

澱粉の存在を示す。

定量 石鹼 4~8g を精密に秤取して 60~80cc の N/2 酒精カリと共に還流冷却器を附して煮沸し、熱時濾過する。残留物は熱酒精で濾液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗滌した後、濾紙と共にフラスコに入れ、6%苛性カリ液 60cc と共に屢々振盪しつゝ約 30 分間湯浴上で熱する。冷却後醋酸で微酸性とし(リトマス試験紙)、100cc の目盛フラスコに入れて標線に達するまで水を加へ、よく振盪した後綿で数回濾過し、濾液が僅かに乳濁した程度に至らせ、これからピペットで 50cc を採取し、よく攪拌しながら醋酸 2~3 滴と酒精 30~60cc とを加へる。沈降した澱粉は乾燥秤量した濾紙で濾過し、50%酒精で洗滌し、濾液を蒸發しても、残渣を生じなくなれば無水酒精、次いでエーテルで洗滌し、100~105°C で恒量を得るまで乾燥する。

$$\text{澱粉}\% = (\text{残留物の g 数}) \times 100 / \text{試料の g 数}$$

石鹼中に水ガラスが存在する時は澱粉に多少の珪酸ナトリウムが混在することがあるから残留物を灰化し、灰分量を減じて澱粉の量とする。

(27) 揮發性油 石鹼中に存在する揮發性油はベンゾール、ベンジン、鹽化炭化水素、テトラリン等である。石鹼 30~40g を精密に秤取して 150cc の水に加温して溶解し、稀硫酸を加へて弱酸性とした後軽石を加へて蒸溜し、必要ならば水蒸氣蒸溜を行ふ。溜出分は目盛ある分液漏斗に取り、水不溶性油分の容量を測定し、試料 100g に對する cc 数を以て示す。

III. グリセリン

グリセリンは通常油脂の高壓蒸氣による加水分解によつて得たグリセリン水又は石鹼廢液を原料にして製造する。これらの原料を濃縮して比重 1.24 (ボーム 28°) 位にしたものを粗製グリセリンといひ、これを活性炭、骨炭等で精製したものを工業用グリセリンといふ。粗製グリセリンを蒸溜して精製したものをダイナマイトグリセリンと稱し、2 回以上蒸溜して活性炭等で精製し水以外の不純物を含有しないものを化學的純グリセリンと稱する。

粗製乃至工業用グリセリンの試験法は次の通りである。

(1) 遊離苛性アルカリ 試料 20g を内容 100cc の目盛フラスコに秤取し、煮沸した蒸溜水 50cc で稀釋し、これに過剰の中性鹽化バリウム溶液を加へ、なほ 1cc のフェノールフタレイン液を注加し、標線に達するまで稀釋してよ

く振盪し、次に靜置して沈澱を沈降させ、上澄液 50cc を採り出して N/10 鹽酸で滴定しアルカリの量を Na_2O として算出する。

(2) 灰分及びアルカリ總量 試料 2~5g を白金皿に秤取し徐々に熱して炭化させ、次に熱湯で抽出して濾過する。残渣は洗滌し、残渣と濾紙とは白金皿で灰化し、これに以上の濾液と洗液とを加へ湯浴上で蒸發し、注意して少時間灼熱し、冷却後秤量してその量より濾紙の灰分を減じて灰分の量とする。次にこの灰分を蒸溜水に溶解しメチルオレンジを指示薬として常温で N/10 鹽酸を用ひアルカリ總量を滴定する。

(3) 炭酸鹽として存在するアルカリ 試料 10g を蒸溜水 50cc で稀釋した後アルカリ總量を中和するに充分な N 鹽酸を加へ、還流冷却器を附して 15~20 分間煮沸し、炭酸ガスを含まない蒸溜水を以て冷却器の内壁を洗ひ入れ、フェノールフタレインを指示薬として N 苛性ソーダ液で逆滴定して試料中の Na_2O の % を求め、この値から遊離苛性アルカリ (Na_2O) % を減じ、その値を以て炭酸鹽として存在する Na_2O の % とする。

(4) 有機酸と化合せるアルカリ アルカリ總量 Na_2O % から遊離苛性アルカリ Na_2O % と炭酸アルカリ Na_2O % の和を減じた差が有機酸と化合せるアルカリ Na_2O の % である。

(5) 酸分 試料が酸性の時は 10g の試料を採つて炭酸ガスを含まない蒸溜水 50cc で稀釋し、フェノールフタレインを指示薬として N 苛性ソーダ液で滴定し、酸分の量を試料 100g を中和するに要する Na_2O の % として表す。

(b) 水分 2~3g の石綿(酸で精製し水洗後乾燥したもの)を内容約 15cc の小ガラス皿に秤取し、濃硫酸を入れた真空デシケーター中に入れ 1~2mm Hg の減壓下に放置して恒量を得るに至ればこれに 1~1.5g の試料を注意して滴下し、再び該デシケーター中に入れ減壓下に恒量を得るまで放置する。普通 15°C 位で 48 時間後には恒量となる。デシケーター中の濃硫酸は時々新鮮なものと取換へるを要する。

(7) 純グリセリンの定量 アセチン法か酸化法が用ひられる。

(a) アセチン法 試料 1.25~1.5g を精密に秤取し 3g の新に熔融した醋酸ナトリウムと 7.5cc の無水醋酸とを加へ、還流冷却器を附して 1 時間微沸させ、少しく冷却して炭酸ガスを含まない約 80°C の温蒸溜水 50cc を加へ生成したトリアセチンを溶解し、還流冷却器を附したまゝ冷却させる。次に冷却

器の上部から炭酸ガスを含まない蒸留水を流してその内壁を洗ひ、冷却器を取り去つて内容物を濾過し、炭酸ガスを含まない蒸留水で洗滌し、フェノールフタレイン液 2cc を加へた後略 N 苛性ソーダ液を加へて液が微紅色を呈するに至らしめる。この中和は最も注意して行ふを要する。次にピュレットより精密に標定した N 苛性ソーダ液を精密に 50cc 加へ、還流冷却器 (又は長いガラス管) を附し 15 分間煮沸させ、迅速に冷却して N 鹽酸 (又は硫酸) で苛性ソーダ規定液の過剰を滴定してトリアセチンの鹼化に消費された N 苛性ソーダの cc 数を求め、グリセロールの % を算出する。この際 N 苛性ソーダの 1cc は 0.03069g のグリセリンに相當する。

(b) 酸化法 試料 20g を精密に秤取して 250cc に稀釋し、その 25cc を採り炭酸銀 (0.5% の硫酸銀液 140cc に約 4.9cc の N 炭酸ナトリウム液を加へ沈澱を傾瀉し更に一回傾瀉法で洗滌したもの) を加へ、時々振盪しつゝ 10 分間放置した後約 5cc の鹽基性醋酸鉛 (10% 醋酸鉛溶液に一酸化鉛の過剰を加へ 1 時間煮沸して濾過したもの) を加へて 2~3 分間経過させた後蒸留水で正確に 100cc とし、更に沈澱の容積に對する補正として 0.15cc の水を追加する。次に能く混和し濾過し、濾液に少量の鹽基性醋酸鉛を加へ沈澱を生じないことを確める。若し沈澱を生ずれば前記の稀釋グリセリン 25cc に對し鹽基性醋酸鉛溶液 6cc を加へる。透明な濾液 25cc をビーカーに採り 12 滴の硫酸 (1:4) を加へて過剰の鉛を沈澱させ 3.7282g の粉末重クロム酸カリを 25cc の水と共に加へる。次に 50% 硫酸 50cc を加へて湯浴上で 2 時間加熱し、冷却後これに硫酸鐵アンモニウムを僅に過剰となるまで一定量入れ (液の 1 滴を採り赤血鹽で青色を呈するまで) 過剰の硫酸鐵アンモニウムを赤血鹽の 0.1% 液を指示薬として重クロム酸カリの規定液で滴定し、これよりグリセリンの酸化に消費された重クロム酸カリの量を求め、次の割合でグリセリンの量に換算する。

$$1g \text{ 重クロム酸カリ} = 0.13411g \text{ グリセリン}$$

硫酸鐵アンモニウムの重クロム酸カリに對する當量は 3.7282g の重クロム酸カリウムを水 50cc に溶解しこれに 50% 硫酸 50cc を加へ、この中に一定量過剰の硫酸鐵アンモニウムを加へ重クロム酸規定液で逆滴定して定めて置く。猶ほ石鹼中のグリセリン定量法を参照され度。

IV. 硬化油

硬化油は魚油、鯨油、肝油、植物油等に還元ニッケルを觸媒に使用して水素添加して製造したもので、その試験法は一般油脂の試験法と同一である。必要に應じ色、臭氣、味、全脂肪量、融點、凝固點、酸價、鹼化價、沃素價、グリセリン含量、不鹼化物等を檢する。特殊試験としては食用油脂に供する場合ニッケルの含有量を檢する。

試料 200g をフラスコに採り 12.5% 鹽酸 100cc と共に少量の鹽素酸カリを加へて湯浴上で 1 時間加熱振盪し、冷却後溶液の一部、例へば 90cc を採つて蒸發し、アンモニア水を加へて後チメチルグリオキシムの 1% 酒精溶液を加へる。ニッケルが存在すれば紅色沈澱を生ずるからこれを濾別洗滌し、乾燥して秤量し、沈澱量に 0.225 を乗じてニッケルの量とする。

V. 脂肪酸

A. 固體脂肪酸及び蠟燭原料 固體脂肪酸は工業用ステアリン酸、俗にステアリン或はステ蠟といひ、主に油脂分解法によつて製造される。主な用途は蠟燭及び石鹼の製造である。物理的試験としては比重、融點等を檢し、蠟燭原料としては化學的試験として中性脂肪、不鹼化物、灰分等を檢する。

(1) 中性脂肪 定性 熔融した試料約 2cc を試験管に採り、無水酒精 6cc を加へて加温して透明に溶解しなければ中性脂肪が相當多量に存在するを示す。

定量 試料 20~50g を採り、油脂のグリセリン含有量測定法 (第 313 頁) によりグリセリンを定量し、これに 10 を乗じて中性脂肪の概量とする。

(2) 不鹼化物 蠟燭原料としてのステアリン中に存在するものはパラフィン、ステロール、蠟アルコール等である。試料を少量に採り N/2 酒精カリ液少量と加温すれば、不鹼化物が存在しない時は透明液となり少量の熱湯を加へるも混濁を生じない。定量法は油脂中の不鹼化物の定量法による (第 311 頁を見よ)。

(3) 灰分 油脂の灰分の項を見よ。

B. 液體脂肪酸 液體脂肪酸は工業用オレイン酸、俗にオレインといひ、混合脂肪酸から壓搾法により固體酸を分離して製する。主に石鹼、紡毛油、製

革等に用途がある。中性脂肪は試料の鹼化價と酸價との差(エステル價)によつて概量を知り得る。但しこの差はラクトンに基くこともある故正確には固體酸の場合と同様グリセリン含量を測定するを要する。必要により以上の外に沃素價、ロタン價(油脂の項を見よ)等を検する。沃素價とロタン價との間に差がある時はリノレン酸等の高不飽和度の酸の存在を示す。

