ昇シ沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ノ後水洗シテ乾燥ス。

第二法 ロート油ヲ一〇倍ノ水ニ溶解シタル液中ニ豫メ精練漂白シタル綿布ヲ浸漬スルコト一夜間ニシテ能ク絞リ上ケ之ヲ空氣中ニ懸ケ置クコト一夜ノ後トワドル八度ノ鹽基性明礬液ニ浸漬スルコト一夜間ニシテ能ク絞リ上ケ空氣中ニ懸ケ乾燥シ別器ニ五%ノ炭酸石灰ヲ取リ適量ノ水ヲ混シ之ヲ攝氏四〇度ニ熱シ前記ノ綿布ヲ浸漬スルコト三〇分間ニシテ脂肪酸トアルミナトノ化合物ヲ纖維中ニ固着セシメタル後水洗シテ媒染工程ヲ了リ次ニ所要ノ植物染料エキスニテ色染スルコト第一法ノ如シ。

第三法 豫メ精練漂白シタル綿布ヲ第二法ノ如クロート油ヲ施シ乾燥シタル後別器ニ單寧酸三%ヲ温湯ニ溶解シタル液中ニ前記ノ綿布ヲ浸漬スルコト一夜間ニシテ絞リ上ケ次ニトワドル二〇度ノ鹽化クロム液中ニ一夜間浸漬シ絞リ上ケ別器ニ結晶炭酸三%ヲ適量ノ水ニ溶解シ其沸騰液中ニ前記ノ綿布ヲ浸漬スルコト三〇分間ニシテ尙今クロム化合物ヲ纖維中ニ固着セシメタル後水洗シ次ニ第一法ノ如ク色染ス。

第四法 綿布ノ重量ニ對シ所要ノ植物染料エキスヲ取リ之ヲ三〇倍量ニ對シノ温湯ニ溶解シ該液中ニ豫メ精練漂白シタル綿布ヲ浸漬スルコト三時間以上ニシテ絞リ上ケ其儘トワドル八度ノ鹽基性明礬液ニ浸漬スルコト三〇分間ノ後絞リ上ケ次ニ炭酸石灰七%ヲ適量ノ水ニ混シタル液中ニ浸漬スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シ別器ニ所要ノ植物染料エキスヲ取リ三〇倍量ニ對シノ水ニ溶解シタル液中ニ前記ノ媒染工程ヲ施シタル綿布ヲ浸漬シ能ク繰リ返シタル後加熱シ沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ノ後水洗シテ乾燥ス。

第七法 第六法ト同様ニシテ只異ナル點ハ練染ノ代リニトワドル四度ノ硝酸鐵液ヲ使用セシノミ。

第八法 第六法ト同様ニシテ練染ノ代リニトワドル四度ノ木醋酸鐵液ヲ使用シ炭酸石灰液ニテ固着シ水洗スルコト前ノ如クシ更ニ尙一回鐵媒染ヲ行ヒ固着水洗シタル後第六法ト同様ニ植物染料エキスヲ使用シテ色染ス。

第九法 トワドル四度ノ硝酸鐵液中ニ豫メ精練漂白シタル綿布ヲ浸漬スルコト二時間ノ後絞リ上ケ其儘別器ニ結晶炭酸曹達四%ヲ適量ノ水ニ溶解セル液中ニ浸漬スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シ第一法ノ如ク色染ス。

第十法 第四法ト同様ニシテ只異ナル點ハ重クロム酸加里ノ代リニ練染四%ヲ使用セシノミ。

第十一法 綿布ノ重量ニ對シ三%ノ單寧酸ヲ取リ適量ノ水ニ溶解シ攝氏五〇度ニ熱シ之ヲ豫メ精練漂白シタル綿布ヲ浸漬スルコト三時間以上ニシテ絞リ上ケ其儘トワドル四度ノ第二鹽化錫液中ニ浸漬スルコト一時間ノ後引上ケ水洗シ別器ニ植物染料エキスニテ色染スルコト第一法ノ如ク。

第十二法 トワドル四度ノ第二鹽化錫液中ニ

豫メ精練漂白シタル綿布ヲ浸漬スルコト一時間ニシテ引上ケ別器ニ硝酸曹達五%ヲ取リ適量ノ水ニ溶解シタル液中ニ浸漬スルコト三分間ニテ引上ケ水洗シ第一法ノ如ク色染ス

第十三法 第四法ト同様ニシテ只異ナル點ハ重クロム酸加里ノ代リニ練染四%ヲ使用ス。

二 毛布染法

第一法 所要ノ植物染料エキスヲ取リ三〇倍量ノ温湯ニ溶解シ該液中ニ豫メ精練漂白シタル毛布ヲ浸漬スルコト一時間ノ後絞リ上ケ暫時空氣中ニ曝露シタル後水洗シテ乾燥ス。

第二法 染浴器ニ三〇倍量ノ水ヲ盛リ之ニ明礬一〇%蓆酸三%及酒石英二%ヲ溶解シ該液中ニ豫メ精練漂白シタル毛布ヲ浸漬シ漸次温度ヲ昇シテ一時間ノ後沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ニシテ引上ケ冷却後水洗シテ媒染工程ヲ了リ次ニ染浴器ニ三〇倍量ノ水ヲ盛リ所要ノ植物染料エキスヲ溶解シ之ニ媒染ヲ施シタル毛布ヲ浸漬シ能ク繰リ返シタル後徐々ニ温度ヲ昇シ一時間ノ後沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ニシテ引上ケ冷却後水洗シテ乾燥ス。

第三法 所要ノ植物染料エキスヲ取リ三〇倍量ノ温湯ニ溶解シ該液中ニ豫メ精練漂白シタル毛布ヲ浸漬スルコト一時間ノ後絞リ上ケ暫時空氣中ニ曝露シタル後別器ニ明礬五%ヲ適量ノ水ニ溶解シタル液中ニ前記ノ毛布ヲ浸漬シ煮沸スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第四法 第二法ト同様ニシテ只異ナル點ハ媒染劑トシテ重クロム酸加里三%及硫酸一%ヲ用ヒシノミ。

第五法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ重クロム酸加里二%ヲ用ヒシノミ。

第六法 第二法ト同様ニシテ只異ナル點ハ媒染劑トシテ練染五%及酒石英三%ヲ用ヒシノミ。

第七法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ練染二%ヲ用ヒシノミ。

第八法 第二法ト同様ニシテ只異ナル點ハ媒染劑トシテ第一鹽化錫三%及酒石英二%ヲ用ヒシノミ。

第九法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ第一鹽化錫二%ヲ用ヒシノミ。

第十法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ丹礬二%ヲ用ヒシノミ。



三 絹布染法

第一法 所要ノ植物染料エスキヲ取り五〇倍量絹布ノ重ノ温湯ニ溶解シ攝氏七〇度ニ熱シ該液中ニ豫メ精練ヲ施シタル絹布ヲ浸漬スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第二法 水一、〇〇〇分中明礬六〇分ト結晶炭酸曹達六分ノ割合ヲ以テ鹽基性明礬液ヲ造リ之ニ豫メ精練ヲ施シタル絹布ヲ浸漬スルコト一夜間ニシテ絞リ上ケトワドル〇・五度ノ珪酸曹達液中ニ操作スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ媒染工程ヲ了リ次ニ染浴器ニ五〇倍量絹布ノ重ノ水ヲ盛リ所要ノ植物染料エキスヲ加ヘテ溶解シタル後前記ノ媒染ヲ施シタル絹布ヲ浸漬シ能ク繰リ返シタル後徐々ニ温度ヲ昇シ約一時間ニシテ沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ノ後引上

ケ水洗シ次ニ石鹼ノ〇・二%溶液ヲ造リ攝氏八〇乃至九〇度ニ熱シ該液中ニ染布ヲ浸漬操作スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第三法 豫メ精練ヲ施シタル絹布ヲトワドル三二度ノ鹽化クロム液中ニ浸漬スルコト一夜間ニシテ引上ケ水洗シ次ニトワドル一度ノ珪酸曹達液中ニ浸漬スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ媒染工程ヲ了リ次ニ第二法ト同様ニ染メ上ケ終リニ石鹼液ニテ處理シ水洗シテ乾燥ス。

第四法 トワドル五二度ノ硝酸鐵液中ニ豫メ精練ヲ施シタル絹布ヲ浸漬スルコト二時間ニシテ絞リ上ケ水洗シタル後結晶炭酸曹達ノ〇・二%溶液中ニ浸漬スルコト一五分間ニシテ引上ケ水洗シ別器ニ所要ノ植物染料エキス及石鹼一〇%五〇倍量絹布ノ重ノ水ニ溶解シ

之ヲ攝氏七〇度トナシ該液中ニ前記ノ媒染ヲ施シタル絹布ヲ繰リ入レ漸次加熱シテ沸騰點ニ達セシメ適當ノ色相ヲ得ルニ至リ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第五法 第四法ト同様ニシテ媒染工程ヲ二回反覆シテ施行シ所要ノ植物染料エキスニテ色染ス。

(一) 福木ふさす 本エキスハ沖繩縣ハ重山群島ニ産スル福木ノ樹皮ヲ水ニテ煎出シ其溶液ヲ蒸發シテエキストセシモノニシテ現今千住製絨所ニ於テ該エキスヲ以テ軍絨ノカーキ色ヲ色染スルニ用ニ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第一染法	八〇%	帶青	黃色	三	五	五	四	五	二	三
二	全	第二染法	八〇	全	青	四	二	二	三	四	二	四
三	全	第三染法	八〇	全	黃	一	二	二	二	四	二	二
四	毛布	第三染法	一〇〇	帶	黃	三	二	二	二	二	一	四
五	全	第五染法	一〇〇	帶	黃	三	二	二	二	二	一	四

(二) 福木ふさす

福木大島ニ産スル樹木ニシテ其煎出液ハ從來大島綿用ノ染料トシテ使用セリ以前ハ單ニ其

樹皮ノマヲ水ニテ煎出シタルモノヲ染料トシテ使用セシモ數年前ヨリ皮、幹、根ヲ水ニテ煎出シテエキストセリ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第五染法	八〇%	帶赤	褐色	三	二	一	三	四	一	三
二	全	第六染法	八〇	帶	紫	四	二	三	四	五	一	二
三	全	第十三染法	八〇	帶	赤	四	一	三	三	四	一	二
四	絹布	第三染法	四〇	全	青	五	四	一	三	四	一	三
五	全	第五染法	一〇〇	帶	青	四	一	四	三	五	一	三

(三) 椎皮ふさす

本エキスハ東京府下伊豆大島ニ産スル椎樹皮ヲ水ニテ煎出シ其溶液ヲ蒸發シテ製セシモノニシテ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノ

ハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第三染法	八〇%	褐	色	三	三	三	二	二	二	一
二	全	第五染法	八〇	同	鼠	二	三	三	二	二	一	一
三	全	第七染法	八〇	帶	赤	三	三	三	二	二	一	一
四	毛布	第四染法	一〇〇	暗	黃	一	三	三	一	五	一	一



番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一〇	全	第五染法	一〇〇	帶赤褐色	色	二	三	三	二	二	一	一
九	全	第三染法	八〇	暗黃色	色	二	二	三	二	二	一	一
八	全	第三染法	八〇	帶赤褐色	色	二	三	三	二	二	一	一
七	全	第二染法	八〇	同	色	二	三	三	二	二	一	一
六	全	第七染法	一〇〇	帶赤褐色	色	二	三	三	二	二	一	一
五	全	第七染法	一〇〇	帶赤褐色	色	二	三	三	二	二	一	一

(四) ふくらし、あさす 本エキスハ京都府下ニ産スルフクラシト稱スル樹葉ヲ水ヲ以テ煎出シ其溶液ヲ蒸發シテ製シタルモノニ

シテ生葉ヨリ約二五・六%ノエキスヲ得ルナリ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモ

ノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第五染法	八〇%	帶赤褐色	色	三	二	四	三	一	二	一
二	全	第八染法	一〇〇	帶赤褐色	色	三	二	三	三	一	二	一
三	全	第十三染法	八〇	帶赤褐色	色	二	三	三	三	一	二	一
四	毛布	第四染法	一〇〇	帶赤褐色	色	三	二	三	三	一	二	一
五	全	第五染法	一〇〇	帶赤褐色	色	三	二	三	三	一	二	一
六	絹布	第一染法	四〇	全	色	四	三	三	三	一	二	一
七	全	第二染法	四〇	全	色	三	二	三	三	一	二	一
八	全	第三染法	四〇	帶黃褐色	色	二	三	三	三	一	二	一
九	全	第五染法	一〇〇	黑	色	二	三	三	三	一	二	一

(五) ふじんたいさ、あさす フジン ターサハ沖繩縣下ニ産出スル其樹皮ヲ水ニテ煎出シ其溶液ヲ蒸發シテエキストナセシモノ

ナリ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢

度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第二染法	八〇%	帶赤褐色	色	四	一	一	一	二	一	一
二	全	第五染法	八〇	全	色	四	一	一	一	二	一	一
三	毛布	第五染法	一〇〇	全	色	五	四	二	一	二	一	一
四	全	第七染法	一〇〇	鼠	色	四	四	二	一	二	一	一
五	絹布	第四染法	四〇	鼠	色	五	四	四	二	一	二	一

(六) 檳木あさす 本エキスハ沖繩縣産ノ檳皮ヨリ製セシエキスニシテ之ヲ各種纖維ニ

應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其

使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第二染法	八〇%	褐	色	四	一	一	一	二	一	一
二	全	第三染法	八〇	帶黃褐色	色	四	一	一	一	二	一	一
三	毛布	第三染法	一〇〇	全	色	一	四	三	二	一	二	一
四	全	第五染法	一〇〇	帶赤褐色	色	四	二	四	三	二	一	一
五	全	第七染法	一〇〇	濃鼠	色	三	三	四	二	一	二	一
六	絹布	第四染法	四〇	鼠	色	三	三	四	二	一	二	一

(七) たぶ皮あさす 本エスキハ沖繩縣産ノタブト稱スル樹皮ヨリ製セシエキスニシテ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果綿及絹纖維ニ

ハ應用ノ價値ナキモ只羊毛纖維ニアリテハ第三法及第五法ニヨリ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ、其使用量、

色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	毛布	第三染法	一〇〇%	暗黃色	色	三	四	三	二	一	二	一



(八) 黄蘗をさす 本エキスハ北海道産ノ黄蘗ト稱スル樹皮ヨリ製セシエキスエシテ乾皮ヨリ約一九%ノエキスヲ得ルナリ之ヲ各種

織維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲

二	全	第五染法	一〇〇	帶赤褐色	四	二	二	三	一	四
---	---	------	-----	------	---	---	---	---	---	---

番號	染	法	染料使用量	色相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第一染法	八〇%	帶青黄色	三	三	四	三	四	二	二
二	全	第二染法	八〇	全	三	三	四	三	四	二	二
三	全	第三染法	八〇	全	三	三	四	三	四	二	二
四	全	第六染法	八〇	帶綠褐色	二	四	四	三	四	三	二
五	全	第七染法	八〇	全	四	四	四	五	四	四	二
六	全	第十一染法	八〇	帶青黄色	四	四	四	四	四	三	二
七	毛布	第一染法	一〇〇	全	四	四	四	四	四	三	二
八	全	第二染法	一〇〇	全	四	四	四	四	四	三	二
九	全	第四染法	一〇〇	全	四	四	四	四	四	三	二
一〇	全	第五染法	一〇〇	全	四	四	四	四	四	三	二
一一	全	第六染法	一〇〇	暗黄	五	三	三	三	三	二	二
一二	全	第七染法	一〇〇	全	五	四	三	三	三	二	二
一三	全	第八染法	一〇〇	全	四	三	三	三	三	二	二
一四	絹布	第一染法	一〇〇	帶青黄色	四	三	三	三	三	二	二
一五	全	第二染法	一〇〇	全	五	三	三	三	三	二	二
一六	全	第三染法	一〇〇	全	四	三	三	三	三	二	二
一七	全	第四染法	一〇〇	黄	四	三	三	三	三	二	二

(九) 檳榔子實をさす 檳榔子實エキスハ臺灣産ノ檳榔子實ヨリ製シタルエキスニシ

テ之ヲ各種織維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得

ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲グ。

番號	染	法	染料使用量	色相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第三染法	八〇%	帶赤褐色	三	二	三	三	三	二	二
二	全	第四染法	八〇	全	三	二	三	三	三	二	二
三	全	第五染法	八〇	全	二	二	三	三	三	二	二
四	毛布	第四染法	一〇〇	全	四	三	三	三	三	二	二
五	全	第五染法	一〇〇	全	四	三	三	三	三	二	二
六	絹布	第三染法	一〇〇	帶赤鼠色	四	三	三	三	三	二	二
七	全	第四染法	一〇〇	帶赤鼠色	四	三	三	三	三	二	二

(一〇) 龍眼肉實をさす 龍眼肉實エキスハ臺灣産龍眼肉實食用ナラ

ヲ水ヲ以テ煎出シテ製セシエキスニシテ之ヲ各種織維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノ

ハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲グ。

番號	染	法	染料使用量	色相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第六染法	八〇%	濃鼠色	二	二	二	二	二	一	二
二	全	第七染法	八〇	全	二	二	二	二	二	一	二
三	毛布	第四染法	一〇〇	帶青黄色	一	二	二	二	二	一	二
四	全	第五染法	一〇〇	暗黄	二	二	二	二	二	一	二
五	全	第六染法	一〇〇	暗黄	二	二	二	二	二	一	二
六	絹布	第三染法	一〇〇	暗黄	一	二	二	二	二	一	二
七	全	第四染法	一〇〇	帶赤鼠色	一	二	二	二	二	一	二

(一一) 龍眼肉皮をさす 本エキスハ臺灣産龍眼肉皮ヲ水ヲ以テ煎出シテ製セシエキ

スニシテ乾皮ヨリ一九%ノエキスヲ得ルナリ



之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ル

モノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第二染法	八〇%	暗黄色		二	二	二	二	二	二	三
二	毛布	第二染法	一〇〇	全		二	一	二	二	二	二	一
三	全	第四染法	一〇〇	全		二	一	二	二	二	二	一
四	全	第五染法	一〇〇	帶黄褐色		三	一	二	二	二	二	一

(二)楓葉多々す 本エキスハ朝鮮産楓葉ヲ水ヲ以テ煎出シテ製シタルエキスニシテ乾燥ヨリ約二%ノエキスヲ得ルナリ之ヲ各

種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第五染法	八〇%	帶黄褐色		一	二	二	二	二	二	三
二	毛布	第二染法	一〇〇	全		二	四	二	二	三	三	一
三	全	第四染法	一〇〇	全		二	三	二	二	三	三	一
四	全	第五染法	一〇〇	全		二	三	二	二	三	三	一
五	全	第六染法	一〇〇	帶赤黑色		二	三	二	二	三	三	一
六	絹布	第二染法	四〇	暗黄色		二	三	二	二	三	三	一
七	全	第三染法	四〇	全		一	二	二	二	三	三	一
八	全	第四染法	四〇	帶青黑色		一	二	二	二	三	三	一

(三)まんぐろいぶ皮多々す 本エキスハ南洋産マングローフト稱スル樹皮ヲ水

ニテ煎出シテ製セシエキスニシテ乾皮ヨリ約

一七%ノエキスヲ得ルナリ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ據リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認メリ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ左ニ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第一染法	八〇%	帶褐色		四	三	三	二	四	一	二
二	全	第二染法	八〇	全		四	三	三	二	四	一	二
三	全	第三染法	八〇	帶青褐色		四	三	三	二	四	一	二
四	全	第四染法	八〇	全		四	三	三	二	四	一	二
五	全	第十染法	八〇	帶青褐色		三	三	三	二	三	二	一
六	全	第十一染法	八〇	帶黄褐色		四	三	三	二	三	二	一
七	全	第十二染法	八〇	帶黄褐色		五	三	三	二	三	二	一
八	全	第十三染法	八〇	帶黄褐色		三	三	三	二	三	二	一
九	毛布	第三染法	二〇	帶黄褐色		三	三	三	二	三	二	一
一〇	全	第五染法	二〇	帶赤褐色		四	二	三	二	三	二	一
一一	全	第七染法	二〇	帶青褐色		三	三	三	二	三	二	一
一二	全	第九染法	二〇	帶黄褐色		四	二	三	二	三	二	一
一三	絹布	第二染法	四〇	帶褐色		四	三	三	二	四	一	二
一四	全	第三染法	四〇	全		四	三	三	二	四	一	二
一五	全	第四染法	四〇	帶青褐色		三	三	三	二	三	二	一

十一 第二回 植物染料應用 試驗成績報告

工業試驗所技師 高松徳治郎 同 技手 齋藤 修

今回ノ植物染料應用試驗ハ前第一回試驗ニ引續キ施行シタルモノニシテ染料ノ種類ハ悉ク前回ニ於ケルモノト異ナリ即チ紅露エキス、アタクエキス、濱茄子エキス、赤木エキス、柞木エキス、ラツスエキス、丹殼エキス、ナ

ルキエキス、ターラシエキス、イマメエキス、三巴印澁木エキス、星印澁エキス及チンキエキスノ十三種ニシテ其色染法ヲ研究シ併セテ其堅牢度比較試驗ヲ施行シ茲ニ其成績ヲ發表シテ當業者ノ參考ニ供セントス。



一 綿布染法

第一法 綿布ノ重量ニ對シ三%ノ單寧酸ヲ取リ適當量ノ水ニ溶解シ攝氏五〇度ニ加熱シ該液中ニ豫メ精練漂白ヲ施シタル綿布ヲ浸漬スルコト三時間以上ニシテ絞リ上ケ其儘トワドル八度ノ鹽基性明礬液中ニ浸漬スルコト一時間ニシテ引上ケ水洗シ別器ニ所要ノ植物染料エキスヲ三〇倍量ニ對シノ温湯ニ溶解シタル液中ニ前記ノ媒染ヲ施シタル綿布ヲ浸漬シ能ク繰リ返シタル後徐々ニ温度ヲ昇シ沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ノ後水洗シテ乾燥ス。

第二法 ロート油ヲ一〇倍量ノ水ニ溶解シタル液中ニ豫メ精練漂白ヲ施シタル綿布ヲ浸漬スルコト一時間ニシテ能ク絞リ上ケ之ヲ空氣中ニ懸ケ置クコト一晝夜ノ後トワドル八度ノ鹽基性明礬液中ニ浸漬スルコト一時間ニシテ能ク絞リ上ケ空氣中ニ懸ケ乾燥シ別器ニ五%ノ炭酸石灰ヲ取リ適當量ノ水ニ混シ之ヲ攝氏四〇度ニ熱シ前記ノ綿布ヲ浸漬スルコト三〇分間ニシテ脂肪酸トアルミナトノ化合物ヲ纖維中ニ固着セシメタル後水洗シテ媒染工程ヲ了リ次ニ所要ノ植物染料エキスニテ色染スルコト第一法ノ如シ。

第三法 豫メ精練漂白ヲ施シタル綿布ヲ第二法ノ如クロート油ヲ施シ乾燥シタル後別器ニ單寧酸三%ヲ温湯ニ溶解シタル液中ニ前記ノ綿布ヲ浸漬スルコト一時間ニシテ絞リ上ゲ次ニトワドル二〇度ノ鹽化クロム液中ニ一時間浸漬シ絞リ上ゲ別器ニ結晶炭酸曹達三%ヲ適當量ノ水ニ溶解シ其沸騰液中ニ前記ノ綿布ヲ浸漬スルコト三〇分間ニシテ充分クロム化合物ヲ纖維中ニ固着セシメタル後水洗シ次ニ第一法ノ如ク色染ス。

第四法 綿布ノ重量ニ對シ所要ノ植物染料エキスヲ取リ之ヲ三〇倍量ニ對シノ温湯ニ溶解シ該液中ニ豫メ精練漂白ヲ施セル綿布ヲ浸漬スルコト一時間ノ後絞リ上ゲ空氣中ニ暫時曝露シタル後別器ニ重クロム酸加里三%ヲ三〇倍量ニ對シノ水ニ溶解シ攝氏七〇度ニ熱シ該液中ニ前記ノ綿布ヲ浸漬スルコト一時間ノ後引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第五法 第四法ニ依リ絞リ上ゲタル綿布ヲ更ニ前ノ植物染料溶液中ニ浸漬シ加熱シ沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ノ後引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第六法 第五法ト同様ニシテ只異ナル點ハ重クロム酸加里三%ノ代リニ重クロム酸加里五%及丹毒三%ヲ使用シテ色染スルノミ。

第七法 綿布ノ重量ニ對シ三%ノ單寧酸ヲ取リ之ヲ適當量ノ水ニ溶解シ攝氏五〇度ニ熱シ之ニ豫メ精練漂白ヲ施シタル綿布ヲ浸漬スルコト三時間以上ニシテ絞リ上ケ其儘トワドル四度ノ鹽基性明礬液中ニ浸漬スルコト三〇分ノ後絞リ上ゲ次ニ炭酸石灰七%ヲ適當量ノ水ニ混シタル液中ニ浸漬スルコト三〇分間ニシテ引上ゲ水洗シ別器ニ所要ノ植物染料エキスヲ取リ三〇倍量ニ對シノ水ニ溶解シタル液中ニ前記ノ媒染工程ヲ施シタル綿布ヲ浸漬シ能ク繰リ返シタル後加熱シ沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ノ後水洗シテ乾燥ス。

第八法 第七法ト同様ニシテ只異ナル點ハ綠礬ノ代リニトワドル四度ノ硝酸鐵液ヲ使用セシノミ。

第九法 第七法ト同様ニシテ綠礬ノ代リニトワドル四度ノ木醋酸鐵液ヲ使用シ炭酸石灰液ニテ固着シ水洗スルコト前ノ如クシ更ニ尙一回鐵媒染ヲ行ヒ固着水洗シタル後第七法ト同様ニ植物染料エキスヲ使用シテ色染ス。

第十法 トワドル四度ノ硝酸鐵液中ニ豫メ精練漂白ヲ施シタル綿布ヲ浸漬スルコト二時間ノ後絞リ上ケ其儘別器ニ結晶炭酸曹達四%ヲ適當量ノ水ニ溶解セル液中ニ浸漬スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

〇分間ニシテ引上ケ水洗シ第一法ノ如ク色染ス。

第十一法 第四法ト同様ニシテ只異ナル點ハ重クロム酸加里ノ代リニ綠礬四%ヲ使用セシノミ。

第十二法 綿布ノ重量ニ對シ三%ノ單寧酸ヲ取リ適當量ノ水ニ溶解シ攝氏五〇度ニ熱シ之ニ豫メ精練漂白ヲ施シタル綿布ヲ浸漬スルコト三時間以上ニシテ絞リ上ケ其儘トワドル四度ノ第二鹽化錫溶液中ニ浸漬スルコト一時間ノ後引上ケ水洗シ別器ニ植物染料エキスニテ色染スルコト第一法ノ如クス。

第十三法 トワドル四度ノ第二鹽化錫溶液中ニ豫メ精練漂白ヲ施セル綿布ヲ浸漬スルコト一時間ニシテ引上ケ別器ニ磷酸曹達ヲ取リ適當量ノ水ニ溶解シタル液中ニ浸漬スルコト三〇分間ニテ引上ケ水洗シ第一法ノ如ク色染ス。

第十四法 第四法ト同様ニシテ只異ナル點ハ重クロムノ代リニ丹毒四%ヲ使用ス。

二 毛布染法

第一法 所要ノ植物染料エキスヲ取リ三〇倍量毛布ノ重ノ温湯ニ溶解シ該液中ニ豫メ精練ヲ施シタル毛布ヲ浸漬シ煮沸スルコト一時間

ノ後絞リ上ケ暫時空氣中ニ曝露シタル後水洗シテ乾燥ス。

第二法 染浴器ニ三〇倍量毛布ノ重ノ水ヲ盛リ之ニ明礬一〇%及酒石英二%ヲ溶解シ該液中ニ豫メ精練ヲ施シタル毛布ヲ浸漬シ漸次温度ヲ昇シ一時間ノ後沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ニシテ引上ケ冷却後水洗シテ媒染工程ヲ了リ次ニ染浴器ニ三〇倍量毛布ノ重ノ水ヲ盛リ所要ノ植物染料エキスヲ溶解シ之ニ媒染工程ヲ施シタル毛布ヲ浸漬シ能ク繰リ返シタル後徐々ニ温度ヲ昇シ一時間ノ後沸騰點ニ達セシメ尙其温度ヲ保持スルコト三〇分間ニシテ引上ケ冷却後水洗シテ乾燥ス。

第三法 所要ノ植物染料エキスヲ取リ三〇倍量毛布ノ重ノ温湯ニ溶解シ該液中ニ豫メ精練ヲ施シタル毛布ヲ浸漬シ煮沸スルコト一時間ノ後絞リ上ケ暫時空氣中ニ曝露シタル後別器ニ明礬五%ヲ適當量ノ水ニ溶解シタル液中ニ前記ノ毛布ヲ浸漬シ煮沸スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第四法 第二法ト同様ニシテ只異ナル點ハ媒染劑トシテ重クロム酸加里三%及硫酸一%ヲ用ヒシノミ。

第五法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後

處理トシテ重クロム酸加里二%ヲ用ヒシノミ。

第六法 第二法ト同様ニシテ只異ナル點ハ媒染劑トシテ綠礬五%及酒石英三%ヲ用ヒシノミ。

第七法 第二法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ綠礬一〇%及酒石英三%ヲ用ヒシノミ。

第八法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ綠礬二%ヲ用ヒシノミ。

第九法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ綠礬五%ヲ用ヒシノミ。

第十法 第二法ト同様ニシテ只異ナル點ハ媒染劑トシテ第一鹽化錫三%及酒石英三%ヲ用ヒシノミ。

第十一法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ第一鹽化錫二%ヲ用ヒシノミ。

第十二法 第三法ト同様ニシテ只異ナル點ハ後處理トシテ丹毒二%ヲ用ヒシノミ。

三 絹布染法

第一法 所要ノ植物染料エキスヲ取リ五〇倍量絹布ノ重ノ温湯ニ溶解シ攝氏七〇度ニ熱シ該液中ニ豫メ精練ヲ施シタル絹布ヲ浸漬スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ乾燥ス。



第二法 水一、〇〇〇分ニ對シ明礬六〇分、結晶炭酸曹達六分ノ割合ヲ以テ鹽基性染料ヲ造リ之ニ豫メ精練ヲ施シタル絹布ヲ浸漬スルコト一夜間ニシテ絞リ上ケトワドル。〇・五度ノ硫酸曹達液中ニ操作スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ媒染工程ヲ了リ次ニ染浴器ニ五〇倍量絹布ノ重ノ水ヲ盛り所要ノ植物染料エキスヲ加ヘテ溶解シタル後前記ノ媒染ヲ施シタル絹布ヲ浸漬シ能ク繰リ返シタル後徐々ニ溫度ヲ昇シ約一時間ニシテ沸騰點ニ達セシメ尙其溫度ヲ保持スルコト三〇分間ノ後引上ケ水洗シ次ニ石鹼一〇・二%溶液ヲ造リ攝氏八〇乃至九〇度ニ熱シ該液中ニ染布ヲ浸漬操作スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第三法 豫メ精練ヲ施シタル絹布ヲトワドル三二度ノ鹽化クロム液中ニ浸漬スルコト一夜間ニシテ引上ケ水洗シ次ニ石鹼一〇・二%溶液ヲ造リ攝氏八〇乃至九〇度ニ熱シ該液中ニ染布ヲ浸漬操作スルコト三〇分間ニシテ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第四法 トワドル五二度ノ硝酸鐵液中ニ豫メ精練ヲ施シタル絹布ヲ浸漬スルコト二時間ニシテ絞リ上ケ水洗シタル後結晶炭酸曹達一〇・二%溶液中ニ浸漬スルコト一五分間ニシテ引上ケ水洗シ別器ニ所要ノ植物染料エキス及石鹼一〇%ヲ五〇倍量絹布ノ重ノ水ニ溶解シ之ヲ攝氏七〇度トナシ該液中ニ前記ノ媒染ヲ施シタル絹布ヲ繰リ入レ漸次加熱シテ沸騰點ニ達セシメ適當ノ色相ヲ得ルニ至リ引上ケ水洗シテ乾燥ス。

第五法 第四法ト同様ニシテ媒染工程ヲ二回反覆シテ施行シ所要ノ植物染料エキスニテ色

染ス。

染色堅牢度比較試驗方法ハ從來當所ニ於テ施行セシ方法ト同一ナルヲ以テ之ヲ略ス堅牢度ヲ大別シテ左ノ五種トス。

最堅牢色 符號 一  
堅牢色 符號 二  
稍堅牢色 符號 三  
不堅牢色 符號 四  
最不堅牢色 符號 五

(一) 紅露之さす 紅露ハ沖繩縣八重山群島ニ産スル蕁葎科植物ノ宿根ニシテ其宿根ヲ乾燥煎出シタル溶液ヲ蒸發シテエキストセシモノニシテ宿根ヨリ約一四%ノエキスヲ得ルナリ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ依リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	絹布	第六染法	一〇〇%	帶赤	褐色	三	三	二	二	四	一	一
二	同	第七染法	一〇〇%	鼠	褐色	三	三	二	三	三	一	二
三	同	第八染法	一〇〇%	同	褐色	二	三	一	三	五	一	二
四	毛布	第五染法	一〇〇%	帶赤	鼠色	三	二	三	二	四	二	二
五	同	第八染法	一〇〇%	帶赤	鼠色	三	四	三	二	五	二	三

(二) あくちえさす アクチハ沖繩縣下ニ産出スル樹木ニシテ其樹皮ヲ煎出シ其溶液ヲ

蒸發シテエキストセシモノナリ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ依リ色染ヲ施セ

シモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	絹布	第六染法	一〇〇%	帶赤	褐色	三	三	二	二	四	一	一
二	同	第七染法	一〇〇%	鼠	褐色	三	三	二	三	三	一	二
三	同	第八染法	一〇〇%	同	褐色	二	三	一	三	五	一	二
四	毛布	第五染法	一〇〇%	帶赤	鼠色	三	二	三	二	四	二	二
五	同	第八染法	一〇〇%	帶赤	鼠色	三	四	三	二	五	二	三
六	同	第十二染法	一〇〇%	帶赤	褐色	三	四	三	二	四	二	三
七	同	第十二染法	一〇〇%	帶赤	褐色	二	三	一	三	三	一	二
八	絹布	第四染法	四〇	帶青	褐色	二	四	三	二	四	一	一

(三) 濱茄子之さす 本エキスハ秋田縣下ニ産出スル草根ヲ煎出シ其溶液ヲ蒸發シテ製シタルモノニシテ草根ヨリ約四〇%ノエキス

ヲ得タリ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ依リ色染ヲ施シタルモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認ム左ニ其使用量、色相及

染料堅牢度表ヲ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	絹布	第三染法	八〇%	褐	褐色	三	三	二	二	二	一	一
二	同	第四染法	八〇%	帶赤	褐色	三	三	二	二	二	一	一
三	同	第六染法	八〇%	同	褐色	二	三	一	三	二	一	一



(四) 赤木をさす 本エキスハ沖繩縣下ニ産スル赤木ト稱スル植物ノ樹皮ヲ煎出シテ製

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	同	同	一〇〇%	帶黃	褐色	四	四	三	二	二	三	二
二	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
三	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
四	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
五	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
六	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
七	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
八	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
九	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一〇	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一一	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一二	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一三	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一四	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一五	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一六	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一七	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一八	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二
一九	同	同	一〇〇%	帶赤	鼠色	四	四	三	二	二	三	二

シタルモノニシテ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果トシテ使用シ得ルモノト認ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ掲ク。

(五) 柞木をさす 本エキスハ沖繩縣下ニ産スル柞木ト稱スル樹ノ皮根幹ヲ煎出シテ製

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第六染法	八〇%	帶青	褐色	二	二	三	二	二	二	二
二	同	同	八〇%	帶黃	褐色	二	二	三	二	二	二	二
三	同	同	八〇%	帶赤	鼠色	二	二	三	二	二	二	二
四	絹布	第四染法	四〇%	帶赤	鼠色	四	三	三	二	三	二	一

セシモノニシテ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果トシテ使用シ得ルモノト認ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ掲ク。

(六) らつすをさす 本エキスハ新潟縣下ニ産スル山漆ノ樹皮ヲ煎出シテ製セシモノ

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第三染法	一〇〇%	帶綠	褐色	二	二	二	二	二	二	二
二	同	同	一〇〇%	帶綠	褐色	二	二	二	二	二	二	二
三	毛布	第一染法	一〇〇%	帶黃	褐色	一	一	二	二	二	二	二
四	同	同	一〇〇%	帶黃	褐色	一	一	二	二	二	二	二
五	同	同	一〇〇%	帶黃	褐色	二	二	二	二	二	二	二
六	同	同	一〇〇%	帶黃	褐色	一	一	二	二	二	二	二
七	同	同	一〇〇%	帶黃	褐色	三	二	二	二	二	二	二

ニシテ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ依リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ掲ク。



(七) 丹穀えきす 本エキスハ島根縣下ニ  
 産スル丹穀ト稱スル樹皮ヲ煎出シ其溶液ヲ蒸  
 發シテ製シタルモノニシテ樹皮ヨリ約三七%  
 ノエキスヲ得ルナリ之ヲ各種纖維ニ應用セシ  
 結果左表ノ染法ニ依リ色染ヲ施セシモノハ染  
 料トシテ使用シ得ルモノト認ム左ニ其使用

量、色相及染色堅牢度表ヲ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第三染法	八〇%	帶赤	褐色	三	三	二	二	二	一	二
二	同	第五染法	八〇	同	同	三	三	三	二	二	一	二
三	同	第六染法	八〇	同	鼠色	三	二	一	三	二	二	二
四	同	第七染法	八〇	同	同	三	二	一	三	二	二	二
五	同	第九染法	八〇	同	同	三	二	一	三	二	二	二
六	同	第十二染法	八〇	同	同	三	二	一	三	二	二	二
七	同	第十三染法	八〇	同	同	三	二	一	三	二	二	二
八	毛布	第三染法	一〇〇	同	同	三	二	一	三	二	二	二
九	同	第四染法	一〇〇	同	同	三	二	一	三	二	二	二
一〇	同	第五染法	一〇〇	同	同	三	二	一	三	二	二	二

(八) なるさえさす

本エキスハ沖繩縣  
 下ニ産スルナルキト稱スル樹ノ木片ヲ煎出シ

其溶液ヲ蒸發シテ製セシモノニシテ之ヲ各種  
 纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ依リ色染ヲ

施セシモノハ染料トシテ使用シ得ルモノト認  
 ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第一染法	一〇〇%	帶青	黄色	四	五	五	二	四	三	一
二	同	第二染法	一〇〇	同	同	四	五	五	二	四	三	一
三	同	第三染法	一〇〇	同	同	三	四	二	二	三	三	一
四	同	第四染法	一〇〇	同	同	三	四	二	二	三	三	一
五	毛布	第二染法	一〇〇	同	同	三	四	二	二	三	三	一
六	同	第三染法	一〇〇	同	同	三	四	二	二	三	三	一
七	同	第四染法	一〇〇	同	同	二	三	二	二	二	二	一
八	同	第五染法	一〇〇	同	同	二	三	二	二	二	二	一
九	同	第六染法	一〇〇	同	同	二	三	二	二	二	二	一
一〇	同	第八染法	一〇〇	同	同	二	三	二	二	二	二	一
一一	同	第十二染法	一〇〇	同	同	二	三	二	二	二	二	一
一二	同	第十二染法	一〇〇	同	同	二	三	二	二	二	二	一
一三	同	第三染法	四〇	帶黃	褐色	三	二	一	二	二	一	一
一四	同	第四染法	四〇	同	同	二	三	一	二	二	一	一



(九) たいらしえさす 本エキスハ沖繩  
 縣下ニ産スルターラシト稱スル樹皮ヲ煎出シ  
 其溶液ヲ蒸發シテ製セシモノニシテ之ヲ各種  
 纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ依リ色染ヲ  
 施セシモノハ染料トシテ使用シ得ヘキモノト  
 認ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ掲  
 グ。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	毛布	第三染法	一〇〇%	帶綠	褐色	四	四	三	一	二	一	三
二	同	第四染法	一〇〇%	同	同	二	四	二	二	二	一	一
三	同	第五染法	一〇〇%	鼠	褐色	三	四	二	二	二	二	二
四	同	第九染法	一〇〇%	暗黃	褐色	二	四	一	二	二	二	二
五	同	第十一染法	一〇〇%	帶綠	褐色	二	四	二	二	二	二	二
六	絹布	第十二染法	一〇〇%	帶赤	鼠色	二	二	三	二	二	一	一
七	同	第三染法	四〇	帶赤	鼠色	二	二	三	二	二	一	一
八	同	第四染法	四〇	帶赤	鼠色	二	二	三	二	二	一	一

(十) さいめえさす 本エキスハ和歌山  
 縣下ニ産スルイマメト稱スル樹皮ヨリ製セシ

モノニシテ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果左表  
 ノ染法ニ依リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ

使用シ得ヘキモノト認ム左ニ其使用量、色相  
 及染色堅牢度表ヲ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第二染法	八〇%	帶綠	褐色	四	四	四	二	二	三	一
二	同	第三染法	八〇%	同	同	三	四	四	二	二	二	一
三	同	第五染法	八〇%	同	同	二	三	四	二	二	二	一
四	同	第六染法	八〇%	帶黃	鼠色	三	三	三	二	二	二	一
五	同	第九染法	八〇%	帶綠	褐色	三	三	三	二	二	二	一
六	同	第十二染法	八〇%	帶綠	褐色	三	三	三	二	二	二	一

(二) 三巴印澁木えさす 本エキスハ  
 沖繩縣下ニ産スル楊梅皮ヨリ製セシモノニシ

テ之ヲ各種纖維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ  
 依リ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得

ルモノト認ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢  
 度表ヲ掲ク。

番號	染	法	染料使用量	色	相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	綿布	第一染法	八〇%	暗黃	黄色	四	四	四	三	四	二	二
二	同	第二染法	八〇%	帶青	黄色	四	五	四	三	三	二	二
三	同	第三染法	八〇%	帶黃	褐色	三	三	三	二	二	二	二
四	同	第六染法	八〇%	帶黃	鼠色	二	三	三	二	二	二	二
五	同	第九染法	八〇%	帶黃	鼠色	三	四	三	二	二	二	二
六	同	第十三染法	八〇%	暗黃	黄色	四	四	三	三	四	二	二



番號	染料	法	染料使用量	色相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
七	同	第十四染法	八〇	帶黃褐色	三	二	二	四	二	二	一
八	毛布	第一染法	一〇〇	帶綠褐色	二	四	三	二	二	二	二
九	同	第二染法	一〇〇	暗黃	三	四	三	二	二	二	二
一〇	同	第三染法	一〇〇	褐	三	四	三	二	二	二	二
一一	同	第四染法	一〇〇	帶黃褐色	三	四	三	二	二	二	二
一二	同	第五染法	一〇〇	帶綠褐色	三	四	三	二	二	二	二
一三	同	第七染法	一〇〇	同	三	四	三	二	二	二	二
一四	同	第九染法	一〇〇	帶黃褐色	三	四	三	二	二	二	二
一五	同	第十染法	一〇〇	帶黃褐色	三	四	三	二	二	二	二
一六	同	第十一染法	一〇〇	帶黃褐色	三	四	三	二	二	二	二
一七	同	第十二染法	一〇〇	帶黃褐色	三	四	三	二	二	二	二
一八	絹布	第二染法	四〇	帶黃褐色	三	三	二	二	二	二	二
一九	同	第三染法	四〇	帶黃褐色	三	三	二	二	二	二	二
二〇	同	第四染法	四〇	黑	二	三	二	二	二	二	二

(二) 星印澁えさす 本エキスハ北海 種織維ニ應用セシ結果左表ノ染法ニ依リ色染 ト認ム左ニ其使用量、色相及染色堅牢度表ヲ 遺産ノ楊梅皮ヨリ製シタルモノニシテ之ヲ各 ヲ施セシモノハ染料トシテ使用シ得ベキモノ 掲グ。

番號	染料	法	染料使用量	色相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
一	布綿	第六染法	八〇%	帶黃褐色	二	三	三	二	二	一	一
二	同	第九染法	八〇	黑	三	三	三	二	二	一	一
三	毛布	第四染法	一〇〇	帶綠褐色	二	四	三	二	二	一	一
四	同	第五染法	一〇〇	帶黃褐色	三	四	三	二	二	一	一
五	同	第十染法	一〇〇	帶青黃褐色	四	三	二	二	二	一	一

(三) ちんきえさす 本エキスハ沖繩縣 モノニシテ之ヲ各種織維ニ應用セシ結果左表 使用シ得ルモノト認ム左ニ其使用量、色相及 下ニ産スルチンキト稱スル樹皮ヨリ製シタル ノ染法ニヨリ色染ヲ施セシモノハ染料トシテ 染色堅牢度表ヲ掲グ。

番號	染料	法	染料使用量	色相	日光	曹達	石鹼	醋酸	硫酸	水洗	摩擦
六	同	第十一染法	一〇〇	暗黃	四	四	二	一	一	一	二
七	同	第十二染法	一〇〇	帶黃褐色	二	三	三	二	二	一	二
八	絹布	第三染法	四〇	同	三	三	三	二	二	一	二
九	同	第四染法	四〇	帶赤鼠色	三	三	三	二	二	一	二

十二 人造染料製造試験

報告 (第一回)

工業試験所技師 小島正輝  
工業試験所技手 柴崎瀨平

從來本邦ニ於テ使用セラレタル染料ノ大部分ハ獨逸製人造肥料ニシテ大正二年ノ輸入額ハ約八百萬圓ニ達シ且ツ年々著シキ増加ノ傾向ヲ示セシニ偶々歐洲戰亂勃發ノ爲メ之ガ輸入俄ニ杜絶シ市價暴騰ノ結果染織業者等ハ勿論一般公衆ノ困難一方ナラザル状態ニ立チ至レリ。蓋シ新業ハ曾テ本邦ニ於テモ之カ製造ヲ企畫セシモノナキニ非ザリシモ平素獨逸品ノ壓迫ヲ蒙リ花苜今且ニ及ヒシモノニシテ爲ニ今回ノ如キ時局ニ際會シテハ一層其影響ヲ蒙ルコト大ナリトス。元來染料工業ハ染料其物ニ取リテハ勿論、染料ト同時ニ副成物トシテ得ラル、火藥原料、醫藥及香料等ト密接ノ關係ヲ有シ有機化學工業ノ大部分ヲ占ムルノミナラズ助劑トシテ多數ノ工業藥品ヲ必要トシ化學工業ノ發達ニ關係スル所多ナルヲ以テ之カ講究ノ急務ニ附スベカラザルハ今更言フ俟タザル所ナリトス。

是ヲ以テ當所ニ於テハ當ニ目下染料ノ缺乏セル状態ニ鑑ミルノミナラズ尙ホ將來本邦ニ於ル化學工業ノ發展ニ資センガ爲メ染料並ニ中間化合物ノ製造ニ關スル研究ヲ施行スルヲ急務ト爲シ聊カ其其實績成績ノ概略ヲ報告シテ以テ製造業者ノ參考ニ供スルコト、セリ此研究ヲ施行スルニ當リテハ先ツ獨逸國ニ於ル各染料會社ヨリ販賣サル、重要ナル既製染料並ニ中間化合物ノ製造試験ヨリ着手シ後ニ新染料及染料ニ關係アル有機化合物ノ合成ニ關スル研究ニ及ボスコト、セリ。

試驗ニ使用セル原料ハ主トシテ東京瓦斯株式



會社製九〇%ベンゾール、トルオール、ナフタリン、アニリン及石炭酸等ニシテ助劑トシテハ概ネ内地産工業藥品ヲ用ヒタレトモ苛性曹達ノ如キハ内地産粗製品ヨリモ主トシテ月印強度ノ輸入品ヲ使用シ、亞硝酸曹達モ便宜上純粹品ヲ使用セリ。

染料ノ名稱ハ獨逸國ニ於テモ各會社ニヨリ之ヲ異ニスルノミナラス製造法並ニ色調等ニ依リ各自ニ異ナル點アルヲ以テ當所ニ於テモ夫々獨特ノ名稱ヲ附シタリ。

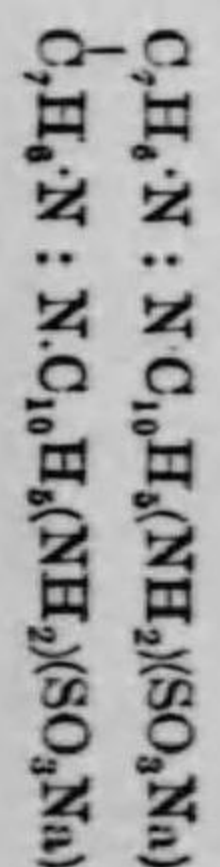
即チ比較的純粹ナル單一成分ヲ有シ殆ント學名ヲ以テ國人ニ膾炙セル品名ヲ有スルモノニハ其原名ニ從ヒ尙ホ工業試驗所製ナルコトヲ表ハス爲メ「K」ナル符號ヲ附加セリ。又新染料或ハ獨特ノ製法ニ依ルモノ及其他多少獨特ノ性質等ヲ有スルモノニハ我國ノ名ニ因ミ「日」出「ナル」名稱ヲ冠シ、又必要ナル場合ニハ次ノ如キ略字ヲ附シテ其性質ヲ表ハスコトセリ。

R、B、Y、及G、ハ夫々赤色、青色、黄色及綠色ニ富メルモノナルコトヲ示セリ。W、S、C、ハ夫々羊毛、綿及木綿ノ染料トシテ特ニ適合スルコトヲ示セリ。

Aハ酸性染料、Mハ媒染々々料、AMハ酸性媒染、Dハ直接木綿染料、Vハ建築染料、T

ハタンニン媒染或ハ鹽基性染料、Fハ纖維上ニテ顯色スルモノナルコトヲ示セリ。尙ホ次ニ述ブル所ノ製造方法ハ試驗ヲ行ヒタル中ニ就キ最モ好結果ヲ與ヘ且工業的方法トシテ適當ト認メタルモノ、ミヲ掲載スルコトセリ。