VI. 硫酸化油(ロート油)

硫酸化油は脂肪油に濃硫酸又はクロルスルホン酸を作用させアンモニア又は苛性ソーダの適量を加へたもので、染色製革工業等に用ひられる。少量の水と完全に混和し10倍量の水と完全な乳状態を作るを要する。

(1) 脂肪質總量 試料4gを採り石鹼中の有機結合硫酸定量法に準じ(第324頁)で處理し、エーテル抽出液よりエーテルを驅除して抽出物を1~2分間直火の下に乾燥し更に105°Cで30分間乾燥して秤量する。

(2) 中性脂肪 試料30gを蒸溜水50cc、アンモニア水20cc、グリセリン30ccに溶解して2~3回100ccのエーテルで振盪し、エーテル抽出液を水洗し蒸溜してエーテルを除去し、100°Cで乾燥して抽出物量を秤量する。

(3) 無機硫酸鹽及びスルホン化脂肪酸 石鹼の無機及び有機結合硫酸の定量法参照。

(4) アルカリ及びアンモニア 試料10gをエーテルに溶解し毎回5ccの硫酸(1:6)を使用し4回振盪して酸液を合し、苛性ソーダを加へてアルカリ性とし、溜出液に就てアンモニアの含有量をメチルオレンジを指示薬としN/10酸で滴定して定量する。アルカリ鹽類の定量は前記の硫酸浸出液の一部を白金皿中に採つて蒸發し軽く灼熱して秤量し、 Na_2O 又は K_2O として算出する。

VII. ファクチス

ファクチスはゴム代用品、サブスチチュート、サブ等と稱せられ、ゴム配合剤の一種である。油脂に稍高温で硫黄を作用させて製したものは黒褐色で褐色ファクチスといひ、常温で鹽化硫黄を作用させて製したものは白色で白色ファクチスといふ。何れも弾力性の固體で壓搾すれば粉碎する。優良品は1%以上の遊離硫黄、3%以上の灰分を含有しない。

(1) 灰分 常法により白金皿上で灰化して測定する。

(2) 遊離硫黄及びアセトン可溶性脂肪質 試料3~5gを粉碎しアセトンを用ひソックスレー抽出器で5時間浸出し、可溶性部分を蒸發乾潤し再び20ccのアセトンに溶解する時は硫黄の大部分は殘留するから濾過し、アセトン5cc宛で4回洗滌し、殘留した硫黄を二硫化炭素15ccで溶かして蒸發後殘渣を秤量し遊離硫黄の概量とする。アセトン溶液を蒸發すれば硫黄と化合しない脂肪質の量を得る。

(3) 硫黄總量 試料1.5~2gを湯浴上で熱しつゝある濃硝酸20cc中に注意して加へ、水飴状となるまで加熱蒸發してこれに約2gの醋酸ナトリウムを加へて乾潤し、次に炭化し、これに硝石を加へて酸化しつゝ加熱し遂に硝石を熔融させる。これを水に溶かし鹽酸で酸性とし鹽化バリウムを加へて硫酸バリウムを洗滌させ、それを秤量して常法により硫黄量を算出する。

VIII. 油脂及び蠟の性質表

I. 物理的性質

名 稱	比重($\frac{15^\circ}{4^\circ}$)	屈折率(n_D^{20})	凝固點(°C)
a) 植物乾性油			
亞麻仁油	0.931~0.940	1.478~1.483	-18~-27
荏油	0.933~0.937	1.480~1.484	-4~-5
桐油	0.930~0.940	1.503~1.522	-17~-21
麻實油	0.926~0.931	1.477~1.479	-15~-28
樺油	0.923~0.925	1.475~1.477	-20以下
胡桃油	0.925~0.927	1.481	-15~-28
大豆油	0.924~0.929	1.474~1.476	-8~-16
罌粟油	0.924~0.927	1.473~1.476	-16~-18
向日葵油	0.924~0.927	1.472~1.476	-16~-19
b) 植物半乾性油			
棉實油	0.922~0.928	1.472~1.477	-1~-6
玉蜀黍油	0.922~0.926	1.475~1.477	-10~-15
胡麻油	0.921~0.924	1.470~1.473	-4~-6

名 稱	比重($\frac{15^\circ}{4^\circ}$)	屈折率(n_D^{20})	凝固點(°C)
菜 種 油	0.913~0.918	1.472~1.475	0~-10
糠 油	0.923~0.927	1.474	-5~-10
c) 植物不乾性油			
落 花 生 油	0.916~0.920	1.467~1.470	0~3
オ リ - プ 油	0.914~0.919	1.467~1.471	0~6
椿 油	0.915~0.917	1.468~1.469	-15~-21
茶 油	0.917~0.920	1.470	-5~-12
ヒ マ シ 油	0.957~0.970	1.478~1.479	-10~-17
醬 油	0.894~0.900	1.463~1.465	-5~-13
d) 植 物 脂			
パ - ム 核 油	0.941~0.955	1.449~1.452*	19~28
椰 子 油	0.925~0.938	1.447~1.450	14~25
木 蠟	0.970~0.980	—	45~51
e) 海産動物油脂			
鰵 油	0.931~0.935	1.480~1.481	—
鯨 油	0.914~0.926	1.472~1.475	—
鱈 肝 油	0.923~0.929	1.477~1.480	0 以下
鯨 油	0.917~0.926	1.470~1.477	—
f) 陸産動物油脂			
蝸 油	0.928	1.470~1.475	0
牛 脂	0.943~0.952	1.454~1.459*	30~38
羊 脂	0.937~0.953	1.455~1.459*	32~45
豚 脂	0.931~0.938	1.457~1.461*	22~32
牛 酪 脂	0.936~0.946	1.452~1.457*	15~26
g) 蠟			
抹 香 鯨 油	0.875~0.884	—	—
カ ル ナ ウ バ 蠟	約 1.0	—	83~90**
蠟	0.958~0.973	—	62~65**
鯨 蠟	0.945~0.960	—	41~46**
蟲 白 蠟	0.926~0.970	—	80~85**
羊 毛 脂	0.941~0.970	1.478~1.482	31~42**

* 40°C に於ける屈折率 ** 融 點

II. 化學的特數

名 稱	鹼 化 價	沃 素 價	ライヘルト=マイスル價
a) 植物乾性油			
亞 麻 仁 油	187~195	168~176	0
荏 油	187~197	190~206	—
桐 油	189~197	148~171	—
麻 實 油	190~193	157~166	—
樺 油	187~189	133~142	—
胡 桃 油	186~198	142~152	0
大 豆 油	190~194	125~140	—
罌 粟 油	189~198	133~143	0
向 日 葵 油	188~194	124~135	—
b) 植物半乾性油			
棉 實 油	191~198	101~117	0.4~1
玉 蜀 黍 油	191~194	115~130	0.3~2.5
胡 麻 油	187~193	103~112	1.2
菜 種 油	171~179	97~107	0.2~0.4
糠 油	180~193	91~107	—
c) 植物不乾性油			
落 花 生 油	189~197	85~99	0.5~1.6
オ リ - プ 油	189~193	80~83	0.3~0.6
椿 油	189~193	80~82	—
茶 油	188~196	80~91	—
蓖 麻 子 油	176~183	82~89	1.1~2.8
醬 油	183~184	128~138	—
d) 植 物 脂			
パ - ム 核 油	241~255	13~16	5~7
椰 子 油	253~258	8~10	5.5~9.0
木 蠟	205~219	4~14	—
e) 海産動物油脂			

名	稱	鹼化價	沃素價	ライヘルト=マイスル價
鯊	油	194~196	180~187	—
鯨	油	185~191	103~124	—
鱈	肝油	181~189	145~165	0.2~2.1
鯨	油	188~195	92~157	0.7~2.4
f) 陸産動物油脂				
蝸	油	190~194	124~142	3.38
牛	脂	190~200	32~47	0.25~0.5
羊	脂	192~198	31~47	—
豚	脂	193~200	46~66	0.3~1.0
牛	酪脂	218~235	25~47	26~33
g) 蠟				
抹香	鯨油	120~147	81~87	—
カルナウバ	蠟	79~87	8~14	—
蜜	蠟	90~103	7~11	—
鯨	蠟	118~135	3~5	—
蟲	白蠟	78~93	1~3	—
羊	毛脂	82~130	15~29	—

第 11 編 精 油

(通し番號第[68]節)

精油は芳香油、揮發油等とも稱せられ、植物の花、蕾、果皮、枝、葉、幹、樹脂等より蒸氣蒸溜、壓搾、浸出等によつて採取する。多くはテルペン系化合物より成り、主に香料、醫藥等の製造に用ひられる。物理的試験法としては比重、屈折率、旋光度、融點、凝固點、沸點並に蒸溜試験、90%、80%、70%、60%等の酒精に對する溶解度を測定する。香料原料として最も重要な性質の香に就ては適當な測定法がないから、直接に嗅いで經驗によつて判斷する外はない。精油の試験法に關する主な参考書は次の通りである。

平尾子之吉 日本精油化學

共立社實驗化學講座 14、應用化學篇 VI

Gildemeister und Hoffmann, Die Ätherischen Öle. Bd. I.

Parry, E. J. The Chemistry of Essential Oils and Artificial Perfumes.

1. エステルの定量

エステルは精油中に比較的廣く存在する。殊にラベンダー油、ベルガモット油、冬緑油等はその主成分がエステルであるから、これらの精油ではエステルの定量が特に重要である。精油中のエステルの定量はエステル價を測定して行ふ。

酸價の測定法 試料 5~10g をフラスコ中に精密に秤取し、中性酒精の適量を加へて溶解し、フェノールフタレインを指示薬として 0.1N 苛性カリで滴定する。

$$\text{酸價} = 5.61 \times (0.1 \text{ N KOH の cc 數}) / \text{試料の g 數}$$

鹼化價の測定法 試料 2~5g を内容 150~250cc の圓錐フラスコ中に精密に秤取し、約 N/2 酒精カリ液を 250cc (又は 50cc) 加へ、還流冷却器を附して湯浴上に 1 時間微沸する程度に加熱する。これと同時に同條件で空試験を行ふ。

鹼化が完了した時はフラスコを冷却し、水を加へて稀釋した後フェノールフタレインを指示薬として N/2 硫酸 (又は鹽酸) を用ひて滴定する。本試験に要した N/2 硫酸の cc 數と空試験に要した N/2 硫酸の cc 數との差を a cc

とすれば、鹼化價は次式で算出される。

$$\text{鹼化價} = 28.05 \times a / \text{試料の g 数}$$

エステル價の算出 エステル價は鹼化價と酸價の差である。

$$\text{エステル價} = \text{鹼化價} - \text{酸價}$$

エステル含有率の算出 エステル價 (E) よりエステル含有率を算出するには次式による。

$$\text{エステル \%} = E \times M / 561$$

M はエステルの分子量で、ラベンダー油、ベルガモット油、リナロール油、松葉油等では 196 ($C_{10}H_{18}CO_2CH_3$)、薄荷油では 198 ($C_{10}H_{18}CO_2CH_3$)、ゲラニウム油では 236 ($C_{10}H_{17}CO_2C_4H_9$)、白檀油では 262 ($C_{15}H_{26}CO_2CH_3$) とする。尚ほエステルの代りにアルコール%として算出するには M の代りにアルコールの分子量を使用すればよい。