第一號 べんぞばいぶり



直接木綿染料ハ本邦ニ於テ需要多ク殊ニ南洋方面ニ輸出サル、織物類ノ染色ニ多量ニ使用サル、ヲ以テ輸入杜絶以來此方面ヲ專ラトスル當業者ノ蒙リタル打撃ハ頗ル大ナルモノアリ。就中ベンゾバールプリンハ赤色直接染料ニシテ特ニ需要多キ必要品ナルヲ以テ輸入杜絶以來其價著シク暴騰セリ。

製造ノ順序

トルオール↓ニトロトルオール↓トリヂンナフタリン↓ニトロナフタリン↓ナフチルアミン↓ナフチオン酸
ニトロオール C12H8N2O2 普通ノニトロ化法ニ依リ瓶又ハ鐵製釜ニトルオール(含有量九〇%)一甌ヲ容レ低温度ニ保持シツ

、硝酸一・一甌及硫酸一・七五甌ノ混合物ヲ徐々ニ滴下シ攪拌シツツ充分ニ作用セシメ反應終レハ油狀部分ト酸ノ部分トヲ分離シ油狀部分ヲ能ク水洗シタル後之ニ蒸氣ヲ通シテニトロ化セザル部分ヲ排除セシム。ニトロ化合物ノ平均收得量ハ一・二甌ニシテニトロ化合物トルオールノ回收量ハ約八〇瓦ナリ。斯クシテ得タルニトロトルオールハ普通オルト化合物六〇乃至六五%、パラ化合物三五%及少量ノメタ化合物ヲ含有スルヲ以テ大路之ヲ分離スレハ純粹ナルパラ化合物約三〇〇瓦オルト及バラノ混合物七五〇瓦ヲ得ベシ、前者ハタリソヘニン等ノ原料トシテ用ヒ後者ハオルトリヂンノ原料トス。分離ノ方法ハ蒸氣分留、分別結晶及減壓分留ノ三法或ハ其中ノ二法ヲ反復併用スルヲ以テ得策トス。蒸氣分留ニヨリ溜出スルモノ、割合ハオルトニトロトルオール一ニ對シ水八乃至九ナリ。分別結晶法ニ於テハ先ツ少量ノパラ化合物ヲ含有セルオルト化合物ヲ零下八度乃至十度ニ冷却

テ其温度ニ於テ遠心濾過又ハ吸水濾過ヲ行ヘバ比較的完全ニ之ヲ分離スルコトヲ得ルナリ。

トリヂン H2NC6H4CH2NH2 ニトロトルオール七五〇瓦ヲ普通ノ方法ニヨリ亞鉛末及苛性曹達ニテ還元シ之ヲ鹽酸ト共ニ熱スレバオルトリヂンヲ生ズ。此物ハ不溶性ノ硫酸鹽ヲ作ルヲ以テ硫酸鹽トシテ析出セシムルコトヲ得ヘシ。其收得量ハ硫酸鹽トシテ六二〇瓦ナリ。銀光澤ヲ有スル水ニ不溶性ノ板狀結晶ニシテ空氣中ニ長ク放置スルトキハ多少赤色又ハ綠色ヲ帯フルニ至ル。鹽酸ト共ニ熱シテ轉化セシムル際鹽酸缺乏スルトキハ生成物ハ赤色ヲ呈シ然ラサルトキハ綠色ヲ呈ス。

ニトロナフタリン C10H7NO(1) ナフタリンニ二・二五甌ヲキッパ氏法ニヨリニトロ化スレハ容易ニ得ラル。但シ反應ニ伴ヒ激シク發熱スルヲ以テ絶エス冷却スルヲ要ス。若シ温度高キニ過クルトキハ(15)及(18)ニニトロ化合物ヲ副生シ内容物凝固シテ操作困難ナリ。尙ホ少量ニ存在スルナフタリン及酸ノ殘リヲ除去セントスレハ之ニ蒸氣ヲ通スヘシ。其收得量三甌ナリ。本品ハ黄色ノ塊狀ニシテ融點五〇乃至五二度

ナリ。又更ニソルベントナフタ、アルコール等ヨリ再結晶ヲ行ヘハ融點六一度ノ純粹ナル結晶ヲ得ヘシ。

ナフチルアミン C10H7NH(1) 鐵屑五〇〇瓦、水五〇〇瓦、鹽酸四〇〇瓦ヲ攪拌裝置ヲ有スル鐵器ニ入レ四〇〇瓦ノニトロナフタリンヲ加ヘ温度八〇度ニテ還元ス、還元ヲ終レバ石灰ニテ中和シ過熱蒸氣ヲ通シテ蒸溜ス、蒸氣ノ温度ハ一三〇乃至一五〇度附近ヲ最モ適當トス、温度高キニ過クルトキハ酸化鐵ノ爲メニ多少少量ヲ減ス。反應ノ終點ヲ判別スルコトハ稍ヤ困難ナレトモ五乃至六時間ハ後小部分ヲ取り出し過熱蒸氣ヲ通シテ其蒸溜物カ無色ナルカ黄色ナルカニ依リテ判別スルコトヲ得ヘク若シ蒸溜物カ黄色ヲ呈スレハ還元不充分ナルコトヲ示スモノナリ。還元ノ效果ハ鐵粉ノ大サニ關係シ鐵粉細末ナレハ比較的短時間ニテ還元ヲ終リ好結果ヲ與フ。

ナフチオン酸 C10H6NH2SO3H(14) ナフチルアミン三甌、硫酸二・六甌ノ混合物ヲ油浴付キ鐵釜ニ客レ一七〇乃至一八〇度ニ一〇時間熱スレハ次第ニ凝固シテ遂ニ脆弱性ノ固體トナル、此時熱スルコトヲ止メ水ニ溶解シテ苛性曹達又ハ石灰ニテ中和シ濾過シテ酸性ニスレハ白色不溶性性ノナフチオン酸ヲ析出ス

尙ホスルフオン化ノ際少量ノ硝酸(約一五〇瓦)ヲ加フレハ比較的反應ヲ容易ニ且ツ完全ナラシムルコトヲ得ヘシ其收得量ハ四・四甌ナリ。顯色反應。トリヂン硝酸鹽三一〇瓦ヲ鹽酸(ボーマーニ二度)二五〇瓦、亞硝酸曹達一四〇瓦ヲ以テ低温度ニ於テチアゾ化セシム、此チアゾ化合物ハ水ニ可溶性ニシテ黄色ヲ呈シ不安定ナルヲ以テ絶エス五度以下ニ保持スルヲ可トス、之ニ一六〇瓦ノ醋酸曹達ヲ加ヘ數日間放置シタル後六〇度ニ温メ曹達灰ニテ中和シ冷却スレハベンゾバールプリンノ赤色結晶性沈澱ヲ生ズ、乃チ之ヲ濾過乾燥シテ之ヲ粉末トス、其收得量約六〇〇瓦ナリ。ナフチオン酸ノ少量キトキ又ハ酸性強キトキ及温度高キトキハ副生物ヲ生シ收得量並ニ色調ヲ害スルヲ以テナフチオン酸ハ可成過剩ヲ用ヒ最後ニ母液ヲ酸性ニシテ回收スルコトヲ得策トス。本染料ノ粉末ハ赤褐色ニシテ結晶性ヲ有シ強酸ニ逢ヘハ青色ニ變シアルカリニハ赤褐色ニ溶解シ之ニ醋酸ヲ加フレハ褐色ノ沈澱トナル。

材料費



染料製造費ノ内直接ニ染料價格ヲ支配スヘキモノハ主トシテ原料及其他ノ藥品ニシテ工賃其他ノ間接費用ハ經營ノ方法如何ニヨリテ一定シ難ク且ツ經營ノ方法宜シキヲ得ハ多クノ場合ニハ直接材料費ニ比シテ遙ニ低下セシムルコトヲ得ヘケレハ爰ニハ一切ノ間接費ヲ省キ單ニ材料費ノミヲ計上セリ。

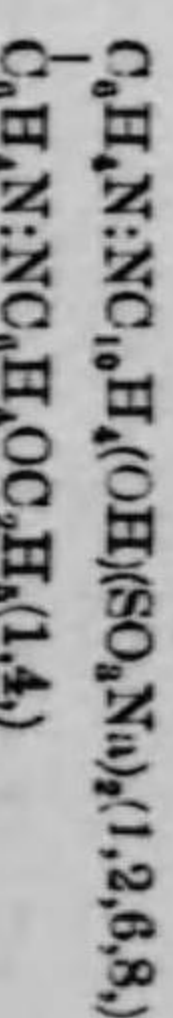
而シテ原料及藥品ノ價格ハ現在ニ於ル製造費ヲ示サンカ爲メ便宜上大五年九月頃ノ價格表及其頃當所ニ於テ購入シタルモノノ價格等ヲ標準トシテ材料費ヲ計算スレハ左ノ如シ、以下述アル所ノ諸染料ニ於テモ同様ナリ。

材料	用量	單價(百封度ニ付キ)	價格
トルオール	300	50	15000
鹽酸	1000	30	30000
苛性曹達	120	130	15600
亞硝酸曹達	40	130	5200
亞鉛末	40	130	5200
なふたりん	40	130	5200
曹達	100	110	11000
曹達灰	100	90	9000
醋酸曹達	100	100	10000

右ノ材料ヨリ得ラル、モノハバラニトウトルオール一五〇瓦及ベンゾパープリンK約六〇〇瓦ニシテ前者ニ對スル材料費二〇錢九厘ヲ控除スレハベンゾパープリンK一斤ニ對スル材料費ハ約二、〇六圓ナリ但シオルト及バラ化合物ノ分離操作ヲ大規模ニ連續的ニ作業スレハ機械的損失ヲ幾分減少シ得ルヲ以テ前述ノ價格ヨリモ更ニ低廉ト爲スコトヲ得ヘシ。

而シテ戰前ニ於ル此種ノ染料ノ小賣相場ハ一斤ニ付キ約九〇錢前後ナリシモ現今ハ果シテ幾何マテ騰貴セルヤ知ルヘカラス。

### 第二號 だいあみんすか れっとK



#### 製造ノ順序

ベンゾール→ニトウベンゾール→ベンゼマン  
ナフタリン→ナフトール→ナフトールヂスルフォンヂマン

ニシテ前者ト相並ンテ多量ニ使用セラル、而モベンゾパープリンニ比シテ遙カニ堅牢ナルコト、美麗ナル特色ノ色調ヲ有スルコト、又特ニ絹及毛ニ對シテモ甚ダ能ク適合シ其染着力、堅牢度、色調等ノ優秀ナルコトハ本染料ノ特長ニシテ需用頗ル多キモ現今全ク缺乏ノ状態ナルヲ以テ之カ製造試驗ヲ行ヘリ。  
ベンゼマン  $H_2NC_6H_4C_6H_4NH_2$  普通ノニトロ化法ニ依リベンゾールヨリニトロペンゾールヲ製シ(第九號染料參照)其製品二八〇瓦ヲ採リ之ヲ苛性曹達及亞鉛末ニテ還元シ鹽酸ト共ニ熱スレハベンゼマンヲ生ズル乃チ下溶性ノ硫酸ベンゼマントシテ之ヲ析出セシム。硫酸ベンゼマンノ收量ハ約二八五瓦ナレトモ還元過タルトキハアニリンノ副生ニ依リベンゼマンノ收得量ヲ減ス。  
βナフトール  $C_{10}H_7OH$  ナフタリン五〇〇瓦ヲ一〇〇度附近ノ溫度ニ熱シタル硫酸五〇〇瓦中ニ徐々ニ加ヘ一六〇度以上ノ溫度ニテスルフォン化シタル後之ヲ水ニ溶解シ鹽析シ濾過乾燥セルβナフタリンスルフォン酸曹達ヲ苛性曹達ト共ニ熔融シ更ニ之ヲ水ニ溶解

石炭酸 赤色中間染料→ダイアミン  
スカロレットK

シ鹽酸ニテ酸性ニスレバβナフトールノ沈澱ヲ生ス。乃チ之ヲ濾過乾燥シ真空蒸溜又ハ再結晶ヲ行ヒテ精製スレハ三八〇乃至二〇四瓦ノ純白結晶性ノβナフトールヲ得ヘシ。熔融裝置ニハ鐵製二重釜ヲ用ヒ油浴ニテ熱スレハ最モ結果好ク直火ニテ熱スレハ操作簡單ナレトモ多少黑色ノ副成物ヲ生ス、又原料トシテ用フルスルフォン酸不純ナルトキハ同様ニ黑色副生物ヲ生シ從ツテ收得量ヲ減ス。

ナフトールニスルフォン酸  $C_{10}H_7(OH)(SO_3H)_2(2,6)$  斯クシテ得タルβナフトール二〇〇瓦ヲ濃硫酸八〇〇瓦ニ溶解シ常溫ニテ十日間作用セシムレハ四六乃至五〇瓦ノβナフトールスルフォン酸S(2,6)ト約四三〇瓦ナフトールニスルフォン酸G鹽ヲ生ス。之ヲ水ニ溶解シ中和スレハ前者ノ内約一五瓦ハ先ヅ析出シ其他ハ溶液中ニ存在ス。此溶液ハ直チニ顯色ニ用フルコトヲ得レドモ、美麗ナル色調ノ染料ヲ得ントスル場合ニハ更ニ之ヲ精製スルヲ要ス其精製法トシテ一旦蒸發乾固セルモノヲアルコールニテG鹽ノミヲ浸出スル法アレトモ多量ノアルコールト手數及時間ヲ要シ頗ル不經濟ニシテ其結果良好ナラス之ニ反シ精製セント欲スル溶液ニヂアゾベンゾール又ハ之ト類似ノヂアゾ化合物ノ溶

液ヲ加フレハ不純物ハ先ヅ色素トナリテ析出シG鹽ノミ溶液中ニ殘留スルヲ以テ極メテ簡便ニ且完全ニ精製シ得ルノミナラス不純物ハ全部有用ナル染料トシテ直チニ使用シ得ルヲ以テ頗ル經濟的ナリ又スルフォン化ノ際常溫ニテ十日間作用セシムル代リニ六〇度ニテ約一晝夜作用セシムレハ短時間ニテ略ホ同様ノ結果ヲ得ヘシ。

顯色反應。硫酸ベンゼマン二八五瓦ヲトリヂンノ場合ト同様ニヂアゾ化シ之ニG鹽四〇〇瓦ヲ加ヘ更ニ石炭酸一〇〇瓦ヲ加ヘ少シク温メテ結合セシムレハ赤色ノ中間染料ヲ生ス、之ヲ濾過シ壓搾シタル後酒精及苛性曹達ニ溶解シ通常ノエチル化法ニ從ヒ臭化エチルト共ニ高壓釜中ニテ熱シ、然後之ヲ冷却放置スレハダイアミンスカレットハ赤色ノ結晶トナリテ析出ス。乃チ之ヲ濾過乾燥シテ粉末トス。其收得量約六〇〇乃至六二〇瓦ナリ、尙ホ母液ヲ蒸溜シテアルコール及臭化曹達ヲ回收スルコトヲ得ルナリ。

#### 材料費

材料	用量	單價(百封度ニ付キ)	價格
ベンゾール	100	100	10000
		100	10000
		100	10000

石炭酸	100	160	16000
臭化加里	100	180	18000
硝酸	100	130	13000
苛性曹達	100	130	13000
亞硝酸曹達	100	130	13000
食鹽	100	100	10000
ナフタリン	100	100	10000
アルコール	100	100	10000
鹽酸	1000	30	30000
硫酸	1000	30	30000
曹達灰	100	90	9000
亞鉛末	100	100	10000
合計			131200

右ノ内臭化加里約一〇〇瓦及アルコール約一疋ハ回收スルコトヲ得ルヲ以テ其代價ヲ控除スレハ三、八一四圓トナル然ルニ右ノ材料ヨリ得ラル、成生物ハダイアミンスカレットK約六〇〇瓦及S鹽四六瓦ニシテ後者ヨリハ更ニアニリン、ナフチルアミン類及ナフチルアミンスルフォン酸、アムモニア等ノ結合ニヨリ容易ニ第三號及第四號染料及其他ノ有用ナル染料ヲ製造スルコトヲ得ルヲ以テ本染料一斤ニ對スル材料費ハ三、四二圓トナル。  
而シテ戰前ニ於ル此種ノ染料一斤ノ小賣相場ハ一・八五乃至二・一八圓ニシテ現今市場ニハ



殆ト其存在ヲ見ス、唯僅ニ殘存スルモノハ多クハ不純品ナルニ拘ハラズ頗ル高價ナルヲ以テ純粋品ノ價格幾何ナルヤ之ヲ推定スルコト困難ナリ。

### 第三號 日の出れんぢY

本染料ハ橙色酸性染料ニシテ絹及毛ヲ染ムルニ適シ其色調ハオレンジYヨリモ黄色ニ富ミ頗ル美麗ニシテ且堅牢ナリ色調美麗ニシテ堅牢ナルコト及收得量多クシテ製造費ノ低廉ナルコトハ此染料ノ特長ナリ。

#### 製造ノ順序

ナフタリン↓ニトロフトール↓ナフトールスルフォン酸  
ベンゾール↓ニトロベンゾール↓アニリン

顯色反應。チアゾ化桶ニアニリン油一六〇瓦硫酸二六〇瓦水及水ヲ加ヘ温度ヲ零度附近ニ保持シツ、亞硝酸曹達ノ水溶液ヲ加ヘテ之ヲチアゾ化シ此溶液ヲ第二號染料ニ於テ述ヘタルナフトールスルフォン酸曹達ノ溶液中ニ加フレハG鹽以外ノスルフォン酸ト直ニ結合シテ本染料ノ赤色沈澱ヲ生ス、而シテチアゾ溶液ノ數滴ヲ加フルモ最早顯色セサルニ至レハ之ヲ加フルコトヲ止メ濾過乾燥シテ粉末トナス其收得量ハ上述ノチアゾ化溶液全部ニ

對シテ約六〇〇瓦ナリ。

#### 材料費

材料	用量	單價(百封)	價格
ベンゾール	一六	三〇	一〇七
ナフトール	三六〇	一	三〇七
硫酸	九〇	四	三八
亞硝酸曹達	二〇	四〇	一〇七
鹽	二〇	五	一〇
硝	二〇〇	一三	二六
曹達	三八〇	七・五	二八
鐵屑	二八〇	二	五三

日ノ出オレンヂY

#### 合計

九三

右ノ材料ヨリ得ル日ノ出オレンヂYノ量ハ六〇〇瓦ナルヲ以テ染料一斤ニ對スル材料費ハ〇・九三八圓ニ相當ス而シテ戰前ニ於ル此種ノ染料價格ハ一斤ニ付キ〇・八〇圓ナリ。

#### 製造ノ順序

ナフタリン↓ニトロフトール↓ナフトールスルフォン酸  
ナフトリン↓ナフトール↓ナフトールスルフォン酸

### 第四號 日の出ふすとれ

赤色酸性染料ニシテファストレッドAヨリモ青色ニ富ミ絹及毛染ニ適ス第三號染料ト同シク第二號染料ノ副成物ニシテ製造費頗ル低廉ナリ。

顯色反應。第一號染料ニ於テ述ヘタル方法ニ依リ得タルナフトールスルフォン酸二一五瓦ヲ鹽酸四五瓦ト亞硝酸曹達一〇五瓦ニテチアゾ化シタル液ヲ第三號染料ト同様ニナフトールスルフォン酸ニ結合スレハ直ニ本染料ノ赤色沈澱ヲ生ス即チ之ヲ濾過乾燥シ粉末トス其收得量ハ約六〇〇瓦ナリ。

#### 材料費

材料	用量	單價(百封)	價格
ナフトール	二五	一	二五
亞硝酸曹達	一〇五	四〇	四二
ナフトール	三七五	一	三七五
合計			四二二

日ノ出ファストレッドB

右ノ材料ヨリ得ル染料ノ量ハ六〇〇瓦ナルヲ以テ染料一斤ニ對スル材料費ハ〇・八〇二圓ナリ平時及現今ニ於ル市價ハ第三號染料ト略ホ相等シ。

### 第五號 ぶらゝあんとす

かれつとK



本品ハ一名クロセンスカレットトモ稱スル赤色酸性染料ノ一ニシテ毛及絹染ニ適用シ頗ル美麗ニシテ且堅牢ナルモノナリ。

#### 製造ノ順序

ナフタリン↓ニトロフトール↓ナフトールスルフォン酸  
ナフトリン↓ナフトール↓ナフトールスルフォン酸(268) カレットK

顯色反應。ナフチオン酸(第一號染料參照)二三瓦ヲチアゾ桶ニ入レ水二盞及水ヲ加ヘ更ニ鹽酸一〇瓦ヲ加ヘ亞硝酸曹達七〇瓦ノ水溶液ヲ滴下シテチアゾ化ス此場合ニハチアゾ化反應ニ比較的長時間ヲ要スルヲ以テ亞硝酸曹達ヲ入レ終リタル後モ尙ホ暫時攪拌ヲ連續スヘシ此チアゾ化合物ハ黄色不溶性ノ結晶體ニシテ比較的安全ナルヲ以テ常溫ニ於テモ容易ニ分解セス。

チアゾ化化合物ヲナフトールニ

スルフォン酸G<sub>1</sub>アルカリ性溶液中ニ加ヘ能ク攪拌シテ結合セシムG鹽ノ濃度稀薄ニ過クルトキハ結合困難ナルヲ以テG鹽一ニ對シテ水一五以内ナルコトヲ可トス而モ尙ホ反應ニ相當スル時間ヲ要スル故暫時攪拌ヲ持續シ最後ニ少シク温メテ反應ヲ完結セシムヘシ反應終レハ之ニ食鹽ヲ加ヘテ鹽析シ濾過乾燥シテ粉末トス其收得量四二〇瓦ナリ。

#### 材料費

材料	用量	單價(百封)	價格
ナフトリン	四七五	二八	一三三
硝	一八〇	一三	二三
修	七	一三〇	三三
石	三〇	〇・X	一
食	九〇〇	四	三八
鹽	九〇〇	五	四五
硫酸	一三六〇	四	一三二

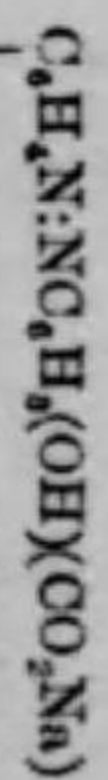
#### 製造ノ順序

ベンゾール↓ニトロベンゾール↓ベンヂマン  
石炭酸曹達↓サリチル酸曹達

右ノ材料ヨリ得ラル、プリ、アントスカレットKノ量ハ約四二〇瓦ナルヲ以テ染料一斤ニ對スル材料費ハ一・四三圓ナリ而シテ戰前ニ於ル相場ハ一斤ニ付キ〇・九五圓ナリ。

### 第六號 日の出こっしん

あろー



黄色木綿染料ニシテアルカリ性浴又ハ石鹼浴ニテ木綿ヲ染色スルニ適ス。

サリチル酸。C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(OH)(CO<sub>2</sub>H)(1,3) 石炭酸曹達五盞ヲ高壓釜ニ入レ炭酸瓦斯ヲ充分吸收セシメタル後之ヲ密閉シテ一二〇度ニ於テ數時間加熱シ冷却後之ヲ水ニ溶解シテ酸性ニスレハサリチル酸ヲ析出ス即チ之ヲ濾過シ乾燥ス其收得量ハ約四・三盞ナリ。

顯色反應。第二號染料ノ中間化合物トシテ製造セル硫酸ベンヂマン一盞ノチアゾ化液ヲ日ノ出コットンエロー



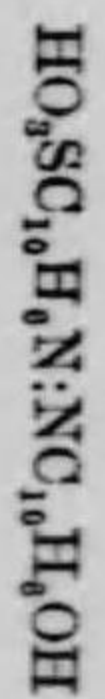
サリチル酸曹達ノ水溶液中ニ加フレハ本染料ノ褐色沈澱ヲ生ズ。則チ濾過乾燥シテ粉末トス其收得量ハ約一・八疋ナリ。

材料費

材料	用量	單價(百封度ニ付キ)	價格
ベンゾール	七六	三〇	二二八〇
石炭酸	八〇〇	一六〇	一二八〇〇
鹽酸	九三〇	五	四六五〇
硫酸	一八〇〇	二	三六〇〇
亞硝酸曹達	五〇〇	四〇	二〇〇〇〇
大理石	二二〇〇	〇・三	六六〇
苛性曹達	九〇〇	一三	一一七〇〇
亞鉛未	一四〇	四〇	五六〇〇
合計			一七三、〇〇〇

右ノ材料ヲ以テ日ノ出コトソエロー一・八疋ヲ得ルガ故ニ染料一斤ニ對スル材料費ハ二・三六圓ニ相當スルモ若シ炭酸瓦斯ヲ經濟的ニ發生セシメ石炭酸ヲ廉價ニ得レバ其製造費ヲ更ニ低廉ナラシムルコトヲ得ベシ而シテ此種ノ染料ノ市價ハ平時ニ於テハ一斤ニ付キ一・二五圓位ナリ。

第七號 日の出すかれとS



本品ハ美麗ナル赤色酸性染料ニシテダイアミンスカレットト共ニ緋色絹染料用トシテ最モ優秀ナルモノナリ色調ハダイアミンスカレットニ比シテ多少黄色ニ富メルヲ以テ多クノ場合ニハオーラミンノ下染ヲ要セズ。日光及水洗等ニ對シテ堅牢ナリ。

製造ノ順序

ナフタリン↓βナフトール↓βナフチルアミン↓ナフチルアミン↓ナフチルアミン  
βナフチルアミン  $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}_2$  βナフトール五五〇瓦ヲアムモニヤ水(比重〇・九一)ト共ニ高壓釜ニ入レ温度二〇〇度乃至二二〇度、壓力四〇氣壓ニテ晝夜連続加熱ヲ行フ。其製品中ニハ尙ホ多量ノナフトールヲ含有スルヲ以テ苛性曹達液ニテ之ヲ除去シ其殘物ヲ鹽酸ニ溶解シ更ニ苛性曹達液ヲ加ヘテ沈澱セシムレバβナフチルアミンヲ生ズ其收得量ハ二〇〇乃至二八〇瓦ナリ温度及時間ノ過ギタルトキハ二ナールアミンヲ生ジ收得量ヲ減ズ。

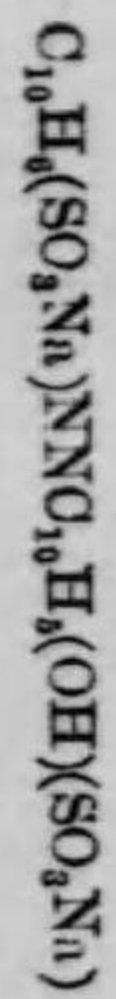
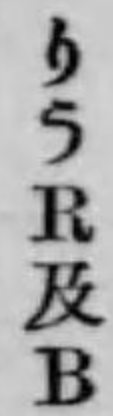
材料費

材料	用量	單價(百封度ニ付キ)	價格
ナフタリン	五九〇	三六	二一三〇〇
硫酸	一三〇〇	四	五二〇〇
アンモニヤ	五〇〇	二四	一二〇〇〇
鹽酸	二五〇〇	五	一二五〇〇
苛性曹達	八〇〇	一四	一一二〇〇
亞硝酸曹達	一〇〇	四〇	四〇〇〇
合計			一、一三、〇〇〇

日ノ出スカレットS

即チ染料一斤ニ對スル材料費ハ一・三五圓位ニシテ此種ノ染料ノ市價ハ平時ニ於テ一斤ニ付キ一・三五圓ニシテ現今ハ頗ル騰貴セリ。

第八號 日の出くろびぶ



本品ハ青色酸性媒染々料ニシテ酸性浴ニテ毛又ハ絹ヲ染メ然ル後重クロム酸加里ニテ後處理ヲ行ヘバ頗ル堅牢ナル青色ニ變化スルヲ以テ普通ノ媒染々料ノ如キ煩雜ナル手数ト經費トヲ要セザ單ニ一浴法ニテ充分堅牢ナル青色ニ染ムコトヲ得ルヲ以テ特長トス。

製造ノ順序

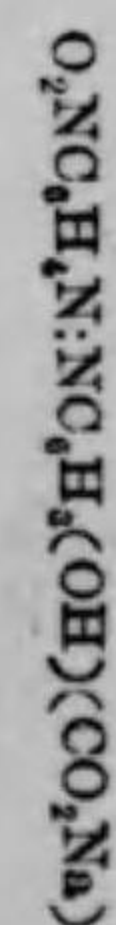
ナフタリン↓ニトロナフタリン↓ナフチルアミン↓ナフチルアミン  
スルフォン酸(15又ハ14等)  
ナフタリン↓ニトロナフタリンスルフォン酸↓ナフチルアミンスル  
フォン酸↓ナフトールスルフォン酸  
ナフチルアミンスルフォン酸  $\text{C}_{10}\text{H}_7(\text{SO}_3\text{Na})_2$   
Zn 鉛引鐵製ノ釜ニ硫酸二疋及ナフタリン一疋ヲ入レ可成低温度ニ於テ攪拌シ然ル後之ニ硝酸八〇〇瓦及硫酸八〇〇瓦ノ混合酸ヲ徐々ニ滴下シテ作用セシムレバ數種ノニトロナフタリンスルフォン酸ヲ生ズ、之ヲ更ニ數

材料費

材料	用量	單價(百封度ニ付キ)	價格
ナフタリン	三三〇	三六	一二〇〇〇
鹽酸	一〇〇	五	五〇〇
硫酸	一〇〇	四	四〇〇
石炭酸	一八〇	一	一八〇
苛性曹達	一八〇	一三	二三六〇
亞硝酸曹達	二〇〇	四〇	八〇〇〇
鐵屑	三三	二	六六〇
合計			一、五、〇〇〇

右ノ材料ヨリ得ル日ノ出クロムブリウノ量ハ約六〇〇瓦ナルヲ以テ染料一斤ニ對スル材料費ハ〇・九三六圓ニ相當ス。而シテ戦前ニ於ル此種ノ染料一斤ノ價格ハ一・三〇圓乃至一・六〇圓ニシテ現今ノ市價ハ確定セズ。

第九號 もるだんとろーK



本品ハ媒染々料又ハ酸性媒染染料ニ屬スル黄色染料ニシテクロム媒染ヲ施シタル毛ヲ黄色ニ染ムルニ適ス其色頗ル堅牢ナルヲ以テ製絨















料(ヘリオトロピン)樟腦重油ヨリ同様ニ製造シ得ヘシ

### 十四 からすざんせう葉ノ揮發油

工業試験所技手 篠崎英之助

カラスザンセウ *Zanthoxylum Atankhoites* Fr. et N. ハ芸香料ニ屬シ本邦暖帶地方ニ産ス駿河伊豆ノ山野ニ多シ又伊豆大島琉球等ニモ生ス小笠原島ニテハ之ヲアコウト稱ス本試料ハ小笠原島ニ於テ熟葉、半熟葉及新芽ヲ各別ニ蒸氣蒸溜ニヨリ製シタルモノナリ同島職員豊島怒清氏ノ報告ニヨレハ

カラスザンセウハ本島森林中ニ夥シク自生スル落葉喬木ナリ葉ハ奇數羽狀複葉ニシテ小葉ハ廣披針狀先キ細ク基部心臟形ヲナシ油點多シ

#### 一 熟葉油

淡帶橙黄色ノ油ニシテ特徴アル爽快ノ香氣ヲ放チ稍甘味ヲ帶ヒ弱キ灼クカ如キ感ヲ與フ收油量生葉ニ對シテ約〇・五%ナリト云フ其特數ハ次ノ如シ

比重一五	凝固點	屈折率 <sub>D</sub>	旋光度 <sub>D</sub>	酸價	エステル價	酯化後
〇・八三七	三度	一・四四七五	左六・三五	〇・九四	二・二	三〇・三
比重大著シク凝固點比較的高キコトハ此油ノ特徴トスルヲ得ヘシ又之ヲ少量採リテ蒸溜スレハ二〇〇—二四〇度ニ大部分ヲ溜出ス酸性亞硫酸溶液ニテ振盪スレハ多量ノ結晶ヲ生シ一夜冷室ニ放置スレハ全部結晶塊トナル由テ此主成分ハアルデヒド又ハケトンニシテ而モ其化合物ハ著シク低キ比重及比較的高キ凝固點	沸騰點	比	重	熔融點	凝固點	
一	三三・六五度 <sub>D</sub> 訂	〇・八三六三	D <sub>20</sub>	一三・五度	二度	
二	三九乃至三三度 <sub>D</sub> 訂	〇・八三三三	D <sub>15</sub> <sup>21.50</sup> <sub>16</sub>	—	—	
三	三八乃至三〇度	〇・八三九五	D <sub>15</sub>	—	三度	

ヲ有スルモノナルヲ認メ得ヘシ成分 炭酸曹達稀溶液ニテ酸ヲ抽出シ去リタル後三%苛性曹達溶液ニテ振盪シフェノール類ヲ抽出シ稀酸ニヨリテ分離シ黒褐色粘稠性ナル油約一・五%ヲ得タリ

メチル・n・ニル・ケトン 酸及フェノール類ヲ去リシ後三〇%酸性亞硫酸曹達液ニテ冷却ノ下ニ振盪シ約一二時間冷室ニ放置ス次ニ濾過シ酒精エーテルニテ數回洗滌シ濾紙間ニ壓シテ乾燥ス之ヲ稀苛性曹達液ニテ分解シ尙一

ニシテ之ニ略ホ一致ス猶ホ此確定試験トシテセミカールバゾーン化合物ノ製造ヲ行ヘリメチル・n・ニル・ケトンハ鹽酸セミカールバゾイドニ作用シテカールバゾーンヲ生ス  
$$\text{CH}_3\text{C}(\text{OCH}_2)_2\text{CH}_2\text{NHNHCOONH}_2$$
即チ普通ノ方法ニヨリ鹽酸セミカールバゾイドニ之ト同モールノ醋酸曹達ヲ混シ少量ノ水ニ

溶解シタルモノヲ加ヘ振盪スレハ白色結晶ヲ生ス充分振盪シテ一二時間放置ス次ニ濾過シ乾燥シ木精ヨリ數回結晶ヲ繰返シタル後其熔點ヲ測定スレハ一二三度ナリ之レメチル・n・ニル・ケトン・セミカールバゾーンノ熔點ト一致ス之ヲ分析スレハ左ノ如シ

試料 C・二三瓦 無水炭酸 C・九三瓦  
水 C・二三瓦

實數驗 炭素% 水素%  
六三・七 一一・六

理論數 (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O) 六・四四 一一・〇一

本化合物ノメチル・n・ニル・ケトンナルヲ確證シ得タリ

次ニ此ケトンヲ去レル殘油ヨリ溶劑ヲ蒸溜シ去リタル後減壓約一四托ノ下ニ蒸溜ヲ行ヒタルニ

一	六五乃至八〇	二	八〇乃至九〇
三	九〇乃至一〇〇	四	一〇〇乃至一一〇
五	一一〇乃至一二〇	六	殘渣

ヲ得タリ一ハ原油ノ約一〇%ヲ溜出ス著シクビネン様香氣ニ富ム四ハ原油ノ約三〇%ヲ占ム但之ハ著シクメチル・n・ニル・ケトンノ香氣ヲ含ムニヨリ酸性亞硫酸曹達液ニテ振盪シタルニ大部分結晶ス此ケトンノ分取ノ場合ニ不反應又ハ洗滌ノ際溶解シ來レル結果ナルハ

原油量多カラス從ツテ各成分ノ最少ナク他成分ノ檢出ヲ行ハサリシヲ遺憾トス但一、二溜分ノ香氣沸點及之ヲ金屬ソヂウムニテノ處理等ニヨリ本油ニ相當量ノターペン炭化水素ノ存在スルハ明カナリ尙此油ニメチル・n・ニル・ケトント共ニメチル・n・ニル・ケトンノ少量又存在スルヤ知レサルモ前述ノ事情ニヨリ此實驗ヲ行フ能ハサリキ

如シ

#### 三 新芽油

二月ニ發芽シタルモノヲ三月ニ採取シ製油シタルモノト云フ新芽油トシテ送附シ來レリ帶黄綠色ニシテ前二者ト異ナレリ香氣熟葉油又半熟葉油ニ比シ稍爽快ナリ收油量ハ前二者ニ比シテ少ナリト云フ

ケトン含量ハ凝固點ヨリ察スルニ此油最少ナル如キモ酸性亞硫酸曹達液ニテ處理シタル結果ヨリ推斷スルニ前二者ニ比シ含量最モ大ナルカ如シ尙試料ヲ得テ適當ナル氣温ノ時期ニ定量ヲ行ヒ之ヲ確メント欲ス

#### 四 結 論

之ヲ綜合スルニカラスザンセウ葉油ノ主成分ハメチル・n・ニル・ケトンニシテ尙相當量ノター

比重一五	凝固點	屈折率 <sub>D</sub>	旋光度 <sub>D</sub>	酸價	エステル價	酯化後
〇・八三五	二・五度	一・四四〇八	左五・七五度	現存セス	四・三一	一四・九六
比重大著シク凝固點比較的高キコトハ此油ノ特徴トスルヲ得ヘシ又之ヲ少量採リテ蒸溜スレハ二〇〇—二四〇度ニ大部分ヲ溜出ス酸性亞硫酸溶液ニテ振盪スレハ多量ノ結晶ヲ生シ一夜冷室ニ放置スレハ全部結晶塊トナル由テ此主成分ハアルデヒド又ハケトンニシテ而モ其化合物ハ著シク低キ比重及比較的高キ凝固點	沸騰點	比	重	熔融點	凝固點	
一	三三・六五度 <sub>D</sub> 訂	〇・八三六三	D <sub>20</sub>	一三・五度	二度	
二	三九乃至三三度 <sub>D</sub> 訂	〇・八三三三	D <sub>15</sub> <sup>21.50</sup> <sub>16</sub>	—	—	
三	三八乃至三〇度	〇・八三九五	D <sub>15</sub>	—	三度	



之カ應用トシテハ此儘香料トシテ使用シ得ルノミナラス之ヨリメチルロニルケトンヲ分取シテ人造香料ノ製造又ハターベン炭化水素ヲ去リテターベンフライ油ノ製造ヲ行ヒ得ヘシ而シテ現在發見セラレタル揮發油ニ於テ此ケトンヲ主成分トシテ多量ニ含有スルモノハ稀ナルヲ以テ將來嚮望スヘキ芳香油原料ト稱スルヲ得ヘシ

### 十五 臺灣産山胡椒葉ノ揮發油

工業試驗所技手 篠崎英之助

本油ハ臺灣ニ産スル山胡椒ノ葉ヲ多量ニ蒸氣蒸溜ニヨリテ製シタル油ナリ同地製油家津島顯氏ヨリ寄贈ヲ受ケタルモノニシテ其收油率ハ約一・二%ナリト云フ山胡椒ノ植物學上ノ屬名ハ猶ホ不明ナルカ如シ而シテ該樹ノ葉ト幹及根皮トハ香氣ヲ異ニシ根皮ハ最モ佳良ニシテ幹皮之ニ次キ葉油最モ劣ルトイフ

本油ハ色淡黃褐ニシテ著シク樟腦様ノ香氣ヲ放ツ其特數ハ次ノ如シ

比重一五	屈折率 <sub>D</sub> <sup>20</sup>	旋光度 <sub>D</sub>	酸價	エステル價	酸化後ノ鹼化價	溶解(七〇%) (酒精)
〇・九四九	一・四三三	左二八八	現存セス	二六・四六	四八・六六	不溶解
試料五〇珉ヲ採リテ類ニ二球アル蒸溜フラスコヲ用ヒテ蒸溜ノ結果左ノ如シ						
溫 度	一六〇乃至一九〇					
溜 出 量	約九〇%					
以上分溜ノ結果ヨリ見ルニ一九〇度以下ニ大部分ヲ蒸溜スルヲ以テ別ニ試料ヲ採リ金屬ソヂウム上ニテ數回減壓蒸溜ヲ繰返シ之ニ作用セラルル物質即チ炭化水素及酸化物ノ定量ヲ行ヒタルニ約八二%ヲ得タリ						
此油ハ前述ノ如ク一種樟腦様ノ香氣ニ富ムモノナルカ其香氣沸點及金屬ソヂウムニ作用セラルル性質ヨリ推斷スルニシネオールナルカ故ニ之カ檢出ヲ行ハンカタメニ前掲ノ金屬ソヂウムニ作用セラレタル油ノ少量ヲ取リ僅カ温メテ之ニ少量ノイオドールヲ加ヘテ溶解セシメ放置スレハ暫時ニシテ多量ノ結晶ヲ生ス之ヲ酒精ヨリ數回結晶ヲ繰返シ其沸點ヲ檢						
沸點約一七七度	比重一五	〇・九二九	凝固點	〇・五度	屈折率 <sub>D</sub> <sup>20</sup>	一・四五八四
之ヲ諸研究者ニヨリテ得ラレタルシネオールノ特數ト比較スルニ						
沸 騰 點	比 重	凝 固 點	熔 融 點	屈 折 率 <sub>D</sub> <sup>20</sup>		
一七六	〇・九三三	一	一・四五八元			

シネオールノ定量 定量法ニ數種アルモ未タ満足ナル結果ヲ與フルモノナシ普通炭化水素法、磷酸法及レゾルシン法ノ三法アリ一般ニ行ハルル方法ハ磷酸法ニシテレゾルシン法ハ一九〇九年シムメル會社ニヨリテ公ニセラレタル方法ナルモ之ハ試油ニ他ノ含炭素化合物ヲ含有スル場合ニハ此化合物モ幾分溶解スル缺點アルニヨリ其後此定量ニ用ユル試料ハ豫メ蒸溜ヲ行ヒ一七〇乃至一九〇度ノ溜分ヲ取リテ之カ定量ヲ行フ

試薬ノ都合ニヨリレゾルシン法ヲ用ヒテ定量ヲ行ヘリ而シテ試料ハ一七〇乃至一九〇度ノ溜出部分ヲ使用シタリ即チ一〇珉ノ試料ヲ類ニ刻度セル一〇〇珉ヲラスコニ採リ五〇%レゾルシン溶液ニテ激シク振盪ス次ニ尙レゾルシン液ヲ加ヘテ不溶解油分ヲ刻度ノ部ニ上ラシメ温室ニ放置ス透明ナルニ至リテ其不溶解油分ヲ讀ム其減量溶解セルシネオールノ量ニ相當スシネオール約五三・三%ヲ得タリ之ヲ原油ニ換算シテ四八%量ヲ得タリ原油ノ比重トシネオールノ比重〇・九ヨリ重量ニ換算スレハ約四九%(單位以下ハ四捨五入)ナリ炭化水素及酸化物ノ含量八二%ヨリシネオール

一 度 一乃至一五度 一・四五六至一・四五九

ル含量四九%ヲ減シタル三三%ハ炭化水素ノ量ニ相當ス  
シネオールノ定量トシテハレゾルシン法ト共ニ磷酸法ヲ以テシ兩法ノ結果ヲ比較考量スルヲ妥當ト認ムルモ前掲ノ如ク試薬ノ都合上前法ノミヲ行ヘリ  
尙炭化水素及酸化物ノ定量ニハフラスコニ殘存スル金屬ソヂウムノ状態ニヨリテ終局ヲ定メタリ  
本油ノエステル價及酸化後ノ鹼化數ヨリ推斷スルニ相當量ノエステル及游離アルコホルヲ含ムカ如シ此アルコホルニハ分溜セル部分ノ香氣ヨリ察スルニナロールヲ含ムカ如シ以上實驗ノ結果ヲ摘要スレハ臺灣山胡椒葉油ニハ炭化水素約三三%シネオール(レゾルシン法ニ依ル)約四九%他ノ含炭素化合物約一八%ヨリナル  
本油ハ下等石鹼ノ賦香料ニ使用シ得ヘク又之ヨリ炭化水素及シネオールノ部分ヲ分チ一方ニターベンフライ油ヲ製シ他ハ之ヨリシネオールヲ製スルカ又ハ直チニ樟腦輕油ト同様ノ目的ニ使用シ得ヘシ此ターベンフライ油ハ相當ノ佳香ヲ有スルモノヲ得ラル、カ如シ但幹

及根皮ノ揮發油カ果シテ香氣佳ナリトセハ賦香料トシテハ幹及根皮油ヲ使用シ葉油ハシネオールノ製造又ハ松精油及樟腦輕油ト同様ノ目的ニ使用スルヲ利益トスヘシ

### 十六 竹紙料製造試驗報告

工業試驗所技手 森 嘉吉

#### 一 製紙原料トシテノ竹

竹ハ東洋ノ特産ニシテ本邦支那印度地方ニ能ク繁茂ス其成長迅速ニシテ繁茂地域甚タ廣ク其材堅硬ニシテ産額多ナルヨリ古來建築材料及其他諸器具ニ製造サレタルモノ甚タ多シ古ヨリ支那ニテハ之ヨリ紙ヲ造リ現今ニ於テモ福建江西及其他ノ諸省ヨリ産出スル唐紙、連史紙、毛邊紙、奏本紙、老甲紙ノ類ハ皆竹ヨリ製造サレタルモノナリ然レトモ是等ノ製造ハ技ニ叙述スル如ク充分成長シタル竹程ヨリ紙料ヲ製スルト趣ヲ異ニシ其地下莖ヨリ生育スル筍ノ成長シテ其質未タ柔軟ナルトキ之ヲ水又ハ石灰水中ニ永ク浸漬シテ非纖維質ヲ分解セシメタル所謂白竹絲或ハ黃竹絲ヲ原料トシテ造リタルモノニシテ茲ニ述ヘントスル目的ニ何等ノ關係ヲ存セサルナリ竹ヲ製紙原



料トナスコトノ企圖ハ遠ク一八七五年英國人ルートレッチ氏 Routledge カ製紙原料トシテ...

二 竹ノ性狀

竹ハ禾本科植物ノ巨大ナルモノニシテ本邦内地ニ於テ生育スル種類ハ苦竹屬 Phyllostachy-

外風風竹屬及内地ニ其種類ヲ見サル Dendro-ocentanus 及 Cephalostachyum ノ諸屬中巨...

ニ竹中ニリグニン質ト認メタルモノアルヲ以テ之ニ關スル定性的試驗ヲ行ヒシニ次ノ如シ...

利ナリトス技ニ是等ノ重ナル製紙原料ト其纖維素含有率ヲ比較スレバ次ノ如シ

Table with columns for plant species (e.g., 桂竹, 苦竹, 稻), water content (%), and cellulose content (%).

三 りぐのせるろース

(イ) 概論

竹材ノ質ノ堅硬ナルハ前述定性試驗ニヨリテリクノセルロースニ基因スルヲ知ルベク...

ナル物質カセルロースト密着シテ存在スルカハ元來此物質ノ化學的成分ノ確定シタルナキ...

次ノ如シ 一 ハロゲン族元素鹽素臭素及沃素ヲ吸收スルヲ以テ不飽和基ヲ組成中ニ有ス...







(ニ) めとあし基ノ測定

メトキシ基 OCH<sub>3</sub>ノ存在ハリグノセルロース構成ノ主要ナル事項ニシテベネチクト及バムベルゲル氏 Benedict & Bambergerノ研究ノニヨレハ木材ノ各部分及各種ニ其含有率次ノ如ク一様ナルコトヲ見出セリ

樹種	CH <sub>3</sub> ノ量(%)
樺 幹 材 Betula alba	二・五
樺 幹 材 Quercus Pedun. Culinus	二・八
樺 幹 材 Abies excelsa	二・三
同 同赤木質	二・五
同 同赤木質	二・五
松 幹 材 Pinus Sylvestris	二・三
白楊 幹 材 Populus alba	二・三

斯ク其含有率ノ近似スルヨリ氏ハ之ヲ以テ紙中ノ碎木紙料測定ヲ企テタリ  
今竹ニ就キツアイゼル氏 Zaiselノ方法ニヨリメトキシ基含有率ヲ試驗シタルニ次ノ如シ試料ハ乾燥物ナリトス  
桂竹(臺灣産三年生) CH<sub>3</sub>ノ量(%) 一・七〇  
苦竹(内地産三年生) 一・八七

其含有率木材ニ比スレハ少量ナレトモ若シ之ヲ竹中ニ含有セラル、粗リグノセルロースノ百分率トシテ求ムレハ次ノ如シ  
桂竹 CH<sub>3</sub>ノ量(%) 二・八四  
苦竹 二・五

四 竹纖維ノ顯微鏡試驗

製紙原料講究上殊ニ必要ナルハ其纖維ノ形狀ノ如何ニアリ即チ纖維素含有量ニ於テ充分ナル數ヲ得タリト雖其分離セラレタル纖維素中靱皮狀纖維ノ存在コト僅ナレハ紙トシテ其好ナラサルコト甘蔗穀ノ如シ此試驗ハ顯微鏡ニヨリテ行フモノトス技ニ竹ノ纖維素ニ就キテ試驗シタリシニ其形狀次ノ如シ  
長 一・二—三耗  
幅 〇・二—〇・五耗  
主トシテ靱皮狀纖維ナリト雖又之ト共ニ莖及エスバルトニ見ラル、所ノ螺旋子狀ノエビダール epidermal 及徒狀ノ paleophyma 細胞ノ存在モ少カラサルナリ

五 竹紙料製造法

又沃度鹽化亞鉛液及沃度ト硫酸ニヨル着色反應ハ次ノ如シ  
沃度鹽化亞鉛液 帶暗紫色  
沃度ト硫酸 帶暗青色  
着色反應ハ莖エスバルトニ類似ス  
前述スル所ニヨリ竹ハ木材ト酷似セルリグノセルロースニシテ且其内ニハ用キ得ヘキ纖維素ノ量ヲ含有ス由テ以下曹達法硫酸曹達法及亞硫酸法ニヨリ處理シテ之ヨリ紙料ヲ製造セントス  
(一) 曹達法 リグノセルロースヨリ纖維素ヲ分離スルニ苛性曹達ヲ用ヒテ煮熟スル方法ニシテ之ニヨリリグノセルロースノ堅硬成分タルリグニソラ溶解シ去リテ純纖維素ヲ殘スナリ此際苛性曹達力主ナル變化ヲ起スモノニアラスシテ苛性曹達溶液ニ用キラレタル水カ高温度ノ爲リリグノセルロースヲ分解シテリグニ質ヲ溶解スルニアリ然レトモ此溶解生成物ハ更ニ變化シテ強酸性物質トナリ纖維素ニ破壊ノ作用ノ影響ヲ及ホスヲ以テ曹達ヲ用キテ煮熟ノ間ニ生シタル酸性物質ヲ中和シテ副作用ヲ防止ス從テ此方法ハ高温度ヲ必要トス之ニ由レハ良質ノ紙料ヲ得レトモ使用スル苛性

曹達ノ費用多額ナルヲ以テ其廢液中ヨリ曹達ノ分ノ回收ヲ行フヲ常トス技ニ竹ヲ苛性曹達ニヨリテ煮熟ヲ行フ此試驗ニ使用シタル煮熟器ハ直熱固定式ニシテ煮熟物及液ノ攪拌混和ノ設備ナキヲ以テ變化ヲ完全ナラシムルニ使用藥劑ノ多量ヲ要シタルハ免ルヘカラサルナリ此煮熟試驗中好結果ヲ示シタル一例ヲ舉ゲレハ次ノ如シ

時間	溫度	壓力(一平方呎)
午前十時十二分	一四〇	三・〇
午前十一時	一四〇	三・〇
午前十一時卅分	一四二	三・〇
午前十二時	一四〇	三・〇
午後零時三十分	一三九	三・〇
午後一時	一三九	二・七
午後一時三十分	一四二	三・〇
午後二時三十分	一四五	三・二
午後四時三十分	一三七	二・八
午後五時	一四〇	三・〇
午後五時三十分	一四二	三・〇
合計 七時四八分		

實驗第一 竹 一坩 苛性曹達 三〇〇瓦  
水 四リートル

内容物ヲ充分ニ洗滌シ乾燥シ其收量ヲ測リシニ褐色ナル紙料五〇・〇%ヲ得タリ  
此乾燥紙料ノ主要ナル成分ヲ試驗セシニ次ノ如シ  
纖維素 八四・四六%  
一%苛性曹達液ニヨリ三〇 六八・四%  
分間煮沸シテ失ハレシ量 〇・三%  
メチル基 〇・三%  
フロ、グリニウシソノ鹽酸溶液ニヨリテ紅色ヲ呈ス  
之ニ由レハ此紙料ハ未ダ分解セサルリグニン質及其分解生成物ヲ含有スルヲ以テ精良ナル用途ニ對シテハ之ヲ漂白セサルヘカラス而シテ之ニ要シタル有效鹽素ノ量ハ紙料ノ一四・四%ニシテ多量ヲ要シタル傾アリ

(二) 硫酸曹達法 此方法ハ一八八三年ダール氏 Dahlノ發見スル所ニシテリグノセルロースヲ苛性曹達及硫酸曹達ヲ以テ煮熟スルヲ主眼トス故ニ其作用モ曹達法ト相似タリ唯此方法ノ特色トスル所ハ曹達回收設備ヲ要シ硫酸曹達ヲ使用シ其煮熟廢液ヨリ回收ニヨリ硫酸曹達及苛性曹達ヲ生成セシメテ使用スルヨリ硫酸曹達法ノ名アリ煮熟中ノ重ナル變化ハ次ノ如シ

時間	溫度	壓力(一平方呎)
午前十時	一二四	三・五
午前十一時	一二七	三・五
午前十一時卅分	一四〇	五・〇
午前十二時	一六二	八・五
午後零時三十分	一四九	七・五
午後一時	一四一	六・〇
午後一時三十分	一三六	五・〇
午後二時三十分	一四二	五・〇
午後三時	一三八	五・〇

實驗第二 竹 一坩 苛性曹達 一〇〇瓦  
硫酸曹達 一五〇瓦 水四リートル



午後四時 一三一 四・〇  
 午後四時三十分 一三七 五・〇  
 午後五時 一四一 五・〇  
 午後六時三十分 一三八 五・〇  
 午後八時 一四〇 五・〇  
 午後八時三十分終り

合計 一時間

煮熱不充分ナリ

實驗第三 竹 一坵 苛性曹達 一五〇瓦  
 硫化曹達 一〇〇瓦 水四リートル

煮熱中ノ温度及壓力表

午前 十時 一二四 三・五  
 午前十時三十分 一二七 三・五  
 午前十一時卅分 一四〇 五・〇  
 午前十二時 一六二 八・五  
 午後零時三十分 一四九 六・五  
 午後一時 一四一 六・〇  
 午後一時三十分 一三六 五・〇  
 午後二時三十分 一四二 五・〇  
 午後三時 一三八 五・〇  
 午後三時三十分 一三七 五・〇  
 午後四時 一四〇 五・五  
 午後七時 一四〇 五・〇

午後七時三十分終り

合計 一〇時間

煮熱中ノ温度及壓力表

午前十二時 一四〇 五・〇  
 午後一時 一四七 六・〇  
 午後一時三十分 一四二 五・〇  
 午後二時 一三九 四・八  
 午後二時三十分 一三五 四・五  
 午後三時 一三九 四・五  
 午後五時 一四四 五・〇  
 午後五時三十分 一四七 五・五  
 午後六時 一四〇 四・五  
 午後七時 一四三 四・四  
 午後七時三十分 一四〇 四・〇  
 午後八時 一四三 五・〇  
 午後九時 一四二 五・〇  
 午後九時三十分終り

合計 一〇時間

結果良好ナリ之ヲ洗滌シ乾燥シ其量ヲ測リシニ淡褐色ナル紙料五一・〇%ヲ得タリ此乾

燥紙料ノ主要ナル成分ヲ試驗セシニ次ノ如シ

纖維素 八九・五%  
 一%苛性曹達溶液ニテ三〇分間煮沸シテ失ハレシ量 六・四%  
 メチル基 〇・二%

フロ、グリニューシンノ鹽酸溶液ニヨリ淡ク紅變ス由リテ紙料中ニ尙微量ノ非分解リグニン及其他分解生成物ヲ殘留ス之ヨリ精白ナル紙料ヲ得ルニ漂白劑トシテ有効要素 六・二%ヲ得タリ

- (三) 亞硫酸法 此方法ハ一八六六年チル  
 フマル氏 Fihmann 發見シテヨリ以後著シ  
 キ進歩ヲナシテ現今最モ廣ク用キラル蓋リグ  
 ノセルロースノ最モ合理的ナル分解法ナリト  
 ス方法種々アレトモ歸スル所ハ重亞硫酸石灰  
 溶液ヲ使用スルニアリ其操業中ノ變化ヲ述フ  
 レハ次ノ如シ
- 一、リグノセルロースハ亞硫酸ニヨリ加水分  
 解ヲ起シ酸性物アルデハイド化合物フル  
 ロル及纖維素ニ分解ス
  - 二、生シタルアルデハイド化合物ハ重亞硫酸  
 鹽ニヨリサルフォン化サレテサルフォン化  
 物ヲ造ル
  - 三、組成中側鎖狀トシテ存スルアルデハイド  
 基ヲ亞硫酸ニヨリサルフォン化ス
  - 四、煮沸ノ間生シタルフェノール性水酸基及

酸基ヲ石灰ニヨリテ飽和シ旁之カ纖維素ニ  
 及ホス副作用ヲ防止ス此方法ニ於テ使用ス  
 ヘキ重亞硫酸石灰溶液ハ石灰乳中ニ亞硫酸  
 瓦斯ヲ通シ或ハ絶エス水ヲ以テ濕潤シタル  
 石灰石ニ亞硫酸ヲ作用セシメテ造ル

實驗第五 竹 一坵  
 含有セル遊離狀亞硫酸 〇・六六%  
 含有セル化合狀亞硫酸 〇・六〇%  
 比 重 ボーメー 三 度

煮熱中温度及壓力表

午前十一時卅分 一四〇 五・〇  
 午後一時 一四〇 五・〇  
 午後一時三十分 一三九 五・〇  
 午後二時 一四一 五・〇  
 午後二時三十分 一四〇 五・五  
 午後五時 一三九 五・五  
 午後五時三十分 一四一 六・〇  
 午後六時三十分 一四一 六・〇  
 午後七時 一三八 五・五  
 午後七時三十分終り

合計八時二〇分間

煮熱物ハ黒變シ其組織ヲ冒サレ用ニ供シ難シ

實驗第六 竹 一坵

含有セル遊離狀亞硫酸

含有セル化合狀亞硫酸 〇・六六%  
 比 重 ボーメー 三 度

煮熱中ノ温度及壓力表

午前十二時 一三九 五・〇  
 午後二時 一四〇 五・〇  
 午後五時三十分 一四二 六・〇  
 午後七時 一三八 五・五

午前十一時卅分 一四〇 五・〇

含有セル遊離狀亞硫酸 〇・六六%  
 含有セル化合狀亞硫酸 〇・六〇%  
 比 重 ボーメー 三 度

煮熱中ノ温度及壓力表

午後七時三十分終り

合計八時一〇分間

煮熱少シク過キタル傾アリ

實驗第七 竹 一坵

含有セル遊離狀亞硫酸 〇・六六%  
 含有セル化合狀亞硫酸 〇・六〇%  
 比 重 ボーメー 三 度

煮熱中ノ温度及壓力表

午前十一時 一三八 四・五  
 午後三時 一三七 四・五  
 午後三時三十分 一三八 五・〇  
 午後六時 一三八 五・〇  
 午後六時三十分終り

合計七時一〇分間

煮熱僅ニ過キタリ

實驗第八 竹 一坵

午前十一時 一三八 四・五  
 午後三時 一三七 四・五  
 午後三時三十分 一三八 五・〇  
 午後六時 一三八 五・〇  
 午後六時三十分終り

合計七時一〇分間

煮熱僅ニ過キタリ

實驗第八 竹 一坵

煮熱中ノ温度及壓力表

午前 十時 一三八 四・〇  
 午後四時 一三八 四・〇  
 午後四時三十分終り

合計六時二〇分間



煮熱シタル結果極メテ良好ナリ由テ之ヲ洗滌シ乾燥シテ其收量ヲ測リシニ褐色ナル紙料五二%ヲ得タリ之ニ就キ主要ナル成分ヲ試驗シタルニ次ノ如シ。

織維素カ比較的鹽素瓦斯ニ抵抗スル性質

此紙料ヨリ經濟的ニ白色紙料ヲ製造スル法ヲ舉クレハ次ノ如シ。

アルヨリ前述亞硫酸未晒紙料ヲ鹽素瓦斯ニ作用セシメテ不純物ヲ悉ク破壊セシムルニアリ此方法ハ鹽素瓦斯ノ供給困難ナルカ如ク見ユレト現今電氣分解ニヨリ苛性曹達ヲ製造スル際多量ニ生スルヲ以テ此便宜アル場合ニハ敢テ困難ナラサルヘシ。

二 亞硫酸紙料ヲ稀薄ナル苛性曹達溶液ニヨリテ煮沸セル後普通ノ漂白劑ニヨリ漂白ス

實驗第九 竹ヲ〇・五%苛性曹達溶液中ニテ煮沸スルコト一時間ノ後取出シ實驗第八ニ示シタル方法ニ遵據シ煮熱ヲ行ヒタルニ結果極メテ良好ニ分解セラレタリ由テ之ヲ洗滌シ乾燥シタル後收量ヲ測リシニ液褐色ナル紙料四九・四八%ヲ得タリ而シテ之ヨリ精白紙料ヲ得ル爲漂白ヲ行ヒシニ費シタル晒粉(有効鹽

素三五%)ノ量一・四%ニシテ著シク漂白劑ノ量ヲ低減セシメ得タリ。

六 製紙ノ檢定

竹紙料ヲ以テ製造シタル紙ノ性質ヲ檢定スル爲前述曹達法硫酸曹達法及亞硫酸法ニヨリ得タル紙料ヲ以テ紙ヲ抄造シ其強度ヲ檢定セリ此場合曹達法ハ實驗第一硫酸曹達法ハ實驗第四及亞硫酸法ハ實驗第九ニヨリテ煮熱シ漂白シビーターニヨリテ充分ナル叩解操作ヲ施シタル紙料ヲ用キタリ尙此三種ニ襪襪紙料亞硫酸木紙料及藥紙料ヲ適當ノ割合ニ混シテ同シク紙トナス抄紙ハ凡テ手抄法ニヨリサイズ及壤料ハ一切之ヲ用ヒルコトナク乾燥後光澤機ヲ通過セシメテ其表面ヲ均整平滑トナシ次ニ各種ノ紙ニ就キ縱及横ノ方向ヨリ長二〇種幅一・五種ノ供試紙片ヲ一〇葉宛採取シ之ニ就キ耐伸強度及耐揉度ヲ測定セリ強度測定機及耐揉度測定機共ニ獨國ルイスシヨツベル會社製ノモノヲ用キタリ其結果次表ノ如シ但執レモ一〇葉宛ノ紙片ニ就キテ行ヘル平均結果ナリ。

紙強度表
方一片ノ重 一片ノ厚 強度(瓦) 絕對強度 (米) 伸長(%) 耐揉度

Table with 10 columns: Paper type (e.g., 亞硫酸法竹紙料), Dimensions (縦横), Weight (e.g., 〇・七〇), Thickness (e.g., 〇・三三), Strength (e.g., 五八五), Absolute strength (e.g., 一七二), Elongation (e.g., 三・〇), and Tear resistance (e.g., 四三).

七 結 論

既ニ記述セシ如ク竹ハ製紙原料トシテ其纖維素含有量ハ藥ニ比シテ優ルコト著シク又英國ニテ主トシテ上等紙ノ原料トシテ用キラル、ニスバルトヨリモ多シ固ヨリ其質ノ製紙用木材タル唐檜白楊等ニ比スレハ著シク劣ルモ難種木材ト比較スレハ伯仲アルヘシ故ニ纖維素含有率ヨリシテ製紙原料タル價値ヲ充分ニ具備セリ其組成ハ化合物纖維素即チリグノセルロースニシテ藥及木材等ノ主成分ト同シ故ニ此等ト同様ナル處理法ニヨリテ紙料ヲ製造シ得ルコト第二章紙料製造法中曹達法硫酸曹達法及亞硫酸法ノ節ニ述ヘタルカ如ク殊ニ曹達法ニ於テ優良ナル結果ヲ認メタリ亞硫酸法ニ於テハ假令其採葉中多少ノ困難アリト雖元來木材及其他ニ適用スルモノヲ其性多少ノ相違アル竹材ニ其儘使用シ來リタルヲ以テ寧ろ普通















タルモノハ分解總テ良好ニ行ハル、ツ以テ此方法ニヨリ得タル紙料ハ最モ純粹ナリ故ニ外觀ヲ主トスルモノニ適ス石灰ヲ用キテ煮熟シタルモノハ其組成中ノ糊狀物ハ充分ニ除去セラレタレトモリゲニ分解スルコト僅ナルヲ以テ此方法ニヨリ得タル纖維ハ質硬クシテ糊着力ニ關シ曹達ヲ用キタル場合ト比較シテ大ニ劣レリ從テ之ヲ以テ造リタル紙ハ其面粗剛ニシテ耐揉度及強度モ小ナリ且石灰ニヨリテ特殊ノ著シキ色ヲ呈スルヲ以テ外觀ヲ主トスルモノニ用フルコト困難ナリ然レトモ費用ニ關シテハ曹達ト到底比較スヘキモノニアラス殊ニ和紙産地中交通不便ナル地方ニ在リテ著シ故ニ外觀ヲ主トセサル紙類ノ製造ニハ種々ノ事情及其他用途上已ニ列記シタル諸項ヲ考ヘテ使用スレハ相當ナル効果ヲ得ルコト敢テ困難ナラサルナリ。

### 一八 紙のぼるかにゼーしよんニ關スル報告

工業試驗所技手 森 嘉吉

纖維素ハ一般ニ強酸、弱酸、酸性鹽及其他中性鹽ニヨリ種々ナル狀態ニヨリ作用セラレ膠狀物ヲ生ス是レハイドロセルロース Hydro-

cellulose ノ生成ナリ然レトモ之ヲ完全ニ行ハント欲スレハ強酸カ或ハ強酸性鹽類ヲ用キテ加温状態ニテナサルヘカラス又一方ハイドロセルロースハ常温ニテ弱酸及酸性鹽ノ作用ニヨリ生スレトモ此ノ場合ノ生成物ハ粗末狀ヲナシ上記ノ物質ト差異アルカ如シト雖モ是レ其作用ノ猛烈ナルト同時ニ生スル熱ノ爲ニ集合シテ相密着ヲナシ膠狀ヲナセルモノニシテ唯其形狀ノ上ニ止リテ其特性トスルグリユーコースニ還元セラレ易キ事等ニ關シテハ取テ變同ヲ認メサルナリバチメント紙ノ如キハ此作用ヲ殆ト極度マテ遂行シタルモノニシテ全部ノ纖維力此物質ニ變化サレタルナリ從テ其物質ノ性質ハ吸水コロイド狀ヲ呈シ水及其他ノ液體ニヨリ潤滑サレタルトキハ充分柔軟性ヲ留ムト雖乾燥シタルトキハ兎角脆弱ナルヲ免レス加フルニ其組織上全部カ殆ント膠狀ハイドロセルロースニ變化セラレタルヲ以テ肩擔性ナル纖維ノ存在少ク從テ一般ニ強靱ナルヘキ用途ニ使用セラルル事不可能ニシテ唯耐水及其質ノ密ナルヨリ包被及隔膜用トナスニ止レリ。

テ此場合作用ノ烈シキ硫酸ヲ避ケ稍緩慢ナル鹽化亞鉛溶液ヲ使用シテ適度ニ紙中ノ纖維ヲ膠狀ハイドロセルローストナスニアリ鹽化亞鉛ノ濃厚ナル水溶液ハ常温或ハ高温ナレハ一層良好ニ纖維素ヲ溶解ス而シテ之ニ水ノ作用ヲ受ケシムレハ亞鉛ヲ一部鹽化亞鉛トシテ分離シ一方ニハイドロセルロースヲ生ス此方法ニヨリ人造絹絲白熱電燈用線及絶緣等ニ使用スルバルカナイズ纖維等ヲ製造スレト本試驗ハ紙ニ此溶液ヲ作用セシメ而シテ其唯一部ノ纖維ノミヲ溶解シテ膠狀ハイドロセルローストナシ之ニヨリ殘餘ノ纖維ヲ相粘着セシムルニアリ之ヲ行フニハ平底ナルエナメル製カ磁製カ又ハ硝子製箱ヲ準備シ此内ニ造ラントスル厚ニ從ヒテ主トシテ摺質ノ和紙ヲ一枚乃至五枚置キ之ニ鹽化亞鉛ヲ同量ノ水ニ溶解シテ調製シタル比重一・六一ナル鹽化亞鉛溶液ヲ注キ暫時紙ヲ此内ニ浸漬シ紙カ充分液ニヨリ浸透セラレタルトキ此液ヲ移シ尙餘分ノ液ヲ出來得ル限リ流シ去リテ之ヲ暫時攝氏七十度近傍ニ熱ス然レハ鹽化亞鉛ハ纖維ニ作用シ之ニ溶解作用ヲ及シ膠狀ハイドロセルロースヲ造リ得ヘシ而シテ前ニ鹽化亞鉛溶液ノ餘分ハ充分ニ流シ去リタルヲ以テ突ニ加温ヲ行ヒシ際紙ニ作用スル鹽化亞鉛ノ量ハ紙中ノ纖維全

部ヲ溶解スルニ至ラス唯其内ノ幾分ノ纖維ヲ溶解スルノミナルヲ以テ餘ハ纖維狀ヲ呈シテ殘存シ且生シタル膠狀ハイドロセルロースニヨリテ相粘着セラル由テ之ヲ水中ニ移シ亞鉛化合物ヲ分解セシムレハ茲ニ革狀物ヲ生ス之ヲ尙充分ニ洗滌シ乾燥スレハ堅キ物質ヲ得ルナリ然レトモ其生シタルモノハコロイド性ニテ水ヲ吸着スル性質アリ從テ此儘ニテハ水ニヨリ浸透セラレ易ク且餘リ堅硬ニ過クルヲ以テ或ル液體ヲ浸シ其素質ヲ柔軟ニシ且之ヲ防水性トナスノ要アリ此場合乾燥性油ノ如キハ適切ナルモノナリト雖其製品ノ往々自然發火等ヲナスノ患アルヲ以テ揮發油ノ種類ヲ用フルヲ可トス然レトモ松精油ノ如キハ其特殊臭氣ヲ厭フ場合アル故樟皮油ノ如キハ適當ナルモノナリ而シテ此等ニ浸シ置クトキハ其素質ヲ柔軟ニナスノミナラス時ヲ經過スレハ其油ハ分解シテ樹脂質ヲ殘スヲ以テ防水性ヲ充分ニナスヲ得ヘシ尙裝飾スヘキ必要アルモノハ此表面ニ樹脂、膠、カゼイン、石鹼、脂蠟、及乾燥性油其ノ他顔料色素ノ種類ヲ單獨ニ或ハ之ヲ種々配合ヲシテ造リタル塗料ヲ塗布スヘシ。

### 化學工業試驗所 報告拔萃



### 第三十五編

#### 臨時製藥調査試

#### 製成績報告

#### 凡 例

曩ニ歐洲戰亂ノ突發スルヤ醫藥品輸入ノ困難ナル爲メ内地在庫藥品缺乏ヲ告ケ衛生上支障ヲ來サンコトヲ慮リ本省ハ之レ等缺乏藥品ノ製藥方法ヲ考究シ其ノ結果ヲ公示シ以テ富業者ヲ指導獎勵シテ内地製藥ノ發達ヲ期圖スルハ極メテ急務ナルヲ認メ東京、大阪兩衛生試驗所ヲシテ之レカ調査試製ヲ爲サシメ其ノ成績ヲ本年三月以降七月迄ノ間ニ於テ前後六回ニ亙リ官報ニ登載公表セリ今之ヲ輯録シテ讀者ノ便利ニ供フ

大正四年七月

内務省衛生局

#### 臨時製藥調査試製成績

#### 報告 (其一)

#### 第一回 鹽酸モルヒネ製 造試驗成績報告

#### 一 原 料

原料トシテハ土耳其阿片及日本產阿片ノ二種ヲ使用セリ甲ハ藥用阿片調製ノ爲メ當所ニ於テ海外ヨリ輸入シタルモノニシテ輸入後當所ニ於テ之ヲ調製シ「モルヒネ含量十・〇二五%

年 度 數 量

明治四十一年度 三八・八五五  
同 四十二年度 七三・三九六  
同 四十三年度 一〇・六六五  
同 四十四年度 一五・六四八  
大正元年度 二二・二九四  
同 二年度 二九・二九四  
同 三年度 三七・八八四

大正三年度耕作段別ハ約二十二町ニシテ即チ我内地產ノ阿片ハ數量ニ於テ逐年増加ヲ示シ又モルヒネ含量ニ於テモ極メテ好成績ヲ呈シツ、アリテ其品質毫モ土耳其產ニ譲ラス若シ官民共ニ銳意獎勵ノ道ヲ講スルニ於テハ「モルヒネ製造ノ原料タル阿片ハ將來我内地產ヲ以テ供給シ得ルノ望アリ而シテ今回鹽酸モルヒネ」ノ製造ニ使用シタル日本產阿片ハ大正

トナシタル粉末阿片ナリ  
乙ハ純粹ノ日本產阿片ニシテ大阪府三島郡ニ於テ同地栽培ノ罌粟殼ヨリ採取シタルモノナリ大阪府三島郡ハ目下本邦内地唯一ノ阿片產地ニシテ明治四十一年度ヨリ大正三年度ニ至ル最近七年間阿片ノ產出及其モルヒネ含量左ノ如シ

乾燥阿片中ノ「モルヒネ含量

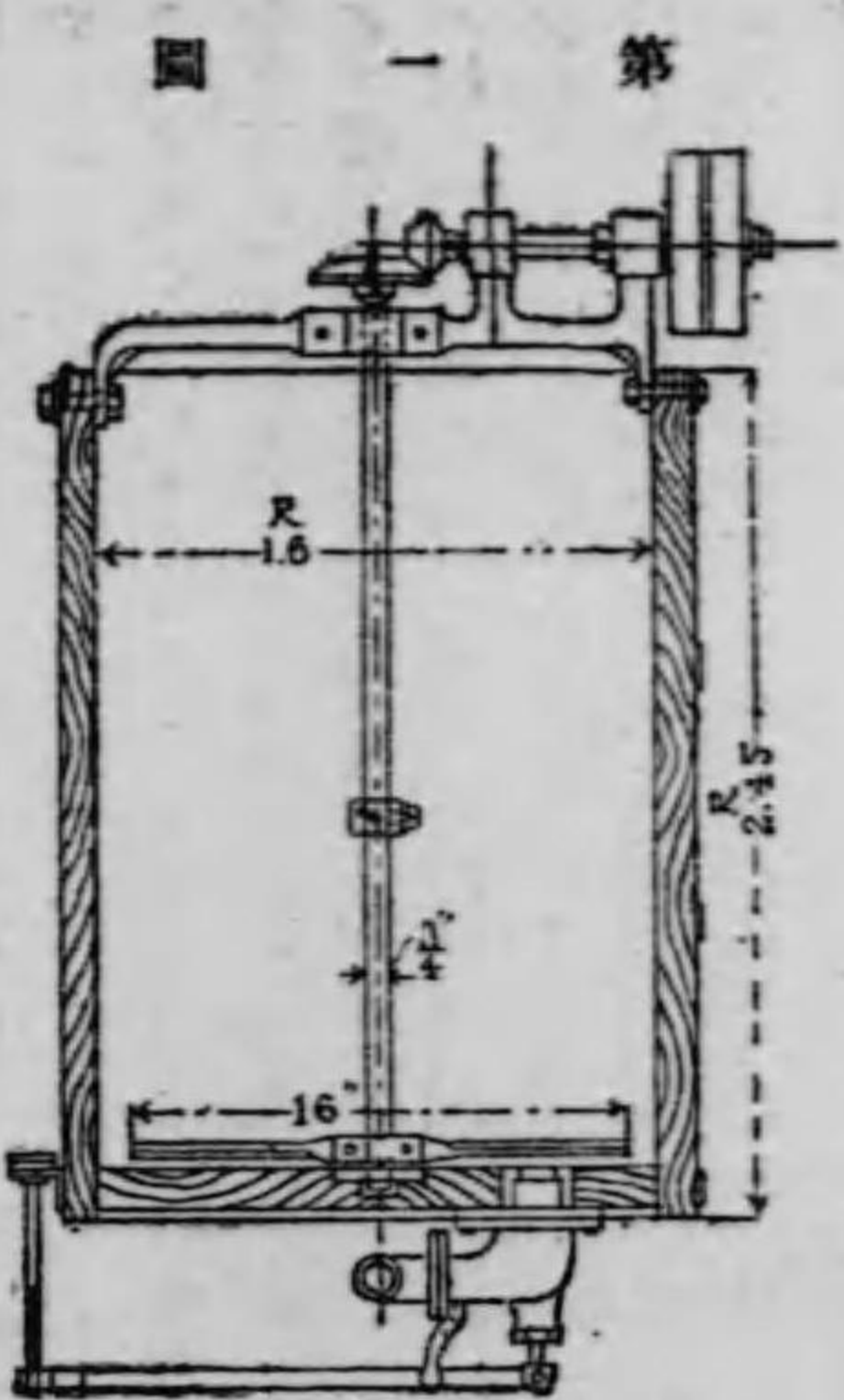
最低%	最高%	平均%
一〇・二一	一七・一八	一三・〇七
五・二九	一九・五六	一二・三七
五・〇〇	二〇・三二	一四・〇〇
五・三六	二一・一七	一五・一六
五・五九	二〇・五五	一三・六九
七・四五	二二・二六	一六・七八
八・八九	二二・四〇	一七・五一
三年度產出ノモノニシテ「モルヒネ含量十八・六七七%ナリトス		

#### 二 粗製モルヒネ製造法

鹽試驗ニ於テモール氏法ノ經濟的ニシテ且輕便ノ良法タルヲ認メ得タルカ故ニ大體ハ此方法ニ基キ少シク之ニ變更ヲ加ヘテ「モルヒネ」ノ製造ニ著手セリ而シテ製造ノ規模ハ後文第



一表ニ示スカ如ク一回ノ仕込阿片末二百グラムヲ以テ始メ最後ノ五回ハ阿片末四キログラムヲ使用セリ依テ茲ニハ一回ノ仕込料四キログラムノ規模ニ於ケル製造法ヲ陳述スヘシ即チ阿片末四キログラムヲ第一圖ノ如キ攪拌器附ノ桶ニシテ直徑一尺六寸高サ二尺四寸五分且底ニ圖ノ如キ排液口ヲ有スル浸出器



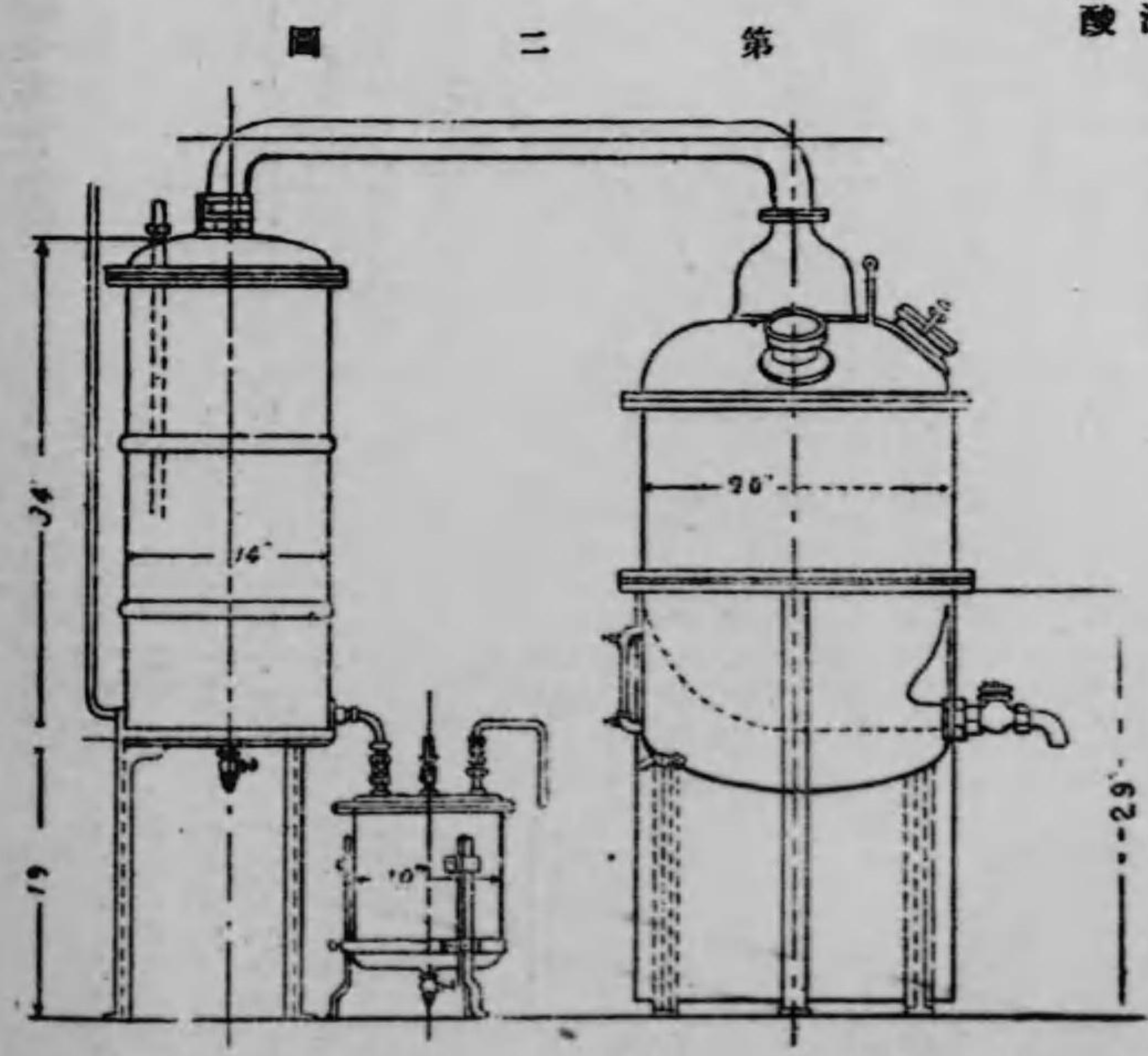
ニ投シ前後五回水ヲ以テ冷浸セリ即チ第一及第二回ハ各三十二リートル、第三第四第五回ハ各十六リートル合計九十六リートルノ水ヲ使用セリ而シテ毎回浸出液ハ滓ト共ニ器底ノ排液口ヨリ取り直徑一尺三寸ノ銅製大ヌーチエーヲ以テ水線ポンプヲ用ヒ濾過シ濾液ハ全部合併シ第二圖ノ如キ直徑二呎内容百リートル入ノ銅製真空蒸發罐ヲ用ヒ五十五乃至

六十度ノ温ニ於テ蒸發シテ約三分一容量トナシタル後其濃厚液ヲ大甕ニ移シ硝子棒ヲ以テ攪拌シツ、之ニキログラムノ水化石灰ヲ加ヘ尙ホ攪拌シツ、二時間放置シ濾過シ濾液ハ之ニ十分一容量ノ酒精ヲ混シ強ク攪拌シテ一時間靜置シ析出スル沈

石灰ヲ濾去シ濾液ハ攪拌シツ、之ニクロールアムモニウムヲ加ヘテ十五時間靜置スレハ粗製モルヒネハ結晶狀粉末トナリテ折出スルカ故ニ濾過シテ之ヲ採集シ六十度乃至百度ノ温ニ於テ乾燥シ後段鹽酸モルヒネ製造ノ原料ニ供ス

右粗製モルヒネヲ

採集シタル後ノ母液ハ一週間放置シテ更ニ折出スル殘餘ノ粗製モルヒネヲ採取シ其濾液ハ初メテ之ヲ酒精蒸餾器ニ移シ濾液中ニ含有スル酒精ヲ回收スヘシ



褐色結晶性ノ粉末ナリ而シテ其原料阿片ノ土耳其產ナルト内地產ナルトニ拘ハラズ其品質

ニハ毫モ差異アルヲ認メス但前文第二回目ニ取得セル「モルヒネ」ハ其質粗惡ニシテ多量

無機鹽類ヲ混有スルモノナリ

粗製モルヒネ製造試驗成績表

回数	原料	同上モルヒネ%量	阿片使用量	浸出水量リートル	藥品消費量	計算上ノ得量(瓦)	實際得量(瓦)	備考
第一回	土耳其阿片	10.01%	1100.0	第一回 1.6 第二回 1.6 第三回 0.8 第四回 0.8 第五回 0.8 合計 5.6	消化石 70.0 アルコ 1100.0 ホルコ 11.0 モロール 11.0 ニウム 11.0	11.0	11.0	第一回並ニ第二回ノ製造ニ於テ析出シタル「モルヒネ」ハ更ニ副鹽基類ヲ除去スル目的ヲ以テ「エーテル」ヲ以テ數回洗滌シタルトモ「エーテル」ニ可溶性極メテ僅少ニシテ鹽酸モルヒネノ製造ニハ殆ント影響ナキヲ以テ第三回以後ハ右ノ洗滌法ハ廢止シタリ
第二回	同	10.01%	1000.0	第一回 1.6 第二回 1.6 第三回 0.8 第四回 0.8 第五回 0.8 合計 5.6	消化石 1100.0 アルコ 11.0 ホルコ 11.0 モロール 11.0 ニウム 11.0	10.0	10.1	
第三回	同	10.01%	1100.0	第一回 1.6 第二回 1.6 第三回 0.8 第四回 0.8 第五回 0.8 合計 5.6	消化石 1100.0 アルコ 11.0 ホルコ 11.0 モロール 11.0 ニウム 11.0	11.0	11.1	
合計							11.04%	



第四回右	同	10.01%	1000.0	第一回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	本回ヨリ最後ノ浸出液ハ之ヲ以テ次回仕込ノ第一回浸出用水ニ合スルコト、シタリ「モルヒネ」ヲ採取シタル母液ハ之ヲ一週間放置シタルニ更ニ粗悪モルヒネ「四・〇」ヲ得タリ
				第二回二六〇	1100.0	1100.0	11.11%	
				第三回八〇	1100.0	1100.0	11.11%	
				第四回八〇	1100.0	1100.0	11.11%	
				第五回八〇	1100.0	1100.0	11.11%	
合計	六〇			第一回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	
第五回右	同	10.01%	1000.0	第二回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第三回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第四回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第五回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
合計	六〇			第一回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	
第六回右	同	10.01%	1000.0	第二回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第三回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第四回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第五回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
合計	六〇			第一回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	
第七回右	同	10.01%	1000.0	第二回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第三回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第四回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
				第五回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
合計	六〇			第一回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	
第七回平均							11.10%	

第八回 内國阿片	八・六七	1000.0	第一回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	粗悪モルヒネ 二・〇 瓦
			第二回三〇	1000.0	1100.0	11.11%	
			第三回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
			第四回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
			第五回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%	
合計	六〇			第一回三〇	1000.0	1100.0	11.11%
第九回 右	同	10.01%	1000.0	第二回三〇	1000.0	1100.0	11.11%
				第三回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%
				第四回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%
				第五回一六〇	1000.0	1100.0	11.11%
合計	六〇			第一回三〇	1000.0	1100.0	11.11%
第八、九回平均							10.63%

三 鹽酸モルヒネ製造法

右試驗成績ニ據レハ土耳其產阿片ニ於ケル「モルヒネ」ノ收得量ハ平均 十一・二〇八%ニシテ日本藥局方ニ從フテ行ヒタル定量分析ノ成績タル十・二五%ヨリモ却テ一・一八三%多量ナリ又内地產阿片ニ於テモ定量分析ノ成績ハ十八・六七%ニシテ本製造試驗ニ於ケル實際收得量ハ平均 十八・〇六三%ナルカ故ニ差引〇・六一四%ノ不足ニ過キス亦以テ本製造法ノ實用ニ適スルモノナルヲ證スルニ足ルヘシ況ンヤ前表備考欄ニ掲ケタル第二回目ノ「モルヒネ」沈澱ハ其全部之ヲ計算外ニ置キタルニ於テヲヤ

本製造試驗ニ於テハ最初ハ原料タル粗製モルヒネ二十グラム或ハ三十グラムヲ以テ始メ順次増量シテ遂ニハ一回ノ製造ニ粗製モルヒネ四百五十グラムヲ使用シタリ依テ技ニハ一回ノ仕込量四百五十グラムノ規模ニ於テ行ヒタル製造方法ヲ陳述スヘシ

一、先ツ粗製モルヒネ四百五十グラムヲ蒸發皿ニ取り約四リットルノ温水ヲ加ヘ豫メ量取シ置キタル稀鹽酸五百四十二ccヲ徐々ニ注加シ藍赤兩試驗紙ヲ用ヒテ其反應ヲ試ミ弱

酸性反應ヲ呈スルニ至ラハ「モルヒネ」ハ全部溶解スルヲ以テ之ヲ濾過シ不溶性物質ヲ濾去シタル後旋風器ヲ用ヒテ低溫蒸發ヲ行ヒ適宜ノ溫度(硝子棒ヲ以テ母液ノ一滴ヲ硝子皿ニ取り磨擦スルニ一分時以内ニ於テ結晶ヲ析出スルヲ度トス)ニ達スルヲ窺ヒ斷エス攪拌シツ、放冷結晶セシメ均等ノ結晶ヲ生スルニ至リ「ヌーツエ」ヲ用ヒテ吸引濾過ヲ行フ此際太キ硝子棒ノ一端ヲ平板狀ニ熔成シタルモノヲ以テ鹽酸モルヒネノ結晶ヲ充分壓迫輕打シテ可及的母液ヲ絞搾スルニ勉ム

二、斯クシテ逐次ニ生スル母液ヨリハ逐次ニ



前法ヲ反覆シテ結晶ヲ採集スルトキハ母液ハ越幾斯狀トナリ遂ニ結晶ヲ生セサルニ至ル依テ約五百ccノ冷水ヲ加ヘテ稀釋シ「アムモニア」水ヲ注加シテ微弱アルカリ性トナストキハ越幾斯質ノ大部分ハ析出スルカ故ニ之ヲ濾去シ濾液ニハ更ニ「アムモニア」水ヲ注加シテ強キ「アルカリ性」トナス可シ然ルトキハ再ヒ「モルヒネ」鹽基ヲ析出ス之ヲ數時間放置シタル後濾取シ鹽酸ヲ以テ中和スレハ其液ヨリ更ニ鹽酸モルヒネヲ採集シ得ルナリ上述ノ如ク漸次ニ結晶ヲ採集シ最早結晶ヲ析出セザルニ至リテ止ム茲ニ殘留スル液ハ約二〇乃至五〇ccニシテ主トシテ越幾斯分及無機鹽類ヲ含有ス

以上ノ作業ニ於テ得タル結晶ノ全部ハ之ヲ約三リートルノ熱湯ニ溶解シテ濾過シ更ニ前法ニ據リ再結晶ヲ行フ最後ニ無機鹽類及不潔物ノ多量ヲ含有スル母液約二〇cc殘留ス以上ノ操作ハ粗製モルヒネノ品質如何ニ依リ之ヲ反覆スルノ必要アリ  
三、次ニ右結晶ノ全部ハ更ニ之ヲ約三リートルノ熱湯ニ溶解シ先ツ百グラムノ「歌炭」ヲ加ヘ約三十分時間温浸濾過シタル後蒸發シテ濃厚トナシ冷後析出スル結晶ヲ採取シ母液ハ其色合ノ如何ニ由リ適宜加減シテ歌炭脱色法

ヲ行ヒ逐次ニ結晶ヲ採取ス（最後ニ殘留スル母液ハ約二〇ccニシテ多量ノ無機鹽類ヲ含有ス）茲ニ得タル白色ノ結晶塊片ハ更ニ之ヲ約三リートルノ熱湯ニ溶解シ再結晶法ヲ行ヒタル後（但此際水溶液ノ色相如何ニ由リ歌炭ヲ使用スルコトアリ）其結晶ノ一小部分ヲ取リ之ヲ乾燥シ硫酸並ニ水ニ溶解ノ狀況及灰分等ニ關シ豫試驗ヲ行ヒ日本藥局方適品ヲ得ル見込アル時ハ後段ノ仕上結晶法並ニ乾燥ニ附シテ製了スルモ若シ然ラサル時ハ更ニ尙一回再結晶ヲ行フヘシ

#### 四 鹽酸モルヒネ仕上

前段第三項ノ手續ヲ了シタル結晶ハ之ヲ適宜ノ熱湯（製品一分水十分ノ比例最モ可ナリ）ニ溶解シ濾過シテ得タル澄明ノ液ニ數滴ノ鹽酸ヲ滴加シ稍々強キ酸性トナシ攪拌器ニ依リ徐々ニ攪拌シツ、放冷セシム然ルトキハ相當ノ大サヲ有スル針狀結晶ノ箇々分立セルモノヨリ成レル糜粥ヲ得ヘシ依テ之ヲ「ヌーツ」ニ傾瀉シ充分母液ヲ吸引シ去リ厚サ約五分許ヘ

#### 鹽酸モルヒネ製造試驗成績表

試驗回数	粗製モルヒネ使用量(瓦)	鹽酸モルヒネ得量(瓦)	歌炭使用量(瓦)
第一回	100.0	63.6	11.7
第二回	100.0	63.6	11.7
第三回	100.0	63.6	11.7
第四回	100.0	63.6	11.7
合計	400.0	253.4	47.0

圓餅ヲ構成セシメ之ヲ乾キタル布片上ニ致シ尙母液吸收塵埃防拒ノ目的ヲ以テ一枚ノ布片ヲ其上ニ被覆シ旋風器ヲ以テ風ヲ送り布片ニ浸潤セル母液ヲシテ略々乾燥スルニ至ラシメ然ル後通風乾燥器内ニ移シ圓餅ノ内部充分乾燥セシヲ認ムルニ至リ適宜形態裝成ノ操作ヲ行ヒ鹽酸モルヒネヲ製了ス  
而シテ逐次ニ生スル母液ヨリハ逐次ニ結晶ヲ採取シ前法ニ準シ乾燥ス茲ニ得タル最初ノ結晶及第二回ノ結晶ハ何レモ普通日本藥局方適品ヲ生スレトモ二回以後ノ母液ヨリ析出スル結晶ハ大抵品質稍々劣等ニシテ不適品タルヲ免カレス而シテ最後ニ殘留スル液ハ約二十ccナリ今上法ニ由テ製出シタル結晶中日本藥局方ニ適スルモノヲ假リ第一號品トシ漸次其品質ニ依リ第二號品第三號品第四號品等ノ名稱ヲ附シテ保存シ置キ適當ノ分量ニ達スルニ至リ之ヲ合併シ更ニ精製シテ第一號品ニ追加スルカ或ハ之ヨリ「モルヒネ」ヲ回收シ燐酸コデイン」若クハ鹽酸ヘロイン」ノ原料ニ供スルヲ得ヘシ

第一回	100.0	118.0	73.5	11.5	110.0	131.5	215.0
第二回	100.0	118.0	73.5	11.5	110.0	131.5	215.0
第三回	100.0	118.0	73.5	11.5	110.0	131.5	215.0
第四回	100.0	118.0	73.5	11.5	110.0	131.5	215.0
第五回	100.0	118.0	73.5	11.5	110.0	131.5	215.0
第六回	100.0	118.0	73.5	11.5	110.0	131.5	215.0
第四、五、六回合計	300.0	354.0	220.5	34.5	330.0	394.5	645.0
粗製モルヒネ	100.0	118.0	73.5	11.5	110.0	131.5	215.0
〇ニ對スル鹽酸モルヒネ	100.0	118.0	73.5	11.5	110.0	131.5	215.0

本試驗ニ於ケル經驗ニ據リ第二號品以下ノ鹽酸モルヒネハ之ヲ精製スレハ二割減ニテ第一號ノ局方適品ニ變スルノ見込アルカ故ニ假リニ之ヲ實現シ得ルモノト見做シ計算スルトキハ結局粗製モルヒネ一〇〇ニ對シ八八・一ノ日本藥局方鹽酸モルヒネヲ製出シ得ヘシ以上實驗ノ成績ニ基キ試ニ原料及製造用藥品ノ代價ト製造價格トノ間ニ於ケル關係ヲ算シ以テ當業者ノ參考ニ供セント欲ス即チ左ニ阿片代價ノ異ナレル數例ヲ設ケ上文鹽酸モルヒネ製造試驗成績表ニ掲ケタル最後三回ノ「モルヒネ」平均使用量四百四十二グラム一ヲ以テ計算ノ基礎ニ立テ之レヨリ鹽酸モルヒネ三百九十グラム即チ十四オンス（二十八瓦）ヲ取得スルカ爲メニ要スル原料並ニ製造用諸藥品ノ代價ヲ合算シ以テ次表ノ如ク鹽酸モルヒネ一オンスニ對スル原料及藥品代價ヲ算

原料及藥品	第一例	第二例	第三例	第四例
阿片	1101	0.008	979	0.008
石	1101	0.008	979	0.008
アルコホル	551	0.000	489	0.000
硫	179	0.001	157	0.001
鹽	179	0.001	157	0.001
炭	179	0.001	157	0.001
合計	2173.3	0.010	1932.6	0.010
鹽酸モルヒネ一オンスニ對スル原料並ニ藥品代價	76.66	0.00033	66.66	0.00033

第一例 本例ニ於テハ政府拂下藥用阿片代價一匁ニ付金十錢ニシテ「モルヒネ」含量一〇・〇二五%ノモノヲ以テ計算ス  
第二例 本例ニ於テハ大正四年度政府買入阿片一封度（運賃諸雜費共）十二圓十四錢モルヒネ含量一・一三%ノモノヲ計算ス  
第三例 本例ニ於テハ明治四十四年度政府買入阿片一封度代價（運賃諸雜費共）七圓六十二錢四厘モルヒネ含量一・一四%ノモノヲ以テ計算ス  
第四例 本例ニ於テハ平時土耳其阿片產地ニ於テ一封度ノ價五圓ヨリ十圓ノ間ヲ昇降スト聞ケルヲ以テ假リ一ニ封度ノ代價（運賃諸雜費共）六圓ニテ買入レタリトシテ計算ス



備考 表中アルコホルムハ六部減ニテ回收ヲ見込ミ計算シ炭炭及其他ノ藥品ハ回收ヲ見込マズ

本製造試驗ハ目下益々製造ノ規模ヲ擴大シテ試製續行中ナリ

大正四年二月

衛生試驗所技師藥學博士 田原良純  
臨時製藥調査囑託 石川靜逸

### 第二回 サリチール酸 製造試驗成績報告

サリチール酸ノ製造ハコルベ氏法即チ加熱中ノ石炭酸ナトリウムニ炭酸瓦斯ヲ通スル法ニ基キ實驗室ニ於ケル豫試驗ノ後一回ニ石炭酸ナトリウム約三キログラムヲ處理スルノ規模ニ於テ左ノ三段ニ區別シテ施行セリ

- 一 石炭酸ナトリウムノ製造
- 二 粗製サリチール酸ノ製造
- 三 粗製サリチール酸ノ精製

原料、帝國瓦斯協會ノ調査ニ據レバ全國瓦斯製造工場並ニ全國コークス製造工場ヨリ產出スル「コールドタル」ノ年産額約三十四萬石(比重量六萬八千噸)ニシテ之レヨリ石炭酸百七十噸ヲ製造シ得ヘシト云ヘハ將來ハ「サリチール酸」原料タル此石炭酸ハ内地ニ於テモ產出スヘキ望ミアリト雖モ現今ハ未ダ

石炭酸製造業起ラサルカ故ニ本試驗ニ於テハ舶來品ヲ購入シテ使用セリ其他原料トシテ苛性ナトリオン、石粉(寒水石粉末)及硫酸ノ三品ヲ使用セリ

#### 一 石炭酸ナトリウムノ製造

石炭酸一千五百グラムト苛性ナトリオン粉末(NaOH)ノ含量八四・二六%七百五十八グラムトヲ取り先ツ苛性ナトリオンノ粉末ヲ鐵鍋ニ入レ其粉末ヲ攪拌シツ、之ニ石炭酸ノ熔融セルモノヲ漸次ニ注加シタル後炭火爐上ニ上ホセ絶エス混攪シツ、注意シテ内容物ノ