以上のエステルの定量法はアルデヒドを含む精油には適用し得ない。またフェノール類を含むものは、測定前に試料を 3~5% 苛性カリ液と共に振盪して後アルカリが残存しなくなるまで水洗して置く。

2. アルコールの定量

アルコール類は精油の重要成分として広く存在し、通常アセチル化法によつて定量する。

アセチル價の測定法 試料油 10cc と無水醋酸 20cc を混じ、新に熔融した無水醋酸ナトリウム 2g を加へて内容約 200cc の長頸丸底フラスコに入れ、ガラス管を附して 2 時間微沸する程度に加熱する。冷却した後水 50cc を加へ、湯浴中で充分振盪しつゝ約 15 分間加熱して過剰の無水醋酸を分解し、冷却後分液漏斗に移し、下層の酸液を棄て、次の順序で洗滌する。(1) 飽和食鹽水 50cc, (2) 水 50cc に炭酸ナトリウム 1g を溶解した溶液, (3) 飽和食鹽水 50cc, (4) 水 20cc。(1)(2)(3) の洗滌の時はなるべく強く振盪し, (4) の時は靜かに動搖させる程度に止める。洗滌が適當であれば (2) の時の水溶液層は微弱なアルカリ性反應を呈する。洗滌を終れば水をなるべく完全に去り、無水芒硝 3g を加へて 15 分間振盪して脱水し、10g の二硫化炭素に試料 1cc を加へて混濁を生じない程度に至らしめる。次に乾燥濾紙で濾過する。

以上によつて得たアセチル化油 2g を硬質ガラス製フラスコ中に精秤し、先づ遊離酸を中和するために 2cc の蒸溜水を加へ、フェノールフタレイン指示

薬 1cc を加へて 0.1N 苛性カリで中和する。この中に N/2 酒精カリ液 25cc (又は 50cc) を加へ、還流冷却器を附して湯浴上に 1 時間加熱し、急速に冷却した後 20cc の蒸溜水を加へフェノールフタレインを指示薬として N/2 硫酸を用ひて滴定する。これと同時に空試験を行ひ、兩者の所要 N/2 硫酸の cc 数の差を a cc とすれば、アセチル價は次式によつて求められる。

$$\text{アセチル價} = 5.61 \times a / \text{アセチル化油試料の g 数}$$

精油中のアルコール含有率の算出 アセチル價はアセチル化油に対する價であるから、アセチル化前の試料精油中に存在するアルコール%を算出するには、アセチル化による重量増加を補正して次式により算出する。但しこの際は原試料中にエステルを含有しないものに限る。

$$\text{アルコール \%} = 7.7 \times A / (28 - 0.021 \times A) \quad (C_{10}H_{18}O \text{ の場合})$$

$$\text{アルコール \%} = 7.8 \times A / (28 - 0.021 \times A) \quad (C_{10}H_{20}O \text{ の場合})$$

上式の A はアセチル價である。

エステルとアルコールとが共存する時の各々の算出 精油中にはアルコールが遊離状態並にエステルとして共存する場合が多い。この際はエステルが全部醋酸エステルであると假定し、次式によつて各々のを算出する。

$$\text{遊離アルコール \%} = G \times (1 - E_1/E_2) = F$$

$$\text{結合アルコール \%} = E \times M / 561 = C$$

$$\text{アルコール總量 \%} = F + C$$

但し G = 試料中にエステルが存在しないものとして前記によつて求めたアルコール%

E_1 = 試料中のエステルを醋酸エステルとして算出した%又はエステル價 (第 1 項)

E_2 = アセチル化油の總エステル%又はエステル價

E = 試料のエステル價 ; M = アルコールの分子量

アルコールの中でリナロール、テルピネオール等の第三級アルコールはエステル化が困難で、エステル生成率が 85% 位である。試料を 5~20 倍のキシロールで稀釋し無水醋酸と共に 5~7 時間熱すれば稍好結果が得られる。

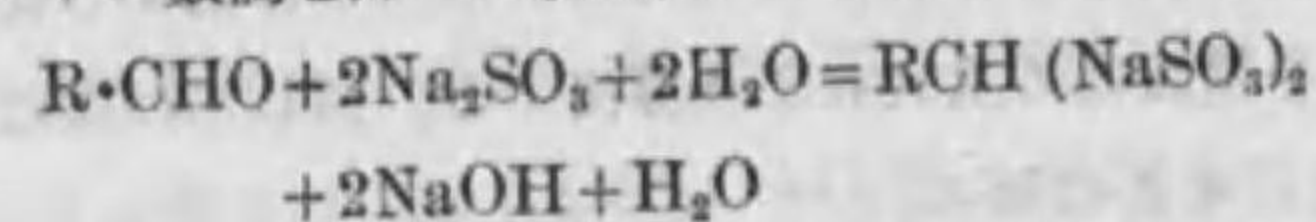
3. アルデヒド及びケトンの定量

アルデヒド及びケトンの定量法には總ての場合に好結果を與へる良法がないから、精油の種類に応じて適當な方法を採用するより外ない。茲には亞硫酸

ソーダ法、ヒドロオキシルアミン法、フェニルヒドラジン法に關し代表的な例に就て記載する。

(A) **亜硫酸ソーダ法** 亜硫酸ソーダ法には酸性亜硫酸鹽を用ひる方法と中性鹽を用ひる方法とあるが、後者の方が利點が多い。

内容 200cc の圓の如きカシアフラスコに試料油 5cc と中性亜硫酸ナトリウムの結晶を溶解して調製した新鮮な飽和溶液 (約40%) の適量とを入れ、フェノールタレイン數滴を加へて振盪し湯浴上で加温する。



上記の反應によりアルデヒド 1 分子は 2 分子の苛性ソーダを遊離させるから時々稀醋酸 (5:5) を注加して中和し湯浴上で加温を繼續し、フェノールタレインが赤變しなくなれば反應が完結したものと加温を中止し、水を加へて油を目盛あるフラスコ頸部に集め室温に冷却して容積の減少を読む。

本法はカシア油、桂皮油、レモングラス油、苦扁桃油等の中に存在するアルデヒド類の定量に適するが、シトロネラル (シトロネラ油)、メントン (薄荷油)、樟腦 (樟腦油及び芳油) 等は中性亜硫酸ナトリウムと反應しないから用ひ得ない。

尙ほ酸性亜硫酸法では 30% 酸性亜硫酸ナトリウム液を用ひ、大體前記と同様に操作する。

(B) **ヒドロオキシルアミン法** シトロネラ油中のシトロネラルの定量に就て述べれば次の通りである。先づ試薬として次のものを用意する。

指示薬 チメチルエローの 0.2% 酒精溶液

N/2 酒精カリ 苛性カリを 60% (容量) 酒精に溶解して調製し、チメチルエロー (又はメチルオレンジ) を試示薬として、酸液中にアルカリを注入する方法により N/2 鹽酸を用ひて標定する。完全に黄色となる點を滴定終點とする。

N 鹽酸ヒドロオキシルアミン液 6.95g の純鹽酸ヒドロオキシルアミンを 60% (容量) 酒精 955cc に溶解し、指示薬 10 滴を加へ酒精カリを用ひて完全に



黄色を呈するまで滴定し、60% 酒精を注加して 100cc とする。

操作法は長さ 15cm、徑 22mm の有栓試験管に試料約 2g (シトロネラル約 0.8g に相當する量) を精密に秤取し、0°C 以下に冷却して N 鹽酸ヒドロオキシルアミン液 7cc と指示薬 1 滴を加へて振盪し、N/2 酒精カリを滴下して遊離酸が生ずれば直ちに中和し反應液が橙色以上に赤變しないやう特に注意する (シトロネラルの異性化を防止するため)。大體反應が完結して遊離酸の生成が著しくなくなれば室温に約 1 時間放置して指示薬を赤變させ、N/2 酒精カリで滴定を繼續して滴定終點を求め、次式によつて試料中のシトロネラル含有率を算出する。

$$\text{シトロネラル}\% = 7.7 \times [1.008 \times \text{N/2 酒精カリの cc 數}] / \text{試料の g 數}$$

1.008 はヒドロオキシルアミンの pH と指示薬による滴定終點に於ける pH との差に對する補正である。

この方法はレモン油中のシトラールの定量にも適用し得る。但しこの際は試料を 10g、鹽酸ヒドロオキシアミンは N/2 溶液を使用し、常温で操作する方がよい。計算式では係數 7.7 の代りに 7.6 を用ひる。

この方法を薄荷油中のメントン或はカルム油中のカルヴェンの定量に適用する際には、試料を 3g (薄荷油) 又は 1.5g (カルム油及びスピアミント油) 採取し、反應物を 75~80°C の湯浴中に 5 分間浸して取り出し、遊離し來る酸を N 酒精カリで中和して滴定を行ふ。加熱時間が總計 40 分に達すれば反應が完結したものと見てよい。N 酒精カリを使用した際にはメントンの算出式に係數 15.4 を用ひ、カルヴェンの算出式に係數 15.0 を用ひる。

(C) **フェニルヒドラジン法** この測定法はシトラール、シトロネラル、ベンズアルデヒド、クミンアルデヒド、メチルノニルケトン等の定量に好結果を與へる。

試料油 2g をガラス栓を有する内容約 50cc のフラスコ中に秤取し、新しく調製した 2% フェニルヒドラジン酒精溶液 10cc を加へ 1 時間静置する。これに 0.1N 鹽酸 20cc を加へ靜に動搖して混合し、次にベンゾール 10cc を注入して強く振盪し、混合物を分液漏斗に移し暫時静置して油層を完全に分離し、下層の酸液を小濾紙を用ひて濾過する。

濾液 20cc を採りエチルオレンジ液 (0.2% 水溶液) 10 滴を加へ、0.1N 苛性カリを用ひて液が明瞭に黄色を呈するに至るまで滴定し、その結果を濾液

に対する値に換算するため所得の cc 数に 1.5 を乗ずる。この値を bcc とする。次に以上と同一操作により空試験を行ひ、濾液 30cc に対する値を求めて a cc とする。然るときは a-b は反応したフェニルヒドラジンに相當する 0.1N 苛性カリの cc 数である。因つて試料中のアルデヒド又はケトンの % を次式を用ひて算出する。

$$\text{アルデヒド又はケトン \%} = f \times (a-b) / \text{試料の g 数}$$

f は測定するアルデヒド又はケトンの分子量に相當する係数で、シトラールは 1.52, シトロネラールは 1.54, ベンズアルデヒドは 1.06, タミンアルデヒドは 1.48, メチルフェニルケトンは 1.70 とする。

4. フェノールの定量

精油中に存在するフェノールの主なものはチモール及びカルヴァクロール (チミアン油, アジョワン油), オイゲノール (丁子油, ビメント油, ペー葉油, 桂葉油) 等である。