石炭酸ナトリウム得量表

試製番號	石炭酸 使用量(瓦)	苛性ナトリオン 使用量(瓦)	石炭酸ナトリウム 實際得量(瓦)	同上石炭酸百 對スル得量
第一回	一五〇〇	七五八	一八五〇	一二三、三三
第二回	一五〇〇	七五八	一八五〇	一二三、三三
第三回	一五〇〇	七五八	一八八六	一二五、七三
第四回	一五〇〇	七五八	一八九五	一二六、三三
第五回	一五〇〇	七五八	一八四九	一二三、二六
第六回	一五〇〇	七五八	一八九八	一二六、五三
第七回	一五〇〇	七五八	一八五〇	一二三、三三
第八回	一五〇〇	七五八	一八四九	一二三、二六

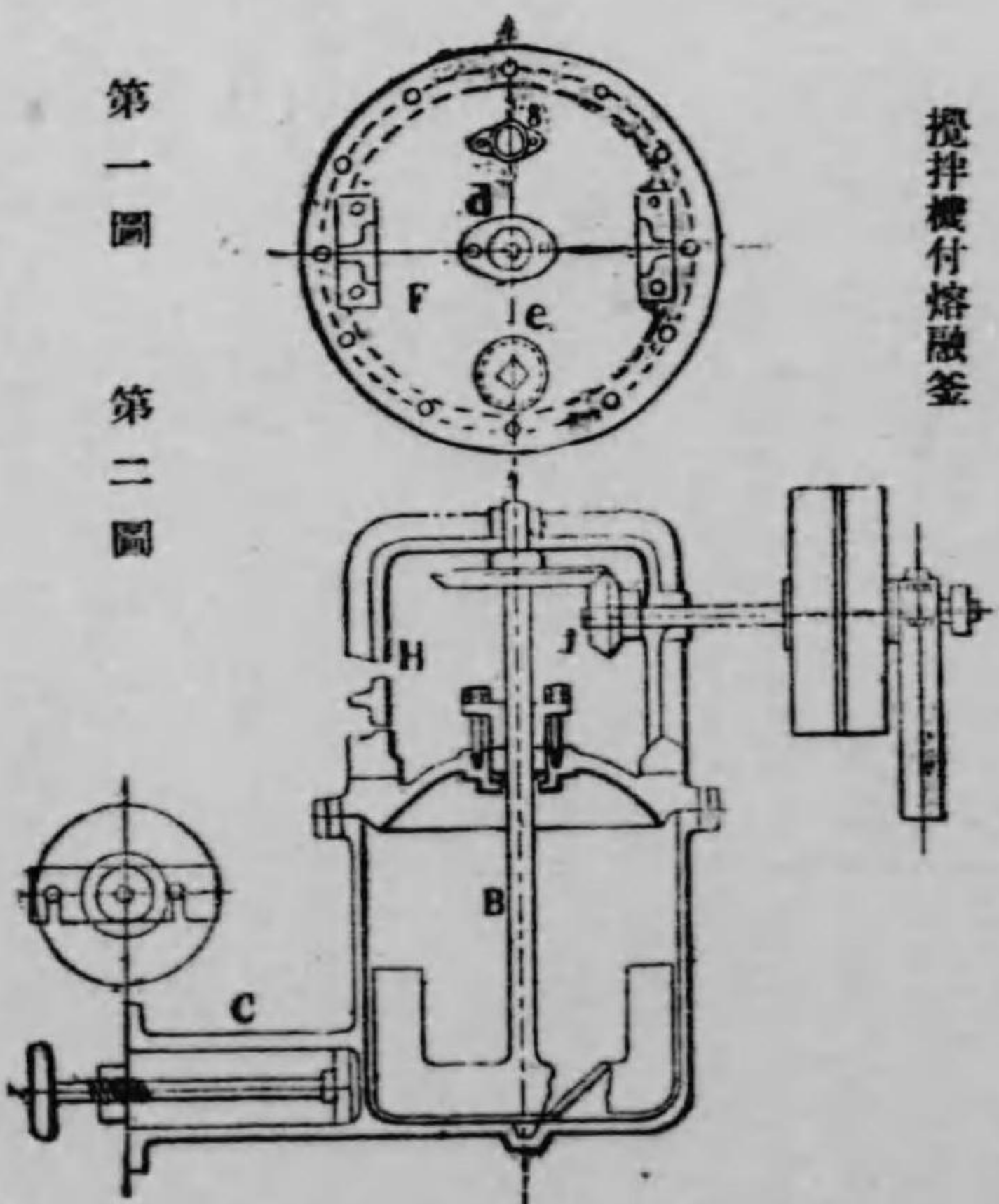
炭化セサル程度ニ火氣ヲ保チ水分ヲ驅逐シナカラ未タ全ク水分ヲ失ハサル前ニ於テ乳棒ヲ用ヒテ壓碎シ又ハ最後迄攪拌ヲ持續シツ、全ク水分ヲ驅逐シ乾燥狀ノ粉末トナシ製了ス此操作ニ約三時間ヲ要ス而シテ其二回分ヲ合シテ後章第二段ノ作業ニ供用セリ

第九回	一五〇〇	七五八	一八六〇	一二四、〇〇
第十回	一五〇〇	七五八	一八四八	一二三、二〇
第十一回	一五〇〇	七五八	一八五五	一二三、六六
第十二回	一五〇〇	七五八	一八四〇	一二二、六六
第十三回	一五〇〇	七五八	一八六〇	一二四、〇〇
第十四回	一五〇〇	七五八	一八三九	一二〇、六〇
第十五回	一五〇〇	七五八	一八五二	一二三、四六
平均	一五〇〇	七五八	一八五八、七	一二三、九一
石炭酸ナトリウム三キログラムニ對スル原料品要量	二四二一	一二二三	三〇〇〇	

#### 二 粗製サリチール酸ノ製造

本段ノ作業ニ於テハ左圖ノ如キ新タニ一ノ攪拌機付熔融釜ヲ考案シテ使用シタリ而シテ第一圖中Aハ内徑十二吋深サ十二吋内容一千二百九十六立方吋ノ鑄鐵製釜ニシテBナル攪拌機ヲ備ヘ底部側面ニハCナル短管ヲ有シ製品ヲ採取スルノ用ニ供ス又上口ニハ第二圖ノ如キ鑄鐵製ノ蓋ヲ有シ第一圖中dハ攪拌機ノ軸カ蓋上ニ突出スル穴eハ原料仕込口Fハ炭酸送入口gハ回收石炭酸ノ備出口ナリ又第二圖中Hハ攪拌機ノ支持棒ニシテi及jナル二箇ノ齒車ニ依テ傳動機ニ連接シ熔融釜内石炭酸ナトリウムカ加熱セラル、間絶エス之ヲ攪拌スルノ用ニ供セラル而シテ此熔融

攪拌機付熔融釜



第一圖 第二圖

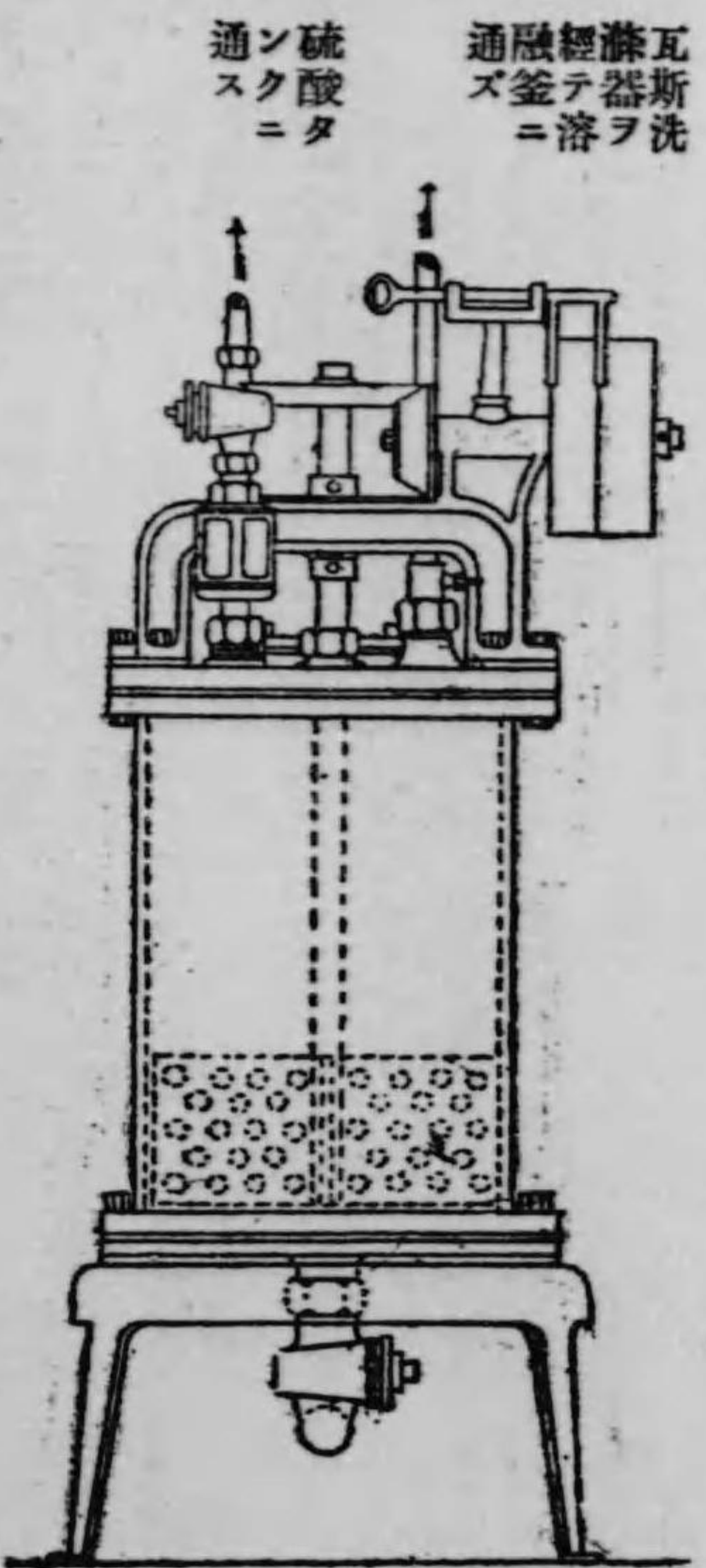
釜ハ其錐下迄全部煉瓦ノ竈ニ築キ込ミ釜内ニハ覆品磨碎ノ爲メ煉シメ徑二吋ノ鋼丸五箇ヲ入レ籠ノ焚口ニ瓦斯ヲ焚キテ之ヲ熱シ約百度トナルニ至レハ(籠ノ煙道ニ「バイロメーター」ヲ挿入シ熱度ヲ計ル)攪拌機ヲ運轉セシメツ、石炭酸ナトリウムノ乾燥粉末三キログラムヲeナル仕込口ヨリ仕込ミFナル穴ヨリ炭酸瓦斯ヲ徐々ニ通シツ、漸次熱ヲ高メ約四乃至六時間ノ間ニ於テ約二百度ニ達スルニ至ラシムヘシ其際石炭酸ナトリウムト炭酸トノ間ニ行ハル、化學的反應ニ由テ遊離スル石炭酸ハgナル口ヨリ備出スルカ故ニ此口ニ挿入セル彎曲鐵管ノ外端ニ受器ヲ置キテ石炭酸ヲ採取スヘシ尙ホ充分ニ石炭酸ヲ備取スル爲メ熱ヲ高メテ約二百四十度ニ至ラシメ石炭酸ノ備出殆ト休止スルニ至レハ火ヲ去リテ稍々熱度ノ降下スルヲ待チ底部ノ側面ニ位スル排出口cヲ開キ釜内ノ製品ヲ取出タスモノトス茲ニ得ル所ノ製品ハ鹽基性サリチール酸



ナトリウム」ニシテ飛散シ易キ輕キ粉末ヲナシ類褐色ヲ有ス  
本操作ハ約七時間乃至十時間ヲ要ス布片ヲ以テ釜ノ蓋並ニ石炭酸備出管ヲ包ミテ炭酸ノ備出ヲ助クルトキハ著シク時間短縮シ得ルノ利益アリ

本操作ニ使用シタル炭酸瓦斯ハ第三圖ヲ以テ示シタルライリー式瓦斯發生器ヲ以テ發生セ

第三圖 ライリー式炭酸發生器



シメ石粉(炭酸石灰)十二キログラム」及水四十リートル」ノ割合ヲ以テ仕込ミ之ニ硫酸(ボ一メ六十度)七・三五リートル」ヲ漸次滴下スルノ法ニ由テ最モ好結果ヲ得タリ即チ此一回仕込ニ於テ炭酸瓦斯約四キログラム」ヲ發生スルモノトス故ニ硫酸一リートル」ヲ消費シ

酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)ヲ注加シテ酸性トナシ最早サリチール酸ノ析出セサルニ至リテ止メ約一・五乃至二リートル」ヲ要ス」濾過シ尙ホ一回沸湯ヨリ再結晶セシメテ濾過シ壓搾シテ充分水分ヲ去リ篋ヲ以テ剝離シ乾燥シ粗製サリチール酸トシテ採取ス

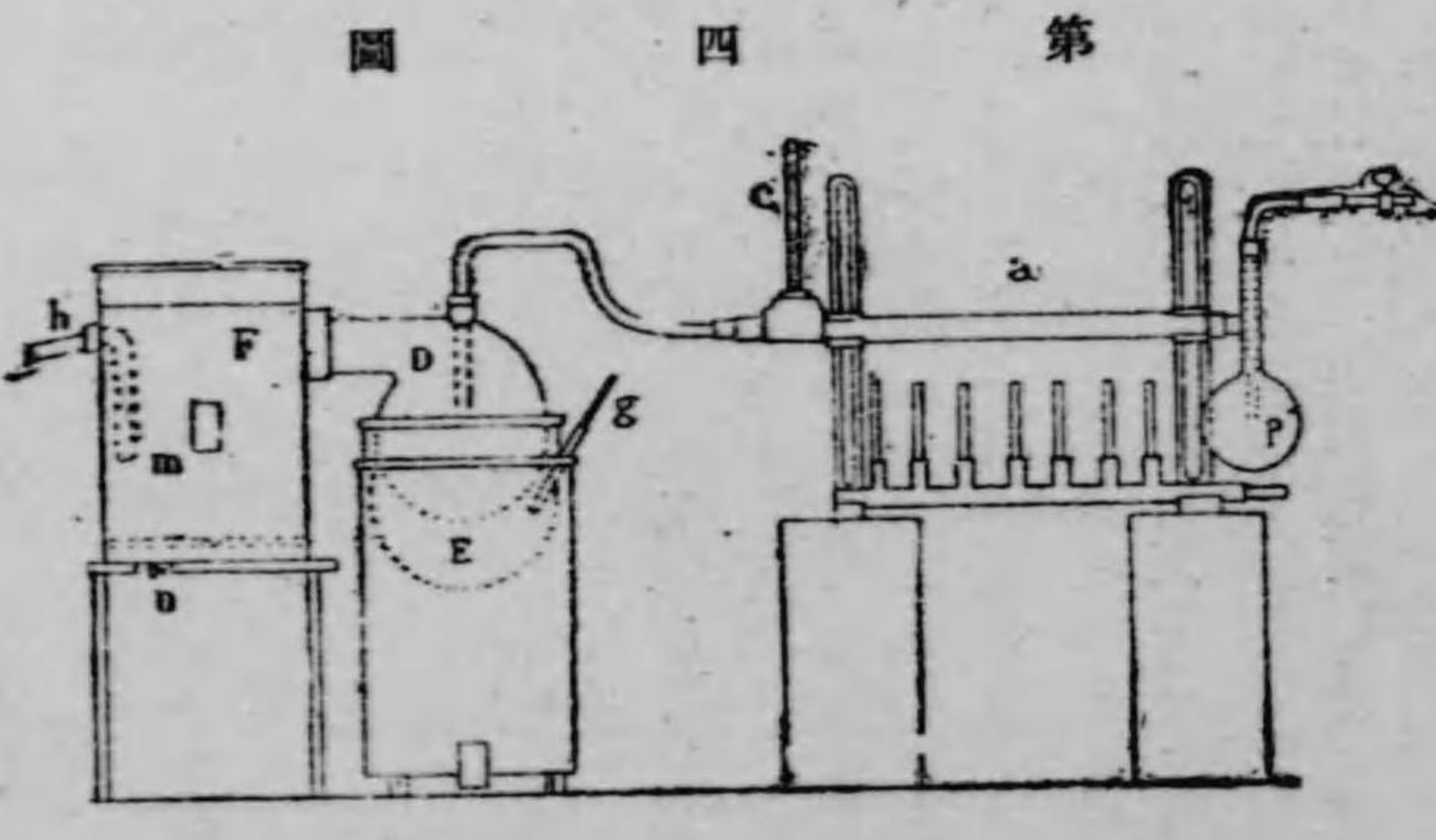
三 粗製サリチール酸ノ精製

粗製サリチール酸ヲ精製スルニハ過熱水蒸氣昇華法ト減壓昇華法トノ二法アリ當所ニ於テハ右二様ノ方式ニ由テ精製法ヲ試驗セリ  
甲、過熱蒸氣昇華法 本試驗ニ於テハ第四圖ノ如キ装置ヲ用ヒタリ即チ第四圖中ハ内徑六分長サ二尺一寸ノ鐵管ニシテ右方ハ蒸氣罐ニ連接シ其蒸氣罐ヨリ來ル水蒸氣ヲ七本ノ瓦斯燈ニ由テ熱シ之ヲ過熱蒸氣ニ變スヘキ裝置ニシテ左端ニCナル驗温器ヲ備ヘPハ蒸氣ニ伴ヒ來ル水分ノ受器Dハ昇華用ノ「サリチール酸」ヲ容ル、内容約三リートル」ノ硝子製レトルト」Eハ之ヲ熱スル「パラフィン」浴ニシテ驗温器Eヲ有シFハ昇華サリチール酸ヲ受クル幅一尺高サ一尺五寸ノ四角ナル木箱ナリ而シテ此箱ハ底上約一寸ヲ隔テ、竹或ハ硝子棒ヲ以テ編ミタル簞子ヲ架シ二重底トナシ其上ニ昇華シタル「サリチール酸」ヲ堆積セシムルニ供ス又ハハ蒸氣排液管ニシテ其外端一ノ冷却器ニ連接シ箱ノ蓋ハ容易ニ取り外スヘク設ケ且一ノ硝子窓ヲ有ス而シテ箱ノ側面ニモ亦mナル一ノ硝子窓ヲ備ヘ二者共ニ内部ノ情況ヲ觀察シ得ルニ便ナラシム又箱ノ底ニ一ノ活栓附キ短管ニアリ内部ニ於テ凝縮シタル水ハ

此短管ニ由テ排泄スルヲ得ヘシ

右装置ヲ以テ粗製サリチール酸ヲ精製スルノ法ハ先ツ「レトルトDニ粗製サリチール酸六百乃至一千二百グラム」ヲ容レ「パラフィン」浴ヲ熱シテ約七十度乃至百七十五度ニ至レハ粗製サリチール酸ハ溶解シテ液體ニ變スルカ故ニ之ニ向テ百八十度乃至百八十五度ノ過熱蒸氣ヲ始メハ徐々ニ通シ爾後漸次之レカ通入ヲ強ムレハ「サリチール酸」ハ昇華シテFナル箱ノ硝子窓ヲ通シテ内部ヲ窺ヘハ昇華セル「サリチール酸」ハ雪白色ノ結晶ヲナシテ降下著積シ頗ル美觀ヲ呈スルモノトス此昇華操作中過熱蒸氣ノ温度ハ百八十度乃至百八十五度ヲ可トシ「サリチール酸」ノ昇華益々進行スルニ從ヒハナル蒸氣排液管ニ連接スヘキ冷却器中ニモ昇華物移行シ來ルモ其量僅少ナリトス此過熱蒸氣昇華法ニ由テ得ル所ノ製品ハ雪白色ニシテ品質既ニ良好ナルカ故ニ一二回再結晶スレハ精製充分ナリトス而シテ本装置ニ於ケル一回ノ昇華ニハ四時間乃至六時間ヲ要スルカ故ニ前文一回仕込石炭酸ナトリウム三キログラム」ノ規模ニ於ケル試驗製造ニハ前後相應シテ充分間ニ合ヘル装置ナリトス

乙、減壓昇華法 粗製サリチール酸ノ乾燥粉末ヲ約等分ノ砂ト混シ之ヲ井形ノ陶器ニ入レ



第四圖 蒸氣發生器ニ接續

其上ニ頂部ニ孔ヲ有スル硝子鐘ヲ蓋ヒ其接觸

サリチール酸製造試驗成績表

石炭酸ナトリウム	一回仕込	石炭酸	一回仕込	苛性ナトロン(NaOH)	使用量(瓦)	硫酸	六十度	石粉	使用量(瓦)	粗製サリチール酸	同再結晶	精製品	得量(瓦)
100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100



第 一 回	第 二 回	第 三 回	第 四 回	第 五 回	第 六 回	第 七 回	第 八 回	第 九 回	第 十 回	第 十 一 回	平 均	同 封 度 數	備 考
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	本表中最初第一回ヨリ第九回迄ハ昇華サリチル酸ノ受器ニ内容約十五リートルノ硝子レトルトヲ用ヒ第十回及十一回ハ前表ニ據レハ「サリチル酸」一・五五封度ヲ
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	文粗製サリチル酸精製ノ條ニ於テ説明シタルカ如キ木箱ヲ用ヒタリ
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	製スルニハ石炭酸三・三三封度苛性ナトロン 一・五五封度ヲ要スルモノニシテ今試ミニ製品
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	二・七一封度硫酸一三・四二封度並ニ石粉九・ 價ヲ算出スレハ其結果左ノ如シ
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	品 名 要 量 單 價 備 考
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	石 炭 酸 三・三三 〇・五三五 大正三年十一月買入價格
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	苛性ナトロン 二・七一 〇・〇五九五 同
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	硫 酸 一三・四二 〇・〇〇七八 大正三年十二月買入價格
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	石 粉 九・三一 〇・〇〇五六 同
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	合 計 二・一〇四
1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	6.6	右計算ニ據レハ原料及製造用藥品代金合計二圓十錢四厘ニシテ製品ノ封度數ハ一・五五ナル

カ故ニ「サリチル酸」一・五五封度ノ原料及藥品代金ハ即チ一圓三十五錢七厘四毛ナリトス尙ホ製造ノ規模ヲ擴大シ一仕込石炭酸ナトリウム五十キロノ規模ニ於テ製造ヲ試ミント欲シ目下之レカ準備中ナレハ其成績ハ他日更ニ報告スル所アルヘシ

大正四年二月

衛生試驗所技師藥學博士 田原良純  
臨時製藥調査囑託 林 憲一

### 第三回 プロロム製造

#### 試験成績報告

本邦ニ於テ「プロロム」(臭素)ノ製造原料トシテ適用シ得ラルヘキモノハ製鹽業ノ際ニ副産スル苦汁(ニガリ)ト稱ス。アルノミ本所ニ於テモ右苦汁ヲ原料トシテ「プロロム」ノ製造

試驗ニ著手シ一通リノ調査ヲ完了セシニ付キ其成績ヲ陳述スヘシ

一 原 料

我邦主要ナル製鹽地方ニ於テ副産スル苦汁ノ生産高並ニ價格ハ左ノ如シ

縣 名	苦汁一箇年 生産高(石)	廢棄高	利用高	一 石 ノ 價 格
鹿兒島縣	七七一〇	—	—	夏期一石ニ付キ最高金八十五錢最低金五十錢冬期ハ金三圓五十錢最低金一圓
兵庫縣	二二五八〇	—	—	時季ニヨリ差アリ最高金三錢最低金一錢
愛知縣	八六八〇	—	—	最高金一圓七十錢最低金一圓二十錢
石川縣	二〇八一〇	八三三〇	三二八〇	樽入(三斗八升入) 最高金六十錢最低金十五錢
山口縣	三三三三〇	三三三三〇	—	金十錢乃至十五錢
岡山縣	三三三三〇	三三三三〇	—	最高金六十六錢八厘ヨリ金四十六錢七厘
香川縣	三三三三〇	三三三三〇	—	約金五錢内外
福岡縣	三三三三〇	三三三三〇	—	最高金四十九錢四厘
德島縣	三三三三〇	三三三三〇	—	最低金三十五錢
合 計	一七〇〇一〇	一七〇〇一〇	一七〇〇一〇	最低金三十錢 最高金八錢以上十二錢以下

右ノ外宮城縣ニ於テハ固形苦汁トナシ一箇年ノ生産高四千八百貫匁一貫匁ノ時價金六錢三厘ナリト云フ又廣島縣下ニ於テモ苦汁ヲ生産スル見込ナルモ回答ニ接セサルヲ以テ産額價格等詳ナラス

右表ニ示スカ如ク鹿兒島縣外八縣下ニ於ケル

比 重	三等鹽苦汁	五等鹽苦汁	赤穂苦汁
クロールマグネシウム	一〇一・一五%	一、二八	一、三一
硫酸マグネシウム	六・七%	二〇%	三七%
クロールカリウム	二%	七・九%	三、五%
クロールナトリウム	七・九%	三%	一%



以上ノ内三等鹽苦汁ハ各成分最稀薄ニシテ「プロロム」ノ含量最少ク直接ノ製造ニ應用スルコト能ハス又五等鹽苦汁ハ「プロロム」ノ含有量甚タ不同アリ〇、二%以上ノモノアリ又甚少量ナルモノアリ反之赤穂苦汁ハ結晶性物質ヲ出來得ル限リ析出セシメタルモノナルカ故ニ其成分竝「プロロム」ノ含量ハ殆ント恒ニ一定ニシテ大差アルヲ見ス直接ニ「プロロム」ノ製造ニ應用シ得ルノ便アリ

三等鹽苦汁及五等鹽苦汁ノ「プロロム」ノ含量少キモノト雖モ適當ニ蒸發シテ結晶性物質ヲ析出セシメ比重ヲ赤穂苦汁ト略同一ナル一、三一附近トナストキハ赤穂苦汁ト同一「プロロム」ヲ得ルニ至ル然リト雖モ三等鹽苦汁ニアリテハ原液ノ約五分ノ一又五等鹽苦汁ニアリテハ約三分ノ一ノ母液ヲ得ルニ過キス

### 三 製造方法

從來「プロロム」ノ製造法トシテ汎ク知ラレタルハ「プロロム」ヲ含有スル母液ニ二酸化マンガシ及硫酸ヲ加ヘ蒸餾スルニアリ苦汁ニ此方法ヲ應用シタルニ比較的好好ナル結果ヲ示シタレトモ此ノ方法タルヤ「プロロム」蒸餾後ノ殘液ハ多量ノ硫酸及マンガシ等ヲ含ミ最早他ニ利用ノ途ナク廢棄セサルヘカラサルノ不

利アリ

次ニ行ハルハ、「クロール瓦斯」ヲ作用セシムル方法ナリ苦汁ニ「クロール瓦斯」ヲ通スルニ吸收甚タ困難ニシテ稍長時間ヲ要シ充分飽和セリト認メタル後蒸餾ニ付スルニ「プロロム」ノ得量甚少量ナリキ而シテ最早「プロロム」ヲ抽出セサルニ至リ少量ノ「クロール酸カリウム」及鹽酸ヲ加フルニ稍多量ノ「プロロム」ヲ抽出セリ故ニ「クロール瓦斯」ヲ吸收セシムル方法ハ夾雜物ヲ殘サ、ルノ利アリト雖モ全部ノ「プロロム」ヲ析出セシムルコト困難ナルヲ認メタリ

以上二方法ノ缺ヲ補フ爲メ苦汁ニ夾雜物ヲ交ヘシテ液中ニ於テ發生機ノ「クロール」ヲ發生セシムル方法トシテ試ミニ「クロール酸カリウム」及ヒ鹽酸ヲ用ヒタルニ「プロロム」ノ發生前記諸方法ニ比シテ最モ良好ニシテ且ツ苦汁ノ成分モ之カ爲メ變化ヲ與ヘス然リト雖モ「クロール酸カリウム」ノ如キモノヲ實際ニ於テ使用スルハ甚タ不利ナルヲ以テ本品ニ代フルニ「クロール酸カルチウム」ヲ應用セムトシテ次ノ方法ヲ用ヒテ「クロール酸石灰溶液」ヲ製シテ使用シタルニ其結果「クロール酸カリウム」ニ劣ラズ良好ノ成績ヲ示セリ

### 一 クロール酸石灰ノ製法

煨製石灰一分ニ少量ノ水ヲ加ヘ崩壊シ全量十分ノ水ヲ加ヘ石灰乳トナシ攪拌シツ、「クロール瓦斯」ヲ通シ吸收セシム。茲ニ使用スヘキ「クロール」發生ノ爲メニ褐石末及ヒ「プロロム」蒸餾ノ殘液タル苦汁(鹽化マグネシウム約三七%)ニ約四分ノ三量ノ硫酸ヲ加ヘ加温シテ發生セシメタリ而シテ石灰液力「クロール」ヲ飽和シテ「クロール酸石灰」トナリ反應完結スル時ハ液色ハ微ニ紅色(過マンガシ酸或ハ鐵酸鹽類生成ノ爲メナラン)ヲ呈スルヲ以テ上澄液ヲ採取ス然ルトキハ常ニ略次ノ如キ成分ヲ有スル液ヲ得ヘシ

比重一、一四

次亞クロール酸カルチウム 〇、二%

クロール酸カルチウム 三、四%

クロールカルチウム 一、九%

本溶液ヲ「プロロム」製造ニ應用スルニ殘液ハ鹽酸ノ爲メニ微酸性ヲ有スルノミニシテ苦汁ノ成分ニ變化ヲ與ヘス且ツ石灰鹽ノ爲メニ苦汁中ノ硫酸ヲモ一部分除去シ得ヘシ

### 豫試驗

「プロロム」ノ含量不明ナル苦汁ニ對シ右ニ製

出シ得タル「クロール酸石灰溶液」ノ幾何量ヲ使用シテ蒸餾スルカ適當ナルヘキカヲ各種苦汁ニツキ左ノ如キ試驗ヲ施行セリ

### 第一 例

赤穂苦汁	苦汁	灰溶液ノ用量	粗製鹽「プロロム」得量
第一回	十封度	一〇〇cc	五〇cc
第二回	同	一〇〇〃	五五〃
第三回	同	一〇〇〃	六〇〃
第四回	同	一三〇〃	六五〃
第五回	同	一四〇〃	七〇〃
第六回	同	一五〇〃	七五〃
第七回	同	一六〇〃	八〇〃

第三回	第四回	第五回	第六回
同	同	同	同
一八〇〃	二〇〇〃	二二五〃	二五〇〃
九〇〃	一〇〇〃	一一三〃	一二五〃
八、一〃	八、五〃	八、一〃	二、二〃

乙、五等鹽苦汁(大正四年一月購入)ニ就キ再試驗ノ成績左ノ如シ

第一回	第二回	第三回	第四回	第五回	第六回
十封度	同	同	同	同	同
一〇〇cc	一三〇〃	一五〇〃	一八〇〃	二〇〇〃	二二〇〃
五〇cc	六五〃	七五〃	九〇〃	一〇〇〃	一一〇〃
〇、七瓦	二、二〃	三、六〃	四、三〃	四、〇〃	二、七〃

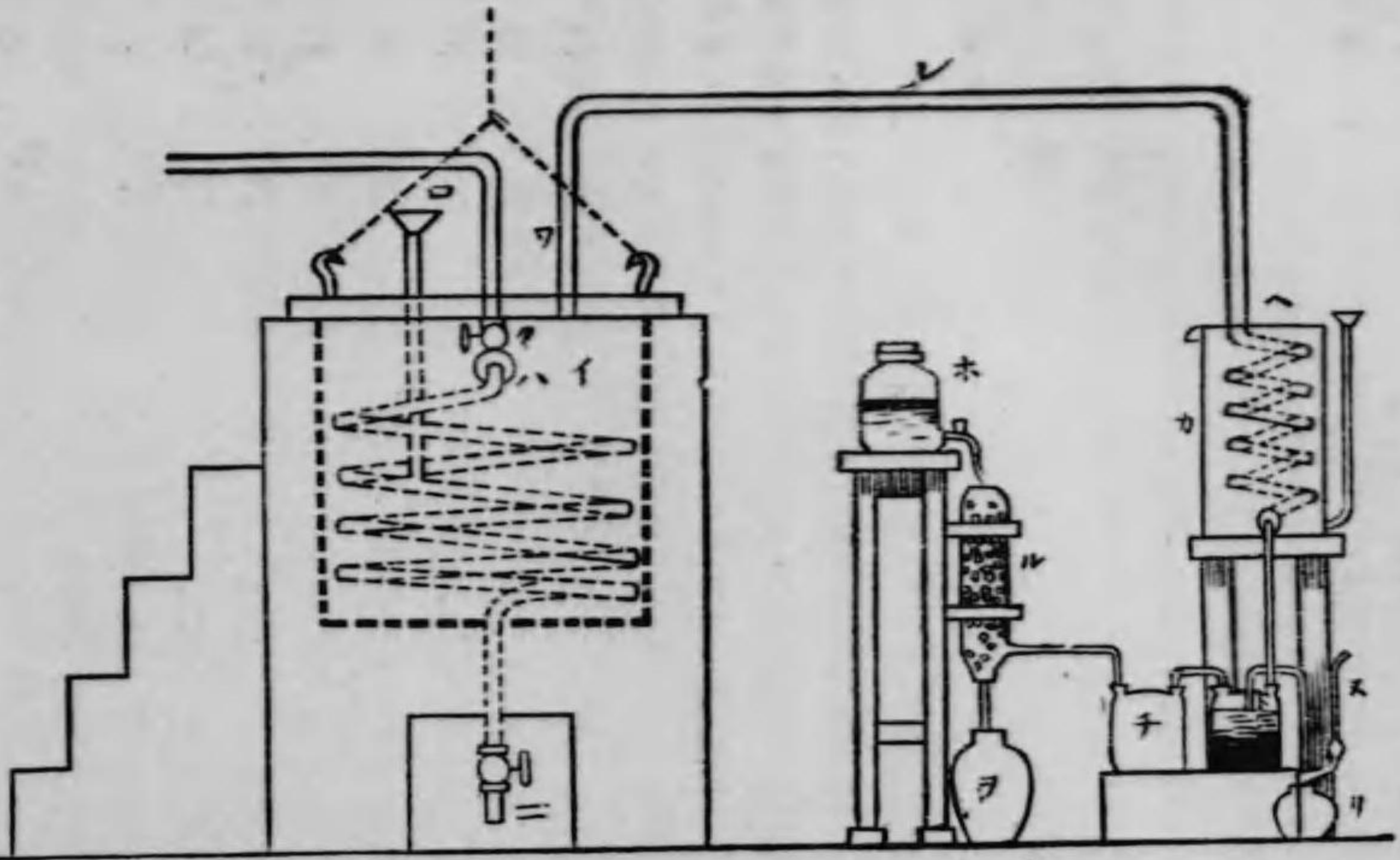
右成績ニ據レハ苦汁十封度ニ對シテ「クロール酸石灰溶液」ノ約一三〇ccヲ添加シタル場合ニ「プロロム」ノ得量最モ多シ本種苦汁ハ品種ニ於テ終始殆ント差異ヲ認メス其都度試驗ヲ反覆スルニ執レモ本成績ニ略一致スルカ故ニ必要ト認ムル場合ノ外常ニ實施ニ於テモ此割合(即チ一貫匁ニ對シ一〇八ccノ「クロール酸石灰液」ヲ用ヒ大差ナキ成績ヲ得ツ、アリ

### 第二 例

甲、五等鹽苦汁(阿波撫養産大正三年十二月購入ノモノ)ニツキテモ前同様ノ試驗ヲ施行シタルニ次表ノ如キ成績ヲ得タリ

右表ニ示スカ如ク乙種五等鹽苦汁ニ比シテ殆ント半量ノ「プロロム」ヲ有スルノミ即チ五等鹽苦汁ハ購入ノ都度「プロロム」ノ含量ニ於テ一定ノ數ヲ得タルコトナク甚タ區々ナルノミナラス「クロール酸石灰溶液」ノ使用量ニ於テモ一適量ヲ定ムル能ハス品種ノ異ナルニ從ヒ一々試驗ヲ行フノ要アリ而シテ甲種五等鹽苦汁ノ如キ比較的多量ノ「プロロム」ヲ有スルモノニアリテハ直チニ蒸餾ニ應用シ得ヘク乙種五等鹽苦汁ニアリテハ一旦蒸發シテ適當ニ濃厚トナシ使用セサルヘカラス





約五分ノ一容ニ濃縮セサレハ赤穂産ノモノト同一組成ヲ有スルニ至ラス「プロロム」製造ノ目的ニハ有利ナルモノニ非ス  
以上述フルカ如ク「クロール酸石灰液」ノ添加量ハ「プロロム」ノ得量ニ著大ナル影響ヲ與フルモノニシテ大ニ過クルモ少ニ過クルモ其結果良好ナラス此ノ滴量ヲ求ムルコト最モ肝要ニシテ本製造ニ在テハ「クロール酸石灰液」ノ用量ノ適否ニ歸スルト云フモ過言ニ非サルヘシ

實施方法

本所ニ於テハ上圖ニ示スカ如キ蒸餾器ヲ使用セリ「イ」ハ内容ニ石ヲ容ルヘキ四面花崗石ヲ以テシ「ロ」ナル母液ヲ「タ」ハ「蒸気」ノ入ルヘキ口ニシテ「ハ」ナル鉛管ニ連リ鉛管ハ五回屈曲シテ底

部ヨリ「ニ」ナル「バルブ」ニ連ル苦汁ハ「ウ」インダポンプ」ヲ用ヒ一回ニ乃至三樽及ヒ同時ニ石灰溶液及ヒ鹽酸ヲ注入シ蒸気ハ注意シツ、初メハ稍強ク約二三十分ヲ經テ「ワ」ナル硝子管ニ「プロロム」蒸気ヲ見ルニ至リ極メテ僅カニ通スルトキハ「プロロム」ハ殆ント連續シテ「カ」ナル冷却器ヲ經テ受器「ト」ニ滴溜ス「プロロム」水ハ時々「ヌ」ナル「ヘーベル」ヲ以テ「リ」ナル受器ニ採取ス道散スル瓦斯ハ「ル」圓筒（鐵屑ヲ充タシ）水ヲ點滴スルカ或ハ輕石ヲ充タシ「ホ」ナル壘ヨリ「ナトロン」油液ヲ點滴ス「ニ」テ吸收セラレ「ヲ」ノ受器ニ集マル斯クノ如ニシテ約一時間ヲ以テ蒸餾操作ハ完結スルヲ以テ直チニ蒸気ノ流通ヲ斷テ下部ノ「コック」ヲ開キ母液ヲ流出セシメ直ニ新ナル苦汁ヲ注入スルトキハ一回ノ操作約二時間ニシテ晝間約六回ノ蒸餾ハ優ニ實行シ得ヘシ  
本装置ヲ用ヒテ實施シテ得タル成績左ノ如シ

第一回	第二回	種類	苦汁ノ量	石灰液ノ得量	外ニ「プロロム」水	%
同	同	赤穂産	三九、三	四二、四	三〇〇、〇	〇、二一
			三九、一	四二、〇	三三〇、〇	〇、二五

第三回	五等鹽苦汁	四〇、四	六四〇〇
第四回	同	四一、〇	六四五〇
第五回	三等鹽苦汁	四〇、〇	四三二〇
第六回	赤穂産	四〇、〇	四〇〇〇
第七回	同	三九、〇	四二〇〇
第八回	同	三九、〇	四二〇〇
第九回	同	約四〇、〇	四二〇〇
第十回	同	約四〇、〇	四二〇〇
第十一回	同	約四〇、〇	四四〇〇
第十二回	同	約四〇、〇	四二〇〇
第十三回	同	同	同
第十四回	同	同	同
第十五回	同	同	同

品名	要量	單價	備考
赤穂苦汁	三樽	〇、三〇〇	大正四年一月十八日購入
硫酸	四、二四封度	〇、〇一八	同 年同月十一日購入
褐石末	二、四六同	〇、〇三八	大正三年十一月三十日購入
石灰	〇、一三三貫	〇、〇四〇	—
鹽酸	八、一七封度	〇、〇三三	大正四年一月十一日購入
合計		一、三四三	

プロロム」ノ得量並ニ一封度ニ對スル原料藥品代價  
以上十數回ノ結果ニ依リ赤穂苦汁三樽約六十貫（一回ノ處置量）ニ對シ石灰液六四〇〇cc及三二〇〇ccノ粗製鹽酸ヲ用ヒテ「プロロム」百五十匁（一封度四分ノ一）ヲ得タリ今之ニ對スル原料及ヒ藥品代價ヲ表示スレハ次ノ如シ

現今ハ本蒸餾器ヲ以テ一回三樽宛（約六十貫）ノ試製ヲ施行シ其得量ハ殆ント大差ナク一回平均百五十匁即チ二、五%ノ「プロロム」ヲ得タリ  
備考 鹽酸ハ毎回クロール酸石灰液ニ對シ約半量ヲ使用セリ

四 プロロム精製法

上記ノ如クニシテ製シタル「プロロム」ハ多量ノ「クロール」及「誘導管」ヲ溶解シタル「プロロム」少量ヲモフオルム等ノ夾雜物ヲ有スルカ故ニ之ニ少量ノ「プロロム」鐵或ハ「ブ

右ノ計算ニ依レハ百五十匁ノ「プロロム」ニ對スル原料及藥品代價一圓三十四錢三厘ナルヲ以テ一封度ニ對スル價格一圓七錢四厘トナル割合ナリ但シ蒸氣燃料並ニ工費ヲ加算セス右原料苦汁ハ大阪ニ於ケル價格ニシテ運賃等ヲ含ミタルモノナレハ比較的高價ナリサレトモ原產地ニ於テハ之ヨリ遙ニ低價ニテ得ラルヘキカ故ニ從テ「プロロム」ヲ安價ニ製造シ得ヘキハ勿論ナリトス



大正四年四月三十日

衛生試驗所技師藥學博士 平山松治  
臨時製藥調查囑託 則武 造  
同 伏見新造

### 第四回 石炭酸製造試驗 成績報告

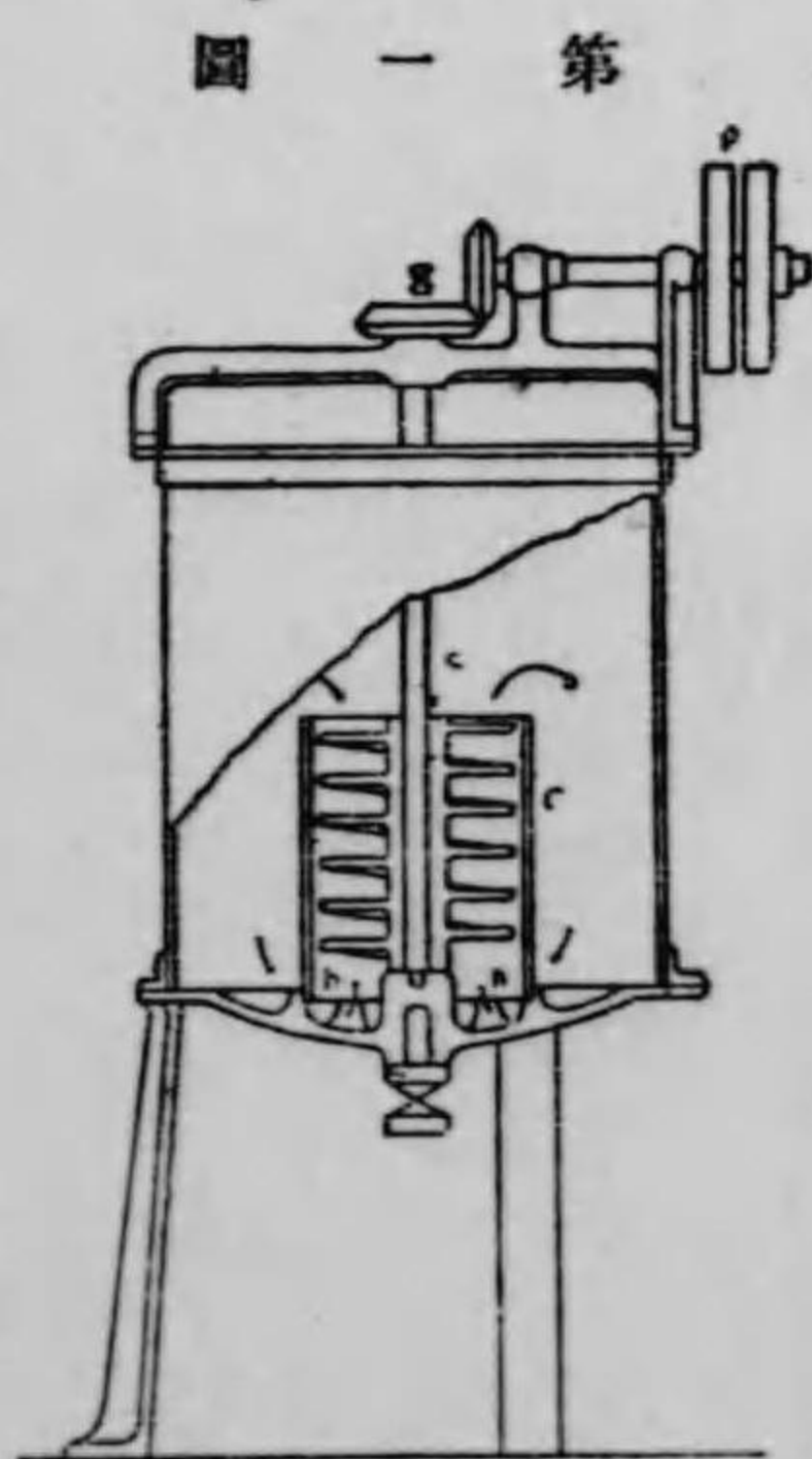
#### 一 原料

原料トシテハ東京瓦斯株式會社ニ於テ石炭タ  
ール分留ノ際ニ産スル一號輕油ト稱スル「タ  
ール油」ヲ購入シテ使用シタリ此「タール油」ハ攝  
氏百五十乃至二百三十五度ノ間ニ於テ留出ス  
ルモノニシテ暗褐色ヲ有シ比重ハ〇・九七八  
ニ居リ「タール酸」ノ含量約十五%ナリ元來石  
炭酸ノ原料タル「タール油」ハ東京瓦斯株式會  
社ノミニ於テ一箇月千五百石ヲ產出スト云ヘ  
ハ之ニ技光製鐵所、大阪瓦斯株式會社、三池  
焦煤工場等關西全部ノ生産額ヲ合セハ一箇月  
ノ總產額蓋シ三千石以上ニ達スルナルヘシ

#### 二 粗製石炭酸ノ製造

本製造試驗ハ毎回「タール油」百リートル(五・五  
四斗)ヲ取リ之レカ工程ヲ(イ)「タール油」ノ「ア  
ルカリ洗滌」(ロ)「フェノールナトリウム液」ノ  
夾雜油分驅除(ハ)「フェノールナトリウム液」

ヨリ「フェノール」分ノ析出及(ニ)「フェノール」  
分ヨリ粗製石炭酸ノ製出ノ四段ニ區別シテ  
施行セリ而シテ第一段及第二段ノ工程ニ於テ  
ハ器械ノ内容大ナラスシテ一回ニ原料ノ全量  
ヲ收容シ難キニ由リ之ヲ二回ニ分チ毎回五十  
リートル「ツ」處理シタレトモ第三段及第四  
段ノ工程ニ於テハ器械ノ内容ニ不足ナキ爲メ