アルデヒドの定量に使用するカシアフラスコ (第 3 項参照) に似た内容 150 cc の長頸フラスコで頸の長さ 15 cm 以上, 0.1cc 毎に 10cc まで目盛の施してあるフラスコを用意し, 使用前に濃硫酸次いで水を用ひて充分洗滌して置く。このフラスコに 5% 苛性カリ液 80cc と試料油 (透明なるを要し, 必要によつては蒸溜して使用する) 10cc を入れ, 室温に於て 5 分間毎に振盪しつつ 30 分間放置する。次にこの中に前記苛性カリ液を徐々に注加し, アルカリ液に吸収されなかつた油をフラスコの頸の目盛ある部分に集め, フラスコを回轉してアルカリ液中に浮遊する油滴を全部頸部に上昇させ, 24 時間そのまま静置し, 油の cc 数を常法によりメニスカスの底部に就て讀み, その cc 数を 10cc より減じ, その値を 10 倍すれば含有フェノールの % を得る。

油とアルカリ液との境界に乳狀物が生ずればその中間をとつてメニスカスの底點とする。また油がアルカリ液中で乳狀體となり 24 時間静置した後も消失しなければ最初振盪する前に 2cc のキシロール (137~142°C に溜出し, 5% 苛性カリ液に吸収される不純物を含まないもの) を加へ, 前記の如く操作して残油量より 2cc を減じて眞の残油量とする。尙ほ 5% 苛性カリ液は苛性カリ 5g を水 100cc に溶解して製し, 完全に透明なるを要する。

本法をペー葉油に適用する際には油とアルカリ液との境界に第三層を生ずることがあるが, これは残油として測定する。丁子油中にはアセトオイゲノール

が存在するが, これはアルカリに吸収されるからオイゲノールとして測定される。

5. シネオールの定量

シネオールはユーカリブトール或はカユブトールとも稱せられ, ユーカリ油, カヤブテ油, 樟腦油, スビカ油, ラベンダー油等の中に存在するエーテル性化合物である。このものゝ定量にはレゾルチン法とオルトクレゾール法が多く用ひられるが, 茲には操作の簡単なレゾルチン法に就て記載する。

試料油 10cc を内容 100cc のカシアフラスコに入れ, 50% レゾルチン水溶液を全内容物がフラスコ容積の約 1/2 に達するまで注加し, 5 分間強く振盪してシネオールのレゾルチン溶液への吸収を促す。次にフラスコを靜に動搖又は回轉して残油を全部目盛ある頸部に集め, 數時間静置してレゾルチン溶液層が透明になつた時油の cc 数を讀み, 吸収されたシネオールの cc 数を知る。この値を 10 倍すれば試料油中のシネオールの % を得る。

以上の操作中, 若し試料油のシネオール含有量が過大な時は液中よりシネオール・レゾルチン複合物が晶出するから, この際は試料油を一定量のテレピン油で稀釋して置いて測定を反復する。

試料油がシネオールの外にアルコール, アルデヒド等を含む時は, これらがレゾルチン溶液に溶け結果が高く出る。これを防ぐには試料油 100cc を豫め蒸溜して 170~190°C の溜分を集め, これに就て前記の如く操作する。但しカヤブテ油の如くシネオール以外の酸素化合物が大部分アルコール類である際は, 豫めアルコールの含有量を定量して置き, 所得のシネオール量からこの値を減じてシネオールの眞の含有量を求めてもよい。

精油の化學的試験法としては, 以上の外にメトオキシ基 (又はメチル價) の定量, 人造香料の混合したものに就ては鹽素の檢出並に定量を行ふことがある。

第12編 ゴム

(通し番號第[69]節)

ゴムに関してはラテックス、生ゴム、加硫ゴム、再生ゴム及び促進剤の化學的分析法に就て日本護謨協會のゴム工業ポケットブックに記載された方法に準據して記載する。抗張試験、彈性試験、磨耗試験その他の機械的試験並に物理的試験は實用上には化學分析に劣らず重要であるが、紙面の關係上省略した。この方面の必要な人は下記の参考書を見られんことを望む。

日本護謨協會 ゴム工業ポケットブック

Bedin, M. J. Analyse des Kautschuks.

Caspari, W. A. India-rubber Laboratory Practise.

The Bureau of Standards. The Testing of Rubber Goods.

Tuttle, J. B. The Analysis of Rubber

I. ラテックス

ラテックスは主に東洋熱帯地方で栽培されるヘヴィア・ブラジリエンシス (*Hevea brasiliensis*) を切付して採取した乳液で、ゴム分 20~45%、蛋白質 1~2%、樹脂質 1~2%、糖類 0.3~0.5%、灰分 0.25~0.7% を含む。市販品には凝固を防止するため通常 2~5% のアンモニアが添加されてゐる。

濃縮ラテックスはラテックスを蒸發法、遠心分離法、クリーミング法等により濃縮してゴム含有量を 60~80% にしたもので、凝固防止剤に苛性アルカリを含むものがある。これらのラテックスは手袋、サック、風船等の薄物の製造の外各種の用途に直接利用される。

ラテックスは通常水分、全固形分、ゴム分、樹脂質、有機可溶性物質、不溶性不純物、全窒素、礦物質に就て分析する。

(1) **水分及び全固形分** 約 2g のラテックスを 1mg 以内の正確さで、長さ 5cm、徑 7mm のガラス管を用ひてニッケル製の平皿(徑 10cm、縁高 4mm) 上に秤取し、注意してニッケル面にラテックスを分布させ緩かな熱源上で加熱する。皮膜を生ずれば先端を平にしたガラス棒を用ひてニッケル面に押し着け、なるべく熱の傳導を有効にする。ゴム皮膜中に白色又は不透明の部

分がなくなるに至れば皮膜は乾燥したと見做す。この重量と試料の重量との差が水分である。

(2) **ゴム分概量** (A) 重量含有率 約 25g のラテックスを試験管を用ひて 1mg の正確さを以て徑約 10cm のペトリ皿に秤取し、次にこの中に 10~20cc の 10% 硫酸をビベットを用ひて縁より次第に内部に螺旋狀に滴注しラテックスを凝固させる。約 10 分間静置せる後連結せるゴム塊を取り去り、水道水にて暫時洗滌せる後約 2 時間 50°C の温水を用ひて洗滌して遊離酸の存在を認めざるに至らしめる。これを布の間に挟んで水分を歴し出した後 70~85°C の空気浴中で約一夜乾燥して白色又は不透明な箇所なく全體が琥珀色を呈するに至らしめる。乾燥中に黒點が生ずれば硫酸の除去が不充分なことを示し、かゝる際は試験を反復するを要する。又乾燥せるゴムが下敷の濾紙に粘着する時は乾燥温度が高きに過ぎる證で、この際も試験を反復するを要する。純ゴム分の重量と全固形分の重量との差は可溶性物質の量である。

(B) 容量含有率 試料 25cc をビベットで採り、ビベットは毎回 2cc の水で 3 回洗滌し、洗滌水は採取したラテックスに加へ(A)と同様に操作する。

(3) **樹脂質** ゴムの樹脂質とはアセトン可溶物質の稱である。ゴム分概量の定量に際して得た乾燥ゴムを細斷し、その 5g をアセトンを用ひてその沸點に於て抽出し、該抽出量を以て樹脂量とする(生ゴムの試験法参照)。

(4) **不溶性不純物** (3) のアセトン抽出ゴムを眞空中で乾燥し、その 1.5g をクロロフォルムに加熱しないで溶解する。溶液が均等となれば沸騰するまで加熱し、夾雜物を分離するため遠心分離機にかけモスリンで覆ふたガラス綿の秤量濾過器で濾過し、濾過器上の殘渣をクロロフォルムを用ひて洗滌し乾燥秤量する。

(5) **ゴム分** (4) のクロロフォルム處理濾液をクロロフォルム洗滌と合して秤量せるフラスコ中で蒸發乾涸し、最初炭酸ガスの氣流中で次に硫酸上で恆量を得るまで乾燥する。又は(2)のゴム分概量より(3)の樹脂及び(4)の不溶性不純物の量を減じて純ゴム分の量とする。

(6) **窒素量** ラテックス 20cc につきケールダール法により測定する。この窒素量に係數 6.25 を乗じたものを蛋白質の量とする。

(7) **礦物質(灰分)** ラテックス 20cc につき常法により焙燒して殘渣を秤量する。

II. 生 ゴ ム

生ゴムはラテックスに酸を加へてゴム分を凝固させて製造したもので、栽培ゴムはクレープ又はシートに成形されてゐる。乾燥の際に燻煙したものをスモークド・クレープ又はスモークド・シートといひ、然らざるものをペール・クレープ又はペール・シートといふ。需要はスモークド・シートとペール・クレープとが最も多く、前者は一般のゴム製品、後者は主に薄物、淡色ゴム製品の製造に供せられる。

特殊な生ゴムには野生ゴムに屬するファインハード・バラ、ラテックスから霧散熱凝固法によつて製造した L. S. ゴム等がある。

普通の生ゴムは樹脂質 2~3.5%，蛋白質 2.4~3.1%，灰分 0.2~0.4% を含む。

(1) **水分** 試料を適宜小片となして 5~10g を磁製皿又は時計皿に採り、真空蒸気乾燥器中にて加熱、乾燥させ、常法に従ひ秤量し、減量を以て水分とする。

(2) **灰分** 試料約 5g を精密に秤取し、磁製るつぼにて注意して燃焼せしめて後灼熱灰化させ、常法により秤量する。

(3) **ゴム樹脂** 試料約 10g を精密に秤取してクネフレル抽出器(第 349 頁参照)、若しくは之と同等の効果を有する抽出器によりアセトンを用ひて 10 時間抽出し、抽出物を蒸發乾潤して秤量する。但しこの方法によつて得た所謂ゴム樹脂は樹脂質以外に糖分、アミノ酸等をも含有する。

(4) **生ゴムの酸價** 試料 30~40g を精密に秤取してなるべく小片に細断し、大形のクネフレル氏抽出器によりアセトンを用ひて 48 時間抽出し、該抽出物を蒸發してアセトンを除去せる後 70°C に於て恆量となるまで乾燥し、中性の温酒精に溶解し、フェノールフタレインを指示薬として N/10 KOH を用ひて滴定し、生ゴム 100g に対して要する KOH の mg 数を算出して酸價とする。

(5) **不溶解物** ゴム炭化水素を溶解し得る溶剤、例へばクロロフォルムを用ひて試料を加温溶解させ、完全に溶解した後石油ベンジンの如き輕質の溶剤を加へて稀釋し、遠心分離機を用ひるか又は濾過して残渣を集め、常法の如く乾燥秤量する。この不溶解物はゴム中の土砂、塵埃、樹皮蛋白質等を包含する。

(6) **蛋白質** 生ゴム中の蛋白質は直接に定量し得ないからケールダール法によつて窒素の含有率を測定し、その値に係數 6.25 を乗じて蛋白質の量とする。従つて *d*-Valin その他のアミノ酸類の如き非蛋白質物が微量に存在してゐるのを無視してゐるから多少の誤差は免れない。ケールダール法は一般の方法によつて差支へないが、生ゴムを完全に分解するには 20 時間の長時間を要するから、次の如く處理すれば便利である。

生ゴムの試料 2~3g をケールダールフラスコ中に精密に秤取し、最初比重 1.84 の濃硫酸 15~20cc を注加し、次に發煙硫酸 10~15cc と硫酸カリ 5g を加へる。更に無水磷酸 2g を長柄のガラス匙を用ひてフラスコの壁に附着しないやうに加へ、砂浴又は金網上で最初は弱い焔で加熱して内容物を炭化させた後漸次に焔を強くし、沸騰するに至ればそのまま液が藁黄色となるまで加熱を繼續する。これまでに要する時間は長くとも 7 時間位である。分解後の處理は常法と同じであるが、空試験を行つて結果の補正を行ふ必要がある。

(7) **ゴム炭化水素** 試料をクロロフォルム、トルオール、石油ベンジン等の溶剤に完全に溶解して不溶解物を濾過又は遠心分離で分離し、残渣は溶剤で洗滌して洗液を濾液又は遠心分離の上澄液に合併し、これに過量の酒精を加へてゴム炭化水素を凝固させ、生成する凝塊を再び記前溶剤に溶解し、再び酒精を加へて凝固させる。この操作を數回反復してゴム炭化水素を精製し、最後に 70°C 以下のなるべく低温で乾燥し、秤量して試料に対する%を算出する。

(8) **ガッタパーチャ若しくはバラタとの混合物中より生ゴムの分離定量** 2.5~3g の試料を精密に秤取して 115°C 以下で溜出する輕質ナフサ 150cc を加へ、温浴上で加温して溶解し、次にこれを寒剤中に入れて冷却すればガッタパーチャ又はバラタは凝結して來るから凝結の完了を待つて冷却漏斗により濾過し、分離せる凝結物を常法により乾燥秤量する。

(9) **アスファルトとの混合物中より生ゴムの分離定量** 試料 2.5g を秤取してキシロールを用ひ 8 時間抽出し、抽出物を蒸發乾潤して残渣に 5g の硫黄を混和して 160°C に 4~5 時間加熱し、試料中のゴム分を加熱してエポナイトに化成させる。次にその加熱生成物を再びキシロールを用ひて充分に抽出し、抽出後殘留せる不溶性残渣を乾燥秤量して a% とし、次に同残渣中の硫黄を普通の酸化法で定量してその量を b% とすれば、試料中の生ゴムの

含有率は次式から算出される。

$$\text{生ゴム含有\%} = 0.212 \times b \times a$$

III. 加硫ゴム

加硫ゴムには熱加硫によつたものと冷加硫によつたものとある。前者は加硫剤に硫黄を使用して 130°C 附近に加熱して加硫したもので、後者は加硫剤に鹽化硫黄を使用して常温で加硫したものである。多くのゴム製品は熱加硫によつて製せられ、冷加硫は薄層ゴムに使用されてゐるのみである。冷加硫製品は鹽素を含むから、その検出により容易に鑑別し得る。

(1) 分析試料の調製 硬質ゴムは鋸挽きによつて得た鋸屑を試料とし、軟質ゴムは裁縫鋏、エメリーホイールその他に依り細断したものを試料とし、何れも 20 メッシュの篩を通過するものを用ひる。

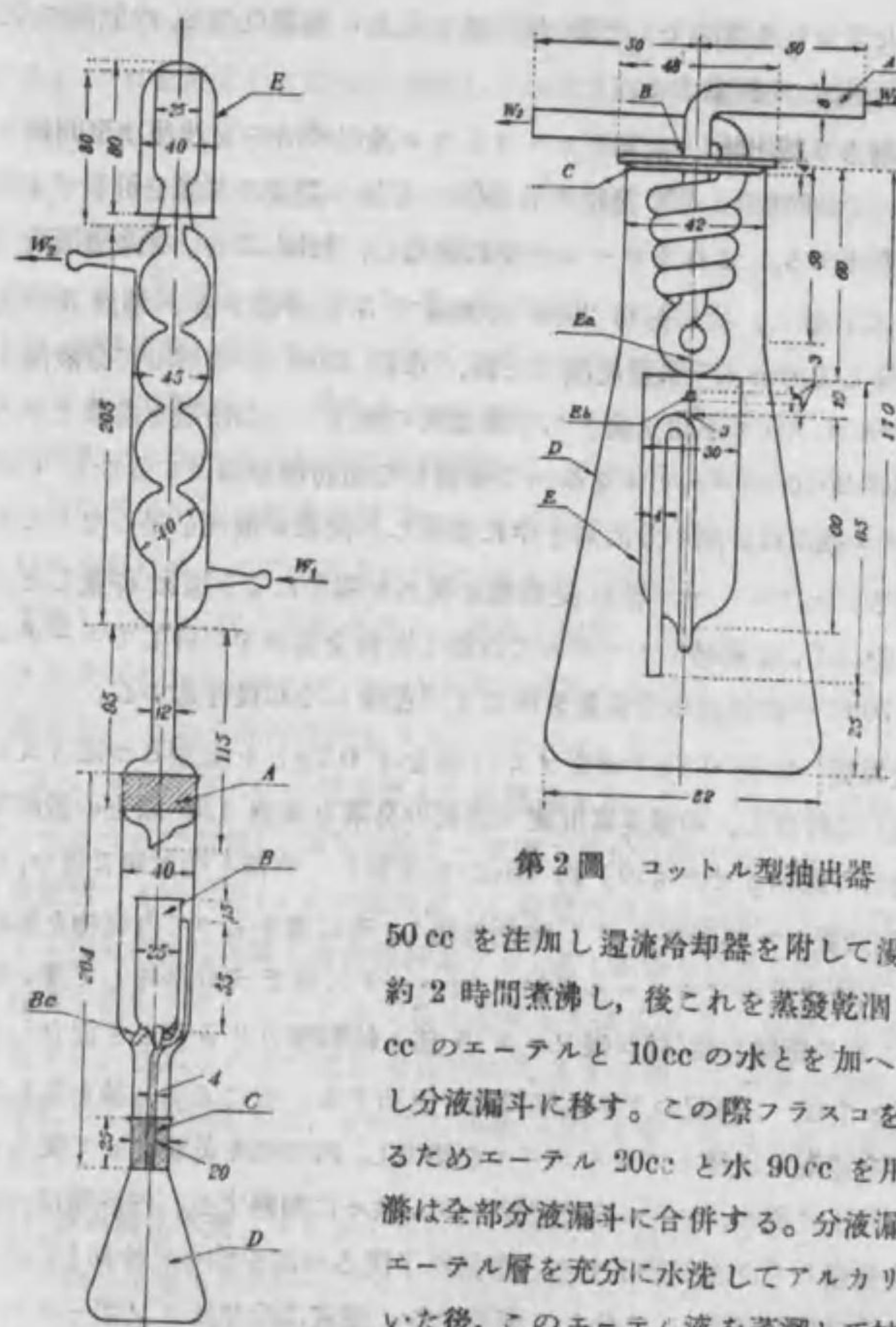
(2) 灰分 試料 1g を秤取してアセトン抽出し、抽出残渣を乾燥して磁製のつぼに入れ、石棉板上にて徐々に加熱してゴム分を分解揮散させ、次につぼを直火で強熱して充分に灰化し、常法によりその量を測定する。

(3) アセトン抽出物 試料 2g を秤取してクネフレル (Knäfler) 型抽出器 (第 1 圖) 又はコットル (Cottle) 型抽出器 (第 2 圖) により無水炭酸アルカリを加へて蒸溜した純アセトンを用ひて 8 時間 (軟質ゴムの場合) 乃至は 48 時間以上 (硬質ゴムの場合) 抽出し、抽出物を蒸發乾潤して 70°C の空氣浴中で 1 時間乾燥し、冷却後秤量する。

(4) 遊離硫黄 前記のアセトン抽出物に水 50cc と臭素 2~3cc を注加し、フラスコの口を時計皿で覆ひ 30 分間湯浴の蓋の上に放置した後、フラスコを直接湯浴の中に浸し、液が殆ど無色となるまで注意して加熱する。これに水を加へて稀釋した後濾過し、濾液を 150cc とし、鹽酸を加へて酸性とした後鹽化バリウム液 (約 10%) を加へ、生成する硫酸バリウムの沈澱を常法により秤量し、その量に係數 0.1373 を乘じて硫黄量とする。

斯くして求めた硫黄量を實用上遊離硫黄と稱してゐるが、實際は油脂、樹脂等に結合した硫黄及び促進剤中の化合硫黄等を伴ふものである。眞の遊離硫黄を求める必要がある際には改良ロダン酸鹽法 (湊谷、永井、青江、日本薬協誌、昭 9, 7, 123) によるのがよい。

(5) 蠟炭化水素 (パラフィン質) 前記アセトン抽出物に 6% 酒精カリ液



第 2 圖 コットル型抽出器

第 1 圖

クネフレル型抽出器

よりクロロフォルムを用ひて 4 時間抽出し、抽出フラスコを湯浴上で加熱し

50 cc を注加し還流冷却器を附して湯浴上に約 2 時間煮沸し、後これを蒸發乾潤して 20 cc のエーテルと 10cc の水とを加へて溶解し分液漏斗に移す。この際フラスコを洗滌するためエーテル 20cc と水 90cc を用ひ、洗滌は全部分液漏斗に合併する。分液漏斗中のエーテル層を充分に水洗してアルカリ分を除いた後、このエーテル液を蒸溜して抽出物を乾潤し、これをなるべく少量の四鹽化炭素に溶かし、分液漏斗に入れ等量の濃硫酸を加へて尙ほ夾雜せる有機物を硫酸に溶解させ、これを 2~3 回反復して硫酸が著色せざるに至らしめる。次にこの四鹽化炭素層を分ち、エーテルで稀釋した後酸分の消失するまで水洗して蒸發乾潤し秤量する。

50 cc を注加し還流冷却器を附して湯浴上に約 2 時間煮沸し、後これを蒸發乾潤して 20 cc のエーテルと 10cc の水とを加へて溶解し分液漏斗に移す。この際フラスコを洗滌するためエーテル 20cc と水 90cc を用ひ、洗滌は全部分液漏斗に合併する。分液漏斗中のエーテル層を充分に水洗してアルカリ分を除いた後、このエーテル液を蒸溜して抽出物を乾潤し、これをなるべく少量の四鹽化炭素に溶かし、分液漏斗に入れ等量の濃硫酸を加へて尙ほ夾雜せる有機物を硫酸に溶解させ、これを 2~3 回反復して硫酸が著色せざるに至らしめる。次にこの四鹽化炭素層を分ち、エーテルで稀釋した後酸分の消失するまで水洗して蒸發乾潤し秤量する。