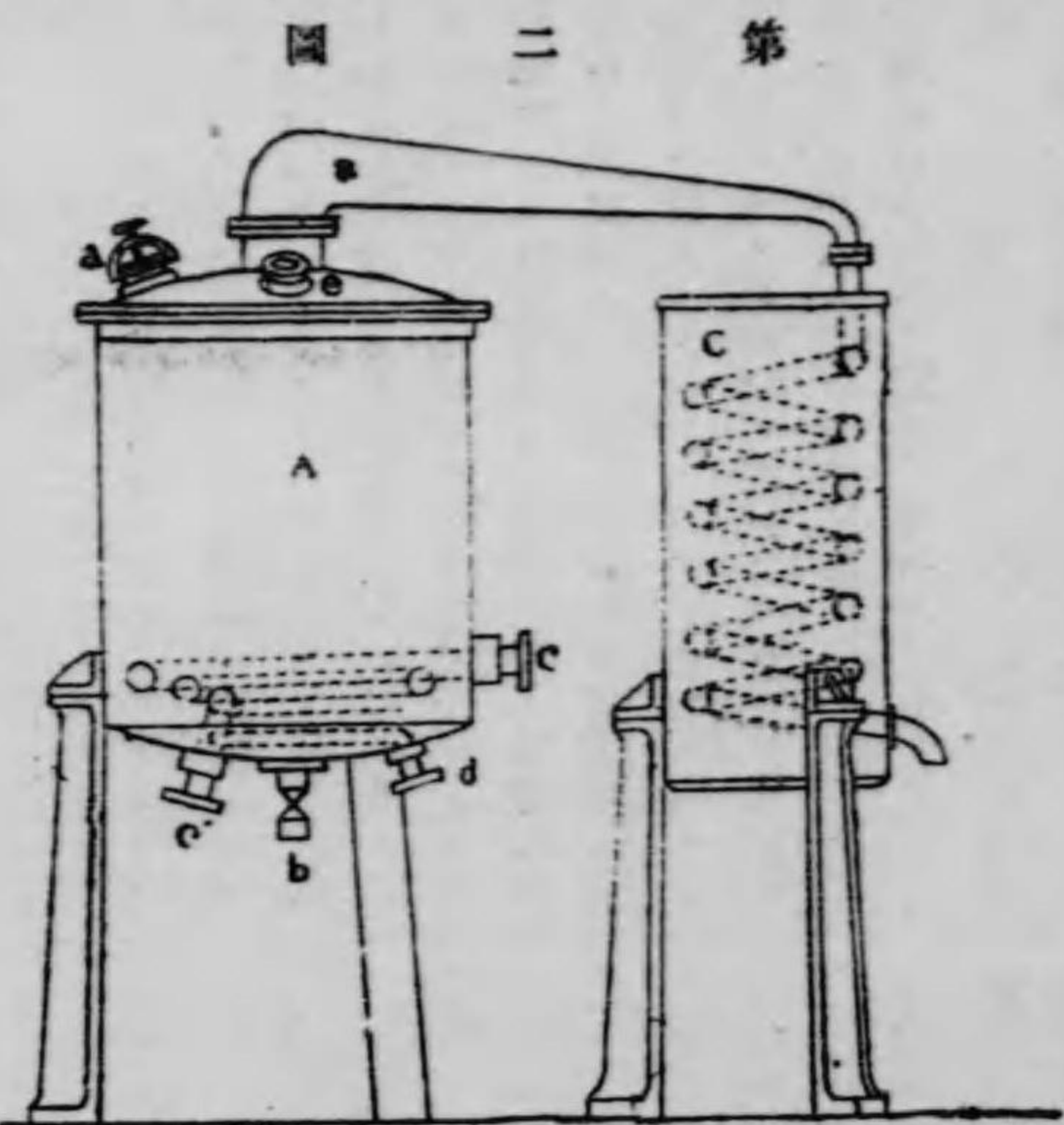
第一圖 一ノ分八十尺縮

一回ノ操作ニテ處理シ終リタリ  
(イ)「タール油」ノ「アルカリ洗滌」本工程ニ於  
テハ「タール油」ト「ナトリウム液」ヲシテ親  
密ニ混和セシメ以テ「タール油」中ニ含有スル  
「フェノール」分ノ全部ヲ苛性ナトリウム液中  
ニ吸收セシムル爲メ第一圖ニ示スカ如キ内容  
約二百リートルノ鐵製混和器ヲ用ヒタリ此  
混和器ハ内部ニ上方開放セル圓錐Cヲ有シ其  
中心ニ螺旋揚水機ヲ備フル同轉軸Sアリ調車

P及尙車Gニ依リテ回轉セシムヘシ即チ「タ  
ール油」五十リートル及比重一・一〇ノ苛性ナ  
トリウム液同容量ヲ第一圖ノ混和器ニ入レテ  
Sナル螺旋揚水機ヲ回轉セシムレハ下層ノ苛  
性ナトリウム液ハ圓錐ノ下部ニ在ルハ箇ノ半  
月形小孔Hヲ通シテ卷揚ケラレ上層ノ「タ  
ール油」ト親密ニ混和スルモノトシテ一回ニ

「タール油」五十リートル」  
ヲ處理シ其「フェノール」分ヲ  
シテ悉ク苛性ナトリウム液  
中ニ移行セシムルニ攪拌約  
一時間ニテ充分ナリ尙ホ本  
操作ニ用フル苛性ナトリウム  
液ハ製品ノ良否並ニ操作  
ノ難易等ニ鑑ミ豫試驗ノ上  
比重一・一〇ノモノヲ最モ  
適當ナル者トシテ採用セリ又其使用量ハ豫メ  
「タール油」一定量ヲ割度圓錐ニ取リ之ニ同上  
ノ苛性ナトリウム液ヲ逐次ニ加テ攪盪シ最早  
油層ノ苛性ナトリウム液ニ吸收セラレサル迄  
ニ要スル量ヲ以テセリ  
(ロ)「フェノール」ナトリウム液ノ夾雜油分驅除  
アルカリ洗滌了レルモノハ之ヲ貯槽中ニ一  
夜間放置スル時ハ苛性ナトリウム」ト結合セ  
サル油分即チ中性及アルカリ性油ハ上層ニ又

「フェノール」分ヲ吸收セル苛性ナトリウム液  
即チ「フェノール」ナトリウム液ハ下層ニ分離  
スルカ故ニ其貯槽ノ下部ニアル「コック」ニ  
由リ注意シテ「フェノール」ナトリウム液ヲ油

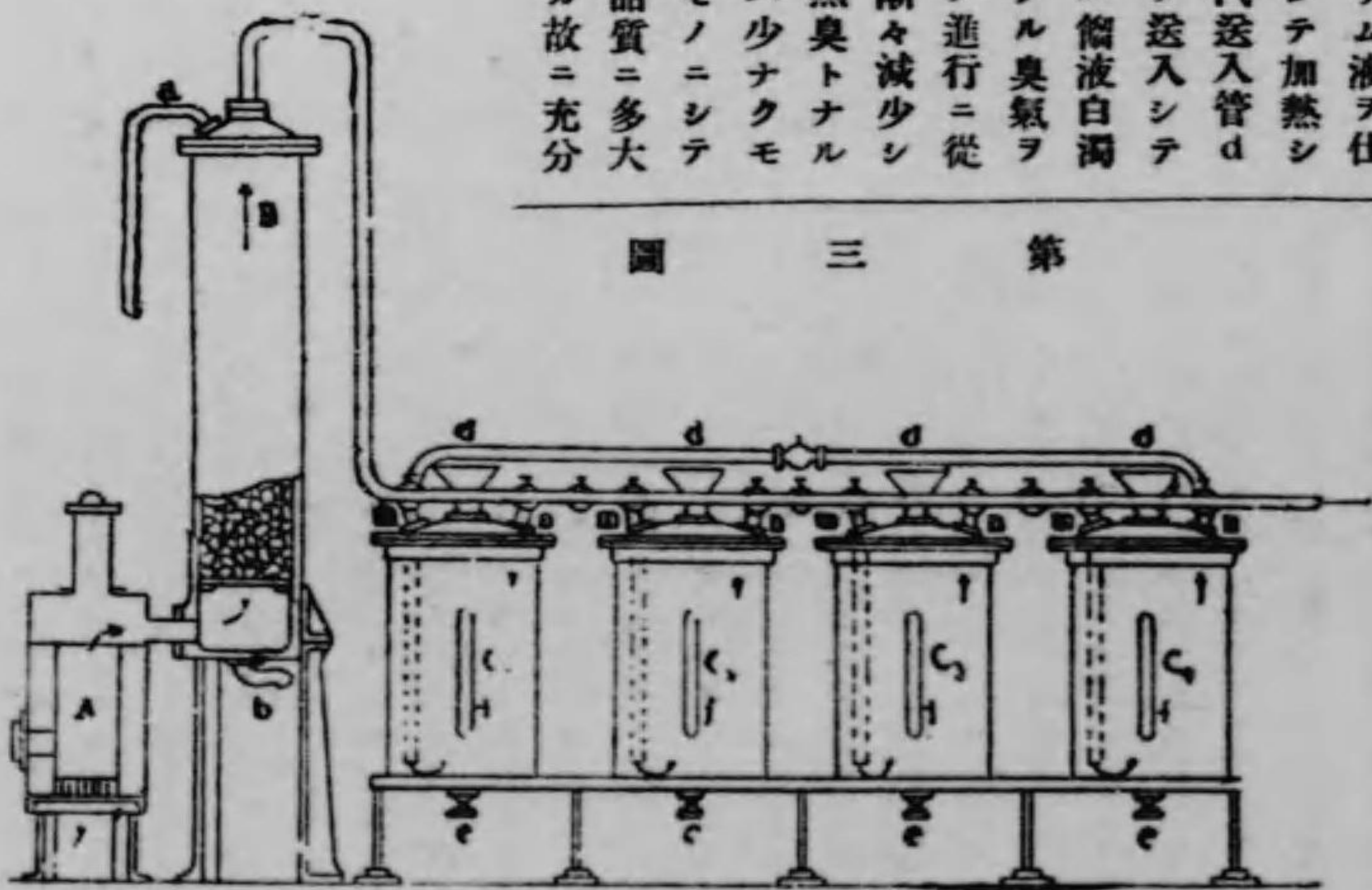


第二圖 一ノ分八十尺縮

入管dヲ有シ其他蓋上ニ仕込口a規穴e及底  
部ニ排出口bヲ備フル而シテ之ヲ使用スルニハ  
仕込口hヨリ「フェノール」ナトリウム液ヲ仕  
込ミ加熱用蒸氣蛇管cニ蒸氣ヲ通シテ加熱シ  
ツ、一方ニハ蒸氣送入管d  
ヨリ罐中ニ蒸氣ヲ送入シテ  
蒸留スルニ始メハ白濁液白濁  
シ且極メテ不快ナル臭氣ヲ  
有スレトモ蒸留ノ進行ニ從  
ヒ白濁臭氣共ニ漸々減少シ  
途ニハ全ク透明無臭トナル  
ニ至ルヘシ之ニハ少ナクモ  
十時間ヲ要スルモノニシテ  
此操作ハ製品ノ品質ニ多大  
ノ關係ヲ有スルカ故ニ充分  
注意シテ完全  
ニ油分ヲ驅逐  
セサル可カラ  
ス

分ヨリ分取シ之ニ水蒸氣ヲ通シテ尙ホ夾雜溶  
解セル中性及アルカリ性油ヲ驅除スヘシ  
當所ニ於テハ第二圖ニ示スカ如キ内容約百リ  
ートルノ鐵製油分驅除裝置ヲ考案シテ使用  
セリ本裝置ハ蒸留罐A兜B及冷却管Cヨリ成  
リ罐ノ内部ニハ加熱用蒸氣蛇管c'及蒸氣送

(ハ)「フェノール」ナトリウム  
液ヨリ「フェノール」分ノ析  
出 中性及アルカリ性油ヲ  
驅除シタル後ノ「フェノール」  
ナトリウム液ハ第三圖ニ  
示スカ如キ炭酸瓦斯飽和裝置ニ致シ炭酸瓦斯



第三圖 一ノ分五十三尺縮

ヲ飽和セシメテ「フェノール」分ヲ析出セシム  
ヘシ此炭酸瓦斯飽和器モ亦當所ノ設計ニ係ル

モノニシテ圖中Aハ炭酸發生爐ニシテ木炭ヲ







粗製石炭酸ニ於ケルカ如ク結晶法及母液脫除法ヲ行ヒタル後遠心力分離器中ヨリ取り出シタル結晶石炭酸ニ就キ更ニ蒸餾シテ今回八百七十八乃至百八十三度ノ間ニ溜出スルモノヲ採集スヘシ即チ茲ニ得タル石炭酸ハ熔點三十五乃至三十六度ヲ有シ日本藥局方規定ノ防疫

第二表 防疫用石炭酸製造試驗成績

粗製石炭酸使用量	第一回	第二回	第三回	第四回	第五回	平均
防疫用石炭酸收得量	1000	1000	1000	1000	1000	1000
防疫用石炭酸收得率%	15.8	15.0	14.3	15.0	15.5	15.1

四 純石炭酸ノ製造

上文第三條ノ防疫用石炭酸ヨリ熔點四十度以上ヲ有スヘキ日本藥局方規定ノ純石炭酸ヲ製スルニハ唯單ニ蒸餾法ト結晶法トヲ反覆シタ

防疫用石炭酸使用量	第一回	第二回	第三回	第四回	第五回	平均
純石炭酸收得量	1000	1000	1000	1000	1000	1000
純石炭酸收得率%	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

第三表 純石炭酸製造試驗成績

用石炭酸ニ適合スルモノナリ尙ホ此操作ノ際ニ生スル母液、初溜液及殘留液等ヨリハ之ヲ蒸餾シテ粗製石炭酸ヲ回收シ之レヨリ更ニ防疫用石炭酸ヲ製造スルヲ得ヘシ即チ本條五回ノ製造試驗ニ於テ得タル成績ハ左表ノ如シ

二七キログラム即チ二・八二封度ヲ製出シ得ルモノナリ

五 原料及藥品ト製品及副産物トノ比較對照

前文記述ノ製造方法ニ據リ東京瓦斯株式會社販賣ノ一號輕油即チ「タール油」原料トシ一仕込百リートル」ノ量ニ於テ處理スルトキハ右原料以外ノ藥品トシテ苛性ナトロン二十

六・一六封度炭酸發生用木炭二・五貫目ヲ要シ製品トシテハ防疫用石炭酸四・五一封度副産物トシテハ粗製クレゾール 十四・〇九封度燃料輕油 四・六九斗並ニ回收炭酸ナトリウム七十一・九六封度ヲ收得スルモノナリ 依テ今時局前時局後トノ二樣ニ區別シ原料及藥品ノ價格ト製品及副産物ノ價格トヲ比較對照スレハ左表ノ如シ

原料及藥品代價

原料及藥品代價	時局後	時局前
五圓四十二錢四厘	四圓二十四錢七厘	
價額	單價	單價
タール油五・五四斗(一〇〇リートル)	二・七〇〇	二・七〇〇
苛性ナトロン二六・一六封度(一一・七七キロ)	二・三三三	一・一七〇
木炭(炭酸發)二・五貫(九・四キロ)	〇・三〇〇	〇・三〇〇
木炭(生用)二・五貫(九・四キロ)	〇・三〇〇	〇・三〇〇
防疫用石炭酸四・五一封度(二・〇三キロ)	一・一一一	一・一〇〇
粗製クレゾール一四・〇九封度(六・三四キロ)	四・三三三	一・四〇三
燃料輕油四・六九斗(八四・六リートル)	一・八七六	一・八七六
回收炭酸ナトリウム一・九六封度(二・二三八キロ)	〇・〇一五	〇・七二〇
製品及副産物代價	九圓八十七錢六厘	六十六錢

右表中時局後ハ大正四年五月ノ相場、時局前ハ大正二年中ニ於ケル平均相場ヲ基礎トスルモノニシテ凡テ其大體ノ標準ヲ示スニ止マルモノトス

第五回 金屬蒼鉛製造試驗成績報告

蒼鉛ヲ原料トスル醫藥品ニハ次硝酸蒼鉛、次サリチール酸蒼鉛、次沒食子酸蒼鉛等アリ藥品中ノ主要ナルモノニシテ其需要額モ亦多シ而シテ我邦ニ於テハ之カ原料タル蒼鉛礦ノ探礦未タ充分ナラス其産額極メテ少量ニ過キス故ニ當所ニ於テハ先ツ原礦産出ノ状態、探礦法、製煉法、精製方法ノ調査ヲ目的トセリ

我邦ニ於ケル蒼鉛礦ノ産出状態

天然ニ産出スル蒼鉛礦ハ數種アレトモ普通ハ自然蒼鉛礦、輝蒼鉛礦其主タルモノナリ而シテ是等ノ礦床ハ主トシテ接觸礦床及ヒ礦脈中ヨリ出テ單ニ蒼鉛ノミヲ産出スル礦床ハ稀ニ

衛生試驗所技師 半澤 清助  
臨時製藥調查囑託 中土庄之助  
同 上山村 文治

大正四年六月



シテ多クハ前者ニアリテハ重石、水鉛、後者ニアリテハ金、銀、銅、鉛ト共産シ銀鉛(神岡鐵山ノ如キ)又ハ黑礦ト稱スル亞鉛鐵中(小阪鐵山ノ如キ)ニモ含有セルモ此ノ場合ハ其含量甚タ低度ナリ當所ニ於テ調査セル我邦各地ノ銀鉛鐵中ニハ概ネ粗礦ニテ千分ノ一乃至二ノ若鉛ヲ含ム物ヨリ撰礦ニ附シテ百分ノ一乃至二ニ達セシメ得ルモノアリ

礦物ト夾雜シテ若鉛ハ小塊又ハ粒狀トナリテ産出シ石英脈ニアルモノハ硫銅若鉛鐵ト稱シ其純ナル部分ニ於テ若鉛五三、二一% 硫黃一八、六% 銅二四、九一%ヲ含有スル特種ノ礦物ニシテ一見硫鐵鐵礦ノ如ク僅ニ色澤硬度ニヨリテ鑑別シ得ヘシ鐵脈ノ副員平均四尺露頭ハ走向ニ沿ヒテ約一千間ヲ追走セリ本鐵床ニ沿ヒテ數條安山岩脈併走セリ恐クハ(CO<sub>2</sub>、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)ナル成分ヲ有スル若鉛鐵ナラン粗礦精鐵ノ分析表(百分中ノ平均數)左ノ如シ

リ品位ハ普通手撰ニ供シテ十五%乃至四十%ノモノヲ採取セリ  
三 菱野鐵山 岡山縣吉田郡泉村ニアリ本鐵山ハ花崗岩中ノ鐵脈ニシテ脈石トシテ石英方解石ニ伴ヒ方鉛鐵、黃銅鐵ヲ産シ粗鐵ニテハ鉛十五%乃至二十%ノモノナレトモ撰礦ニヨリ六十%ノ精鐵トナシタルモノ、中ニハ若鉛一%乃至二%ヲ含有セリ  
四 生野鐵山 兵庫縣朝來郡ニアリ石英粗面岩中ノ鐵脈ヨリ自然若鉛鐵ヲ産ス脈石ハ石英ニシテ黃銅鐵、硫化鐵鐵、亞鐵方鉛鐵及ヒ少重ノ「コバルト鐵」ヲ隨伴ス分析成績左ノ如シ(百分中)

中一萬分ノ一以內ノ若鉛ヲ含有セルモノヲ電解精銅ヲ行フ場合ニ副産セルモノニシテ一箇年約一千五百封度乃至二千封度ノ金屬若鉛ヲ製出シ得ヘク其品位九八%乃至九九%ニ達ス  
六 神岡鐵山 岐阜縣吉城郡ニアリ銀、鉛ヲ主産シ大正二年度製鉛高四百三十五萬斤ニシテ此ノ鉛中〇、二%ノ若鉛ヲ含有シ鉛ノ精製ヲナス場合ニ若鉛ヲ副收ス該山ニテハ若鉛ノ市價高低ニ伴ヒ是カ採取ヲ加減スルモノ、如ク生産全部ノ鉛中ヨリ若鉛ヲ抽出スル時ハ一箇年七千封度乃至一萬封度ノ製造力ヲ有スルモノ、如シ

リテ石灰岩、花崗岩ノ接觸鐵床ニシテ銅、重石、輝水鉛、硫化鐵鐵ト共ニ輝若鉛及ヒ自然若鉛ヲ産ス分析成績左ノ如シ  
若鉛 粗鐵(百分中) 精鐵(同)  
ウオルフラム 〇、二一 〇、九九  
十 朝鮮第三號鐵區ニテハ大正元年度金三十五萬圓銀五千圓餘若鉛一萬五千圓餘ノ產額アリ朝鮮ハ其地質上ヨリ見ルモ將來若鉛鐵ノ產地トシテ曠目ニ値スヘシ  
右ノ外京都府天田郡富岡鐵山、山口縣美祿郡長登鐵山及藥王寺鐵山、大分縣大野郡尾平鐵山、岐阜縣惠那郡姪川鐵山等アリ又鐵區一覽ニヨレハ若鉛ノ試掘又ハ探掘頗多アリ若鉛鐵區トシテ價值ヲ有セサルモノアレトモ中ニハ將來原料鐵山トシテ大ニ有望ト認メラル、モノアリ要スルニ我邦若鉛鐵ハ調査ニヨリ產額ヲ増大シ得ル餘地アルモノト認メラル

キ硬度高キ鐵石ニ附隨セルモノ多クレバ撰礦ヲナス時ハ多クノ粉鐵ヲ生シ水撰淘汰ヲナスニ當リ損失量多大ニシテ採取率ニ影響スル事甚大ナルカ故ニ當所ハ松藤式粉鐵機(ロール式噴鐵機ニシテ三分以下所要大ノ粒位ヲ調節シ得ル如ク裝置セラル)ヲ設備セリ本機ノ運轉ニハ約三馬力ヲ要シ生野産ノ如キ石英硬質ノ鐵石ハ十時間ニ一分以下ノ粉鐵三百貫ヲ粉砕シ得ヘク羽出產ノ如キハ同時間ニ四百五十貫ヲ粉砕シ得ル割合ナリトス而シテ此粉鐵ヲ一寸ニ付キ十、二十、三十、四十、五十、六十、七十、八十、九十、百、二百二十目ニ至ル各階級ノ篩ニ掛ケ粒位ヲ一定セシメタル上松藤式甲號及ヒ乙號淘汰機ニテ汰撰シ素石ト有テ用鐵物トノ分離ヲナス若鉛ノ含有量定置ニ達スル時ハ直アニ精鐵トシテ製煉ニ附スルモ尙ホ豫定品位ニ達セサル場合ハ再ヒ同機ニテ混有物ト若鉛トノ比重ノ差ヲ利用シ之ヲ分離シ精鐵トナス甲號淘汰機ハ一寸五十目以上乙號淘汰機ハ一寸六十目以下ノ粉鐵ヲ淘汰スルニ用ヒ兩器共ニ手力ニテ運轉シ少シク職工ノ技術ニ熟練スル時ハ一日一人ニテ三百貫乃至三百五十貫ノ粉鐵ヲ所理スルヲ得  
本器ヲ以テ撰礦スルニ生野産鐵石ハ粗鐵ニシテ若鉛四、五一%含有ノ者ヨリ若鉛二一、六二

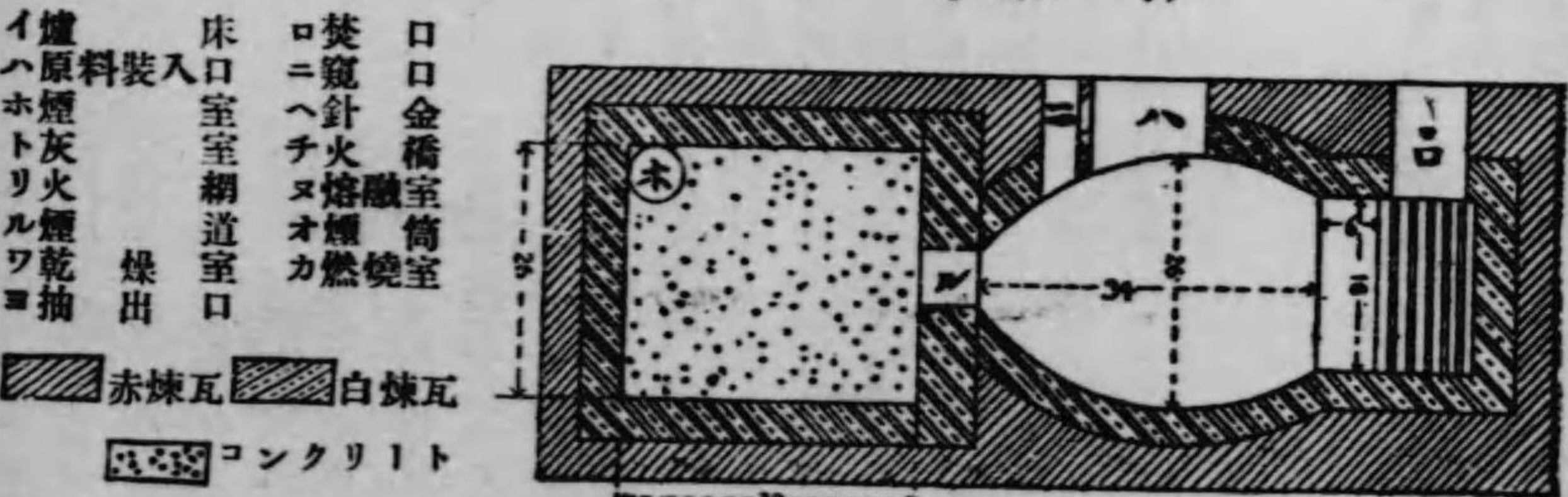


%ノ精鑛ヲ得タリ又羽出產ニ在テハ〇、五四  
%ノ蒼鉛含有ノ粗鑛ヨリ蒼鉛含有量四、三一  
%ノ精鑛トナスヲ得タリ

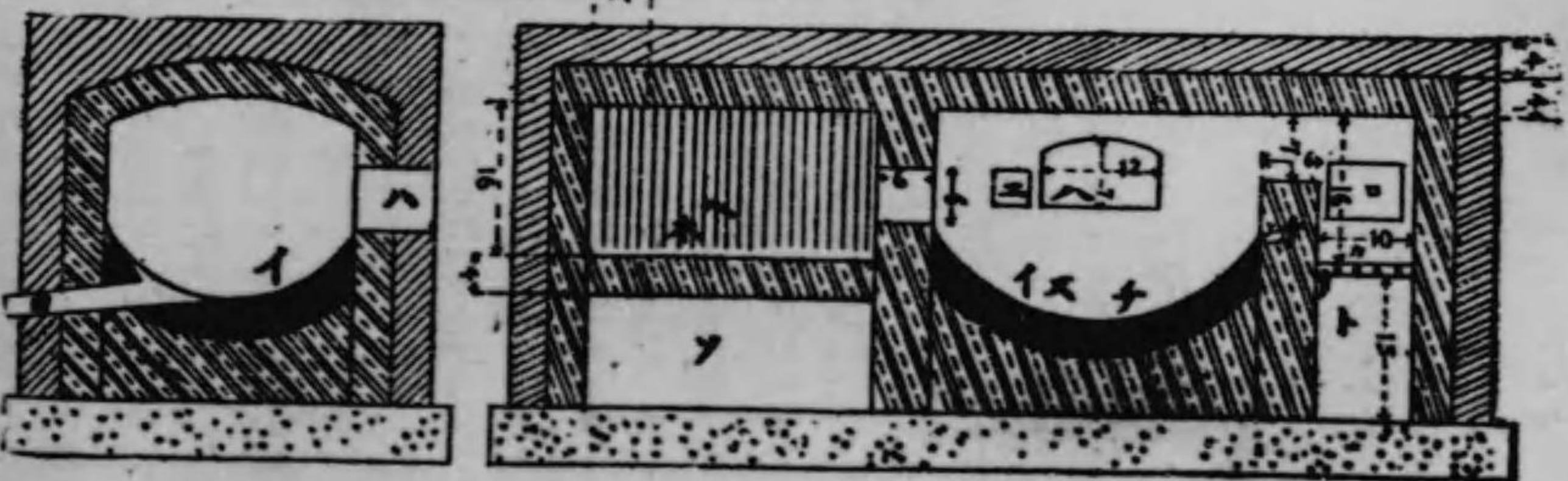
### 三 製煉試驗

蒼鉛鑛ノ製煉ニハ乾式濕式ノ二法アリ更ニ乾式ヲ別テ坩堝法及反射爐法ノ二トス濕式ニ依ル製煉ハ溶劑トシテハ鹽酸ノ稍多量ヲ用ヒサルヲ得サルノ不便アリ次ニ坩堝法ニ依リ小規模ニ於テ十數回之ヲ試ミタルモ鑛石ノ品位優良ナルモノニシテ少量ノ鑛石ヲ所理スルニハ便ニシテ採取率モ亦佳良ナレトモ其ノ操作ハ特ニ熟練ヲ要スルカ故ニ製煉夫ノ養成等ニ尠カラス手數ヲ要シ殊ニ我カ國產蒼鉛ノ如キ貧鑛ヲ所理スルニ適當ナラス當所ニ於テハ操作ノ比較的容易ニシテ可及的多量ノ鑛石ヲ所理シ得ル便アル反射爐ヲ適當ト認メテ之ヲ擇定セリ而シテ我カ國ニ於テ生野鑛山等ニテハ坩堝法ニ依リ時々小試驗ヲ行ハレタル事アルモ反射爐ヲ用ヒタルハ當所ヲ以テ嚆矢トス即チ左圖ニ示セルカ如キ構造ヲ有スル小型ノモノヲ製作セシメタリ

坩堝平爐圖面 (ス示テニ寸)



圖面側同



實ニ表示スルニ至ラサルモ生野產ノ如キ難熔性ノ鑛石ニシテ一回ノ裝入量約四十貫(溶劑ヲ含ム)ニシテ一晝夜三回裝入スルトキハ百二十貫ノ熔融力アリ更ニ熔融シ易キ鑛石ナレハ其所理スル鑛量ヲ倍加スル事ヲ得ル見込ナリ而シテ一晝夜採業ニ要スル燃料即チ石炭ノ消費高ハ約八百斤ナリトス第一回 原料ノ部第四ニ於テ其品位ヲ示

シタル生野產鑛石ヲ撰鑛法ニヨリ精鑛トナシタルモノ十貫匁曹達灰十貫匁木炭末五百匁ノ割合ニテ調合混和シ之ヲ反射爐ニ裝入シ熔融セシ熔融物ハ圓錐鑛鑛製鑛蓋(上部口徑一尺高サ一尺二寸)ニ抽出シ冷却ノ後上部曹達灰中部銅鏡、底部蒼鉛塊トナレリ其蒼鉛塊ヲ分離セシメタリ其操作ニ要セシ時間約十時間ニシテ石炭四百斤ヲ要シ茲ニ得タル金屬蒼鉛ハ一貫五百匁ナリ其品位ハ左ノ如シ

蒼鉛 八七、一% 銀 〇、二五%  
鉛 一〇、五四%  
アンチモン、砒素、銅、鐵 各痕跡

第二回 右ト同一ノ生野產精鑛十五貫匁舊鐵四貫匁曹達灰十三貫匁木炭末八百匁ヲ調合シ第一回ノ如ク操作セリ此ノ操作ニ要セシハ約十三時間ニシテ石炭五百五十斤ヲ要シ粗製金屬蒼鉛三貫匁ヲ採取セリ

第三回 羽出產精鑛十八貫匁曹達灰十五貫匁木炭末一貫九百匁ヲ調合シ熔融セシメタリ此ノ操作ニ要セシハ十時間ニシテ石炭四百五十斤ヲ消費セリ本試驗ニ際シテハ調合物ヲ二分シ二回ニ分チ裝入シ初メハ六時間ニシテ熔融シ次回ニハ四時間ニシテ熔融シ終レリ而シテ茲ニ得タル粗製金屬蒼鉛ハ七百三十匁ナリ其品位左ノ如シ

蒼鉛 八六、五二% 銀 〇、一四四%  
鉛 一一、四五% 硫黃 〇、四一%  
アンチモン、砒素、銅、鐵 各痕跡

蒼鉛治金上ノ操作ハ技術ノ熟練ヲ要シ殊ニ各種ノ鑛石ヲ同一製煉場ニ集合シ各鑛石ノ品質ニヨリ適當ニ配合シテ所理スル事肝要ニシテ各鑛石ヲ單獨ニ所理スルハ不利ナル場合アリ當所ニ於テモ生野產羽出產ノモノヲ僅ニ數回所理セシニ過キサレハ其採取率モ良シカラス而シテ鑛ニ當所ニ於テ調査セシ豐前三ノ岳鑛山ノ如キ當所ノ注告ヲ容レ新規開坑ノ上探鑛ニ著手セシニ意外ノ直利ヲ得テ既ニ當所ヘ原料トシテ送付ノ分約二噸アリ引續キ原鑛ヲ供給スル豫定ナリ又岡山縣伊茂岡鑛山ヨリモ送鑛ノ豫約アリ是等ノ原鑛ヲ以テ試驗ヲ繼續スル方針ナルニ因リ製煉上採取率ノ如キモ漸時上昇スルナラン又粗製蒼鉛中ニ混有スル銀、銅、鉛、ニツケル、コバルト等ノ處分法及熔劑トシテ使用セシ曹達灰ノ回收方法等ニ就テモ調査續行中ニアリ

### 四 精製試驗

粗製金屬蒼鉛ノ精製ハ左記ノ如ク三種ノ方法ニヨリ小規模ニ於テ實驗セリ  
一 乾式精製 粗製蒼鉛百瓦ヲ取り豫メ鹽化

加里四十瓦曹達灰二十瓦苛性曹達十五瓦ノ混和物ヲ坩堝内ニ於テ熔融セシメタルモノ、内へ投入シ二三時間斷斷攪拌シ後火熱ヲ去リ水洗シテ鑛ヲ溶解シ除去シ金屬蒼鉛ノ塊ヲ分取セリ本法ニ依リ數回ノ實驗ニ依レバ熔融ノ際蒼鉛ヲ揮散シ損失稍大ニシテ且ツ蒼鉛中ニハ常ニ鉛ノ一部分ヲ殘留スルノ缺點アリ

二 濕式精製 細粉トナセル粗製金屬蒼鉛三百五十瓦ヲ取り豫メ八十度ニ熱シタル硝酸比(重一、二)一千五百立方厘米ニ除々ニ加ヘテ溶解セシメ冷却後濾過シ其濾液ハ蒸發シテ舍利別稠トナシ硝酸ノ大部分ヲ驅逐シ再ヒ水ヲ加ヘ攪拌シツ、蒸發シテ硝酸ヲ除去シ此操作ヲ反覆スルヲ四回ニシテ之ヲ七立方厘米ノ水中ニ除々ニ加ヘ尙ホ千立方厘米ノ硝酸アムモニア水(千立方厘米中硝酸アムモニア二瓦ヲ含ム)ヲ加ヘ能ク攪拌シ之ヲ放置スル事數時間ニシテ濾過シ充分水ヲ以テ洗ヒ乾燥セシム此ノ濾液中ニハ多少ノ蒼鉛ヲ溶存セルヲ以テ之ニ炭酸ナトリウム溶液ヲ加ヘ略ホ中和スルニ至リ之ヲ濾過シ水洗シ乾燥ス斯ク製出セル鹽基性硝酸蒼鉛ハ木炭末及ヒ曹達灰ヲ調合シ熔融還元セシメテ蒼鉛ヲ分取セリ爰ニ得タル精製金屬蒼鉛ハ其百分中純蒼鉛 九九、八一分ヲ含有シ良好ノ成績ヲ示セリ然レトモ本法ニ依ル時ハ一



度製出セシ鹽基性硝酸銻銻ヲ再ヒ還元スル等ノ不便アリ其方法稍遠タルヲ免レス  
 電解的精製法 前記ノ方法ニ據テ製出セル粗製金屬銻銻中ニハ銻及少量ノ銀ヲ夾雜ス而シテ此粗製銻銻ヨリ電解法ニヨリ純銻銻ヲ分離セントスルニハ電解液中ニ於テ銻銻ト他金屬トノ間ニ充分ナル分解電壓ヲ有シ以テ操作中一定電流ノ下ニ銻銻ヲ完全ニ分離セシムルヲ得且ツ分離セラレタル銻銻ハ其質緻密ナラサル可カラス而シテ其電解液トシテ硝酸ヲ用フレハ陰極ノ表面ニ還元作用ヲ起シ又硝酸性並ニ「アルカリ性」トナル石炭酸溶液ニ在テハ銻銻ト銻ノ電壓ノ差少ナキヲ以テ電解精製ニ際シ液中銻ノ増加ヲ來セハ直チニ陰極ノ表面ニ附着シ來レリ其他種々ノ電解液ヲ以テ精製ヲ試シシモ良好ナル成績ヲ得サリキ當所實驗ノ結果ニ據レハ電解液トシテ珪弗化水素酸溶液ハ兩金屬ノ電壓ノ差稍大ニシテ且ツ電解液ヲ激シク攪拌スル時ハ陰極ニ附着セル銻銻ハ其質緻密ニシテ稍良好ナル成績ヲ得タリ左ニ其方法ヲ述フヘシ

ヲ與ヘテ溶解セシメタルモノヲ磁製槽ニ容レ可溶性陽極トシテハ粗製金屬銻銻ヲ長方形ニ鑄成シタルモノヲ用ヒ陰極トシテハ薄キ長方形ノ銅板ヲ使用セリ而シテ電解液ノ濃度ヲ一定トナス爲メ小形電動機ニ硝子製攪拌器ヲ付シタルモノヲ以テ絶エス攪拌セシム極ノ面積ハ約一平方粉ニシテ電流密度一平方粉ニ付キ二、五アンペア電壓「五ボルト」ナリ約三十分時間電解ヲ行ヘハ銅板ニ分離シ來レル銻銻ハ約百九十瓦ニシテ其質緻密ナリ而シテ銅板ニ附着セル銻銻ハ之ヲ熱シテ溶解セシメ分離セシメ之カ分拆ヲ遂クルニ其品質ハ純良ニシテ純銻銻ノ含量九九、八九%ナリ  
 右殘留セル電解液中ニハ多量ノ銻ヲ溶存セルヲ以テ之ニ稀硫酸ノ適量ヲ加ヘテ沈降セシムルニ其量約四十五瓦ノ硫酸銻ヲ得タリ更ニ該電解液ニハ分収セル銻ニ相當スル量ノ鹽基性炭酸銻銻ヲ加ヘ加熱溶解セシメ再ヒ電解ヲ施行セリ  
 本試驗ニ供用スヘキ珪弗化水素酸ヲ製スルニハ螢石ニ砂ヲ混和シ之ニ硫酸ヲ注入シ熱ヲ與ヘ發生スル弗化珪素ヲ水中ニ導ク時ハ水ヲ分解シ珪弗化素トナル即チ螢石一千瓦ノ粉末ニ砂二百瓦ヲ混和シ之ヲ適當大ノ陶製壺ニ容レ粗製硫酸三封皮ヲ加ヘ密栓シ本栓ニハ穴ヲ設

ケ二回直角ニ屈曲シタル硝子管ノ一端ヲ挿入シ弗化珪素ノ導氣管トナシ壺ハ砂浴上ニ上セ加熱シテ弗化珪素ヲ水中ニ導クヘシ而シテ析出スル珪酸ハ硝子管ヲ閉塞スルノ虞アルカ故ニ器底ニハ水銀ヲ盛り導氣管ノ下端ヲ水銀中ニ導キ瓦斯發生中ハ其液ヲ時々攪拌スヘシ爰ニ製出シ得タル液ヲ壓搾濾過シ硫酸ヲ分離セシムル時ハ其液ノ比重ハ「一、一乃至一、一四」ナリ之ヲ攝氏六十度以下ノ溫度カ又ハ減壓裝置内ニ於テ蒸發シ比重「一、三」ヲ有スル珪弗化水素酸ト爲スヘシ  
 右ニ記述セシハ小規模ノ實驗ニ過キサレハ更ニ規模ヲ擴大シ試驗スルノ見込ヲ以テ目下諸種ノ準備中ナレハ其成績ハ後日更ニ報告スル所アルヘシ  
 大正四年五月  
 衛生試驗所技師藥學博士 平山松治  
 臨時製藥調查技術員囑託 横山 薫  
 臨時製藥調查技術員囑託 小椋林次郎  
 (註)本報告ニツキテハ第十四回ニ於テ續報告アリ。

第六回 硫酸アトロピン 製造試驗成績報告

本邦ニ於テ「アトロピン」ノ製造ニ供シ得ヘ

キ原料植物ノ主ナルモノハ「ヒヨス」、「マンダラゲ」、「莨菪等」ニシテ其中何レカ「アトロピン」ノ製造ニ最モ適當ナルヤハ未タ比較試驗ヲ經サルノ今日技ニ之ヲ明言シ難ク本邦產莨菪根ノ年々外國ニ輸出セラル、ハ事實ナレトモ其ノ果シテ「アトロピン」ノ製造ノミニ供セラル、ヤ將タ又寧ロ他ノ副産基ヲ目的トシ「アトロピン」ハ却テ副産物トシテ利用セラル、モノナリヤハ不明ナリ小官等ノ經驗ニ據ルモ莨菪根ハ「アトロピン」ノ母體タル「ヒヨスチアミン」ノ外比較的多量ノ副産基就中スコボラミン「ヲ含有スルヲ以テ莨菪根ヨリ「アトロピン」ヲ製造スルニ際シテモ副産物ノ利用ヲ計ルヘキコト當然ニシテ從ツテ製造ノ確實ナル收支計算ノ如キモ副産物ヲ顧慮シタル上ナラテハ決定シ難シ況ンヤ「スコボラミン」ハ「アトロピン」ニ比シテ大約三倍高價ナルニ於テハ之レカ利用法ノ如何ハ收支ノ計算ニモ大ナル關係アルコトハ固ヨリ言フ俟タサルナリ當所ニ於テハ莨菪ニ本邦產莨菪根ヨリ硫酸アトロピン」ヲ製造スルノ試驗ニ著手シ諸種ノ方法ヲ比較講究シタル結果其最モ實用ニ適スヘキモノヲ選定シ得タルヲ以テ左ニ其試驗成績ヲ報告セント欲ス莨菪葉ト莨菪根トノ間ニ製造原料トシテノ優劣ハ之ヲ今後ノ試驗ニ讓

ラントス  
 一 原料  
 大正三年秋期長野縣ニ於テ採集シタリト稱スル莨菪根ヲ購入シ水車製粉所ニ於テ粗製莨菪根ハ中割製シタルモノヲ試驗ニ供シタリ  
 右ノ粉末ヲ更ニ細末トナシ日本藥局方所定ノ第六號篩ヲ以テ篩過シ之ニ就キ獨逸藥局方第五版「ペラドン」ナ葉中「ヒヨスチアミン」定量法ニ準據シ總アルカロイド」ヲ定量セシニ其含量百分中大約〇、三分(ヒヨスチアミン)トシテ)ニ該當スルヲ認メタリ  
 二 總アルカロイドノ製出  
 製法ハ副産基ヲ共ニ製造スルト否トニ由リ其選擇ヲ異ニス以下述フル方法ハ「アトロピン」ノミヲ主眼トシタル場合ニ適スル製造法ナリトス  
 本試驗ハ毎回ノ仕込ニ莨菪根末二十二、五キログラム(六貫目)ヲ用ユルノ規模ニ於テ施行シ(甲)アルコホル浸出法及(乙)水浸出法ノ二法ニ從ヒ生藥中ニ含有セラル、總アルカロイド」ヲ抽出セリ  
 (甲)アルコホル浸出法 莨菪根末一回仕込量二十二、五キログラムヲ粗製メチールアルコ

ホル(日本醋酸製造株式會社)七十五キログラム)ヲ以テ冷浸若クハ攝氏四十度以下ニ於テ浸漬スルコト約二十四時間ノ後上液ヲ傾瀉シ尙ホ浸漬シ殘渣ハ三十七、五キログラムノ同容量ヲ以テ更ニ二回同一操作ヲ反覆シ前後ニ得タル浸出液(莨菪根末ノ約六倍)ニ假製石灰約九百グラム(莨菪根末ノ二十五分ノ一量)ノ豫メ消化シタルモノヲ混和シ二十四時間放置シタル後析出セル不純物及石灰ヲ濾別シ濾液ニ稀硫酸(硫酸四〇、トシテ約百五十グラム)ヲ加ヘ酸性トナシ更ニ二十四時間放置シ硫酸カルチウム」ヲ濾別シテ得タル澄明ナル液ヲ真空蒸發罐内ニ移シ減壓ノ下ニ攝氏四十度ヲ超エサル温ニ於テ蒸餾シ「アルコホル」分ヲ回收シタルニ蒸發殘留物トシテ約四、五キログラムノ越幾斯分ヲ製シ得タリ此越幾斯分ハ約二十四時間放置ノ後之ニ等分ノ水ヲ加ヘ析出物ヲ濾別シ(此際白陶土ヲ用ユルトキハ濾過ヲ容易ナラシムルノ効アリ) 技ニ得タル酸性ノ濾液ヲ最初クロ、フォルム若クハ石油エーテル」ヲ以テ振盪シ不純物ヲ去リタル後苛性カリ若クハ強アムモニア水ヲ以テ強アルカリ性トナシ再ヒ「クロ、フォルム」一、五キログラム」ヲ以テ振盪シ「クロ、フォルム」分ヲ分液シ水溶液ハ更ニ「クロ、フォルム」〇、



七五キログラムヲ以テ尙ホ一回振盪シ前後ニ得タル「クロ、フォルム」分ハ水ヲ以テ洗滌シ且脱水分後攝氏四十度以下ノ温ニ於テ之ヲ蒸餾シテ凡ソ三分ノ一容ニ濃縮シ冷後稀硫酸若クハ醋酸ヲ含有スル水ニ「アルカロイド」ヲ溶解セシメテ得タル「アルカロイド」ノ水溶液ヲ低温ニ於テ蒸發シ適當ノ濃度ニ達セシメ冷後アムモニア水ヲ以テ分割沈澱法ヲ行フトキハ最初褐色樹脂性物質ヲ析出シ中段ニ至リ初メテ結晶性物質ヲ沈澱ス今此白色結晶性沈澱ヲ分取シ水洗乾燥ノ後其熔點ヲ檢スルニ通例攝氏百十三度ヲ示ス最後ニ析出スル沈澱ハ無晶形ナルヲ以テ前記ノ結晶部分ト區別シ之ヲ混交スヘカラス

本法ニ於テ「メチールアルコール」ニ代フルニ「エチールアルコール」ヲ以テスルモ其成績ニ大差ナシ

(乙)水浸出法 苳若根末一回仕込量二十二、五キログラムニ常水百十二、五キログラムヲ加ヘ稀硫酸約千七百グラムヲ以テ酸性トナシ時々攪拌シツ、冷浸スルコト凡ソ二日間ノ後壓濾シ殘渣ハ二十二、五キログラムノ常水ヲ以テ更ニ二回同一操作ヲ反覆シ前後ニ得タル浸出液ヲ真空蒸發罐内ニ移シ攝氏四十度ヲ超エサル温ニ於テ蒸發シテ稠厚越幾斯ト

ナシ之ニ「メチールアルコール」約四十キログラムヲ混和シ二十四時間放置シタル後茲ニ析出スル褐色物質ヲ壓濾シ其濾液ニ煨製石灰ヲ加フル等以下ノ操作ハ(甲)アルコール浸出法ト全ク同一ナレトモ此法ニ據リテ得タル最後ノ越幾斯分ハ其量約一乃至二キログラムニ過キズ然カモ總アルカロイドノ收得量ハ(甲)法ト大差ナキヲ以テ爾後クロ、フォルムヲ以テ振盪スル際其液容ノ減少セルト雜分ノ比較的少ナキカ爲メ液層ノ分離前法ニ比シ容易ナルノ利益アリ

以上甲乙兩浸出法ニ於テ振盪劑クロ、フォルムハ「アミールアルコール」ヲ以テ代用シ得ヘキモ回收前者ノ如ク容易ナラサルノ不便アリ

本水浸出法ニ在リテハ「アルカロイド」ノ分解ヲ防グ爲メ硫酸ヲ以テ酸性トナシタレトモ酸類ノ附加ハ常ニ必スシモ必要ナラス

今甲乙兩浸出法ニ由リテ得タル總アルカロイドヲ定量スルニ何レモ三十六グラム内外ニシテ「アルカロイド」ノ品質並ニ分量ニ對シテハ兩者間取テ優劣ヲ認メス

三「ヒヨスチアミン」ヲ「アトロピン」ニ轉化スル法

以上ノ方法ニ據リ得タル白色針狀ノ結晶ハ通

例攝氏百十三度ノ熔點ヲ示シ「アムモニア水」ヲ以テ分割沈澱法ヲ行フノ際既ニ「ヒヨスチアミン」ノ部分的轉化ヲ伴フヲ常トスレトモ「ヒヨスチアミン」ヲシテ全部アトロピンニ轉化セシムル爲メ右ノ結晶性物質一分ヲ無水アルコールニ溶解シ之ニ苛性ナトロン〇、〇三分ノ無水アルコール溶液ヲ加ヘ更ニ無水アルコールヲ以テ稀釋シ全量ヲ十三分トナシ攝氏五度ニ於テ二十四時間放置シタル後之ニ乾燥炭酸瓦斯ヲ通シ炭ニ析出スル炭酸ナトリウムヲ濾別シ其濾液ヲ水分ノ侵入ヲ防キツ、減壓ノ下ニ蒸餾シ濃厚トナシ冷後之ニ約五乃至六倍量ノ蒸餾水ヲ加ヘ放置スルコトキハ漸次白色針狀結晶ヲ析出スルニ至ル今之ヲ集メ少許ノ水ヲ以テ洗滌シ硫酸除濕器内ニ乾燥スルニ得タル物質ハ其熔點ヲ檢スルニ低クトモ攝氏百十五、五度ヲ示ササルヘカラス若シ之ヨリ低キトキハ「アトロピン」ノ不純ヲ證スルモノニシテ之ヨリ製シタル硫酸鹽ハ其溶解點通例攝氏百八十度以下ヲ示スモノトス

四 硫酸アトロピンノ製出及收得量

前上ニ於テ得タル游離アトロピンハ、熔點攝氏百十五、五度以上ヲ硫酸アトロピンニ變スルニハ先ツ之ヲ無水アルコールニ溶解

五 硫酸アトロピンノ製造ニ要スル原料及數量及價格

種目	數量	單價	價額	摘
苳若根	三、五キログラム	買 價	三〇〇	使用量ハ百五十キログラムヲ以テ計上セリ
變性木精	一、五キログラム	封度	八八三	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
粗製石灰	九〇〇グラム	買 價	二二〇	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
粗製硫酸	一〇〇〇グラム	買 價	〇一五	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
石油エーテル	四三〇グラム	買 價	四三〇	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
クロ、フォルム	三三キログラム	買 價	七〇〇	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
強アムモニア水	三三〇グラム	買 價	三三〇	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
純硫酸	約一グラム	買 價	〇	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
純アルコール	約一〇グラム	買 價	一八	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
純アセトン	約一〇グラム	買 價	一六	其九割ハ回收シ得ルヲ以テ計上セリ
計金額	十三圓十五錢一厘(硫酸アトロピン一グラムニ付二圓六十三錢二毛)			

シ可及的濃厚溶液トナシ之ニ純アセトン凡ソ七乃至八倍ヲ加ヘ稀釋シ無水アルコール百分ニ發熱ヲ防キツ、注意シテ硫酸十六分ヲ滴下シタルモノヲ製シ之ヲ「アトロピン」溶液ヲ充分冷却シツ、其中ニ滴下シ中和點ニ達スル時ハ「アトロピン」ハ全部硫酸鹽トナリテ器底ニ沈著ス爾後器ヲ蓋フテ靜置シ凡ソ二十四時間後手早ク結晶ヲ濾集シ純アセトンヲ以テ洗滌シ減壓ノ下ニ注意シテ乾燥スヘシ