50 cc を注加し還流冷却器を附して湯浴上に約 2 時間煮沸し、後これを蒸發乾潤して 20 cc のエーテルと 10cc の水とを加へて溶解し分液漏斗に移す。この際フラスコを洗滌するためエーテル 20cc と水 90cc を用ひ、洗滌は全部分液漏斗に合併する。分液漏斗中のエーテル層を充分に水洗してアルカリ分を除いた後、このエーテル液を蒸溜して抽出物を乾潤し、これをなるべく少量の四鹽化炭素に溶かし、分液漏斗に入れ等量の濃硫酸を加へて尙ほ夾雜せる有機物を硫酸に溶解させ、これを 2~3 回反復して硫酸が著色せざるに至らしめる。次にこの四鹽化炭素層を分ち、エーテルで稀釋した後酸分の消失するまで水洗して蒸發乾潤し秤量する。

て溶剤の大部分を蒸溜除去した後、抽出液を完全に蒸発乾涸し、空気浴で70°Cで1時間乾燥して秤量する。

(7) **酒精カリ抽出物** 前記クロロフォルム抽出残渣を乾燥後小形圓錐フラスコ中に一定量秤取し、1N 酒精カリ 50cc を加へ還流冷却器を附して4時間湯浴上で煮沸する。これをビーカー中に濾過し、毎回 25cc の沸騰酒精 (94%) で2回洗滌し、次に毎回 25cc の熱湯で3回洗滌する。濾液及び洗液は全部合併して湯浴上で蒸発乾涸した後、水約 75cc に溶解して分液漏斗に入れ、メチルオレンジを指示薬として稀鹽酸で酸性とし脂肪酸を遊離させる。これに毎回 25cc のエーテルを加へて振盪して脂肪酸を抽出すること4回の後、エーテル抽出液を別の分液漏斗中に合併し、洗液が酸性を呈しなくなるまで水洗する。次にエーテル層を脱脂綿を填めた漏斗により豫め秤量したフラスコ中に濾過し、脱脂綿をエーテルで洗滌した後全濾液を合併してエーテルを除去し、70°C の空気浴中で恆量を得るまで乾燥し冷却後秤量する。

(8) **全硫黄** 試料 0.5g (硬質ゴムの場合は 0.2g) を磁製るつぼ (又は小形蒸發皿) に秤取し、硝酸臭素混液 (過剰の臭素を比重 1.38 以上の濃硝酸に加へ振盪して飽和させたもの) 約 15cc を注加し、容器を時計皿で覆ひ、冷所に1時間放置した後湯浴上で1時間加熱し、次に蓋を去つて内容物を蒸発乾涸する。次に少量のアルコールを加へ短いガラス棒で充分攪拌して薄い粥状となし、これに熔融合剤 (純炭酸ソーダ 5部と純硝酸カリ 3部とを混合したもの) 約 5g を加へ、前記のガラス棒で充分混和する。次にガラス棒を入れたまゝるつぼを湯浴上に移してアルコールを驅出し、内容物を乾燥させて後るつぼを粘土三角上に載せ、ガラス棒で攪拌しつつ徐々に加熱する。内容物は一度炭化した後黄變して反應が終了する。熔融終了後るつぼを徐々に冷却し、ガラス棒と共に熔融物を温浸し、水洗して濾過する。濾液は冷却後コンゴレッド試験紙が黄色を呈する程度に鹽酸酸性となし、常法に従ひ鹽化バリウム溶液 (約 10%) を加へ生成する硫酸バリウムの量を測定する。硫酸バリウムの量に係數 0.1373 を乗ずれば硫黄量を得る。

この硫黄定量法は灰分や無機填料中の硫黄の定量にも適用し得る。

(9) **無機填料** 試料 1g をアセトン・クロロフォルム混液 (容量比でアセトン1部にクロロフォルム2部) で8時間抽出し、残渣を内容 300cc のフラスコに入れ、流動パラフィン 20cc を注加し 180°C の油浴中で加熱し、完

全に溶解して上層液が清澄となるに及んで取出し、石油ベンジンを加へて振盪する。これを静置し上澄液を傾斜しつつ重量既知の濾紙で濾過し、石油ベンジン、アセトン、アセトン・クロロフォルム混液 (1:1) で順次洗滌し、洗滌完了した残渣を濾紙と共にそのまま乾燥秤量し、これより濾紙の重量を減じて無機填料の量とする。硬質ゴムの場合にはセスキテルペンを溶剤に使用する (内田, 日本護謨協會誌, 昭 7, 5, 67 頁参照)。

(10) **遊離炭素** 試料 0.5g を秤取しアセトン・クロロフォルム混液 (前項参照) で8時間抽出し、残渣を内容 250cc のビーカーに移しクロロフォルム臭の消失するまで蒸氣浴中で加熱乾燥し、次に濃硝酸 3~6cc を加へ冷所に10分間放置後更に熱濃硝酸 50cc を注加し、湯浴上で1時間加熱し、反應止むに至れば直ちにゲーチるつぼに注入して濾過する。更に熱濃硝酸を用ひて洗滌し、充分洗滌した後水洗し、濾液を廢棄した後續いて温アルコール、アセトン及びアセトンクロロフォルム等容混液を用ひて洗液が無色となるまで洗滌する。この不溶性残渣をフラスコに入れ、更に 25% 苛性ソーダ液 35cc を加へ、湯浴上で30分間加熱した後熱湯を加へて約 60cc に稀釋し、前記のゲーチるつぼで濾過し、15% 苛性ソーダ液で充分洗滌する。次にるつぼの残渣を濃鹽酸で4回洗滌し、その際洗液中に鉛鹽の存在を認めなければるつぼをそのまま空気浴中で乾燥し冷却後秤量する。若し鉛鹽の存在を認めればるつぼ中の残渣を過剰のアンモニア水で充分洗滌した後に温 5% 鹽酸で洗滌し、乾燥秤量する。次にこのるつぼを暗赤色になるまで熱して炭素を燃焼し去り、再度秤量して重量減を求め、その差に係數 1.05 を乗じた量を以て遊離炭素量とする。

(11) **ゴム炭化水素** ゴム炭化水素は次式により算出して求める。

$$\text{ゴム炭化水素}\% = 100 - (\text{アセトン抽出物}\% + \text{クロロフォルム抽出物}\% + \text{酒精カリ抽出物}\% + \text{灰分}\% + \text{化合硫黄}\%)$$

但し灰分定量の際、灼熱により試料中の無機物質が分解又は揮散する惧ある場合及び試料中に纖維素が夾雜混入してゐる場合には上記算出式中の灰分の代りに無機填料の量を使用する。

(12) **纖維素** 綿織物の纖維間に浸み込んだ加硫ゴムの分析には均質な試料の採取が困難であるから、普通に素地と共に試料を採取して纖維を含んだまゝで一般分析を行ひ、別に下記の方法で纖維素の含有量を定量して無機填料の量を補正する。

試料 0.5g を秤取して (9) の方法に従ひ流動パラフィンと共に加熱してゴム分を崩壊、分散させ、残渣を石油ベンジンを用ひて稀釋してグーチるつぼで濾過した後、石油ベンジン、アセトン、アセトン・クロロフォルム等容混液を用ひて順次に洗滌し、濾液が無色となるに至らしめる。次にこれを熱 10% 鹽酸で少くとも 10 回洗滌し、續いて熱湯で洗液に鹽素イオンを認めなくなるまで洗滌し、更にアセトン及びアセトン・クロロフォルム混液で洗滌し、最後に酒精で洗滌し、105°C の空氣浴中で恆重を得るまで乾燥する。グーチるつぼ中の残渣及び石棉は重量既知の秤量壺に完全に移し、再び 105°C の空氣浴中で約 10 分間乾燥した後冷却して秤量する (この重量を Ag とする)。次に内容物を悉く 50cc のビーカーに移し、無水醋酸 15cc と濃硫酸 0.5cc とを注加して湯浴上に 1 時間加熱して纖維素を可溶性醋酸纖維素に変化させた後充分冷却し、90% 醋酸 25cc を加へて稀釋し、重量既知のグーチるつぼ (重量を B とする) で濾過し、濾液が全く無色となるまで 90% 醋酸で洗滌し、尙ほ少くとも 4 回洗滌を反復する。更にアセトンで 5 回洗ひ、ビーカーの不溶性物質を悉くろつぼに移し、105°C の空氣浴中で 2 時間乾燥し冷却後秤量する (この重量を Cg とする)。試料中の纖維素の量は次式を用ひて算出する。

$$\text{纖維素}\% = 100 \times [A - (C - B)] / \text{試料の g 數}$$

(13) **鹽素量** 前項のゴム炭化水素の算出に際し、冷加硫製品に於ては加硫硫黄の外に加硫鹽素を定量して前記の算出式に加算するを要する。鹽素の定量は次の如くする。

試料 1g を硝酸ソーダ熔融剤 (第 8 項参照) と共に熔融し、その融塊を温湯に溶かして濾過し、濾紙は熱湯で洗滌する。濾液は硝酸酸性とし、加温後 25cc の 0.1 N 硝酸銀を加へ、加熱沸騰せしめて後過剰の硝酸銀を硫酸第二鐵アンモニウム液を指示薬として 0.1 N 鹽化アンモニウムで滴定する。この結果は總鹽素含有%として表示される。若し試料中に白ファクチスが混和されてゐれば、白ファクチス中の鹽素量を差引いて補正する必要がある。

$$0.1 \text{ N 硝酸銀の } 1 \text{ cc} = 0.0035 \text{ g の鹽素}$$

IV. 再生ゴム

再生ゴムは廢棄ゴムに熱處理、酸處理、アルカリ處理、油脂處理、溶劑處理等を施して可塑性を附與したもので、その分析は大體加硫ゴムの分析法に準じ

て行ふ。纖維素の分析は製造法の完否を知る上に役立つことがあり、また分析前に試料の粗密均否を充分觀察して置くことも大切である。特別なものとしてはアルカリ度の測定が大切である。

アルカリ度の測定には試料 5g を採取して細断し、ベンゾール 60cc、アルコール 40cc、水 100cc を加へ還流冷却器を附して 2 時間煮沸した後水 500cc を追加し、還流冷却器を除いて更に 1.5 時間加熱を繼續し、最後にベンゾールと大部分のアルコールを溜出させる。次にこの浸出液を傾瀉により試料から分離し、冷却後リトマス試験紙が明かに酸性を呈するまで 0.1 N 鹽酸を加へ、これに 3% の沃素酸カリ (KIO₃) 溶液並に 1 N 沃化カリ液を各々 5cc 添加し、その混和物を 3 分間静置して前記添加の 0.1 N 鹽酸と同容の 0.1 N チオ硫酸ナトリウムを加へ、更に 15 分間静置して後澱粉溶液 5cc を加へ、液が深青色を呈するまで 0.1 N 沃素液を用ひて滴定し、使用した 0.1 N 鹽酸 (又は 0.1 N チオ硫酸ナトリウム) の cc 數と 0.1 N 沃素液の cc 數との差を以て試料中のアルカリ度に相當するものとして計算する。

操作が簡單で正確度の大きなることを欲しない場合には、約 25g の細断した試料を精密に秤取して 3~4.8 時間沸騰湯中で浸出し、浸出液をメチルレッドを指示薬として 0.1 N 鹽酸で滴定する。

V. 有機促進劑

有機促進劑は熱加硫に際し加硫温度を下げ、時間を短縮し、製品の物理的並に化學的性質をよくする目的に使用するもので、多くは窒素を含む化合物である。その一般試験法としては常法により融點、灰分、水分等を測定し、また顯微鏡で結晶の形狀等を觀察する。

(1) **呈色反應** 促進劑の種類を検するに便利な方法として種々な試薬による呈色反應が觀測されてゐるが、オレイン酸コバルトによる反應を示せば次の通りである。オレイン酸 2g を秤取して 94% アルコール約 25cc に溶解しフェノールフタレインを指示薬として 0.2 N 苛性ソーダを用ひて正確に中和し、アルコールの大部分を蒸溜除去した後水を添加して全體を 150cc とする。この際石鹼が加水分解して混濁を生ずる時はアルコールを加へて清澄にし、次に硫酸コバルト (又は鹽化コバルト) 2g を水 30cc に溶解した液を前記のオレイン石鹼液中に攪拌しつつ徐々に加へる。この際の温度は 60°C 位が適當で

ある。生成したコバルト石鹼は濾別して乾燥し、1%ベンゾール溶液を作る。促進剤約0.2gを試験管に入れてベンゾールに溶解し、この中に該石鹼ベンゾール溶液を2~3滴添加すれば次の如く呈色する。

(1) グアニジン類		
チフェニル・グアニジン(D.P.G)	紫	色
チオルトトリル・グアニジン	紫	色
オルトトリル・ピグアニド	朱	色
トリフェニル・グアニジン	無	色
フェニルオルトトリル・グアニジン	濃	紫 色
(2) アルデヒドアンモニア類		
ヘキサメチレンテトラミン(ヘキサ)	帯	緑 灰 色
アセトアルデヒドアンモニア	無	色
(3) チオウレア類		
チオカーバニリド	無	色
チオルトトリル・チオウレア	無	色
(4) チアゾール類		
メルカプト・ベンゾチアゾール	青	緑 色
チベンゾチアゾール・チスルフィド	無	色
(5) チウラム類		
テトラメチルチウラム・モノスルフィド	無	色
テトラメチルチウラム・チスルフィド	無	色
テトラメチルチウラム・テトラスルフィド	無	色
(6) チオ酸鹽類		
ニチルフェニル・チチオカーバミン酸亜鉛	暗	帯 黄 緑 色
メチルフェニル・チチオカーバミン酸亜鉛	暗	帯 黄 緑 色
ビペリジン・ペンタメチレン・チチオカーバメート	暗	緑 色
チクロヘキシルアミン・チチオカーバメート	淡	赤 黄 色
チチオカーバミン酸亜鉛	鮮	青 色
ブチルキサントゲン酸亜鉛	緑	色

(鳥田, 日本護謨協會誌, 昭7, 5, 420)

本邦で用ひられてゐる代表的な促進剤の化学的試験法を示せば、次の通りである。

(2) **チフェニルグアニジン, チオルトトリルグアニジン** 試料1gを秤取して酒精に溶解し、ブロムフェノールブリウ(0.5%酒精溶液)を指示薬として0.1N鹽酸を用ひて滴定する。最後の一滴により黄色を呈する點を終點とする。0.1N鹽酸1ccは前者の0.0211g, 後者の0.0239gに相當する。チアリルグアニジンは常に極く少量のトリアリルグアニジンを含有する。試料の1%鹽酸溶液に少量のロダナンモンを加へると、重質のトリアリルグアニジンの硫青化物は白色結晶性の沈澱となる。トリアリルグアニジンが多量に存在するものは品質がよくない。

(3) **オルトトリル・ピグアニド** このものは水にかなりよく溶け、水溶液に1滴の硫酸銅液を滴下すれば桃紅色葉狀の沈澱を生ずるからグアニジン類と容易に區別し得る。分析法はグアニジンと同様で、0.1N鹽酸の1ccはこのもの、0.0191gに相當する。

(4) **アルデヒドアンモニア(アセトアルデヒドアンモニア)** 試料の一定量を秤取しメチルレッドを指示薬として0.1N鹽酸で滴定する。0.1N鹽酸の1ccはこのもの、0.0061gに相當する。市販品には石灰を含むものがあるからこれを定量するには、試料の一定量を熱ベンゾールに溶解して濾過し、殘渣をベンゾールでよく洗滌した後水中に浮遊させ、フェノールフタレインを指示薬とし0.1N鹽酸で滴定してアルカリ性石灰の量を求め、そのまゝメチルオレンジを指示薬として滴定を續け炭酸石灰の量を求める。

(5) **メルカプトベンゾチアゾール** 試料0.5gを秤取し酒精30ccに溶解し、常溫で0.1N苛性カリ液でフェノールフタレインを指示薬として滴定する。0.1N苛性カリ液の1ccはこのもの、0.0167gに相當する。

(6) **チベンゾチアゾール・チスルフィド** 試料0.5gを圓錐フラスコ中に秤取し、0.5N酒精カリ液25ccを注加し湯浴上で2~3分間加温してメルカプトベンゾチアゾールに還元させ、冷却後25ccの酒精を加へて稀釋し、フェノールフタレインを指示薬として0.1N酒精鹽酸で逆滴定する。還元に要した0.5N酒精カリ液の1ccは試料の0.084gに相當する。

(7) **チチオカーバミン酸鹽類** これらの鹽類の定量は、酸によつて容易に分離する二硫化炭素を酒精カリに吸収させてキサントゲン酸カリとし、これを

沃素で酸化して測定する。試料 1g を 200cc の枝付フラスコに入れ、その側管に大小 2 箇の U 字管を附し、第一の大なる U 字管に 2N 酒精カリ 25cc を入れ、次の小なる U 字管に 8cc 入れる。次に 25cc の 30% 硫酸をフラスコ中の試料に注加し、砂浴上で 30 分間を経て沸騰するに至る程度に静に加熱し、その間絶えず装置内の氣流をアスピレーターで吸引する。分解により發生した二硫化炭素は直ちに U 字管内の酒精カリに吸収せられ黄色のキサントゲン酸カリを生ずるから、澱粉溶液を指示薬として 0.1N 沃素液で滴定する。0.1N 沃素液の 1cc は 0.0001g 分子の二硫化炭素並にチチオカーバミン酸鹽に相當するから、ビペリチンペンタメチレンチチオカーバメートならばその 0.0248g、メチルフェニルチチオカーバミン酸亞鉛ならばその 0.0215g に相當する。またフラスコ中にはアミン類が残留するからこれをアルカリで驅逐して定量することも出来る。即ち前と同様な U 字管に 1N 硫酸 30cc を入れ、フラスコ内の残留液に過剰の苛性アルカリを加へてアルカリ性となし、砂浴上で加熱して溜出するアミンを硫酸中に吸収させる。この際も操作中アスピレーターにより装置内の氣流を静に吸引する。アミンを吸収した硫酸の過剰はメチルレッドを指示薬として 1N 苛性アルカリで逆滴定する。1N 硫酸の 1cc は 0.001 瓦分子のチチオカーバミン酸鹽に相當する。

(8) **テトラメチルチウラム・チスルフィド、テトラメチルチウラム・モノスルフィド** 試料 0.3~0.4g を精密に秤取して (7) 項に記したと同様な装置を使用して 40~50cc の酒精を加へて溶解した後 1~2g のマグネシウム粉末を加へて置く。U 字管中には前記の酒精カリ液を入れ置き、先づフラスコに 2% 硫酸を毎回 2~3cc 宛徐々に添加して合計 30cc を加へてチウラムをチチオカーバメートに變ずる。その後は (7) 項と同様に操作して内容物が黄色より無色となつてから 15 分間の後加熱を中止し、U 字管内のキサントゲン酸カリは前記同様 0.1N 沃素液を用ひて滴定し、フラスコ内の残留物に就ては前記同様にしてアミンを定量する。0.1N 沃素液並に 0.1N 硫酸の 1cc はテトラメチルチウラム・モノスルフィドの 0.0104g、チスルフィドの 0.0120g に相當する。

第 13 編 樹 脂

(通し番號第 [70] 節)

樹脂類は天然樹脂、人造樹脂合せて種類頗る多く、試験法も性質、用途の相違により夫々異なる。茲には主として塗料用の樹脂の代表的なものに就て記載する。天然樹脂の試験法に關しては次の如き参考書がある。

Dieterich, K. Analysis of Resins.

Pieterich-Stock. Analyse der Harze.

1. セ ラ ッ ク

セラックは英領インドの或種の植物に飼養するラック蟲の分泌するラック樹脂を精製したもので、酒精によく溶ける。普通品は黄褐色乃至赤褐色の薄片状をなし、鹽素又は鹽素剤を用ひて漂白したものを漂白セラックと稱し、普通品に比し著しく淡色である。後者は 15~20% の水分を含む。

(1) **試料の取採** 試料が大塊なる時は全部を採り、薄片又は粉末なるときはよく混合して 100g 以上を採り、直徑 1mm 以下となるまで粉碎し容器に入れ密栓して保存する。

(2) **色** 試料及び見本品とも重量で各 1 部を採り 94% 酒精 2 部を加へ常溫のまま溶解して兩者を直徑の等しいガラス管に入れ並置して透過光により色を比較する。

(3) **不揮發分** 試料約 5g を直徑約 7cm の平底皿に採り、38~43°C の恆溫器に入れ恆量に達せしめる。漂白セラックは恆溫器に入れる前にデシケーター中に一夜放置する。セラック及び漂白セラックの不揮發分は 98.0% 以上なるを要する。

(4) **沃素價** セラックは 0.2g、漂白セラックは 0.5g を秤取し内容約 500cc の共栓附圓錐フラスコに入れ、氷醋酸 (融點 14.8°C 以上で還元性夾雜物を含むしないもの) 20cc を加へ、湯浴で 65~70°C に加温して蠟分以外のものを悉く溶解する。これにクロロフォルム 100cc を加へ、溶液を 20°C まで冷却した後一鹽化沃素液 20cc を加へてフラスコに密栓し、20±0.5°C に正確に一時間保ち、その間時々フラスコを動搖させる。次に沃化カリ溶液 10cc

を加へ直ちにチオ硫酸ナトリウム溶液を用ひ澱粉溶液を指示薬として滴定する。これと同時に空試験を行ひ、次式により試料の沃素價を算出する。

$$\text{沃素價} = \frac{1.27 \times [(\text{空試験チオ硫酸ソーダの cc 数}) - (\text{本試験チオ硫酸ソーダの cc 数})]}{\text{試料の g 数}}$$

尙ほ氷醋酸の融點測定方法は長さ約 15cm の試験管に全長の約 $\frac{2}{3}$ まで氷醋酸を入れコルク栓を通して温度計を管中に挿入する。温度計の下端が試験管の底より 13mm 隔つた時試験管内の液量は温度計の球部を包むに足るもの約 2 倍なることを要する。試験管は更に大なる試験管中にコルク栓により懸垂し、外部より冷却し急激に振盪して過冷液の一部分を晶出させる。次に徐々に温度を上げつゝ 15 秒毎に温度計の示度を読み、示度が 2 分間以上に互つて變化しない點を融點とする。また還元性夾雑物の存否は氷醋酸 2cc を採り、水 10cc 及び 0.1N 過マンガン酸カリ液 0.1cc を加へ 20°C に 2 時間保持し紅色が消失するや否やにより検する。