斯クシテ得タル硫酸アトロピンハ白色結晶性粉末ニシテ百八十度乃至百九十度ニ於テ熔融シ水及酒精ニ溶解シテ無色中性ノ液トナリ其水溶液(一〇六〇)十立方センチメートルハ「アムモニア」水四立方センチメートルニ由リテ毫モ濁濁セス今此混液ヲ放置スルコトキハ凡ソ十二時間ノ後無色ノ長キ稜柱狀結晶ヲ析出ス又本品〇、一グラムハ硫酸二立方センチメートルニ由テ染色セス之ニ少量ノ硝酸ヲ加フルモ殆ト染色セス其他ノ性狀總テ日本藥局方ノ規定ニ適合ス

原料苳若根二十二、五キログラム(六貫目)ヨリ總アルカロイド大約三十六グラム内外ヲ得ヘク之ヨリ日本藥局方硫酸アトロピンノ收得量五グラムヲ下ラス



假製石灰	200グラム	113
粗製硫酸	170グラム	116
石油エーテル	45グラム	45
クロロフォルム	255グラム	700
強アムモニア水	400グラム	700
純硫酸	100グラム	0
純アルコホル	100グラム	18
純アセトン	約100グラム	18

計金額六圓五十三錢三厘(硫酸アトロピン1グラムニ付一圓三十錢六厘六毛)

右原料及藥品價格表ニ據レハ硫酸アトロピン「グラム」ノ製造ニ甲アルコホル浸出法ハ二圓六十三錢二毛、乙水浸出法ハ一圓三十錢六厘六毛ヲ要シ乙法遙カニ低廉ナリ但シ硫酸アトロピンノ外ニ副産物トシテ重要ナル「スコポラミン」ニ關シテハ其若根中ヨリ其幾何量ヲ採取シ得テ本條硫酸アトロピンノ製造費ヲ何程低減シ得ヘキヤハ未タ不明ナリトス

大正四年六月  
衛生試驗所技師藥學博士 石津利作  
臨時製藥調査囑託 柳澤秀吉  
(註) 本報告ニツキテハ第十七回ニ於テハ  
續報告アリ。

### 第七回プロロム鹽類製 造試驗成績報告

當所試製ニ係ル「プロロム」ヲ原料トシ製造ニ要スル炭酸カリウムハ苦汁殘液ヲ利用シテ之カ製出ヲ試ミ其他プロロムカリウム、プロロムナトリウムノ製造ニ要スル「プロロム」水素ヲ製シ主要ナル各鹽類ノ試製ヲ爲セリ而シテ本邦ニ於テ之カ原料タル苦汁一箇年産額ハ約一百万石ニシテ之ヨリ「プロロム」ヲ製出スルニ於テハ其生産高百萬封度ニ達スヘク本邦ノ消費高ヲ凌ク事數倍ナリ且副産物タル「クロールカリウム」モ亦頗ル多量ニシテ百五十萬貫ニ上ルヘク利用方法宜シキヲ得ハ以上二種ノ原料ハ豊富ナリト言ハサル可カラ

考ニ資スル爲其實驗成績ノ概略ヲ報告スヘシ

### 一 製造方法

プロロムカリウム 本品ノ製法ニ就テハ比較的優良ナル方法ト認メタル次ノ二方法ヲ實驗セリ

第一 苛性カリ「プロロム」ヲ直接作用セシムル方法

後段ニ記載セル方法ニヨリ苦汁ヨリ製出シタル炭酸カリウム液(比重一・五)ヲ有シ炭酸カリウム四七%ヲ含有スルモノ)五百匁ヲ取リ(炭酸カリウム二百三十匁ニ相當ス)水ヲ以テ十倍量ニ稀釋シタルモノヲ鐵鍋中ニ煮沸シテ石灰乳(假製石灰五百匁ヲ水五百匁ヲ以テ乳化セルモノ)ヲ徐々ニ附加シ暫時煮沸シ冷後上層ノ澄明液ヲ「サイフォン」ヲ以テ分取スルニ苛性カリ液三匁七百匁ヲ得タリ(苛性カリ)ノ含量四・一四%ニシテ其全液中ノ含量ハ百五十三匁ナリ)之ニ「プロロム」二百二十五匁ヲ加ヘ攪拌シテ、溶解シ少シク「プロロム」ノ過剩ヲ用ヒ其溶液ノ永ク消滅セサル類黄色ヲ呈スルニ至ラシム此際少量ノ「プロモフォルム」ノ析出スルヲ見タリ之ヲ蒸發乾固スルニ至リ鐵鍋ニ移シ微ニ紅熱スル迄攪拌シツ、加熱スル時ハ「プロロム」酸カリウム

ハ完全ニ分解シ同時ニ有機性夾雜物ハ炭化シ或ハ揮散ス於是之ヲ水ニ溶解シ濾過シ少量ノ「プロロム」水素ヲ以テ中和シ蒸發シ比重一・三五内外トナシ結晶セシメタリ

### 第二 炭酸カリウム「プロロム」水素ヲ以テ中和スル方法

本法ニ於テ主タル操作ハ「プロロム」水素ヲ製スルニアリ其製法ノ一般ヲ述ブレハ三項ニ必要量ノ水ヲ注加シ一方ヨリ硫化水素瓦斯ヲ通シツ、分液漏斗ニ盛レル「プロロム」ヲ滴下セシムルニアリ此際一時ニ多量ノ「プロロム」ヲ注ク時ハ硫酸ノ生成多量ナルカ故ニ「プロロム」ハ漸時滴下シ其色消失スレハ從テ滴下スル様ニ注意ヲ要ス又水ニ對シ「プロロム」ノ注加量多キニ過クル時ハ硫酸化合物ヲ生スルカ故水ニ對シ約三〇%ヲ超ニサルヲ適度トス然ル時ハ「プロロム」ノ損失量極メテ少シ而シテ「プロロム」水素ノ生成ヲ終リ其液無色トナラハ砂ヲ以テ濾過シ其濾液ニ「プロロム」バリウム」ヲ加ヘテ蒸餾シ硫酸ヲ除去スヘシ蒸餾ノ始メハ水ノミヲ備出シ來ルモ「プロロム」水素ヲ備出スルニ至レハ温度頗ル上昇シテ百二十五度ニテ持續的ニ蒸餾スルニ至リ受器ヲ交換スヘシ留液ハ約四八%ノ「プロロム」水素ヲ含有ス

右方法ニ據リ「プロロム」水素ノ製造上ノ實驗成績左ノ如シ

第一回	プロロムノ使用量	水ノ量	プロロム水素得量	備考
第二回	150匁	400匁	151匁	硫酸稍多量ナレトモ「プロロム」硫酸ヲ生セス
第三回	100匁	300匁	101匁	油狀ノ「プロロム」硫酸少量ヲ析出ス
合計	195匁	1	196匁	

右結果ニ據レハ「プロロム」一九五〇匁ヨリ「プロロム」水素一九六匁ヲ得タリ

右ノ如クニシテ製シタル「プロロム」水素水(混合シテ四五%トナシタルモノ)一貫八百五十匁ニ炭酸カリウム液(炭酸カリウム七百十匁ニ相當ス)一貫五百匁ヲ加ヘ中和スルニ「プロロム」カリウム約四〇%ヲ含有シ其比重一・三六ニシテ結晶セシムルニ適當ナル液ヲ得タリ

「プロロム」ナトリウム「第一本品ノ製造原料トシテ使用スヘキ苛性ナトリオン」ハ「クロール及アンモニア」等ヲ含有セサル事ヲ必要トスルカ故ニ先ツ之カ精製ヲ試ミタリ而シテ其方法タルヤ前條ニ記述セル炭酸カリウム」ヨリ苛性カリ」ヲ製出スルト大同小異ノ方法ニ過キ

第一回	重炭酸ナトリウム使用量	二七〇匁	平均
第二回	右ヲ熱灼ムテ得タル炭酸ナトリウム得量	一七〇匁	二八二・〇
第三回		一八五匁	一七七・〇



製石灰使用量 一四三  
苛性ナトロン得量 100(三三%)ノ液(三〇包) 一四〇(三〇%)ノ液(六〇包) 一〇五・〇  
プローム使用量 二二〇 二五・〇  
プロームナトリウム得量 二四三 二五・〇

右ニ製出シタル「プローム鹽類」ノ内「プロームナトリウム」及「プロームアムモニウム」ハ白色結晶性粉末ニシテ規定ノ各溶解藥ニ溶解シ中性反應ヲ呈シ硫化水素水、硝酸バリウム溶液又稀硫酸並黄色血油鹽溶液ニ由テ變化セス而シテ「プロームナトリウム」ハ其含量九九・四〇%「プロームアムモニウム」ハ九九・五一%ヲ示シ其性狀良好ナリシモ「プロームカリウム」ハ其含量九八・八六%ヲ示シ其他ノ反應ニ在テモ異狀ヲ認メサリシモ「アルカリ性反應」ヲ微セシハ結晶液ノ反應ニ基因セシモノナルヘク其結晶方法ニ就テハ結晶液ノ反應溫度容器等ニ對スル關係ヲ目下研究中ニアリ

三 プローム鹽類製造ニ要スル原料及藥品代價

試製ニ供セシ「プローム」ハ總テ當所製品ヲ用ヒ價格モ前回報告ニ準據セリ炭酸カリウム及「プローム水素水」ノ價格ハ參考トシテ別ニ計算セリ但シ苦汁ヨリ利用シ得ヘキ副産物ノ價格及工費ハ加算セス

本法ニヨレハ「プローム二一五包」ヨリ「プロームナトリウム二五七包」ヲ得タリ  
第二本法ハ重炭酸ナトリウム「プローム水素水」以テ中和スル方法ニシテ其製法タルヤ炭酸カリウムニ代フルニ重炭酸ナトリウムヲ用フルノミ但シ其使用スル重炭酸ナトリウムハ結晶法ニヨリ「クロール」アムモニウム等ヲ除去シタル精製品タルヲ要ス  
「プロームアムモニウム」局方規定ノ「アムモニウム」ハ二〇%七二〇包ヲ硝子壺ニ容レ通散スル「プロームアムモニウム」ヲ捕集シ得ヘキ装置ヲ附シ「クロール」ヲ含マサル「プローム」二百四十包ヲ分液漏斗ヨリ滴々加ヘ「プローム」全量ノ滴下終ラハ之ヲ蒸發スルニ從テ時々「アムモニウム」水ヲ附下シ殆ト乾固セントスルニ至リ冷却シ「ヌーツエ」ヲ用ヒ吸氣シテ急速ニ母液ヲ去リ乾燥器中ニ乾燥セシメタリ母液トシテ殘存スルモノ約十五%ニシテ全量合セテ二百五十四包ノ得量ナリ

右ハ「プロームカリウム二七一封度」ニ對スルモノニシテ「一」封度ニ改算スレハ金八十五錢五毛ナリ  
毛トナル  
一同 (第二法)

藥品名	要量	單價	價格	備考
炭酸カリウム	五九二封度	〇・二四	〇・八六九	製造費ハ末文參照ノコト
プローム水素水(四三%)	(一八四九二包)	〇・四八七	七・三〇六	同
炭酸カリウム	五九二封度	〇・二四	〇・八六九	製造費ハ末文參照ノコト
プローム水素水(四三%)	(一八四九二包)	〇・四八七	七・三〇六	同

二 プローム鹽類ノ性狀

計

八・三六五

右ハ一〇・一九封度ニ對スルモノニシテ「一」封度ノ價格ニ改算スレハ金八十二錢五毛ナリ  
二「プロームナトリウム」(第一法)

藥品名	要量	單價	價格	備考
結晶重炭酸ナトリウム	二五三封度	〇・七六	〇・一八三	考
プローム	(二二八包)	一・七九	一・九三三	
製石灰	(二四六・四包)	〇・〇一〇	〇・〇三三	
計			二・二七九	

右ハ二・一四五封度ニ對スル價格ニシテ「一」封度ニ改算スレハ金九十八錢七厘三毛ナリ  
同 (第二法)

藥品名	要量	單價	價格	備考
結晶重炭酸ナトリウム	一・七封度	〇・七六	〇・一三三	考
プローム水素水(四三%)	一・七	〇・四八七	〇・八三三	製造費ハ末文參照ノコト
計			〇・九六六	

右ハ「プロームナトリウム」一「封度」ニ對シ之ニ要スル原料藥品ノ價格ヲ計上シタルモノニシテ「一」封度金九十四錢三厘四毛ナリ  
三「プロームアムモニウム」

藥品名	要量	單價	價格	備考
アムモニウム	六・〇〇〇封度	〇・〇八〇	〇・四八〇	考
プローム	(七二〇包)	二・〇〇〇	一・四一六	
計			二・六八六	

右ハ二・一二封度ニ對スル價格ナルカ故ニ「一」封度ニ對シ一圓二十三錢九厘六毛ナリ

プローム鹽類ノ價格ノ大部分ハ「プローム」ノ價格ニヨリ左右セラルモノニシテ實際製造ノ場合ニハ前回報告ニ述タル原料「プローム」ヲ安價ニ製造シ得ラルレハ「プローム鹽類」ノ價格モ從テ低價ニ製シ得ラルヘシ  
參考

四 炭酸カリウムノ製造

苦汁中ニ含有シテ「プローム」製造ノ際副産物トシテ得ラルヘキ多量ノ「クロールカリウム」ヲ一般加里鹽類ノ原料タラシムヘク炭酸カリウム及苛性カリウムノ製造ニツキテハ具體的ニハ目下尙調査中ニ屬スルモ差當リ「プロームカリウム」ノ原料トナサカ爲次ノ如キ方法ニ據リテ炭酸カリウムトナシタリ  
五等鹽苦汁ハ約四%内外ノ「クロールカリウム」ヲ含有シ「プローム」製造ノ目的ニ蒸發スルノ際熱時ニ先ツ食鹽ヲ析出シ冷後「クロールカリウム」ノ大部分ヲ析出ス之ヲ一二回結晶シテ六〇%計ヲ含ムニ至リ普通ノ方法ニヨリ智利硝石ト交換セシメ硝酸カリウムトナシ四乃至五回ノ結晶法ニヨリテ全ク「クロールカリウム」ノ反應ナキ純品トナルニ至ルナリ  
此硝酸カリウムニ半量ノ松炭末(稀硝酸ニ



テ洗滌精製セリ)ヲヨク密和シ置キ鐵鍋上ニ炭火ノ小片ヲ置キタル上ニ落シテ燃燒セシムルニ劇シキ熱ヲ起シテ生成シタル炭酸カリウムハ熔融ス之ヲ水ヲ以テ浸出シテ濾過シ飽和液トナシ其儘使用セリ

藥品名	要量	單價	價格	備考
智利硝石	1.66封度 (11.000貫)	0.066	1.103 (毛位切捨)	硝酸カリウムニシテ製法ナリ
炭末	1.000貫	0.120	0.120	

右ハ八・五封度ニ對スル價格ナレハ一封度ニ對シ十四錢五厘ナリ(毛位切上) 得再儲ニ際シ四%ノ損失ヲ生シ其得量一九七八ナリ(四五%ブローム水素水三六・七封度)

右ハ「ブローム水素水三六・七封度(四五%ノモノ)ヲ製スルニ要スル費用ナルガ故ニ一封度ニ改算スレハ金四十八錢七厘トナル(毛位切捨) 衛生試驗所技師藥學博士 平山松治 臨時製藥調査技師員囑託 伏見新造 同 則武造

藥品名	要量	單價	價格
ブローム	1.66封度 (11.000貫)	1.093	1.793 (毛位切捨)
硫酸	10.96	0.016	0.175
鐵	8.65	0.030	0.258

### 第八回 クレオソート製 造試驗成績報告

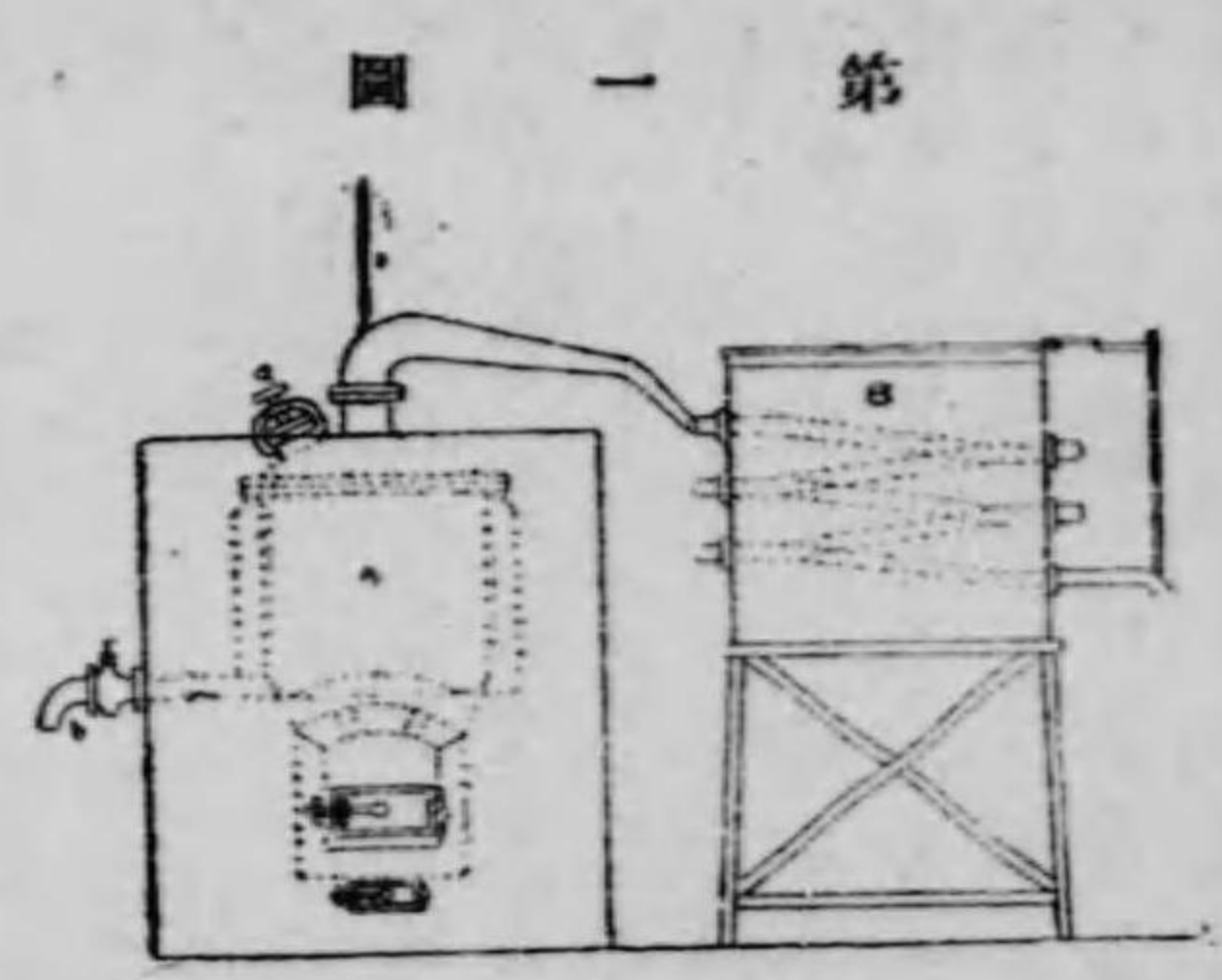
右ハ「ブローム水素水三六・七封度(四五%ノモノ)ヲ製スルニ要スル費用ナルガ故ニ一封度ニ改算スレハ金四十八錢七厘トナル(毛位切捨) 衛生試驗所技師藥學博士 平山松治 臨時製藥調査技師員囑託 伏見新造 同 則武造

### 一 原料

原料トシテハ日本醋酸製造株式會社ノ枋木鹽原分工場ニ於テ木材乾餾業ノ副産物トシテ産出スル輕質木タールヲ購入シテ使用セリ同分工場ニ於ケル輕質木タール一箇年ノ産額ハ百二十石ナリ又樺太廳ノ經營ニ係ル豐原木材乾餾工場モ日本醋酸製造株式會社ノ其レト同一規模ナルカ故ニ同シク一箇年百二十石ヲ産出スヘク合計輕質木タール一箇年ノ産額ハ二百四十石トナル此他右二工場ニ於テ産出スル重質木タールノ年産額二千六百六十石アリ是亦クレオソート製造ノ原料ニ供スルヲ得ヘク加之近年醋酸石灰ノ製造本邦各地ニ勃興シ其年産額ハ右二工場ヲ除キテ十二萬貫目以上ニ達シタルノ狀況ナルカ故ニ之レカ副産物タル木タールノ産出モ少ナカラサルヘク之ヲ要スルニ「クレオソート製造ニ於ケル原料ハ將來本邦ニ於テ供給セラレ得ヘキ見込アリ 本製造試驗ノ原料トシテ日本醋酸製造株式會社ヨリ購入シタル輕質木タールハ黒褐色稍々濃厚ノ液體ニシテ比重一・〇三四乃至一・〇三八ヲ有スルモノナリ之レカ原料ニ供セラレタル木材ハ針葉樹以外ノ諸種雜木ニシテ「ブナ木其三分ノ二ヲ占ムルト云フ

### 二 木タールノ割 温蒸餾

可及的ク「クレオソート」ニ富メル液ヲ採取スル爲メ先ツ木タールノ割温蒸餾ヲ施行セリ而シテ之ヲ行フニハ第一圖ヲ以テ示スカ如キ蒸餾器ヲ用ヒタリ即チ第一圖中Aハ内徑二十五・三吋深サ二十五・六吋内容二百リートル(約



石)ノ入)ノ鐵製蒸餾器ニシテ木タール仕込口、bハ残留液排泄管、tハ驗温器、Bハ冷却器ナリ蒸餾器ハ其鑄下迄全部煉瓦造ノ竈ニ築キ込ミ燃料トシテハ骸炭ヲ用フルモノナリ而シテ此蒸餾器ニ毎回五十乃至百リートルノ輕質木タールヲ仕込ミ割温蒸餾ヲ行フニ六十

度乃至百七十度ニ於テ餾出スルモノハ水及油ノ混合液ニシテ水液中ニハ主トシテ醋酸及メチルアルコールヲ含有シ油ハ黄色輕質ナリ仕込量百リートルノ場合ニ於テハ此間蒸餾ニ約四時間半ヲ要シ餾出液ノ量約十二乃至十六リートルナリ次ニ百七十乃至二百三十度ニ於テ餾出スモノハ毫モ水分ヲ混セサル木タール油ニシテ初メ黄色ヲ呈スルモ蒸餾ノ進行ニ從ヒ漸次帶褐黄色トナル是亦蒸餾ニ約四時間ヲ要シ其餾液ノ量ハ約五十七・一リートルナリ即チ茲ニ得タル分餾液ハ「クレオ

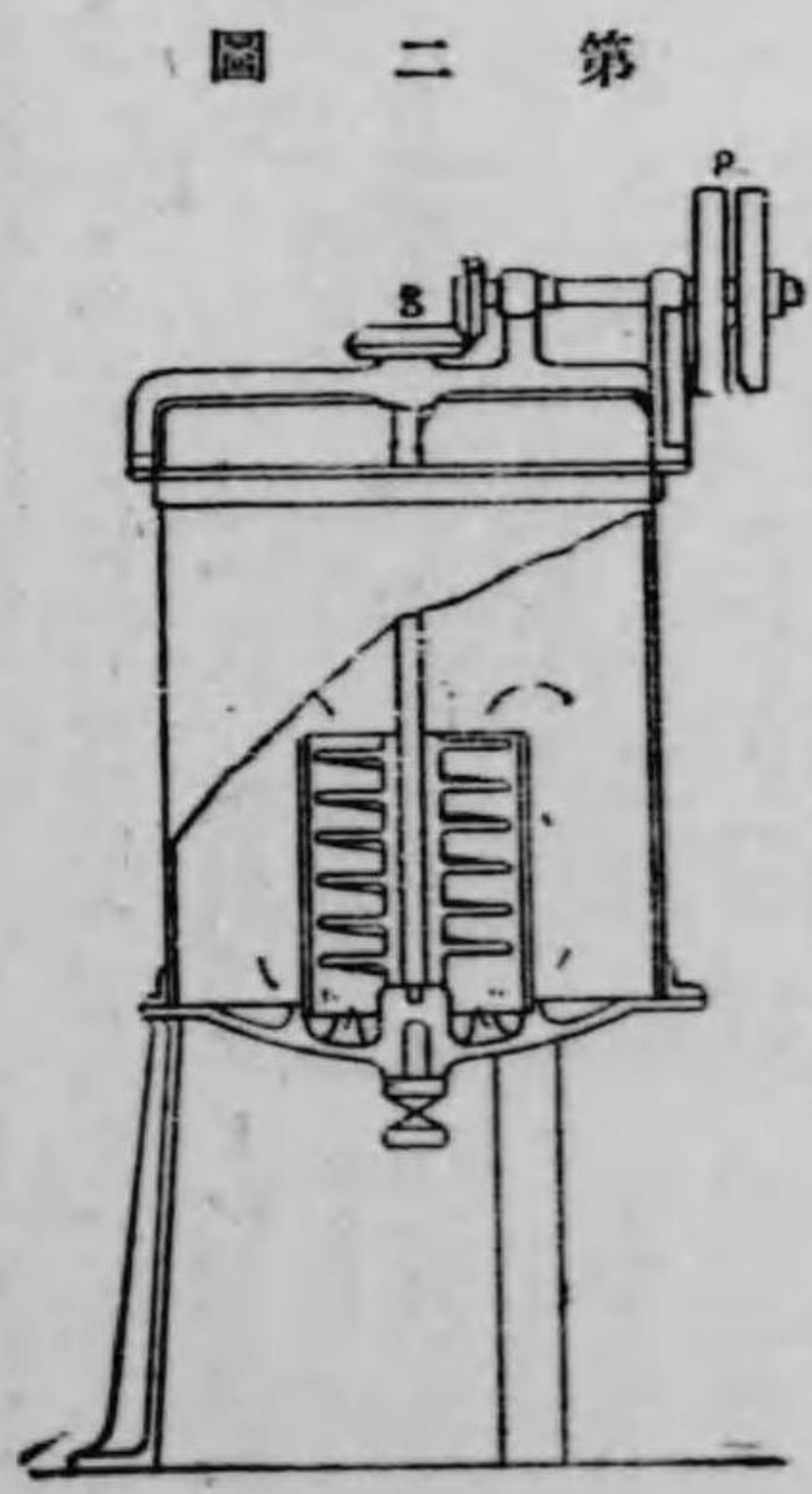
第一表 輕質木タール割温蒸餾試驗成績

試驗回数	仕込量 (リートル)	初餾液 自六〇度 至一七〇度	木タール油 自一七〇度 至二三〇度	差 (ピツチ)	蒸餾時間	燃料コーク ス使用量 (貫)
第一回	50.0	7.0	2.0	5.0	7時間	6.1
第二回	50.0	6.0	2.0	4.0	8時間	6.4
第三回	50.0	6.0	2.0	4.0	6時間半	6.5
第四回	50.0	6.0	2.0	4.0	5時間	6.3
第五回	60.0	8.0	2.5	5.5	6時間	6.6
第六回	60.0	8.0	2.5	5.5	5時間半	6.0
第七回	60.0	8.0	2.5	5.5	5時間半	5.9
第八回	60.0	8.0	2.5	5.5	6時間	6.3



第九回	100.0	123.3	油	4.0	55.5	3.3	十時間	9.0
第十回	100.0	123.5	油	3.5	56.0	3.5	八時間	7.2
第十一回	100.0	125.7	油	7.5	53.5	3.8	七時間	6.9
合計	740.0	910.0	油	33.0	433.5	29.6	七時間半	7.1
平均	原料百リ トルニ付	123.2	油	6.6	57.1	29.7	—	9.7

炭タール油ヲ原料トスル石炭酸製造法ニ準據シ同一ノ器械ヲ應用シ其製造ノ工程ヲ(イ)木タール油ノ「アルカリ洗滌」(ロ)クレオソートナトリウム液ノ夾雜油分驅除、(ハ)クレオソートナトリウム液ヨリ「クレオソート油」ノ析出、(ニ)粗製クレオソートノ分留ノ四段ニ區別シテ試驗ヲ施行セリ



第二圖 縮八十分一ノ

(イ)木タール湯ノ「アルカリ洗滌」本工程ニ於テハ木タール油ト「ナトリウム液」トヲ親密ニ混和セシメ以テ木タール油中ニ含有スル「クレオソート」分ノ全部ヲ苛性ナトリウム液ニ吸收セシムル爲メ第二圖ニ示スカ如キ内徑二十三吋深サ二十六吋内容約百リトルノ鐵製混和器ヲ用ヒタリ此混和器ハ内部ニ上方開放セル圓筒Cヲ有シ其中心ニ螺旋揚水機ヲ備フル同軸Sアリ調車P及齒車Rニ依リテ回轉セシムルハシ即チ木タール油五十七・一リトル及比重一・二〇苛性ナトリウム液同容量ヲ第二圖ノ混和器ニ入レテSナル螺旋揚水機ヲ回轉セシムルハ下層ノ苛性ナトリウム液ハ圓筒ノ下部ニ在ル八箇ノ半月形小孔ハ通シテ卷揚ケラレ上

右蒸餾試驗ノ成績ニ據レハ十一回試驗ノ平均ニ於テ輕質木タール百リトル「ヨリ六十度乃至百七十度ニ於テ蒸餾スル初留液ノ量ハ十三・二リトル」ニシテ内四・三リトル「ハ水液又ハ九リトル」ハ油ニシテ水液中ニハ醋酸約十三%、メチールアルコール約四%ヲ含有シ油ハ「テレピン油」ノ代用ニ供セラルヘキ望アリ次ハ百七十度乃至二百三十度ニ於テ留出スル木タール油ニシテ其量五十七・一リトル「ナリ是レ即チ「クレオソート」ノ原料ニシテ本試驗ノ目的物ナリ而シテ之ヲ採集シタル後ノ殘留液ハ「ピッチ」分トシテ排泄セシメタルニ其量二十九・七キログラム「ナリ

三 粗製クレオソートノ製造

前條ニ於テ留出シタル第一回ヨリ第八回迄ノ木タール油ハ各二分回(第一回及第二回分、第三回及第四回分等)如シ「ヲ合併シテ一仕

込トナシ第九回以下ハ各一回分ヲ一仕込ニ充テ前後七回粗製クレオソートノ製造試驗ヲ施行セリ即チ之レカ原料ニ供セラレタル木タール油ノ量第一回ハ五十五、第二回ハ五十三、五第三回ハ七十五、第四回ハ七十四、第五回ハ五十五、第六回ハ五十六、第七回ハ五十三、五リトル「ナリ而シテ之レヨリ粗製クレオソート」ヲ製造スル方法ハ當衛生試驗所カ本年六月二十六日ノ官報ニ於テ報告シタルカ如キ石

層ノ木タール油ト親密ニ混和スルモノトス而シテ一回ニ木タール油五十七・一リトル「ヲ處理シ其タレオソート分ヲ悉ク苛性ナトリウム液ニ移行セシムルニ攪拌約二時間ニシテ充分ナリ尙ホ本操作ニ用フル苛性ナトリウム液ハ製品ノ良否並ニ操作ノ難易等ニ鑑ミ試驗ノ上比重一・二〇ノモノヲ最モ適當ナルモノトシテ採用セリ又其使用量ハ豫メ木タール油一定量ヲ測定圓筒ニ取リ之ニ同量ノ苛性ナトリウム液ヲ逐次ニ加ヘテ振盪シ最早油層ノ苛性ナトリウム液ニ吸收セラレサル迄ニ

要スル量ヲ以テセリ本項アルカリ洗滌試驗ニ於テハ七回之ヲ行ヒ之レニ使用シタル木タール油ノ全量ハ四百二十・五リトル「之レニヨリ「クレオソート」油ヲ吸收セシムルニ要シタル苛性ナトリウム液ノ全量ハ八十七・九キログラム又苛性ナトリウム液ニ吸收セラレサル中性油ノ得量ハ二百十五・〇リトル並ニ「クレオソート」ナトリウム液ノ得量ハ六百・九リトル「ニシテ其成績即チ左表ノ如シ

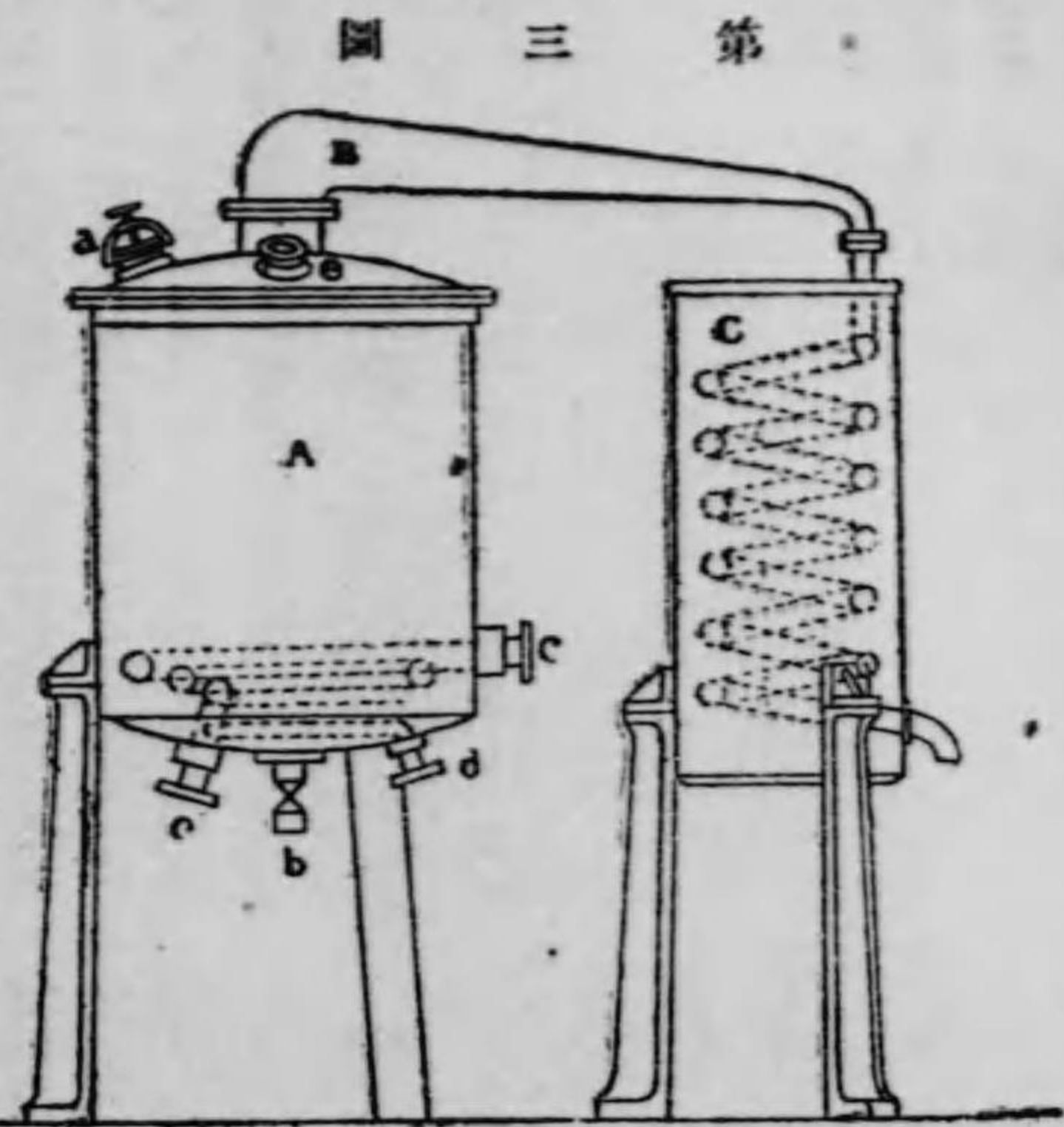
第二表 アルカリ洗滌試驗成績

試驗回数	木タール油使用量 (キログラム)	木タール油比	苛性ナトリウム溶液(比重一・二〇)使用量 (キログラム)	苛性ナトリウムニ換算シタル量 (キログラム)	クレオソート得量 (キログラム)	中性油得量 (キログラム)
第一回	55.0	1.018	55.0	11.1	85.0	25.0
第二回	53.5	1.012	53.5	11.8	83.5	23.5
第三回	75.0	1.010	75.0	13.1	90.0	33.0
第四回	74.0	1.010	74.0	13.2	85.0	34.0
第五回	55.5	1.010	55.5	11.7	85.0	25.9
第六回	56.0	1.010	56.0	13.1	87.5	26.6
第七回	53.5	1.017	53.5	11.8	85.0	27.0
合計	433.5	1.017	433.5	87.5	400.5	115.0
平均	木タール油百リトルニ付	—	93.1	20.8	142.2	30.9

(ロ)クレオソートナトリウム液ノ夾雜油驅除アルカリ洗滌了レルモノハ之ヲ貯槽中ニ一夜间放置スル時ハ苛性ナトリウムト結合セサル油分即チ中性及アルカリ性油ハ上層ニ又クレオソート分ヲ吸收セル苛性ナトリウム液即チ其色深赤色ナル「クレオソート」ナトリウム液ハ下層ニ分離スルカ故ニ其貯槽ノ下部ニ在ル「コック」ニ由リ注意シテ「クレオソート」ナトリウム液ヲ油分ヨリ分取シ之ニ水蒸氣ヲ通シテ尙ホ夾雜溶解セル中性及アルカリ性油ヲ驅除スヘシ當所ニ於テハ第三圖ニ示スカ如キ内容約百リトルノ鐵製油分驅除裝置ヲ使用セリ、本裝置ハ内徑十九吋深サ二十二吋内容約百リトルノ蒸餾釜A、兜B及冷却管Cヨリ成リ釜ノ内部ニハ加熱用蒸氣蛇管C'及蒸氣送入管Dヲ有シ他蓋上ニ仕込口a、視穴e及底部ニ排液口bヲ備フ而シテ之ヲ使用スルニハ仕込口ヨリ「クレオソート」ナトリウム液ヲ仕込ミ加熱蒸氣蛇管Cニ蒸氣ヲ通シテ加熱シツ、一方ニハ蒸氣送入管Dヨリ釜中ニ蒸氣ヲ送入シテ蒸餾スルニ始メハ留液白濁シ且極メテ不快ナル臭氣ヲ有ストモ蒸餾ノ進行ニ從ヒ白濁臭氣共ニ漸々減少シ遂ニハ全ク透明無臭トナルニ至ルヘシ之ニハ少クモ四十時間ヲ要スルモノニシテ此操作ハ製品ノ品



質ニ多大ノ關係ヲ有スルカ故ニ充分注意シテ完全ニ油分ヲ驅逐セサルヘカラス  
(ハ)クレオソートナトリウム液ヨリ「クレオソート油」ヲ析出 中性及アルカリ性油ヲ驅除

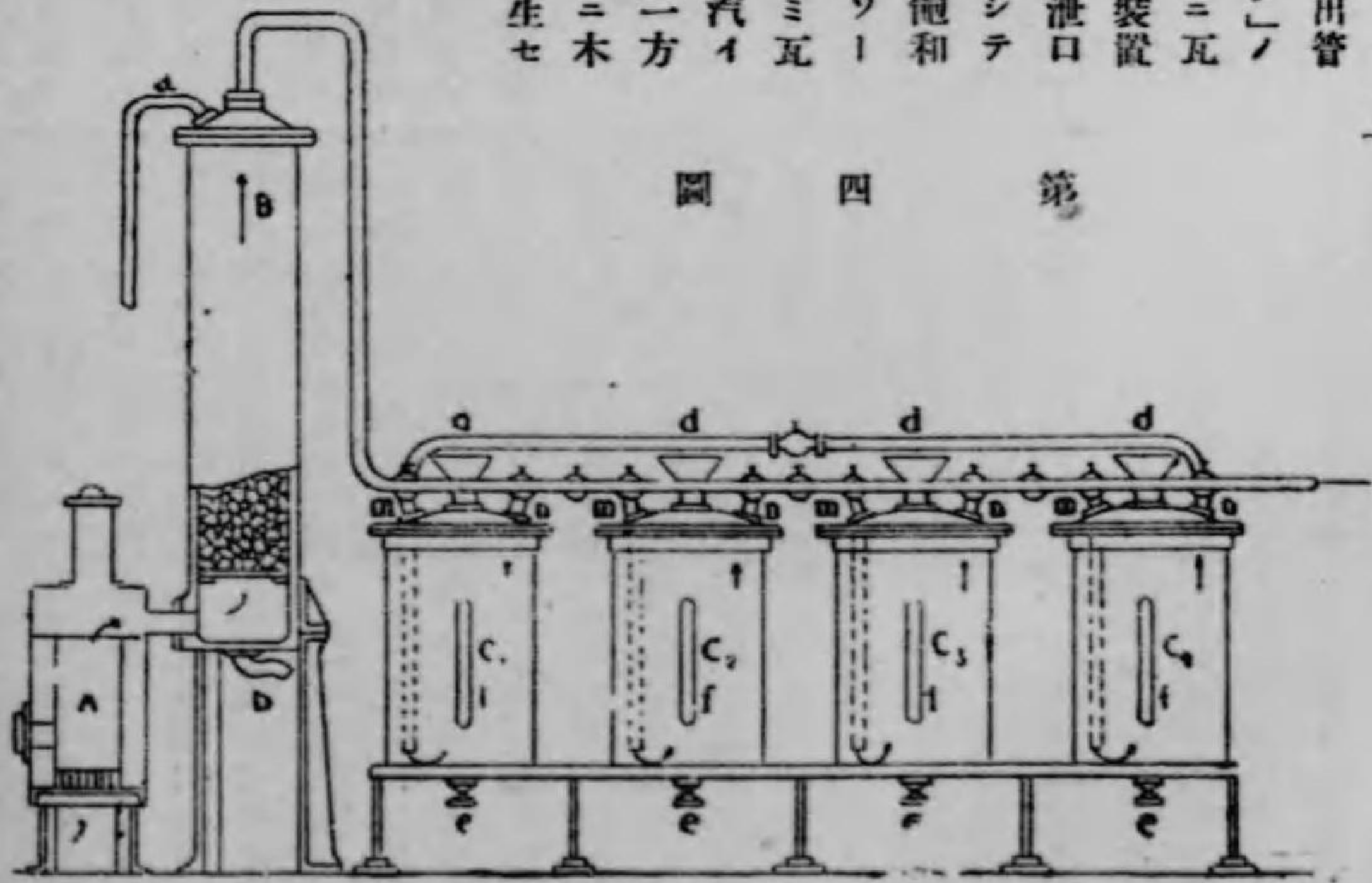


一ノ分八十尺縮

シタル後「クレオソートナトリウム液」ハ第四圖ニ示スカ如キ炭酸瓦斯飽和裝置ニ致シ炭酸瓦斯ヲ飽和セシメテ「クレオソート油」ヲ析出セシムヘシ即チ圖中Aハ直徑六吋高サ十八吋ノ炭酸發生爐ニシテ木炭ヲ燃燒シテ炭酸瓦斯ヲ生成セシムルノ用ニ供シBハ直徑七・六吋高サ六十二吋ノ瓦斯洗滌器ニシテ「コーク

テ洗滌シ然ル後飽和器C<sub>1</sub>C<sub>2</sub>C<sub>3</sub>C<sub>4</sub>中ニ於テ「クレオソートナトリウム」ヲ分解シ「クレオソート油」ヲ遊離セシムヘシ而シテ第一飽和器C<sub>1</sub>カ既ニ炭酸瓦斯ヲ以テ飽和スルニ至レハ其内容ヲ新シキ「クレオソートナトリウム

ス」ヲ以テ充填シ上部ニ水ヲ雨下セシムル多孔蛇管H及下部ニ排水管Iアリテ炭酸瓦斯ヲ洗滌スルノ用ニ供シC<sub>1</sub>C<sub>2</sub>C<sub>3</sub>C<sub>4</sub>ハ四箇ノ相連通セル瓦斯飽和器(内容各々五十リートル)ニシテ瓦斯送入管M同排出管Nヲ有シ數箇ノ「バルブ」ノ開閉ニ依リ任意ノ順序ニ瓦斯ヲ通スルコトヲ得ル裝置トナシ其他仕込口d排出口e及規硝子fヲ備フ而シテ之ヲ使用スルニハ瓦斯飽和器C<sub>1</sub>C<sub>2</sub>C<sub>3</sub>C<sub>4</sub>ニ「クレオソートナトリウム液」ヲ仕込ミ瓦斯排出管Hノ末端ヲ蒸汽インゼクターニ接続シ一方ニハ炭酸瓦斯發生爐Aニ木炭ヲ燃燒シ之ニ由テ發生セル炭酸瓦斯ヲ瓦斯洗滌器Bヲ通過セシメ



一ノ分二十三尺縮

ム液ト交換シタル後「バルブ」ノ開閉ニ由テ最後ニ炭酸瓦斯ヲ吸收セシムルノ位置ニ回シ最後ノ瓦斯飽和器中ニハ常ニ新シキ「クレオソート

トナトリウム液」ヲ存在セシムル様ニシテ可及的炭酸瓦斯ノ利用ヲ圖ラサルヘカラス本項クレオソート油析出試驗ニ於テモ七回之ヲ行ヒ之ニ使用シタル「クレオソートナトリ

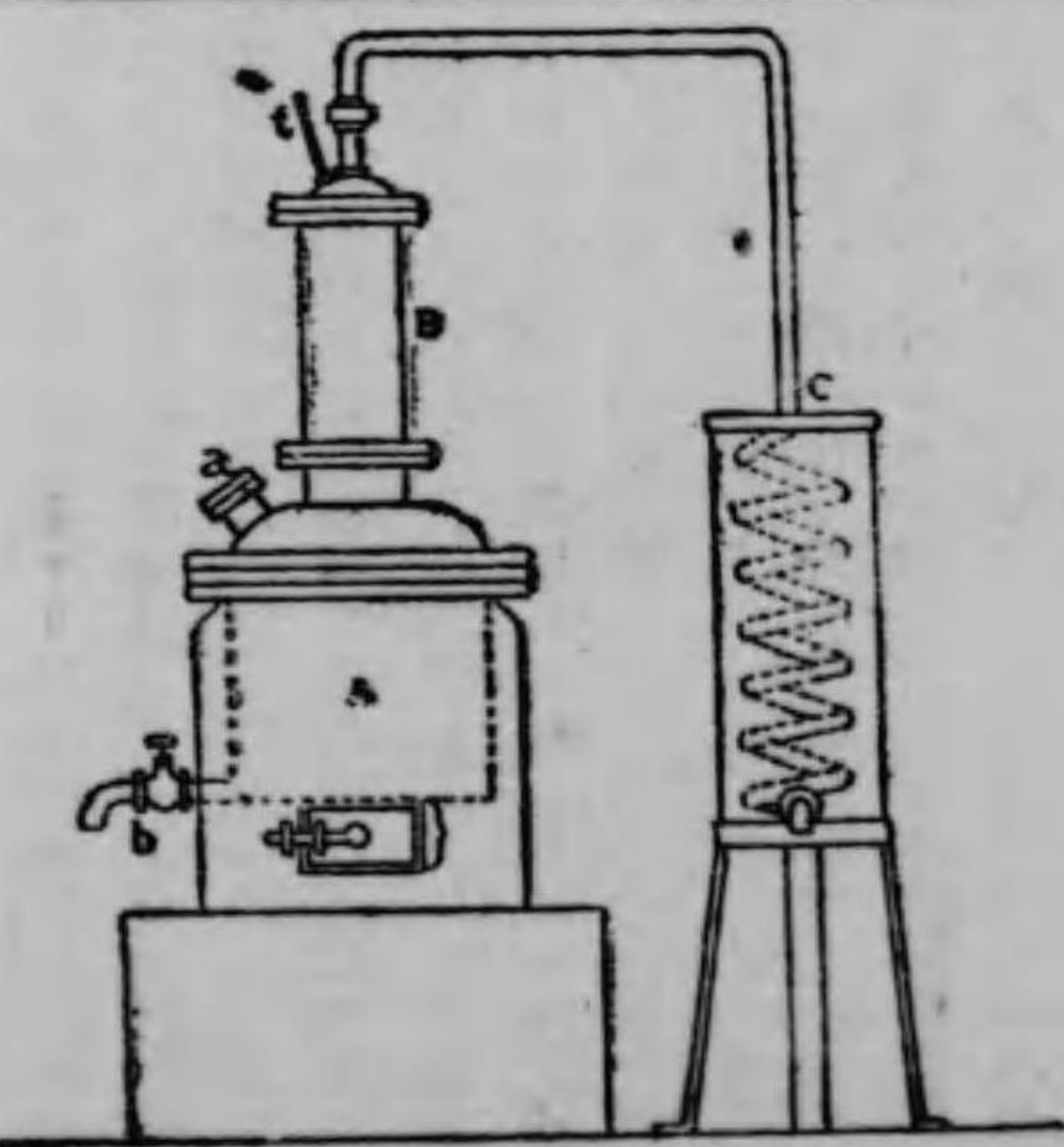
第三表 クレオソート油析出試驗成績

試驗回数	クレオソートナトリウム液使用量	炭酸發生用木炭使用量
第一回	八五・〇	五・〇
第二回	八三・五	四・〇
第三回	九〇・〇	四・五
第四回	八五・〇	四・五
第五回	八五・〇	三・〇
第六回	八七・四	四・八
第七回	八五・〇	四・〇
合計	六〇〇・九	二九・八
平均	クレオソートナトリウム液百リートルニ付	五・〇

クレオソート油得量 (ト) 八・九  
炭酸發生用木炭使用量 (キログ) 五・〇

ウム液ノ全量ハ六百・九リートル又炭酸瓦斯ニ依リ其内ヨリ析出セシメタル「クレオソート油」ノ得量ハ九十四・七リートルニシテ即チ其成績左ノ如シ

スルコトヲ得ルモノトス而シテ茲ニ得タル「クレオソート油」ハ暗黒色濃厚ニシテ寬透性ノ臭氣ヲ有シ攝氏十六度ニ於テ比重約一・一二ヲ示ス之ヲ對温蒸餾ニ付シ二百度乃至二百三十度ニ於テ餾出スル部分ヲ粗製クレオソートトシテ分離採集セサル可カラス此蒸餾ニハ第五圖ニ示スカ如キ蒸餾器ヲ使用セリAハ内容約二十リートルノ鑄鐵製罐ニシテ蓋ノ



第五圖

「クレオソート油」ヲ第五圖ノ對温蒸餾器ニ仕込ミ始メハ成ルヘク徐々ニ加熱シテ蒸餾スルニ二百度前ニ於テ餾出スル分ハ水及輕キ油ニシテ臭氣極メテ不快ナリ次テ餾出スルモノハ粗製クレオソートナルカ故ニ受器ヲ取換ヘ



テ二百三十度迄ニ備出スルモノヲ集ムヘシ蒸餾ハ二百三十度迄ニテ中止シ殘液ハ「ピツチ」分トシテ底部ノb管ヲ開キ排出セシムヘシ此殘液ハ黒褐色ニシテ冷却スレハ固結スルモノナリ

之ヲ行ヒ之ニ使用シタル「クレオソート」油ノ全量ハ九十四・七リットルニシテ其中ヨリ二百度乃至二百二十五度ニ於テ備出シタル粗製クレオソートノ全量ハ五十リットルナリ即チ其成績左ノ如シ

第四表 粗製クレオソート分餾試驗成績

Table with 7 columns: 試験回数, クレオソート油使用量, 初餾(200度), 粗製クレオソート(200-225度), 比重, 差(ピツチ), 分. Rows 1-7 and 合計.

四 精製クレオソート製造

前條ノ粗製クレオソート備出ノ當時ハ殆ト無色透明ナレトモ二三時間ノ後漸次著色シ幾何モナクシテ遂ニ類赤色ニ變シ臭氣モ不快ナリ

リ特ニ比重ハ低キハ一・〇七一高キモ一・〇七四ニ過キスシテ未ダ多量ノ不純物ヲ夾雜セルモノナリ而シテ此粗製クレオソートヨリ比

第五表 精製クレオソート製造試驗成績

重一・〇八以上ノ日本藥局方クレオソートヲ製出スルニハ更ニ最モ注意シテ數回之ヲ割温蒸餾ニ付シ夾雜セル不純物ヲ除去セサル可カラズ其精製法ニモ亦前條第五圖ノ割温蒸餾器ヲ以テ最モ適當ナリトスレトモ此場合ニ於テハ冷却器トシテ鉛管ニ代フルニ銀管若クハ陶管ヲ以テスルノ必要アリ即チ此蒸餾器ニ毎回五リットル以上ノ粗製クレオソートヲ仕込ミテ蒸餾スルニ其比重一・〇七四以上ノモノニアリテハ二百度乃至二百二十度ノ間ニ於テ比重一・〇八以上ノ精製クレオソート備出スルモノナリ然ルニ原料タル粗製クレオソートノ比重一・〇七三以下ナルトキハ未ダ一回ノ蒸餾ヲテハ製品ノ比重一・〇八以上ニ達セサルカ故ニ此場合ニ於テハ更ニ同一ノ蒸餾ヲ反覆セサル可カラズ總ヘテ本項ノ精製蒸餾法ニ於テハ成ルヘク徐々ニ之ヲ行ヒ急速ニ温度ヲ登ラシメサルヲ要ス又同一原料ニ就キ蒸餾ヲ反覆シタルカ爲メ最後ノ仕込量三リットル以下ニ減シタル場合ニハ第五圖ノ蒸餾器ノ代リニ硝子製ノ蒸餾器ヲ使用シ之ニ適當ナル割温蒸餾管ヲ附シ以テ蒸餾試驗ヲ終了セリ

Table with 7 columns: 試験回数, 粗製クレオソート使用量, 初餾(200度), 精製クレオソート得量, 比重, 殘留液(300度以上), 分. Rows 1-7 and 合計.

第六表 粗製クレオソート製造試驗成績

Table with 7 columns: 試験回数, 粗製クレオソート使用量, 初餾液(200度), 精製クレオソート得量, 比重, 殘留液(300度以上), 分. Rows 1-7 and 合計.

五 「クレオソート」ノ製造ニ要スル原料及藥品ノ數量及價格

右第五表ノ試驗成績ニ據レハ第一回試驗ニ於テハ二回ノ蒸餾ニ於テ既ニ日本藥局方適合ノ製品ニ達シタレトモ第五回若クハ第六回ノ試驗ニ於テハ同一ノ製品ニ達スル迄ニハ反覆五回ノ蒸餾ヲ施行セリ斯ノ如ク原料タル粗製クレオソートノ種類ニ從ヒ蒸餾ノ回數一定セズ從テ第五表ニ於テハ局方適合ノ精製品得量ヲ通覽スルニ不便ナルカ爲メ左ニ第六表ヲ調製シテ之ヲ一欄ニ併記シ且二百度以前ノ初餾液ノ得量並ニ二百二十度以後ノ殘液ノ得量ヲモ掲ケテ示セハ即チ次ノ如シ



リートル(五斗五升)ヨリ「クレオソート」五斗四封度ヲ製出シ得ルモノナリ依テ今木ター一仕込量ヲ百リートル」トシテ之ヲ處理スルニ要スル藥品ノ數量ヲ示セハ木ター蒸餾用燃料トシテ炭九貫七百匁(第一表参照)苛性ナトロン二十六斗四封度(第二表参照)炭酸發生用木炭一貫八十匁(第三表参照)ヲ使用スレハ可ナリ其内苛性ナトロン」ハ最初ハ二十斗六斗四封度ヲ要スレトモ内八割ハ回收シ得ル

第七表 クレオソート百封度製造ニ要スル原料 並藥品ノ數量及價格

品名	數量	價格	單價	備考
輕質木ター	一〇石(百リ)	六〇〇〇	六〇	大正四年八月日本醋酸製造株式會社ヨリ購入
炭	一七五貫	二〇〇〇	〇・六三	大正四年七月購入
苛性ナトロン	五斗二封度(四八キロ)	七・三二	一〇・七九	大正四年六月購入 ナレトモ其八割ハ回收シ得ルヲ以テ 茲ニハ其消耗量ニ 割ノミヲ計上セリ
製石灰	二八〇封度	三・三〇	〇・二二	大正四年八月購入
木炭	一九・四八貫	一・八三	〇・九三	大正四年七月購入
合計		八三・五六		

右第七表ニ據レハ「クレオソート」百封度ノ製造ニ要スル原料及藥品ノ價格合計八十三圓五十七錢八厘ニシテ「クレオソート」一斗封度ニ對

ヲ以テ次回ヨリハ其ノ不足分約二割ヲ補充スレハ可ナリ勿論苛性ナトロン」ヲ回收スルニハ製石灰若干量ヲ要シ且回收苛性ナトロン滴液ハ適當ノ比重ニ達スル迄之ヲ蒸發セサル可カラズ  
前文記述ノ製法ニ據リ「クレオソート」百封度ヲ製造スルニ要スル原料並藥品ノ數量及價格ヲ計算シ之ヲ表記スレハ左ノ如シ

十キログラム及純木精約三キログラム」ヲ含有シ且其他ニモ輕質油及中性油等ノ副産物モアレハ之レカ製出若クハ利用ニ由テ幾分製造費ヲ低減シ得ルノ望アリ  
大正四年八月三十日

衛生試驗所技師藥學博士 田原長純  
臨時製藥調査囑託 山田安雄  
同 高村忠義

第九回 クロ、フォルム製造試驗成績報告

クロ、フォルム」ノ製造ニ要スル原料品トシテハ酒精、アセトン及クロール石灰ノ三種ナリ而シテ酒精ハ東京府下、大阪府下、熊本縣北海道ニ於テ大正二年ノ總生産額約百二十萬封度ニ達シ「クロール石灰」ハ大阪府下ニ於ケル大正二年ノ産額一千七百萬封度ヲ示シ其製造所ハ大阪府粉株式會社、硫酸肥料株式會社等ナリ又東京府下ニ於テハ六百萬封度ニ達シ其産額豐富ナリト雖モ獨リ「アセトン」ハ東京府下ニ於テ木材乾餾業ノ副産物トシテ大正二年中ニ七十六萬封度ノ生産アリト雖モ「アセトン」ノ優良品ニシテ「クロ、フォルム」ノ製造原料ニ供用シ得ルヘキモノハ軍用ノ使途ニ消費セラレ本品ノ製造原料トシテハ供

給上支障ヲ見ルカ如キ實況ナルカ如シ

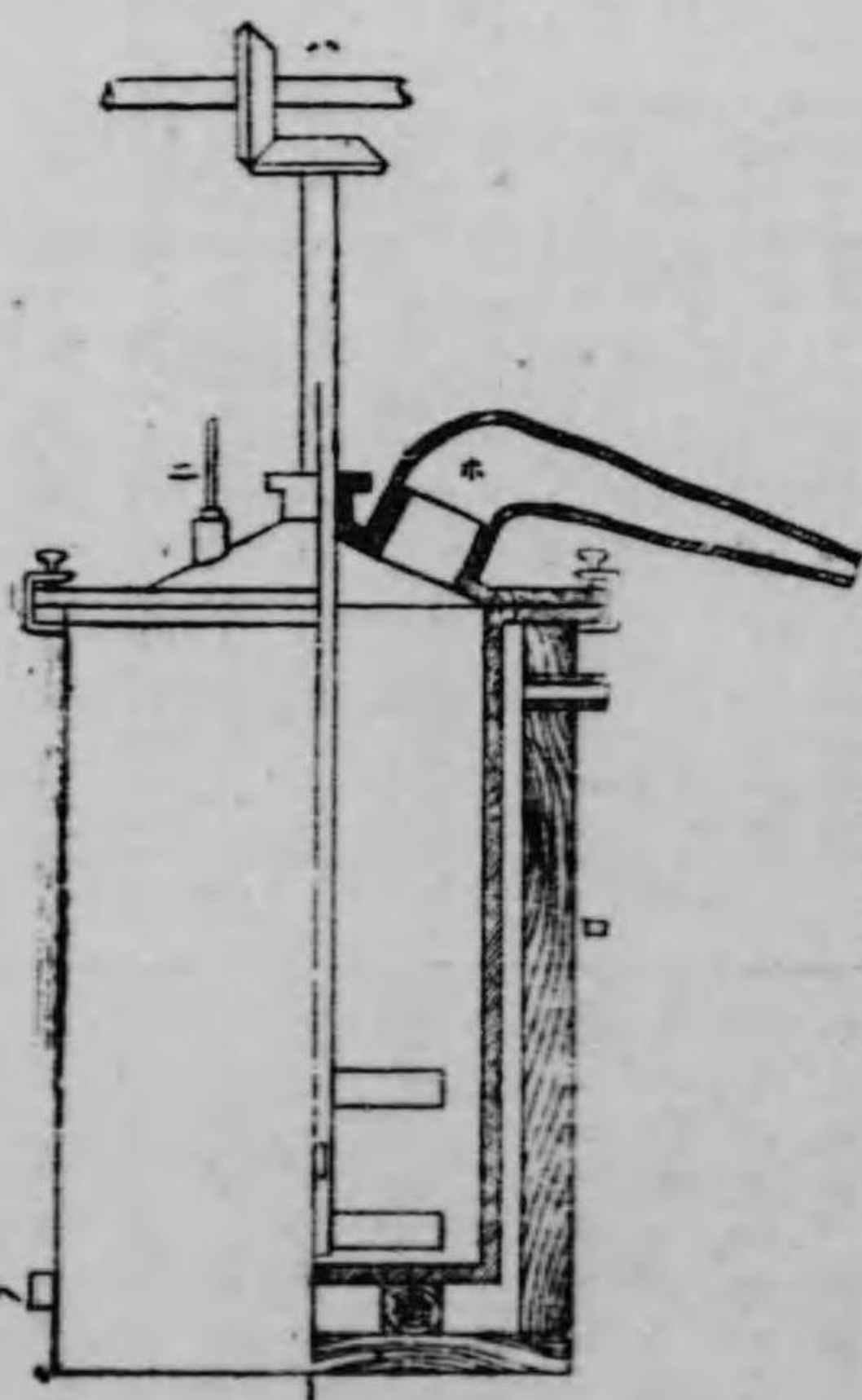
本製造試驗ニ當リテハ「イ」酒精及クロール石灰ヨリ製造スル方法ト「ロ」アセトン及クロール石灰ヨリ製出スル方法トノ二途ニ就キ之カ實驗ヲ試ミタリ

第一回 第二回 第三回 第四回 第五回 第六回  
クロール石灰使用量 六斗四封度 六斗四封度 六斗四封度 六斗四封度 六斗四封度 六斗四封度  
水 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル  
酒精 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル  
クロ、フォルム得量 三三〇グラム 三三〇グラム 三三〇グラム 三三〇グラム 三三〇グラム 三三〇グラム  
右表ニ示スカ如ク毎回酒精ノ仕込量ニ對シ最少ノ場合ニハ僅カニ五分ノ一量最多ト雖モ二分ノ一上ノ「クロ、フォルム」ヲ收穫シ得ルニ過ギズ且ツ試製毎ニ如此得量ニ著シキ差異ヲ示シ一定ノ成績ヲ見ル能ハサリシハ「クロ、フォルム」ノ外諸種分解成續物ヲ化生スルト妥ニ使用スル「クロール石灰」品質良否並反應生起ノ量況如何ニヨリ以上ノ結果ヲ來セシモノナルヘク要スルニ本法ハ其成績極メテ不良ニシテ「クロ、フォルム」製造方法トシテハ適當ナルモノト認メ難ク製造試驗ヲ中止スルノ已ムヲ得サルニ至レリ從テ製造用器並詳細ナル情況ヲ記述スルコトヲ省略セリ

一 酒精及クロール石灰ヨリ製造スル方法

本法ニ就テハ普通蒸餾法ニヨリ左記ノ如キ仕込量ヲ以テ製造ヲ試ミタリ

第一回 第二回 第三回 第四回 第五回 第六回  
クロール石灰使用量 六斗四封度 六斗四封度 六斗四封度 六斗四封度 六斗四封度 六斗四封度  
水 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル  
酒精 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル 一〇・五リットル  
クロ、フォルム得量 三三〇グラム 三三〇グラム 三三〇グラム 三三〇グラム 三三〇グラム 三三〇グラム  
本製造法ニ在テハ「イ」アセトン及クロール石灰



灰ヨリ粗製クロ、フォルム」ノ製造(ロ)粗製クロ、フォルム」ノ精製ノ二段ニ分チ施行セ

ハ「ニ」ナル檢温器ノ口ニ約三倍量ノ水ニ溶解シタル所要量ノ「アセトン」ヲ「レトルト」



ノ底ニ達シ得ヘキ長キ漏斗管ヲ煤用シテ一回ニ注入シタル後檢温器ト差換ヘ暫時放置スルトキハ特ニ温熱ヲ與ヘサルモ蒸餾器ノ外部ニ手ヲ觸ル、トキハ微温ヲ感シ漸時ニ温度昇騰シ檢温器五十七八度ヲ示スニ至レハ自然ニ「クロ、フォルム」ヲ蒸餾シ來リ六十二度内外ニ於テ盛ンニ蒸餾スルヲ見ルヘシ而シテ「ク

ロ、フォルム」ノ蒸餾停止スレハ外部ヨリ徐々ニ蒸氣ヲ導キ緩ニ攪拌器ヲ回轉セシムレハ「レトルト」内ニ殘留スル「クロ、フォルム」ハ再ヒ蒸餾ヲ始メ檢温器七十度ヲ示スニ至レハ其全部ヲ採集シ得ヘシ而シテ本操作ハ一回ノ蒸餾ニ約二時間乃至二時間半ヲ要スヘシ右ノ方法ニ基キタル實驗成績ハ左ノ如シ

番號	アセトン(%)	灰(%)	水(%)	クロ、フォルム(%)	アセトン(%)	アセトン(%)
一	三三〇	二七五	八・七	三三〇	一六三・六	一六三・六
二	三三〇	二七五	八・七	三三〇	一六三・六	一六三・六
三	六六〇	八・二五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
四	三三〇	四・三八	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
五	三三〇	四・九〇	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
六	三三〇	五・三六	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
七	三三〇	五・七七五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
八	三三〇	五・七七五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
九	三三〇	五・七七五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
一〇	三三〇	五・七七五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
一一	三三〇	五・七七五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
一二	三三〇	五・七七五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
一三	三三〇	六・一八	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
一四	三三〇	二・七七五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
一五	三三〇	二・七七五	一・一〇	一六三・六	一六三・六	一六三・六
計	四七・七	七四・九	一	平均一七〇・三		

備考 本試驗ニ供シタル「アセトン」ハ日本醋酸製造株式會社製ニシテ同社ニ於テハ一等品ニ屬スルモノナリト云フ而シテ本品ハ無色澄明液ニシテ比重〇・七九四ヲ有シ「アセトン」ノ含量八四・七五% (重量プロセント) ナリ

アセトン及クロール石灰ヨリ「クロ、フォルム」ヲ製スルトキハ理論上「アセトン」一六分及クロール石灰四二九分ヨリ「クロ、フォルム」二三九分ヲ化生スルノ計算數トナリ之ヲ百分算トスレハ「アセトン」百分ヨリ二〇六分ノ「クロ、フォルム」ヲ得ラルヘキ管ナルモ實驗上ニ於テハ右表ニ示スカ如ク「アセトン」百分ニ對シ最低ノトキハ僅ニ一五〇分最多ノ場合ト雖モ一九二分ノ「クロ、フォルム」ヲ得ルニ過キス且ツ毎回一定ノ成績ヲ示サザリシハ蒸餾ニ際シ強烈ナル反應熱ヲ起シ「アセトン」ノ一部ハ分解セラレシテ其儘クロ、フォルム」ニ伴ヒ抽出シ來ル場合アルカ如ク又愛ニ使用スル「クロール石灰及アセトン」ノ品質ノ良否ニヨリ「クロ、フォルム」ノ得量ニ至大ノ關係ヲ有スルハ勿論ナリトス

### 三、クロ、フォルムノ精製

粗製クロ、フォルム六・二五五グラムヲ取り之ニ水ヲ添加シ適當ナル量ニ容レ振盪器上ニ於テ振盪スルコト三時間ニシテ其水分ヲ分取シ之ニ硫酸九百グラムヲ添加シ振盪スルコト六時間ニシテ十二時間之ヲ放置シ後硫酸ト共ニ陶製蒸餾器ニ移シ六十二度ニ抽出スル部分ヲ集メ其餾液ニハ再ヒ硫酸四五〇グラム

ヲ加ヘ更ニ振盪シ前ト同様ニ蒸餾シテ得タル精製クロ、フォルムノ量五・三五五グラム

ナリ故ニ精製ノ爲メ減損セル量ハ九百グラムニシテ粗製品ニ對シ約一四%ニ該當セリ而シテ愛ニ得タル精製品ノ比重ハ攝氏十五度ニ於テ一・五三ヲ示シ局方規定ニ比スレハ稍高キヲ以テ之ニ〇・七%ノ割合ヲ以テ純酒精ヲ混和スレハ其比重一・四八五トナリ局方所定ノ比重ニ一致シ且本品ニ水ヲ和シテ振盪スルモ藍色試驗紙ヲ變色セス又局方所定量ノ硫酸ト共ニ屢々振盪スルモ其硫酸染色セス其他

ノ試驗ニ在テモ毫モ異狀アルヲ認メス

### 四、クロ、フォルム製ニ要スル原料及其藥品價格

前段ニ記述セシ如ク粗製クロ、フォルム六・二五五キログラムヲ水並硫酸ヲ以テ精製スルトキハ五・三五五キログラム(一・九封度)ニ減シ約十四%ノ損失量トナレリ故ニ右ノ粗製品ヲ製スルニ要スル「アセトン」及クロール石灰ノ必要量ヲ計上スレハ左ノ如シ

藥品名	數量	單價	總價格	備考
アセトン	九・六封度	〇・八五	八・一六	大正三年十二月購入
クロール石灰	一三九封度	〇・〇七	九・七三	
硫酸	三封度	〇・〇二	〇・〇六	
合計			一七・九五	

大正四年十月

衛生試驗所技師藥學博士 平山松治  
臨時製藥調查技術員囑託 山本良熊

### 第十回 燒碱コデイン製 造試驗成績報告

#### 一 原料

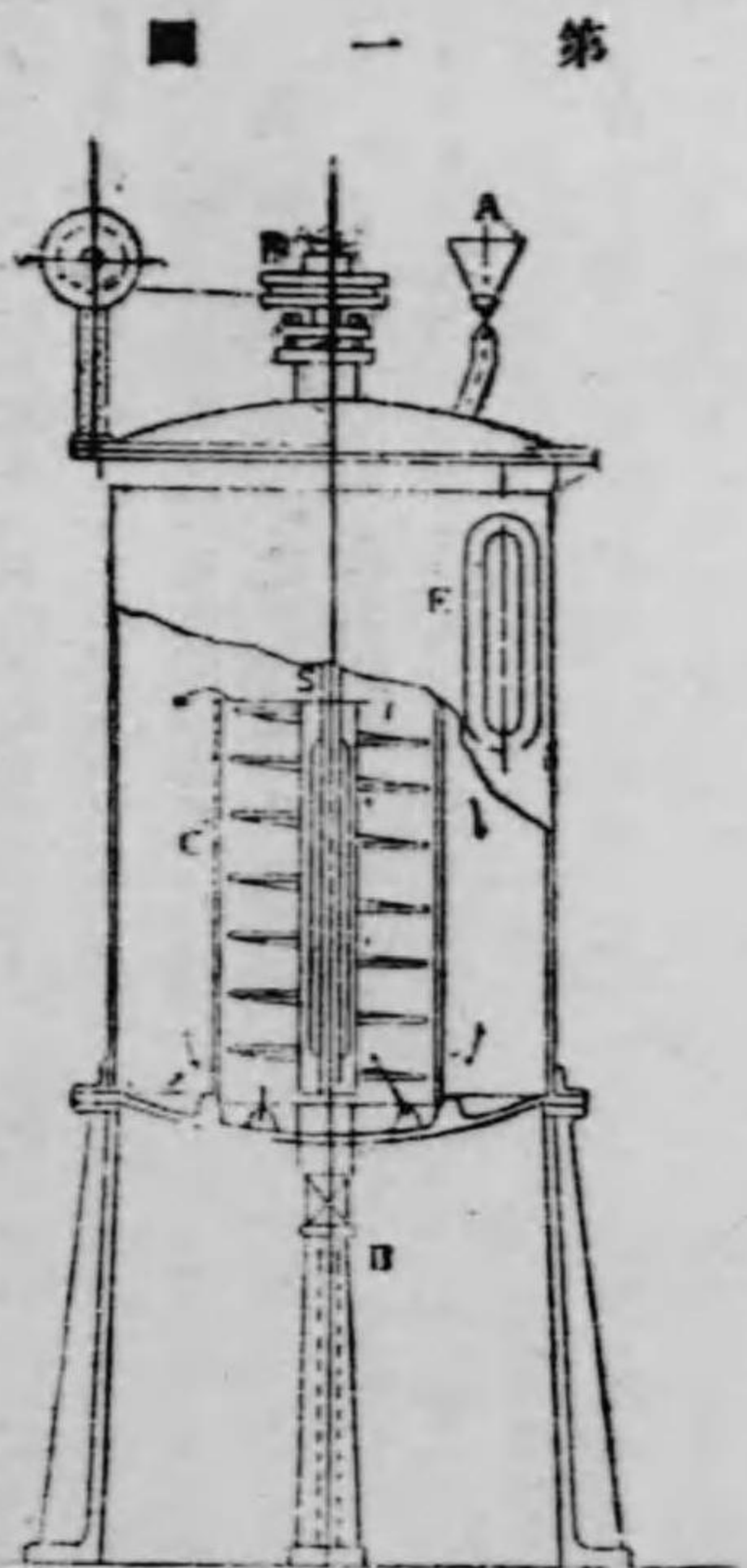
右ニ得タル精製品五三五グラム(一・九封度)ニ〇・七%ノ割合ヲ以テ純酒精三七・五グラム(六錢ト見積ル)ヲ添加スルトキハ五三九二・五グラム(一一・九八封度)トナル之ヲ假リニ十二封度ヲ得ルモノトシテ算出スレハ一封度一圓五十錢強トナル故ニ本法ニヨリ「クロ、フォルム」製造法ハ其原料タル「アセトン」及「クロール石灰」ヲ可及的低價ニ得ラルヘキ途ヲ講スルハ將來必要ナリトス

燒碱コデインノ製造ニ二法アリ甲ハ阿片ノ水浸液中ヨリ「アムモニア」水ニ由テ「モルヒネ」ヲ析出セシメテ之ヲ採取シタル後ノ殘液即チ母液ヨリ天然ニ存在スル「コデイン」ヲ抽出シテコレヲ燒碱鹽ニ變成スルヨリ成ルモノニシテ乙ハ「モルヒネ」原料ニ供シ之ニ化學的合成法ニ由テ「メチール」基ヲ挿入シテ「コデイン」ニ變シ之レヨリ更ニ燒碱鹽ヲ製造スルニ在リ而シテ本文製造試驗ニ於テハ先ツ甲法ニ據リ本年三月二十四日ノ官報ニ於テ當衛生試驗所カ報告シタル所ノ鹽酸モルヒネ製造後ノ母液ヲ利用シテ之ヲ原料トナシ之レヨリ燒碱コデインヲ製造スルノ試驗ヲ施行シタリ之ヲ成書ニ徵スルニ阿片中コデインノ含有量ハ〇・二乃至〇・八%ナリト記載セリ然ルニ當所ニ於ケル製造試驗ニ於テハ阿片百分ニ對シ〇・一九乃至〇・三八分ニ相當スル哈ト純粹ノ「コデイン」ヲ抽出シ得タリ製造ノ規模ハ最初ハ阿片四キログラムヨリ得タル母液ヲ以テ一回分ノ試製ニ供シタレトモ爾後漸次原料ノ量ヲ増加シテ阿片十二キログラムヨリ二十四キログラムニ及ヒ最後ニハ阿片四十八キログラム分ノ母液ヲ使用シタリ依テ技ニハ阿片四十八キログラム分ノ母液ヲ用ユルノ規模ニ於ケル製造法ヲ記述スヘ



二 「コデイン」ノ抽出

モルヒネ製造後ノ殘液即チ母液中ヨリ「コデイン」ヲ抽出スルノ方法ニ就キテハ種々豫試驗ノ後遂ニ「クロ、フォルム」ヲ以テ母液中ヨリ「コデイン」ヲ抽出シ鹽酸鹽トシテ之ヲ



第一圖 縮尺十分一

精製シ之レヨリ更ニ「有機酸コデイン」ヲ製出スルノ方法ヲ用ヒタリ即チ本年三月二十四日ノ官報ニ於テ報告シタル所ノ鹽酸モルヒネ製造法ニ從ヒ阿片四十八キログラムノ水浸液ニ初メ水化石灰ヲ混和シテ濾過シ次ニ其濾液ニ「アルコホル」及「クロールアムモニウム」ヲ加ヘテ「モルヒネ」ヲ析出セシメテ之ヲ採取シタル

後ノ母液ハ則チ本製造試驗ニ於テ其中ニ含有スル「コデイン」ヲ抽出スルニ供用スヘキ原料ニシテ其量四百八十リットル(二十六石四斗)ナリ然ルニ其中ニハ未ダ「アルコホル」分ヲ含有スルカ故ニ先ツ蒸餾法ニ據リテ之ヲ回收シタル後蒸餾ヲ以テ加熱スヘキ内容約百五十リットルノ二重蒸餾鍋内ニ於テ漸次ニ之ヲ蒸發シ其ノ四分ノ一容量ニ減スルニ至リ放冷セシムルトキハ多量ノ沈澱物ヲ析出ス依テ銅製大ヌーツエヲ用ヒテ濾過シ其濾液ニ二十パーセントノ苛性ナトリオン油液四リットルヲ注加シテ強アルカリ性トナシタル後クロ、フォルム轉溶法ニ由テ其中ヨリ「コデイン」ヲ抽出センカ爲メニハ第一圖ニ示スカ如キ内容約百二十リットルノ攪拌混合器ヲ用ヒタリ

此攪拌混合器ハ内徑二十二吋半深サ三十三吋半内容約百五十リットルニシテ内部ニ上方トナルニ至リ陶製ヌーツエヲ用ヒ吸引濾過ヲ行ヒ可及的アルコホル性母液ヲ滴下セシム繼テ「ヌーツエ」上ノ結晶ハ下敷ノ濾紙ヲ傷ケサル様注意シテ之ヲ剝キ起シ細碎シタル後表面ヲ水平ニ均ラシ其結晶面ヲ覆フニ足ル丈ケ「アルコホル」ヲ注加シタル儘吸引スルコトナクシテ放置シ約十分時ノ後ニ至リ始メテ強ク吸引シテ可及的母液ヲ滴下セシム而シテ此操作ヲ反覆スルコト數回ナレハ「アルコホル」用量約四百立方センチメートルヌーツエ上ノ結晶ハ殆ト白色ノ外觀ヲ呈スルニ至ルモ尙一種ノ臭氣ヲ有シ不純物ヲ附着スルヲ以テ更ニ後段ノ方法ニ由リ精製ス可シ

度ト第一圖ノ攪拌混合器ニ容レ強ク器械ヲ網轉セシメ二液ヲシテ親密ニ混合セシムヘシ然ルトキハ原料液中ニ含有セラルル不純ノ物質ハ硫化炭素ノ爲メニ沈澱物トナリテ夥シク析出スルモノナリ斯クテ約三時間ノ後器底ニ在ル活栓Bヲ開キ原料液ヲ大壺内ニ流出セシメ再ビ銅製大ヌーツエヲ以テ濾過シ其濾液ハ更ニ第一圖ノ攪拌混合器内ニ移シ今回ハ「クロ、フォルム」十五リットルヲ加ヘ十時間劇シク攪拌混合シタル後一夜放置シ活栓Bヲ開キ分離シタル「クロ、フォルム」層ヲ流出セシメ器内ニ殘留セル原料液ニハ更ニ二十五リットルノ「クロ、フォルム」ヲ加ヘ前回ノ操作ヲ反覆ス於此前後二回ニ得タル「クロ、フォルム」ヲ合併シ二回水ヲ以テ之ヲ洗滌シタル後蒸餾ニ附シ「クロ、フォルム」分ヲ回收ス而シテ「クロ、フォルム」ヲ備取シタル後ノ殘留物中ニハ「コデイン」ノ全部ヲ含有スルモノナリ依テ之ニ水醋酸百グラム及水四リットルヲ加ヘテ温浸スヘシ此際容器ニ冷却器ヲ裝置スレハ粗製「コデイン」ノ醋酸水ニ溶解スルニ從ヒ其中ニ殘存セル「クロ、フォルム」ノ全部ヲ回收シ得ルモノナリ

右醋酸性温浸液ハ之ヲ放冷スルニ器底ニ多量ノ樹脂様物質ヲ析出シ暗赤褐色ノ液トナル依テ濾過シ其濾液ニ二十パーセントノ醋酸鉛溶液六百立方センチメートルヲ加ヘ善ク混和シタル後之ニ硫化水素ヲ通シテ過飽和セシムヘシ然ルトキハ溶液中ニ存在セル種々ノ不純物質ハ硫化鉛ニ伴ハレ膠狀物トナリテ沈澱シ液色著シク褪消シ褐色トナル於此更ニ同上ノ醋酸鉛溶液三百立方センチメートルヲ注加シ硫化水素沈澱法ヲ反覆スルトキハ著色益々減退シ帶褐黄色ノ液トナル依テ充分硫化水素ヲ驅逐シ其液ヲ平タキ蒸發皿ニ取り旋風器ノ補助ニ由テ低温蒸發ヲ行ヒ約五分ノ一ニ減容スルニ至リテハ一夜間放置スヘシ此際若シ析出物アルトキハ之ヲ濾去(メコニン)ノ多量結晶トナリテ析出スルコトアリシタル後其濾液ニ鹽酸ヲ注加シテ所含ノ「コデイン」ヲ鹽酸鹽ニ變セシムヘシ鹽酸ノ注加ハ「メチールウキ」オレツド溶液(〇・一%)ニ浸シ乾燥シテ製シタル試験紙ヲ以テ試驗スルニ之ヲ綠變スルニ至ルニ至リ

至レハ放冷シ冷後之ニ九十四パーセントノ「アルコホル」約四百立方センチメートルヲ漸次ニ注加シ水牛製ノ筥ヲ以テ善ク混攪シ柔軟ナル泥狀トナルニ至リ陶製ヌーツエヲ用ヒ吸引濾過ヲ行ヒ可及的アルコホル性母液ヲ滴下セシム繼テ「ヌーツエ」上ノ結晶ハ下敷ノ濾紙ヲ傷ケサル様注意シテ之ヲ剝キ起シ細碎シタル後表面ヲ水平ニ均ラシ其結晶面ヲ覆フニ足ル丈ケ「アルコホル」ヲ注加シタル儘吸引スルコトナクシテ放置シ約十分時ノ後ニ至リ始メテ強ク吸引シテ可及的母液ヲ滴下セシム而シテ此操作ヲ反覆スルコト數回ナレハ「アルコホル」用量約四百立方センチメートルヌーツエ上ノ結晶ハ殆ト白色ノ外觀ヲ呈スルニ至ルモ尙一種ノ臭氣ヲ有シ不純物ヲ附着スルヲ以テ更ニ後段ノ方法ニ由リ精製ス可シ







シ  
磷酸コデインノ結晶ヲ濾過シテ得タル「ア  
ルコホル性母液中ニハ尙少量ノ磷酸コデ  
イン」ヲ溶解スルカ故ニ「アルコホル回收後ナ  
リトス

第二表 磷酸コデイン製造試験成績

試験番號	コデインノ使用量	磷酸コデインノ得量	コデイン百分ニ付同量ノアルコホル性母液中ノ磷酸コデインヨリ回收シタル鹽基
第一回	一八・五	三・〇	一五・五
第二回	三三・〇	二・〇	二〇
第三回	三七・〇	三・〇	三〇
第四回	三六・〇	四・五	二〇
第五回	四二・〇	五・〇	二〇
第六回	六〇・〇	六・〇	四〇
第七回	一六八・〇	一六・〇	一三〇
平均	五三・四	六・三・四	三九

右第二表ノ試験ニ據レハ磷酸コデインノ得量ハ「コデイン百分ニ付最多百〇四分最多百二十二分ノ間ニアリ又其平均數ニ於テハ百十五・九分ヲ示ス而シテ理論上ニ於テハ百分ノ「コデイン」ヨリ百三十一分ノ磷酸鹽ヲ生スヘキ計算ナルカ故ニ本製造試験ニ於テアル磷酸コデインノ得量ハ理論數ノ八十八・五%ニ相當スルモノナリ

四 磷酸コデインノ製造ニ要スル原料及藥品ノ數量及價格

本製造試験ノ成績ニ基キ磷酸コデインノ製造ニ要スル原料及製造藥品ノ數量及價格ヲ算出スレハ次ノ如シ但磷酸コデイン製造ノ規模ハ「モルヒネ製造後ノ母液四百八十リートル即チ阿片四十八キログラム分ノ母液ヲ用ユル場合ヲ以テシタリ

第三表 磷酸コデインノ製造ニ要スル原料及藥品ノ數量及價格

品名	數量	價格	單價	備考
モルヒネ製造後ノ母液	四八〇リ	無代價	一・二〇〇	一・二〇〇
二十%ナトロン油液(粗製品)	四リ	〇・一四〇	〇・〇七九	一・二〇〇
硫化炭素(殺蟲用)	五リ	一・一〇〇	〇・二二〇	一・二〇〇
クロ、フエ、ルム	三・一リ	一・二四〇	〇・三九九	一・二〇〇

實際使用量ヨリ蒸餾ニ由テ回收シタル量ヲ減シ損失シタル分量ヲ示ス

品名	數量	價格	單價	備考
氷	一〇〇・〇	〇・〇九六	〇・四三〇	
醋酸	一八〇・〇	〇・一一二	〇・二七八	
硫酸	一	〇・〇七五	〇・〇七五	
粗製硫酸	二	〇・〇四二	〇・〇二一	
鹽酸	一〇〇・〇	〇・〇三〇	〇・一三七	
アルコホル(九十四%)	四九五・〇	〇・四七四	〇・四三一	
炭	六〇・〇	〇・〇一六	〇・一一〇	
二十%ナトロン油液(純品)	二〇〇・〇	〇・二九三	三・三〇〇	
磷酸	六〇・〇	〇・三九二	二・九四〇	
合計		一五・一七〇		

大正四年十月二日

衛生試驗所技師藥學博士 田原良純  
臨時製藥調査囑託 石川靜逸

第十一回 グアヤコール製造試験成績報告

前文第一表ノ試験成績ニ據レハ「モルヒネ製造後ノ母液四百八十リートル(阿片四十八キログラム分)ヲ使用スレハ「コデイン」ノ一號品百六十八グラム並ニ二號品十二グラムヲ採取シ得ルモノナリ又前文第二表ノ試験成績ニ據レハ「コデイン」ノ一號品百六十八グラムヨリ日本藥局方磷酸コデイン百九十八グラム並ニ不純コデイン十三グラムヲ製出シ得ルカ故ニ磷酸コデイン「オンス」ノ製造ニ要スル原料及藥品ノ價格ハ金二圓十四錢五厘ナリトス但副産物トシテ「コデイン」ノ二號品(第一表)十二グラム並ニ不純コデイン(第二表)十三グラムノ存在スルアレハ之ヲ利用スルニ於テハ尙幾分右ノ價格ヲ低減シ得ヘシ

グアヤコールノ製造法ニ(甲)石炭酸ヲ用ヒ化學的合成法ニ據テ之ヲ製スルモノト(乙)クオソード中自然ニ存在スル所ノ「グアヤコール」分ヲ抽出シテ之ヲ精製スル法ト(二)法アリ當衛生試驗所ニ於テハ「クオソール」ト「製造試験」ヲ行ヒ既ニ其成績ヲ舉ゲ得タレハ(大正四年九月十一日)官報ニ於テ報告セリ先ツ此クオソールヲ利用シ乙法ニ依テ「グアヤコール」ノ製造試験ヲ行ヒ甲ノ

化學的合成法ハ暫ク之ヲ他日ニ讓ルコトセリ

グアヤコールノ抽出法ニモ亦種々アリ乃チ(一)炭酸カリウム若クハ水酸化バリウムニ由テ「クオソール」中ヨリ「グアヤコール」ヲ抽出スル法、(二)クオソールヲ蒸餾シテ二百度乃至二百五度ニ於テ蒸餾スル部分ヲ採集シ強ク之ヲ冷却シテ「グアヤコール」ヲ結晶析出セシムル法、(三)クオソールニ酒精製加里油液ヲ混和シテ「グアヤコール」ヲ結晶析出セシムル法之ヨリ「グアヤコール」ヲ分離セシムル法等ナルカ當衛生試驗所ニ於テハ此等ノ製造法ニ就キ一々比較講究セシニ第一ノ炭酸カリウムヲ使用スル法カ最も良好ノ結果ヲ呈スルト同時ニ製造費モ亦低廉ナル



ヲ以テ此方法ヲ採用シテ「グアヤコール」ノ製造試驗ヲ行ヒタリ

一 原料

原料トシテハ當衛生試驗所ニ於テ自ラ製造シタル「クレオソート」ヲ使用セリ此物ハ微ニ黃色ヲ帶ヒ其大部分ハ日本藥局方ニ於テ規定セル如ク比重一・〇八ノ良品ナリシモ一小部分ハ一・〇七七ノモノヲ併用セリ而シテ原料クレオソートノ製造法並ニ製造費等ニ關シテハ大正四年九月十一日ノ官報ニ於テ報告シタルヲ以テ讀者宜シク參照セラレコトヲ請フ

原料クレオソートノ外本製造法ニ於テ必要ノ藥品ハ炭酸カリウム、エーテル及硫酸ノ三品ナリトス就中炭酸カリウムハ最重要ノ藥品ニシテ其品質ノ良否ハ製品ノ得量並ニ品質ニ多大ノ影響ヲ及ホスモノナレハ可及的良品ヲ擇フ可シ當所ニ於テハ日本藥局方炭酸カリウムヲ使用セリ他ノ二藥品ニ在リテハ粗製品ニテモ可ナリ

二 粗製グアヤコールノ製造

今回當所ニ於テ採用シタル「グアヤコール」製造法ノ要領ハ「クレオソート」ニ炭酸カリウ

ムノ飽和水溶液ヲ混和シ此混和液ヲ靜置スレハ漸次其上面ニ油狀ノ物質浮上スルヲ見ル依テ其油狀物ヲ採取シ之ニ「エーテル」ヲ混和スレハ「クレオソート」中所含ノ「グアヤコール」ハ結晶性ノ炭酸カリウム化合物トナリテ析出スルカ故ニ之ヲ採取シ稀硫酸ニ由テ之ヨリ「グアヤコール」ヲ分離セシメ更ニ割温蒸餾法ニ由テ之ヲ精製スルモノトス而シテ實地ノ製造試驗ニ於テハ先ツ「クレオソート」一乃至二リートルヲ分液漏斗ニ取り之ニ炭酸カリウムノ飽和水溶液二乃至四リートルヲ加ヘテ約一時間強ク振盪シタル後暫時靜置スレハ「クレオソート」ハ其品質如何ニヨリ灰色、灰褐色若クハ暗褐色等ニ著色シ濃厚ノ油狀層トナリテ再び液面ニ浮上スルモノナリ概シテ品質良好ノ「クレオソート」ヲ使用シタル場合ニ於テハ茲ニ浮上シタル濃厚ノ油層ハ暫時ニシテ結晶物ヲ析出シ粥狀トナルモ原料ニ供シタル「クレオソート」ノ品質劣レルモノニ在リテハ始終油狀ニ止マルモノトス於此下層ノ炭酸カリウム溶液ヲ排泄シ分液漏斗内ノ油狀物ニハ約二倍量ノ「エーテル」ヲ加ヘ密栓シテ強ク振盪スレハ其油狀物ハ一部

分ハ「エーテル」ニ溶解シ一部分ハ灰色乃至灰白色絮狀ノ沈澱物トナリテ析出シ分液漏斗ノ内容物トナル是レ則チ「グアヤコール」ト炭酸カリウムノ化合物ナリ依テ一晝夜間冷處ニ放置シタル後其粥狀物ハ吸引濾過法ニ由テ充分ニ「エーテル」油ヲ分取シ尙再三「エーテル」ヲ以テ洗滌シ洗液ノ殆ト著色セサルニ至レハ「グアヤコール」炭酸カリウムノ結晶モ亦殆ト白色ノ粉末トナル以上ノ操作中炭酸カリウムノ良否ト「エーテル」洗滌ノ程度ハ製品ニ多大ノ影響ヲ及ホスモノナレハ宜シク注意ス可キモノトス斯クテ「グアヤコール」炭酸カリウムノ粉末ハ約同量ノ温湯ニ溶解シ攪拌シツ、稀硫酸ヲ徐々ニ注加シ微ニ酸性ヲ呈スルニ至レハ「グアヤコール」ハ茲ニ始メテ帶黃褐色ノ油トナリテ析出シ來ル之ヲ精密ニ分液シ尙母液ハ「エーテル」ヲ加ヘ振盪シテ其中ニ殘存スル「グアヤコール」分ヲ採取シ之ヲ前ノ「グアヤコール」分ト合併シテ「エーテル」分ヲ留取シ以テ粗製グアヤコールノ製造ヲ完了ス可シ即チ右製造法ニ據リ前後八回ノ製造試驗ニ於テ得タル成績ヲ示セハ左ノ如シ

第一表 粗製グアヤコール製造試驗成績

試驗回数	クレオソート(グラム)	炭酸カリウム(グラム)	エーテル(グラム)	硫酸カリウム(グラム)	粗製グアヤコール(グラム)	粗製グアヤコールニ對スル粗製グアヤコール%
第一回	1000.0	100.0	1000.0	100.0	110.0	11.0
第二回	1000.0	100.0	1100.0	100.0	120.0	12.0
第三回	1000.0	100.0	1200.0	100.0	130.0	13.0
第四回	1000.0	100.0	1300.0	100.0	140.0	14.0
第五回	1000.0	100.0	1400.0	100.0	150.0	15.0
第六回	1000.0	100.0	1500.0	100.0	160.0	16.0
第七回	1000.0	100.0	1600.0	100.0	170.0	17.0
第八回	1000.0	100.0	1700.0	100.0	180.0	18.0
合計	10000.0	1000.0	11000.0	1000.0	1180.0	11.8
平均	1250.0	125.0	1375.0	125.0	147.5	14.75

法ニ附シテ精製セサル可カラス乃チ粗製グアヤコール三百五乃至六百九十・五グラムヲ硝子製ノ蒸餾壺ニ取り直火ヲ用ヒテ蒸餾シ二百度ヨリ二百十度間ニ於テ留出スル部分ヲ採集セリ、二百度前ニ於テハ唯少量ノ水分ヲ留出スルノミニシテ水分ノ留出セシ後ハ直チニ強ク光線ヲ屈曲スル殆ト無色透明ノ「グアヤコール」ヲ留出シ唯一回ノ蒸餾ニテ既ニ日本藥局方ニ適スル良品ヲ得ルコトアリ若シ一回ノ蒸餾ニテ充分ノ精製品ヲ得サル時ハ尙一回蒸餾法ヲ行ヘハ適品ニ達スヘシ而シテ二百十度以上ニ於テ留出スル殘液ハ黒褐色濃厚ノ油ニシテ「クレオソート」ノ回收ニ應用シ得可シ此精製蒸餾試驗ハ前後八回之ヲ施行シタルニ其ノ成績左表ノ如シ

第二表 粗製グアヤコール蒸餾試驗成績

試驗回数	第一回蒸餾		第二回蒸餾	
	粗製グアヤコール(グラム)	比重(グラム)	粗製グアヤコール(グラム)	比重(グラム)
第一回	110.0	1.116	110.0	1.116
第二回	120.0	1.118	120.0	1.118
第三回	130.0	1.118	130.0	1.118
第四回	140.0	1.118	140.0	1.118
合計	1100.0	1.113	1100.0	1.117
平均	137.5	1.116	137.5	1.116

右第一表ノ試驗成績ニ據レハ製造試驗八回ノ平均數ニ於テ「クレオソート」一千三百七十五立方センチメートルヨリ粗製グアヤコール四百五十六・三グラム即チ三十七・七%ヲ得タリ此粗製グアヤコールハ蜜透性ノ臭氣ヲ有シ帶黃褐色濃厚ノ油ニシテ比重一・一一六乃至一・一二三ナリ

三 粗製グアヤコールノ精製蒸餾

グアヤコール炭酸カリウムニ稀硫酸ヲ加ヘテ析出セシメタル前條ノ粗製グアヤコール



右第二表ノ試驗成績ニ據レハ前後八回ノ試驗中四回ハ粗製グアヤコールヨリ唯一回ノ蒸餾ニテ精製品ヲ得タレトモ他ノ四回ハ更ニ一回ノ蒸餾ヲ重ネテ始メテ精製品ヲ製出シ得タリ而シテ精製品ノ得量ハ粗製グアヤコールニ對シテ平均七十四・六%ヲ示シタリ尙ホ左ニ第三表ヲ調製シテ「クレオソート」ヲ起點トシ精製グアヤコールニ達スル迄ノ工程ニ於テ原料ト製品トノ間ニ於ケル關係ノ通覽ニ便ス

第三表 グアヤコール製造試驗成績通覽

試驗回数	クレオソート(立方センチメートル)	粗製グアヤコール(グラム)	精製グアヤコール(グラム)	クレオソートニ對スル精製グアヤコール%
第一回	1000.0	1.02	393.0	1.126
第二回	1000.0	1.02	350.0	1.118
第三回	1000.0	1.02	316.0	1.118
第四回	1000.0	1.027	350.0	1.133
第五回	1000.0	1.02	355.0	1.116
第六回	1000.0	1.02	340.0	1.118
第七回	1000.0	1.02	360.0	1.126
第八回	1000.0	1.02	365.0	1.126
合計	1000.0	1.027	345.0	1.127
平均	1275.0	1.027	345.0	1.127

四 クレオソート及藥品ノ回收  
前文粗製グアヤコール製造ノ條ニ於テ「クレオソート」ヲ炭酸カリウムノ飽和水溶液ト振盪シ暫時靜置ノ後上層ノ油狀液ヨリ分離採取セシ下層ノ炭酸カリウム溶液ハ少量ノ油分ヲ淨游シ且淡黄色ヲ呈スルヲ以テ一回濾過シテ油分及不純物ヲ除去シ鐵鍋ニ移シテ蒸發乾潤シ熾灼スレハ使用量ノ約 八十七・九%ハ再ヒ炭酸カリウムヲ回收シ得可シ又油狀物ニ「エーテル」ヲ加ヘテ處理シ之ヲ濾過シテ得タル暗褐色ノ「エーテル油」ハ之ヲ蒸餾スルニ使用エーテル量ノ約 四十九・四%ハ之ヲ回收シ得而シテ此エーテル蒸餾ノ殘留物トシテハ「クレオソート」ノ使用量ニ對シ約七十%ノ品質不良ノ「クレオソート」副生スルモノナリ其中ニハ尙ホ多量ノ「グアヤコール」ヲ含有スルカ故ニ之ヲ割温蒸餾ニ附スレハ再ヒ「クレオソート」ヲ回收スルヲ得可ク從テ之ヨリ「グアヤコール」或ハ炭酸クレオソートヲ製造スルヲ得可シ乃チ之カ利用法並ニ前文第三條ニ於ケル「グアヤコール」蒸餾ノ殘液ノ應用ハ本製造業ニ於テ輕視スヘカラサル重要ノモノナリトス尙ホ前文第二條ニ於テ「グアヤコール炭酸カリウム」ノ温湯溶液ニ稀硫酸ヲ加ヘテ

分解シタル際ニ生シタル硫酸カリウムモ約「エーテル」ノ回收試驗成績ヲ掲ケレハ左ノ如ク八割ハ之ヲ回收シ得タリ即チ炭酸カリウム及シ

第四表 炭酸カリウム回收試驗成績

試驗回数	第一回	第二回	第三回	第四回	第五回	第六回	合計	平均
使用炭酸カリウム(グラム)	1500.0	1450.0	1500.0	1850.0	2850.0	2850.0	13000.0	2166.6
回收炭酸カリウム(グラム)	1360.0	1150.0	2650.0	2700.0	2400.0	2400.0	11300.0	1916.6
%	90.7	79.3	176.7	146.0	84.2	84.2	87.0	87.9

第五表 エーテル回收試驗成績

試驗回数	第一回	第二回	第三回	第四回	第五回	合計	平均
使用エーテル(グラム)	1350.0	1350.0	1350.0	1350.0	1350.0	6750.0	1350.0
回收エーテル(グラム)	1100.0	1100.0	1100.0	1100.0	1100.0	5500.0	1100.0
%	81.5	81.5	81.5	81.5	81.5	81.5	81.5

五 「グアヤコール」ノ製造ニ要スル原料及藥品ノ數量及價格

第六表 グアヤコール十封度ノ製造ニ要スル原料並ニ藥品ノ數量及價格

品名	數量(封度)	價格	單價
クレオソート	43.6	364.0	8.33
炭酸カリウム	7.1	545.0	77.04
エーテル	6.2	164.0	26.45
硫酸	3.5	47.0	13.43
合計	1	594.0	59.40

上文試驗成績第二表、第三表、第四表及第五表ヲ通シテ調査スレハ「クレオソート」一千三百七十五立方センチメートルヨリ「グアヤコール」三百四十六グラムヲ得ルモノニシテ藥品トシテハ炭酸カリウム二千十グラム、エーテル二千四百三十三・八グラムヲ使用シタレトモ炭酸カリウムハ 八十七・九%エーテルハ 四十九・四%ヲ回收シ得可キヲ以テ實際ニ於テハ差引炭酸カリウム 二百四十三・二グラム、エーテル 一千二百三十一・五グラムニテ足ル可シ而シテ今當衛生試驗所カ大正四年九月十一日ノ官報ニ於テ報告シタルカ如キ自製ノ「クレオソート」原料ニ供シ前文記述ノ製造法ニ據リ「グアヤコール」十封度ヲ製スルニ要スル原料並ニ藥品ノ數量及價格ヲ計算シ之ヲ表記スレハ左ノ如シ

大正四年九月十一日ノ官報ニ於テ當所ヨリ報告セシ「クレオソート」ノ價格ニヨリ  
大正四年十一月ノ購入價格、使用量ノ八七・九%ヲ回收シ得ルヲ以テ、  
大正四年三月ノ購入價格、使用量ノ四・四%ヲ回收シ得ルヲ以テ、  
大正四年十月ノ購入價格、  
副生物トシテ硫酸カリウム十封度ヲ回收シ得レトモ計算外ニ置キタリ



右第六表ニ據レハ「デアアコール」十封度ノ製造ニ要スル原料及藥品ノ價格ハ五十九圓二十八錢七厘ニシテ「デアアコール」一封度ニ對スレハ五圓九十二錢八厘七毛ナリ然ルニ上文ク「レオソート」及藥品ノ回收ノ條ニ於テ一言シタル如ク本製造業ニ於テハ使用ク「レオソート」ノ約七十%ハ原料ヨリモ品質不良ノ形態ニ於テ傍生スルモノニシテ右第六表ニ於テハ之ヲ計算外ニ置キタレトモ此傍生物ハ炭酸ク「レオソート」ノ好原料ナルカ故ニ之ヨリ炭酸ク「レオソート」ヲ製造スルニ於テハ著シク右「デアアコール」ノ價格ヲ低減シ得ルノ望ミアリ本件ニ關シテハ目下當所ニ於テ試驗中ナルヲ以テ他日更ニ報告スル所アル可シ

大正四年十二月二十三日

衛生試驗所技師藥學博士 田原良純  
臨時製藥調査囑託 山田安雄  
同 高村忠義

### 第十二回 鹽酸ヘロイン 製造試驗成績報告

#### 一 原料

鹽酸ヘロイン「ハ」モルヒネ鹽基ニ醋酸アンヒドリッド」ヲ作用セシメテ先ツ「デアアセチ

ルモルヒネ」ヲ製シ更ニ之ニ鹽酸ヲ化合セシメテ製造シタリ而シテ原料トシテハ當衛生試驗所カ大正四年三月二十四日ノ官報ニ於テ報告シタル鹽酸モルヒネ製造試驗報告中ニ記載シタル粗製モルヒネ」ノ精製シタルモノヲ使用シタリ又醋酸アンヒドリッド」ハ近年本邦ニ於ケル醋酸製造業カ長足ノ進歩ヲ呈シタル結果今日ハ醋酸アンヒドリッド」ノ和製品ヲモ得ラルルニ由リ本製造試驗ニ於テハ特ニ此和製品ヲ應用シタリ

大正四年三月二十四日官報記載ノ粗製モルヒネ「ハ」ハ褐色結晶性ノ粉末ニシテ阿片固有ノ臭氣ヲ有シ未ダ少ナカラサル夾雜分ヲ含有スルカ故ニ其儘ニテハ之ヲ鹽酸ヘロイン」ノ製造ニ供シ難ク尙ホ幾分ノ精製ヲ加ヘサル可カラス依テ先ツ左記ノ方法ニ據リ之ヲ精製シタリ而シテ最初ハ粗製モルヒネ百グラム」ヲ以テ精製ヲ行ヒ後ニハ一回ニ千グラム」ヲ使用シタルカ故ニハ千グラム」ヲ使用シタル場合ニ於ケル精製法ヲ記述スヘシ

粗製モルヒネ千グラム」ヲ陶製蒸發皿ニ取り約十リットル」ノ水ヲ如ヘ攪拌シツツ氷醋酸約二百六十グラム」ヲ注加シテ溶解セシムルトキハ暗褐色ノ不純物殘留スルカ故ニ之ヲ濾去シテ得タル暗赤褐色ノ濾液ニハ脱色清淨ノ

目的ヲ以テ之ニ二十%ノ醋酸鉛溶液千六百グラム」ヲ加ヘ善ク混和シタルノ後硫化水素瓦斯ヲ通シテ過飽和ニシテ析出シタル硫化鉛ハ陶製ヌーツ」ニテ吸引濾過法ニ據リ濾過シタルニ液色著シク減退シテ黃褐色トナル硫化鉛ノ沈澱ハ硫化水素含有ノ水ヲ以テ二三回洗滌シ洗液ハ之ヲ主液ニ合併シタル後之ニ再ヒ千四百グラム」ノ二十%ノ鉛糖溶液ヲ混和シ更ニ一回硫化鉛沈澱法ヲ反覆スルトキハ液色益々減退シテ遂ニ黃色トナル於此攪拌シツツ「アムモニア」水ヲ注加シテ「モルヒネ鹽基」ヲ沈澱セシメ濾過水洗スルノ後之ヲ鹽酸水ニ溶解シ「アムモニア」水ヲ以テ更ニ一回沈澱法ヲ反覆シ茲ニ析出シタル「モルヒネ鹽基」ハ之ヲ濾過洗滌シテ乾燥セシムヘシ此製品ハ類白色ノ結晶ニシテ原料ノ粗製モルヒネ」ヨリモ其品質遙カニ良好ナリトス

上文硫化水素含有ノ「モルヒネ」溶液ヨリ「アムモニア」水ニ由リ析出セシメタル「モルヒネ鹽基」ヲ再ヒ鹽酸水ニ溶解スルニ當リテハ「モルヒネ鹽基」ニ附着セル硫化アムモニアニ分解ノ爲メ極メテ微細ナル硫酸析出シテ濁濁ヲ呈シ普通濾過法ニ據リテハ濾過スルコト極メテ困難ナリトス此場合ニ於テハ先ツ白陶土ヲ蒸餾水中ニ浮遊セシメタル液ヲ「ヌーツ」ニ

注キテ吸引濾過シ以テ濾紙上ニ均等ナル陶土ノ薄層ヲ附着セシメタル後之ヲ濾過スルニ於テハ容易ニ證明ニ濾過スルヲ得ヘシ

#### 第一表 粗製モルヒネ精製試驗成績

試驗回数	粗製モルヒネ使用量(グラム)	精製モルヒネ得量(グラム)	粗製モルヒネニ對スル精製モルヒネノ得量%
第一回	1000	80	8.0
第二回	1000	75	7.5
第三回	1000	150	15.0
第四回	1000	154	15.4
第五回	1000	82	8.2
第六回	1000	80.5	8.05
平均	1000	78.3	7.83

#### 第二表 モルヒネノ精製ニ要スル原料並ニ藥品ノ數量及價格

品名	數量(グラム)	價格(封度ニ付)	備考
粗製モルヒネ	1000.0	三六五.五八	大正四年三月二十四日官報記載鹽酸モルヒネ製法第一例ニ據リ算出ス
氷醋酸	2000.0	〇.四八	大正四年八月購入
醋酸鉛	2000.0	〇.三五七	大正二年十月購入
硫化鐵	2000.0	〇.〇九八	大正四年十二月購入
粗製硫酸	1000.0	〇.〇七四	大正四年二月購入
アムモニア	1000.0	〇.〇七四	大正四年十一月購入
鹽酸	1000.0	〇.〇七四	大正四年十月購入
合計	—	三六六.四九	—

右第一表ノ試驗成績ニ據レハ精製モルヒネノ得量ハ原料タル粗製モルヒネ百分ニ對シ最少七十五分最多八十二分ヲ示シ平均七十八.三分ナリトス而シテ以下鹽酸ヘロイン」ノ製造ニハ即チ此精製モルヒネ」ヲ使用シタリ又粗製モルヒネ」ノ精製ニ要スル原料並ニ藥品ノ數量及價格ヲ表示スレハ左ノ如シ

#### 二 「デアセチル」モルヒネノ製造

本製造試驗ニ於テハ最初精製モルヒネ三十グラム」ヲ用ヒタレトモ漸次増量シテ後ニハ二百グラム」ヲ採用シタリ依テ茲ニハ精製モルヒネ二百グラム」ヲ使用シタル場合ニ於ケル製造法ヲ記述ス可シ



精製モルヒネノ百十度乃至百十五度ニ於テ三時間乾燥シ結晶水ヲ除去シタルモノ二百グラムヲ取り之ニ新タニ熔融シ且冷後細碎シタル醋酸ナトリウム百グラム及醋酸アンヒドリッド三百グラムヲ加ヘ善ク混和シタル後二三時間重湯煎上ニ加熱シ放冷シ約一リートルノ水ヲ加ヘ稀釋シテ濾過シ濾液ヲ「ベツヘルグラス」ニ取り約同量ノ水ヲ以テ稀釋シタル「アムモニア水ヲ徐々ニ注入シテ「ヂアセチルモルヒネ」ヲ沈澱セシム（アムモニア水使用量約九百グラム）」ニ析出スル「ヂアセチルモルヒネ」ハ赤褐色ヲ呈シ甚ダ不潔ノ外觀ヲ呈ス依テ脱色清淨ノ目的ヲ以テ之ニ水一リートルヲ混和シ氷醋酸約五十グラムヲ加ヘテ溶解シ二十％ノ鉛糖溶液約四百グラムヲ注加シ之ニ硫化水素瓦斯ヲ通シテ過飽和セシメ析出シタル硫化鉛ヲ濾去シテ得タル濾液ハ著色著シク減退シ黄色ノ液トナル尋テ硫化水素瓦斯ヲ驅除シ同上ノ稀薄アムモニア水ヲ用ヒテ再ヒ「ヂアセチルモルヒネ」ヲ沈澱セシム（アムモニア水使用量約二百グラム）然ル後陶製ヌーツエ」ヲ用ヒ吸引濾過法ニ由テ可及的母液ヲ吸引シ去リ一二回少量ノ水ヲ以テ水洗シ沈澱ハ平タキ蒸發皿ニ取り重湯煎ニ上ホセ攪拌シツ、乾燥スレハ類白色ノ

「ヂアセチルモルヒネ」ヲ得之ヲ「エルレンマキエル壘」ニ取り九十四％ノ「アルコホル六百グラム」ヲ加ヘ還流冷却器ヲ裝置シ熱シテ溶解セシメ放冷スルトキハ「ヂアセチルモルヒネ」ノ大部分（約八割）ハ結晶析出スルナリ依テ「ヌーツエ」ヲ用ヒ吸引濾過法ニ由テ濾過シ結晶（第一號）ヲ採取シ母液ハ之ヲ蒸餾シ「アルコホル」ノ大部分留出ノ後放冷スレハ更ニ「ヂアセチルモルヒネ」ノ結晶（第二號）ヲ析出スルカ故ニ別ニ之ヲ採收スヘシ第一號結晶ハ尙ホ一回アルコホル」ヨリ再結

品セシムルトキハ直ニ純品トナスコトヲ得而シテ第二號結晶並ニ第一號結晶ヲ再結晶セシムル際ニ於テ得タル母液ヨリ析出シタル結晶第三號ハ何レモ色相不良ナルヲ以テ之ヲ適宜ノ醋酸水ニ溶解シ炭炭約十グラムヲ用ヒテ脱色シ「アムモニア水ヲ用ヒテ沈澱セシメ乾燥シ此沈澱ヲ更ニ一回アルコホル」ヨリ結晶セシムルトキハ第二號結晶第三號結晶ノ約八十％ハ純品トナル「アルコホル使用總量ハ約千八百グラム」ナリ以上試驗ノ結果ヲ表記スレハ左ノ如シ

第三表 精製ヂアセチルモルヒネ製造試驗成績

試驗回数	原料並ニ製造用藥品		製品	
	無水モルヒネ使用量 (グラム)	無水醋酸ナトリウム使用量 (グラム)	精製ヂアセチルモルヒネ得量 (グラム)	無水モルヒネニ對シタルモルヒネ得率 (%)
第一回	100.0	150.0	150.0	150.0
第二回	100.0	150.0	150.0	150.0
第三回	100.0	150.0	150.0	150.0
第四回	100.0	150.0	150.0	150.0
第五回	100.0	150.0	150.0	150.0
第六回	100.0	150.0	150.0	150.0
第七回	100.0	150.0	150.0	150.0
平均	100.0	150.0	150.0	150.0

右第三表ノ試驗成績ニ據レハ「ヂアセチルモルヒネ」ノ得量ハ原料タル無水モルヒネ百分ニ對シ最少八十二分最多九十一・五分ヲ示シ平均八十七・八分ナリトス

三 鹽酸ヘロインノ製造

鹽酸ヘロインノ製造ニ於テハ最初ヂアセチルモルヒネ五十五・四グラムヲ以テ始メ漸次増量シテ終ニ百八十三グラムヲ使用シタリ依テ以下ヂアセチルモルヒネ百八十三グラムヲ以テ行ヒタル製造法ヲ記述スヘシ「ヂアセチルモルヒネ百八十三グラム」ヲ「ベツヘルグラス」ニ取り之ヲ化合セシムルニ必要量ノ稀鹽酸（大約定規鹽酸ノ濃度ニ於テ）ヲ注意シテ徐々ニ注加シ溶解セシメタル後濾過スヘシ元來ヂアセチルモルヒネハ溶解難酸ニ對シ抵抗力極メテ弱ク此際假令ラクムス紙ヲ以テシテハ感應セサル程ノ僅微量ト雖モ如シ溶解難酸ノ存在スルアレハ操作中必ラス分解ヲ惹起シ製品ノ品位ニ惡影響ヲ與フルコト大ナリトス此分解作用ヲ回避スルノ方法トシテハ中和ニ當リ善ク攪拌シツ、鹽酸ヲ注加シ「ヂアセチルモルヒネ」ノ少量尙ホ未タ殘存セル間ニ之ヲ濾過スルヲ以テ最モ安全ナリトス而シテ濾液ハ之ヲ平タキ蒸發皿ニ移

シ沸騰ノ激烈ナラサル重湯煎上ニ於テ攪拌シツツ蒸發シ濃厚ナラシムルトキハ既ニ溫時ニ於テ漸次ニ結晶ヲ析出シ次テ全部結晶粥トナリ終ニハ溫潤セル結晶顆粒ヲ構成スルニ至ル於此釘形ノ硝子棒ヲ以テ其顆粒ヲ粉碎シツツ

第四表 鹽酸ヘロイン製造試驗成績

試驗回数	ヂアセチルモルヒネ使用量 (グラム)		鹽酸ヘロイン得量 (グラム)		ヂアセチルモルヒネ百分ニ對シ鹽酸ヘロイン得率 (%)	
	第一回	第二回	第一回	第二回	第一回	第二回
第一回	54.5	76.0	63.0	115.6	115.6	115.6
第二回	52.0	58.0	85.0	111.8	111.8	111.8
第三回	100.0	113.0	113.0	113.0	113.0	113.0
第四回	126.0	142.0	142.0	112.7	112.7	112.7
第五回	154.0	175.0	175.0	113.6	113.6	113.6
第六回	183.0	204.0	204.0	111.5	111.5	111.5
第七回	183.0	204.0	204.0	111.5	111.5	111.5
平均	100.0	150.0	150.0	111.8	111.8	111.8

四 鹽酸ヘロインノ製造ニ要スル原料並ニ製品ノ數量及價格

本製造試驗ノ成績ニ基キ鹽酸ヘロインノ製造ニ要スル原料及製造用ノ造品ノ數量並ニ價格ヲ算出スレハ大略左ニ示スカ如シ但シ此計算ハ無水モルヒネ二百グラム即チ精製モルヒネ二百十二・六グラムニ相當スル量ヲ以テ一仕込ニ充テ之ヨリ鹽酸ヘロイン」ヲ製造スル場合ヲ以テシタリ



第五表 鹽酸ヘロインノ製造ニ要スル原料 並ニ藥品ノ數量及價格

Table with columns: 品名 (Product Name), 數量 (Quantity), 價格 (Price), 備考 (Remarks). Lists various chemicals like 精製モルヒネ, 醋酸アンヒドリッド, 醋酸ナトリウム, etc., along with their quantities and prices.

供スルニ於テハ全體ニ於テ一層ノ手數ト費用トヲ節約シ得ヘク加之精製チアセチルモルヒネ製造行程中チアセチルモルヒネノ沈澱法ヲ行ヒタル母液又ハ再結晶法ヲ施行シタル最後ノ母液中ニハ尙ホ幾分ノ「チアセチルモルヒネ」ヲ溶存スルカ故ニ之ヲモ回收シ利用スルニ於テハ益々其價格ヲ低減シ得ヘシ

第十三回 「タンニン酸」及「没食子酸」製造試驗成績報告

タンニン酸(鞣酸、没食子鞣酸)ハ汎ク植物界ニ包含セラルル一成分ナルモ本邦ニ於テ「タンニン酸」製造原料トシテ供用シ得ラルヘキモノハ五倍子ナリトス而シテ五倍子ハ「タンニン酸」含有量七〇乃至六〇%ニ至リ本品ノ製造原料トシテハ最モ適當ナルカ故ニ當所ニ於テモ五倍子ヲ原料トシテ各製品ノ試驗ヲ完了セリ左ニ其ノ狀況ヲ報告スヘシ

一 原料ノ產地及產額

五倍子ハ本州、四國、九州至ル處ニ之ヲ産ス尙朝鮮ノ山野ヨリ産出スルモノ少カラス今農商務省統計ニヨリ本邦最近九箇年間ニ於ケル產額ヲ示セハ左ノ如シ(一斤百六十目)

Table with columns: 年次 (Year), 數量 (Quantity), 價格 (Price). Shows production data for 五倍子 from 明治三十八年 to 大正二年.

尙又當業者ニ就テ開ク所ニヨレハ本邦ニ於ケル五倍子ノ主產地ハ山陰、山陽(特ニ美作、備中、備後、播磨ニ多シ)、紀伊、伊豫、土佐等ニシテ筑前、筑後、豊後地方ノ產額モ亦少カラス其他東北二三縣ヲ除キ全國各地ヨリ多少産出セサルナシ而シテ平素ノ產額ハ少クトモ二百萬斤(一斤百三十目)ニ達スヘシト云フ然レトモ元來五倍子ノ生産ハ何等人工ヲ加フルモノニアラス凡テ天産物ヲ採集スルニ過キサルヲ以テ其產額年ニヨリ著シク豐凶アル

二 原料ノ選擇

原料選擇ノ當否ニ由リ製品ニ幾多ノ影響ヲ及ホスハ免ル可カラス佳良ナル製品ヲ得ントスレハ原料ノ選擇ヲ怠ル能ハス故ニ先ツ最初ニハ五倍子ヲ木槌ヲ以テ輕ク搗碎シ外部ニ附着セル塵埃並ニ内部ニ殘存セル葉殼ヲ小サキ刷子ヲ以テ丁寧ニ除去シ後之ヲ粉碎シテ粗末トナスヘシ但シ紀州地方ニ於テハ採集後五倍子中ニ生存スル葉殼ヲ蒸殺センカ爲メ之ニ熱湯ヲ注キ乾燥セルモノアリ斯ノ如キ品ハ已ニ「タンニン酸」一部分ハ溶出セラレ製造上得量ヲ減スルノ虞アリ原料トシテ適當ナラサルカ如シ

三 「タンニン酸」製造方法ノ比較

タンニン酸製造方法トシテハ左記ノ如キ三種ノ試製ヲナセリ
第一 五倍子ヲ「アルコール、エーテル」ノ混和液ヲ以テ浸出スル方法
第二 五倍子ヲ「アルコール」ヲ以テ浸出スル方法
第三 五倍子ヲ湯湯ヲ以テ浸出スル方法

右第一第二ノ方法ニ由テ得タル「タンニン酸」ハ類白色鬆疎ナル屑片ヲナシ外觀上非難スヘキ點ナシト雖モ之ヲ五分ノ水ニ溶解スレハ不溶分稍多ク且ツ之ヲ燃化セシムルニ固性物ヲ殘留スルコト多クシテ日本藥局方規定ノ條文ニ一致セス次ニ第三ノ方法ニ由リ製シタルモノハ佳良ナル成績ヲ得タルヲ以テ本法ヲ左ニ詳述スヘシ
原料ノ部ニ於テ述ハタルカ如ク精製シ且粗粉トナシタル五倍子一貫五百匁ヲ取リ之ニ湯湯九百匁ヲ注加シ放置スルコト二晝夜ニシテ其液分ヲ分取シ更ニ湯湯ヲ加ヘテ浸出スルコト前同ノ如ク操作シ其液ヲ合併シ之ヲ減壓蒸發器内ニ於テ蒸發濃縮シ比重約一・三〇五ノ濃度ヲ有スル合利別調トナスニ其全量一貫七百三十匁ヲ得タリ之ヲ大ナル容器ニ移シ「エーテル」七百匁ヲ添加シ振盪器上ニ振盪スルコト三十分時間ノ後之ヲ放置スルコト十五時間ニ至レハ其液ハ分離シテ二液層トナリ其上層ハ多量ノ「タンニン酸」ヲ包含スル「エーテル」液ニシテ下層ハ「タンニン酸、エーテル」及少量ノ水ヨリ成レル乳劑ヲナセリ是ノ上層部分ノミヲ分取シ其比重ヲ檢スルニ一・〇四五ヲ示シ全量一貫二百五十匁ヲ有セリ是ノ液少量宛ヲ約一尺平方ノ「ナマコ」板又ハ磨キタル石板



上ニ竹篋ヲ以テ可及的薄ク塗布シ裏面ヨリ温ヲ與フルトキハ「エーテル」ハ揮散シ去リ「タンニン酸」ハ泡沫狀ヲナシ膨脹シテ被膜狀トナルニ至リ次ニ再ヒ板ノ表ヨリ少シク熱ヲ與ヘ殘餘ノ「エーテル」ヲ揮散スルヲ待テ竹篋ヲ以テ之ヲ剝離シ適宜ノ篩ヲ以テ之ヲ篩過スルト

第一表

回数	原料(匁)	注加セル温湯量(匁)	潜出温度	浸出回数	各一回ノ浸出日數	タンニン酸得量(匁)	原料百分ニ對スル得量
第一回	一五〇〇	六〇〇〇	六〇度	二	二日	六〇〇	四〇・六
第二回	一五〇〇	六〇〇〇	六〇度	二	二日	六〇五	四〇・三
第三回	一五〇〇	六〇〇〇	六〇度	一	一日	五四〇	三六・三
第四回	一五〇〇	六〇〇〇	六〇度	二	二日	六〇〇	四〇・〇
第五回	一五〇〇	六〇〇〇	六〇度	二	二日	六〇〇	四〇・〇
平均						五九二	三九・四

右成績ニ據レハ原料五倍子ニ對シ約三九・四四%ノ「タンニン酸」ヲ得タル比例トナル然ルニ原料中ニハ「タンニン酸」ハ六〇乃至七〇%ヲ含有セラルルカ故ニ殘餘ノ二〇乃至三〇%ノ「タンニン酸」ハ殘液ニ「エーテル」ト共ニ溶存スルカ故ニ之ヲ蒸餾ニ付シテ其「エーテル」分ヲ回收スルニ其量百三十匁ヲ得タリ次ニ「エーテル」ヲ餾去シタル「タンニン酸」含有液ハ其儘工業上ノ鞣皮用媒染劑トシテ使用シ得ヘキモ當所ニ於テハ本液ヲ利用シテ沒食子酸

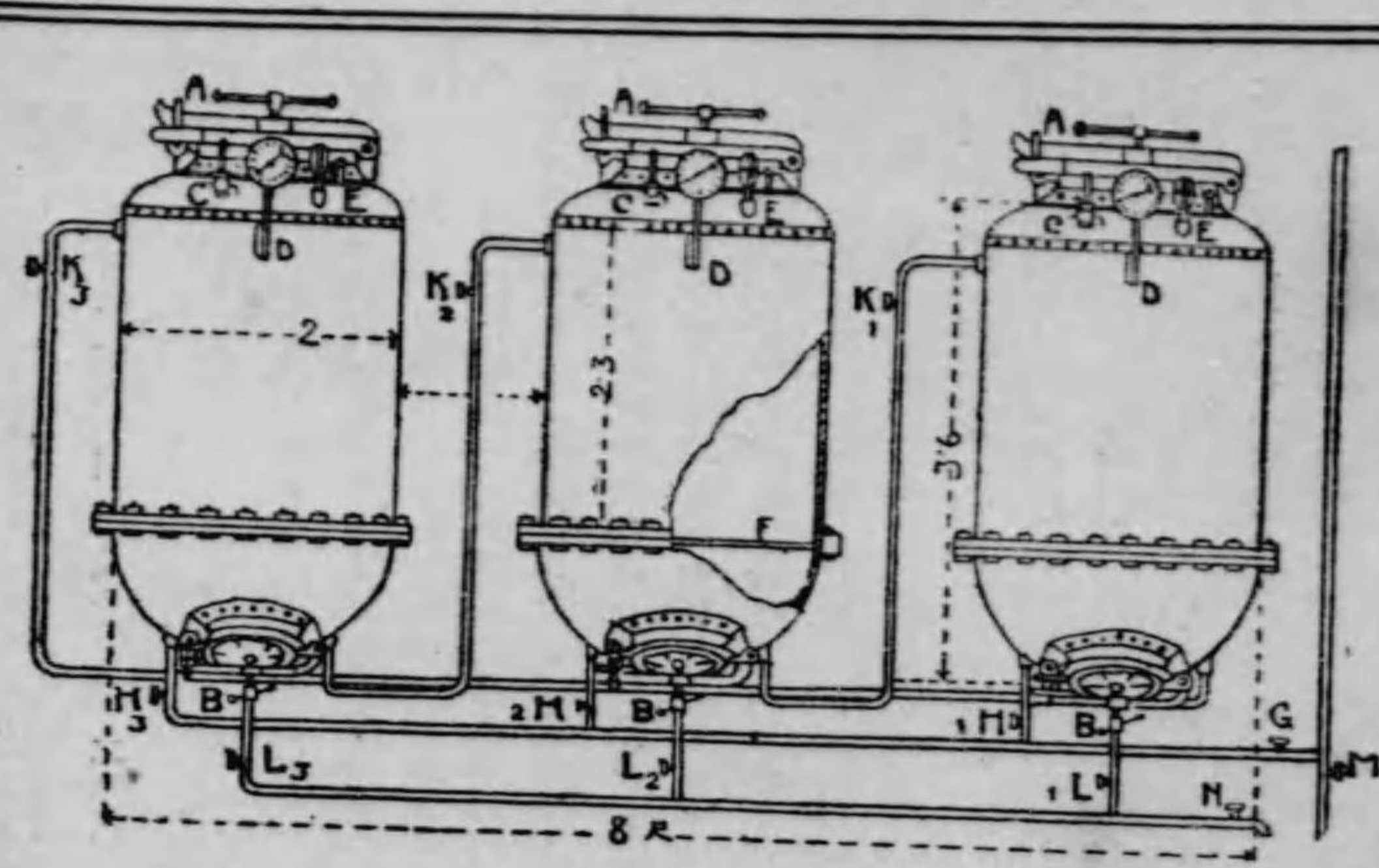
キハ類黄色ノ光輝アル鱗屑狀ノモノヲ得ヘシ爰ニ得タル「タンニン酸」全量ハ六百十匁ナリ右同一方法ヲ施行シ之ヲ數回ノ實驗ニ徵スルニ其ノ成績左ノ如シ

品名	數量(封度)	價格(圓)	單價(圓)	備考
五倍子	一二・五	二・五〇	〇・二〇	實際使用量ヨリ回收量ヲ控
エーテル	四・七五	一・九〇	〇・四〇	除シタル損失量ヲ計上ス
計	四・四〇			

四 「タンニン酸」製造ニ要スル原料並ニ藥品代價

製造原料ニ供用セリ其方法並ニ成績ハ後章ニ於テ更ニ詳記スヘシ

右ハ五倍子一二・五封度(一貫五百匁)ヨリ平均量タンニン酸四・九三封度(五百九十二匁)ヲ製スルニ要スル原料並ニ藥品代價ノ總計金額尺二十分ノ一



第三十五編 衛生試驗所臨時製藥調查製成續報告

五 沒食子酸ノ製造

四圓四十錢ナルカ故ニ之ヲ「タンニン酸」一封印ノ製造費ニ換算スレハ金八拾九錢貳厘四毛トナル但シ「タンニン酸」抽出シタル殘留液中ニハ尙多量ノ「タンニン酸」含有シアルカ故ニ本液中ヨリ後章ニ記述セル方法ニヨリ沒食子酸ヲ製出スレハ「タンニン酸」價格尙ホ低減シ得ヘキ餘地アルモノナリ

第二表

試驗番號	原料	硫酸使用量(匁)	炭使用量(匁)	煮沸時間	沒食子酸得量(匁)
第一回	第一表第一回ノ殘液	二〇〇	四〇	二五	一號 八二
第二回	第一表第二回ノ殘液	二〇〇	四〇	三六	二號 九〇
					計 一七二
					計 一八二

長キ硝子管ヲ挿入シ湯浴内ニ於テ攝氏九十度ヲ超エサル温ヲ與フルニ初メハ全部液狀ヲ保ツモ漸時不溶性黒褐色無晶形ノ物質ヲ析出シ保温スルコト二十五時間ノ後ニハ此無晶形物ヲ濾別シ其濾液ヲ更ニ蒸發スルトキハ再ヒ同一物ヲ析出スヘシ是ノ析出物ヲ併合シ温湯ニ溶解シ温ニ乘シ「ヌーツエ」ヲ用ヒ吸引ポンプヲ以テ速ニ濾過シ其ノ濾液ヲ放冷スルトキハ褐色ノ粗製沒食子酸ヲ結晶スヘシ之ヲ分取シ更ニ熱湯ニ溶解シ炭四〇匁ヲ加ヘ再ヒ脱色法ヲ施セハ淡黄色絹絲樣ノ光澤アル結晶ヲ析出ス其ノ量八十二匁ヲ得タリ之ヲ一號品ト假稱ス而シテ右ノ結晶ヲ分取シタル濾液ハ更ニ蒸發結晶セシムルトキハ粗製沒食子酸ヲ得ヘシ其量九十匁ナリ之ヲ二號品ト表示セリ本法ニ依リ之ヲ數回ノ實驗ニ徵スルニ其成績左ノ如シ



第三回	第一表第三回ノ殘液	二〇〇	四〇	一二	計一九九
第四回	第一表第四回ノ殘液	二〇〇	四〇	一五	計一九五
第五回	第一表第四回ノ殘液	二〇〇	四〇	一〇	計一九九
平均				二號	計一九九

右表ニ示スカ如ク「タンニン酸製造後ノ殘液」ヨリ沒食子酸ヲ製スル者沸時間ハ十時間以上十五時間ヲ以テ適當シ而シテ本試驗ノ平均成績ハ一號品八五・六六二號品九一・八八合計一七七・四九ナリ而シテ精製品ハ藥用品トシテ供用シ得ラルヘキモ二號品ハ昇華法ニヨル「ピロガロール」ノ製造原料ニ供用スルヲ可トス

六 沒食子酸製造ニ要スル原料及藥品代價

本製造試驗ノ成績ニ基キ沒食子酸ノ製造ニ要スル原料及藥品ノ數量價格ヲ算スレハ左ノ如シ但シ本製造ノ規模ハ五倍子一貫五百匁ヨリ「タンニン酸製造後ノ殘液」ヲ用フルモノトシテ計上セリ

品名	數量(匁)	價格(圓)	單價(圓)	備考
原料	九八〇	無代價		
硫酸	二〇〇	〇・〇二八	〇・〇一七	硫酸二百匁ヲ水ヲ以テ稀釋シ一貫二百匁トナス
炭	四〇〇	〇・一一七	〇・三五一	
計			〇・一四五	

番號	タンニン酸(匁)	注加酸量(匁)	稀硫酸(10%)	稀硫酸(20%)	計
第一回	二六六		二〇〇	二〇〇	計一八六
第二回	二六六		二〇〇	二〇〇	計一八六
第三回	二六六		二〇〇	二〇〇	計一八六
第四回	二六六		二〇〇	二〇〇	計一八六
平均					計一八六

ニ於テハ尙右ノ價格ヲ低下シ得ヘシ

七 「タンニン酸」ヨリ沒食子酸ノ製造

右ノ外當所製造ニ係ル「タンニン酸」原料トシテ沒食子酸ノ製造ヲ試ミタリ左ニ其狀況ヲ述フヘシ「タンニン酸」二百六十六匁ヲ取り之ニ稀硫酸(其濃度注加量ハ表中ニ掲記セリ)ヲ加ヘ適當ナル容器ニ盛り前同ノ一操作ノ下ニ加熱スルコト十時間乃至二十五時間ノ後爰ニ析出シタル沒食子酸ヲ分取シ之ヲ精製ヲ試ムルニ其成績左ノ如シ

番號	加熱時間	沒食子酸得量	計
第一號	一五	八〇・〇	計一七〇
第二號	二五	九〇・〇	計一八〇
第三號	二五	九〇・〇	計一八〇
第四號	二五	九〇・〇	計一八〇
平均			計一八〇

第五回 二六六 同 一〇

一號 六・三 計一六・三  
二號 一〇・〇 計一六・三  
計 一六・三

右表ニ示スカ如ク加熱時間ハ十五六時間ヲ最モ適當シ而シテ表中一號品ハ其外觀及各種ノ試驗ニ於テ日本藥局方ノ規定ニ適合スルモノトス

八 「タンニン酸」原料トスル沒食子酸ノ製造ニ要スル原料及藥品代價

製品ニ在リテハ尙一回ノ精製ヲ爲スカ或ハ「ピロガロール」ノ製造原料ニ適用スルヲ可トス

品名	數量(匁)	價格(圓)	單價(圓)
タンニン酸	二六六	一・九七八	〇・八九二四
稀硫酸(10%)	一六〇〇	〇・〇四五三	〇・〇〇三四
計		二・〇二三四	

タンニン酸ヨリ沒食子酸ヲ製スルニ稀硫酸ヲ用フルトキハ沒食子酸平均量八十五・五匁ヲ製スルニ要スル原料及藥品代價ヲ計上スレハ金圓〇・貳錢參厘四毛トナル之ヲ沒食子酸一オンス」ノ代價ニ改算スレハ金拾七錢七厘四毛トナル而シテ此外ニ粗製品九十六・六匁ヲ得ヘキヲ以テ尙幾何カ製造費ヲ低下シ得ヘキモ之ヲ「タンニン酸」殘液ヨリ製スル方法ニ比スレハ甚ダ高價トナリ製造上ノ利益ナリ

第十四回 金屬錫製造試驗成績報告 (前回ノ續)

我邦ニ於ケル若鉛錫產出ノ狀態、探鑛法、製煉法並精製法ニ付テハ已ニ大正四年六月二十九日ノ官報ヲ以テ調査ノ概況ヲ公表セリ尋テ現今ニ至ル迄尙進テ之ヲ調査ニ從事シタルヲ以テ公表以後ノ成績ヲ左ニ記述スヘシ

一 原料

今回製造試驗ノ原料ニ供セシ鑛石ハ福岡縣田川郡採銅所村池見三ノ岳產出ノモノト水津床屋鑛山產出ノモノト二種ナリ而シテ兩鑛山

ノ鑛床ハ同一ノ性狀ヲ帶ヒ原鑛採取ノ位置モ凡ソ二百尺ノ間隔ヲ有スルニ過キス鑛質ハ輝石柘榴石方解石等ノ脈石中ニ輝若鉛錫トナリ附著シテ點存スルモノナリ之ヲ碎鑛シテ手撰ヲ行ヒ稍品位ヲ高メタルモノヲ送付シ來レリ然レトモ此手撰ノ品位ニテハ直ニ製煉原料トシテ供用シ難キニヨリ當所ハ更ニ前回報書ニ示セル探鑛ノ方法ニ因リ精鑛トナセリ即チ其ノ處理セシ鑛量及品位ハ大要左ノ如シ

第一號 池見三ノ岳鑛山產出ニ係リ原鑛三百七十二匁有シ此品位ハ百分中若鉛含有量〇・五ナリ之ヲ探鑛シテ精鑛十五匁得タリ即チ粗鑛百匁ニ付キ精鑛四匁強ノ割合ナリ精鑛ノ品位ハ若鉛八・五%銅二・一%ナリ故ニ探鑛ニヨル若鉛ノ損失量ハ三割一分ナリ

第二號 原產地ハ第一號ニ同シ原鑛二百四十八匁有シテ其品位ハ若鉛〇・七二%含有シ之ヲ探鑛スルニ十一匁六百匁トナレリ即チ原鑛百匁ニ付キ精鑛四匁六百匁ノ割合ニシテ其品位ハ若鉛一二・六三%ナリ故ニ探鑛ニヨル若鉛ノ損失量ハ一割七分ナリ

第三號 原產地ハ第一號ニ同シ原鑛一千二百匁有シテ其品位ハ若鉛一・二三%ヲ含有シ之ヨリ精鑛トナスニ三十匁得タリ即チ原鑛百匁ニ對シ精鑛二匁五百匁ヲ得タリ其



品位ハ若鉛三五%銅〇・三五%ナリ故ニ撰鑛ニヨル若鉛ノ損失量ハ二割九分弱ナリ

第四號 水津床屋鑛山産ニシテ原鑛百六十貫匁若鉛一・八%ヲ含有シ之ヲ精鑛トナスニ十二貫五百匁ニシテ原鑛百貫匁ニ對シ精鑛十四貫匁ヲ得ルノ比例トナレリ而シテ精鑛ノ品位ハ若鉛一〇・五%ナリ撰鑛ニヨル損失量ハ一割八分弱ナリ

第五號 原産地ハ第四號ニ同シ原鑛百五十八貫匁ニシテ若鉛一・一%ヲ含有シ之ヲ精鑛トナスニ七貫九百匁ヲ得タリ即チ原鑛百貫匁ニ對シ精鑛五貫匁ヲ得タリ其品位ハ若鉛一八・三%ナリ故ニ撰鑛ニヨル若鉛損失量ハ一割七分弱ナリ

### 二 製煉試驗

鑛物熔煉用ノ反射爐ハ前報ニ圖示セルモノ多少不備ノ點アリシヲ以テ更ニ全部改築ヲナシタリ然レトモ其型式大サハ大同小異ニ過キサレハ爰ニ其圖面ヲ再說スルコトヲ省略ス而シテ今回ハ當所ニ於テ臭素ヲ製出シタル苦汁殘液ヲ蒸發乾涸セシメタルモノヲ爐内ニ於テ燒灼シテ得タル不純マグネシアニ少量ノ粘土及耐火煉瓦ノ粗末ヲ配合シ之ヲ水ヲ以テ煉リ爐床ノ上面ニ叩キ固メ乾燥ノ後使用セリ

製煉試驗ノ原料トシテハ前記池見三ノ岳第一號品乃至第三號品水津第四號品第五號品ノ精鑛ヲ供シ數回ニ亘リ之カ製煉試驗ヲ施行セリ而シテ當初第一號第二號第四號ノ原鑛ニ對シテハ原鑛ヨリ凡ソ五%ノ精鑛ヲ採取シ其品位ハ若鉛約一〇%内外ノモノニ止メ製煉原料ニ供セントシタリ然レニ此程度ノ精鑛ハ溶劑其他種々ノ配合方法ヲ試ミタルモ熔融非常ニ困難ニシテ良好ノ成績ヲ得ルコト能ハサリシ是レ其母石タル輝石ヲ撰鑛ニヨリ完全ニ除去セ

ラレサルト其他少量ナレトモ重石、水鉛鑛等ノ難溶性ノ鑛物カ共存セラル、カ爲メ若鉛ノ熔融上必要條件タル低熱度即チ反射爐ノ火熱ヲ以テシテハ之ヲ熔融セシメ難キヲ知リタレハ更ニ撰鑛ニヨリ此障害物タル難溶性鑛物ヲ除去ノ目的ヲ以テ第三號第五號品ヲ嚴密ナル撰鑛ヲ施シ大ニ品位ヲ高メ精鑛トナシタルモノヲ以テ製煉ヲ行ヒタルニ其成績頗ル良好ナリ左ニ其配合比例ヲ示スヘシ

品名	數量	備考
第三號原鑛 (若鉛三五%)	三十貫匁	
第五號原鑛 (若鉛一・一%)	七貫九百匁	
曹達 灰	廿二貫八百匁	鐵石ニ對シ六割ニ相當ス
木炭 末	三貫八百匁	鐵石ニ對シ一割ニ相當ス
古 鑛	七貫五百匁	鐵石ニ對シ二割ニ相當ス
石 灰	一貫七百匁	鐵石ニ對シ四分六厘ニ相當ス
右ニ述ハタル製煉試驗ニ基キ之カ原鑛代並製煉費ヲ積算スレハ左ノ如シ		

以上ノ原鑛並熔劑ヲ充分ニ混合シ之ヲ二分シ二回ニ別チ反射爐ニ裝入セリ第一回ハ點火後六時間第二回ハ凡ソ四時間ヲ以テ熔融ヲ完了セリ此熔融ニ要セシ石炭ノ消費高ハ五百斤ナリ而シテ採取セル粗製若鉛ハ九貫五百匁(即チ七十九封度一六六)其品位ハ若鉛九三・一%鉛六・三五%銀〇・二五%ナリ即チ精鑛ヨ

金二十八圓四錢五厘 第五號原鑛代  
 金二圓二十七錢九厘 撰鑛費  
 金八圓五十二錢七厘五毛 曹達 灰  
 金三十八錢 木炭 末  
 金三錢五厘 石 灰 石  
 金二圓五十錢 工 炭  
 金一圓八十錢 費 炭  
 此外古鑛七貫五百匁ヲ使用スルモ無代價トス  
 合計金二百七十四圓九十錢一厘五毛  
 右費用ヲ以テ粗製若鉛九貫五百匁(七十九封度一六六)ヲ製出シ得ヘキカ故ニ之ヲ若鉛一封度ノ製造費ニ改算スレハ金三圓四十二錢一厘九毛トナル

鐵石百五十八貫匁  
 右鐵石一百貫匁ニ對シ粉粹ニ要スル動力、工費、篩別費、陶鑛費ヲ金一圓四十錢三厘トス  
 曹達灰二十二貫七百四十匁ノ代一封度四錢五厘(大正四年五月購入)  
 三貫八百匁(一貫匁金十錢)  
 一貫七百五十匁(十貫匁金二十錢)  
 五百斤(一萬斤ニ付五十圓)  
 人夫三人(一人金六十錢)

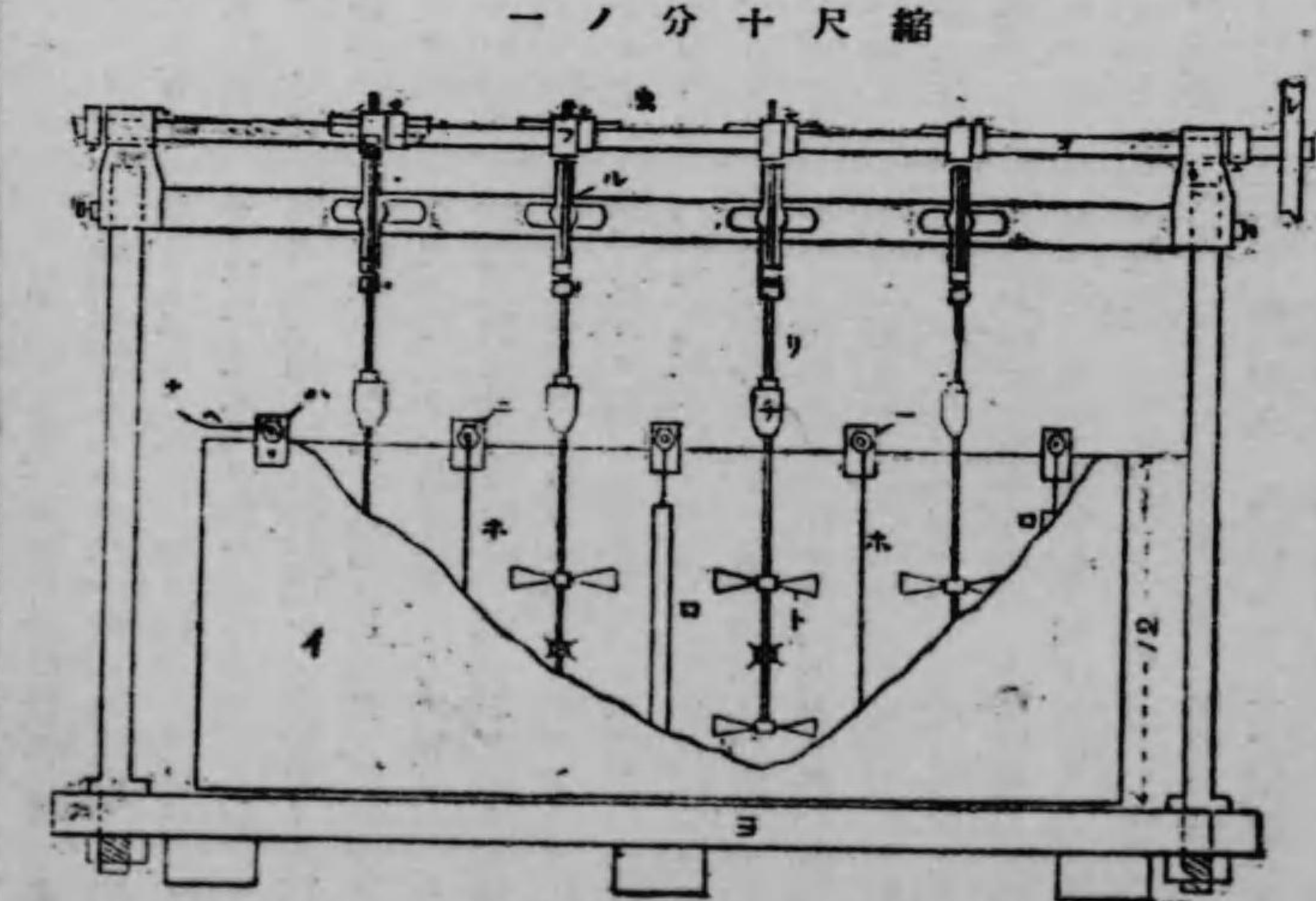
鐵製捻車ヲ有シ「ル」ナル鐵製腕金物ニヨリテ支持セラレ是ノ商車ハ「オ」ナル水平軸ヲ有スル直立セル捻車「ワ」ト啗合ヒ該水車軸ハ「カ」ナル腕金物ヲ有シ是ノ金物ハ「ヨ」ナ

### 四 粗製若鉛ノ精製

粗製若鉛ノ電解的精製法ニ付テハ前回(大正四年六月二十九日官報)ヲ以テ豫試驗ニ於ケル實驗成績ヲ公表セリ更ニ進テ規模ヲ擴大シ一回ノ操作ニテ純若鉛六乃至十封度ヲ得ラルヘキ電解槽ヲ作成セシメ其實驗ヲ遂ケタリ其成績左ニ記述スヘシ

粗製若鉛ノ精製用電解槽トシテハ圖ニ示スカ如キ「イ」ニ長方形ノ木槽ニシテ其内容ハ約九十リートル「ヲ」容ルルニ足リ内面ニハ硝子板ヲ張り「ア」ス「フ」ルト「ヲ」以テ之ヲ固著セシ

「ロ」ハ粗製金屬若鉛(若鉛九三・一%銀〇・二五%鉛六・三五%銅微量、砒素、硫黃、アンチモン、鐵各痕跡)ヲ厚サ約三分ヲ有スル方形板狀ニ鑄成セル陽極三箇ヲ「ハ」ナル眞鍮製電極支持棒ニテ槽中ニ吊シ「ニ」ナル「エ」ボナイト製絕緣體ニテ槽ト絶緣セシム「ホ」ハ陰極ニシテ長方形ノ薄キ銅板ヨリ成リ陽極間ニ懸垂シ併列ニ連結ス「ヘ」ハ電線ニシテ發電機ト連結シテ槽内ニ送電セシム「ト」ハ木製攪拌器ニシテ陰陽兩極間ニ配セラレ「チ」ナル眞鍮製「撮ミ」ニヨリテ「リ」ナル眞鍮直立ノ軸ニ連結セラ



鐵製捻車ヲ有シ「ル」ナル鐵製腕金物ニヨリテ支持セラレ是ノ商車ハ「オ」ナル水平軸ヲ有スル直立セル捻車「ワ」ト啗合ヒ該水車軸ハ「カ」ナル腕金物ヲ有シ是ノ金物ハ「ヨ」ナ