一鹽化沃素液、チオ硫酸ナトリウム液は何れも 0.1N 溶液とし、沃化カリ溶液は 10% 溶液を使用する。これらの溶液の調製法並に沃素價測定操作は油脂の沃素價測定法(第 306 頁)を参照され度い。

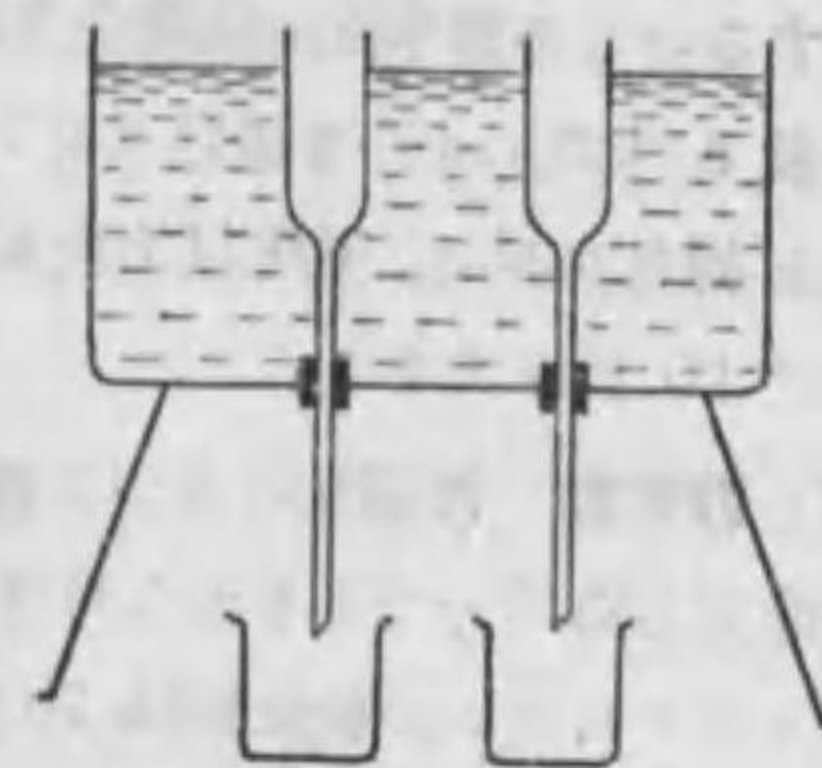
尙ほセラックの沃素價は 25 以下、漂白セラックのそれは 10 以下である。

(5) **アルコール不溶物** 直径 26mm、高さ 80mm の圓筒濾紙を空のまま抽出器(サイフォン管が沸點附近の温度を有するアルコールの蒸氣により包圍せらるゝ如き構造のもの、第 349 頁参照)のサイフォン管に入れ、沸騰しつつある酒精(94%)で 30 分間抽出する。次に圓筒濾紙を直径 4cm、高さ 8.5cm の筒形秤量場に入れ 150~110°C に於て恆量に達するまで乾燥する。

試料 5g を採り、漂白セラックの場合に限り之を薄層にして常温の空气中で乾燥させた後内容 100cc の高型ビーカーに入れ、酒精(95%)75cc を加へビーカーを熱湯中に置いて酒精を沸騰させ、試料を溶解する。溶液は一旦沸騰させた後約 30 分間沸點附近の温度に保持する。別に熱湯浴により加熱せる濾管(次頁の圖参照)に前記の圓筒濾紙を入れ、沸騰しつつある酒精で濕し、この中にセラック溶液を速に注入し、ビーカー中の酒精溶液の殘部は沸騰しつつある酒精を用ひて圓筒濾紙中に洗ひ込む。次にこの圓筒濾紙を抽出器に入れ、酒精にて最初は少くとも 1 時間抽出し 105~110°C に於て乾燥後秤量し、恆量を得るまでこの操作を反復し、圓筒濾紙の増量をアルコール不溶物とす

る。セラック及び漂白セラックのアルコール不溶物は 3.0% 以下なるを要する。

(6) **水可溶物** 試料 10g をフラスコ又はビーカーに採り、水 100cc を加へてよく混合する。これを時計皿で覆ひ、室温に 4 時間置きその間時々攪拌する。次に直径 12.5cm の濾紙を通じて液を重量既知の蒸發皿中に傾瀉し、セラック及び濾紙は水 50cc で洗滌し、蒸發皿に集めた濾液は蒸



發乾涸し、105~110°C に於て恆量となるまで乾燥する。セラック及び漂白セラックの水可溶物は 0.5% 以下なるを要する。

(7) **灰分** 試料 2~3g を採り、重量既知のろつぽに入れ、なるべく低温で灼熱灰化しその重量を秤る。セラック及び漂白セラックの灰分は 1.0% 以下なるを要する。

2. ロジン及びエステルゴム

ロジンはコロフォニウムともいひ、ターペンチンを蒸氣蒸溜して油分(テレビン油)を除いて製したもので、主成分はアビエチン酸その他の有機酸から成り、苛性アルカリで容易に鹼化する。酸價は 140 以上である。普通に淡黄色乃至赤褐色の半透明塊状をなし、酒精その他多くの溶剤によく溶解する。エステルゴムはロジンのグリセリンエステルで、ロジンとグリセリンを 180°C 以上に熱してエステル化させて製する。普通に酸價 10 以下で、軟化點 70°C 以上、ロジンより少くとも 10°C 高い。溶剤に対する溶解性はロジンと同様に大である。

(1) **色数** 試料 20g をトルオール又はキシロールに溶解し全容を 100cc する。この溶液を外徑 10mm の薄手ガラス管に深さ 30mm 以上となるまで入れ、之と同型同大のガラス管に同量に入れた色数標準液とを並立し透過光により肉眼で色を比較し、色の明るいものを色数小であるとする。

色数標準液の調製は純沃素約 1g を 10% 沃化カリ液 100cc に溶解し、之をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定して沃素の濃度を定める。次に前記沃素液の一定量を分取し、水で稀釋して溶液 100cc 中の沃素含有量を夫々 0.008g、

0.015g, 0.020g 及び 0.160g とし, これを色数 8, 15, 20 及び 160 の標準液とする。この標準液の沃素含有量は使用の都度検定するを要する。

色数 8 未満のものを淡色ロジン, 8~15 のものを黄色ロジン, 15~160 のものを褐色ロジン, 160 以上のものを赤褐色ロジンといふ。エステルゴムの色数は 20 以下である。

(2) 軟化点 球環法によつて測定する。装置及び操作はアスファルトの軟化点測定と略同一であるから同項を参照され度い。ロジンの軟化点は 60°C 以上, エステルゴムの軟化点は 70°C 以上なるを要する。

(3) 酸価 ロジンは試料 0.2~0.3g, エステルゴムは試料 1~1.5g を精密に秤取してベンゾール酒精混液 (ベンゾール : 中性酒精 = 2:1) 25cc に溶解し, 食鹽の中性飽和溶液 25cc と数グラムの固體食鹽を加へ, フェノールフタレインを指示薬として液を回轉させながら 0.1N 苛性ソーダ液を食鹽水層が赤く着色するまで滴下し, 次に 0.1N 硫酸を前記赤色が丁度消失するまで滴下し, 次式により酸価を算出する。

$$\text{酸価} = 5.61 \times [(0.1N \text{ NaOH の cc 数}) - (0.1N \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ の cc 数})] / \text{試料の g 数}$$

ロジンの酸価は 140 以上, エステルゴムの酸価は 10 以下なるを要する。

(4) 灰分 試料 5g を精密に取り重量既知の磁製のつぼに入れ, なるべく低温で灼熱灰化してその重量を定め, 試料に対する % を算出する。ロジンの灰分は 0.1% 以下, エステルゴムの灰分は 0.5% 以下なるを要する。

尙ほ硬化コロフォニウムの一種のロジン石灰は灰分が多く, その中に著量の石灰を検出し得る。

3. ダンマルゴム

ダンマルゴムはマレー半島に生育する *Dipterocarpaceae* が分泌した樹脂で淡黄色を呈し, 比較的軟かでテレピン油等に頗るよく溶解する。

(1) 色数 試料 20g をトルオール又はキシロールに溶解し全容を 100cc とし, ロジンの色数測定と類似の方法により沃素の沃化カリ溶液の色と明るさを比較する。ダンマルゴムの色数は 5 以下, 下級品でも 50 以下である。

(2) ベンゾール不溶物 粉碎した試料 5g を内容 300cc の圓錐フラスコ

に入れ, ベンゾール (工業用の 100°C までに 50% 以上溜出するもの) 150cc を加へ時々振盪して溶解させる。これを豫めよく洗滌した石棉を敷いた容量 250cc の磁製グーチるつぼで直ちに濾過し, ベンゾールで洗ひ, 105~110°C で 30 分間乾燥した後秤量する。ダンマルゴムのベンゾール不溶物は 1% 以下, 下級品で 15% 以下なるを要する。

(3) 酸価 試料 2g を内容 300cc の圓錐フラスコに採り, ベンゾール酒精混合液 (1:1) 50cc を加へて溶解し, フェノールフタレインを指示薬として 0.1N 苛性カリ酒精溶液で滴定し次式により酸価を算出する。

$$\text{酸価} = 5.61 \times (0.1N \text{ 酒精カリ液の cc 数}) / \text{試料の g 数}$$

ダンマルゴムの酸価は 35 以下なるを要する。

(4) 鹼化價 試料 2g を内容 300cc の圓錐フラスコに採りベンゾール酒精混合液 (1:1) 100cc を加へて溶解し, N/2 酒精カリ液 25cc を加へ還流冷却器を附して 1 時間穩かに熱し, 温い間にフェノールフタレインを指示薬として N/2 硫酸で滴定し, 次式により鹼化價を算出する。

$$\text{鹼化價} = 28.1 \times [25 - (N/2 \text{ 硫酸の cc 数})] / \text{試料の g 数}$$

ダンマルゴムの鹼化價は 50 以下なるを要する。

(5) 灰分 試料約 5g を精密に秤取して重量既知の磁製のつぼに入れ, なるべく低温で灼熱灰化する。ダンマルゴムの灰分は 0.5% 以下, 下級品で 3.0% 以下なるを要する。

4. コーバル

コーバルは本來はアフリカに産する年代の新しい化石樹脂であるが, 現在では琥珀以外の化石樹脂乃至は比較的硬質の天然樹脂まで廣くコーバルと稱してゐる。従つて市販のコーバルは品質が種々相違してゐるが, 塗料用のものではアルコール不溶物 10% 以上のものを第 1 種とし, 10% 未満のものを第 2 種としてゐる。第 1 種は融點 105°C 以上, 第 2 種は 80°C 以上である。

(1) 融點 コーバルの融點は普通の毛細管融點測定法に準據して測定する。試料をよく粉碎し, 長さ約 3cm, 内徑約 1mm の一端の熔封した薄手ガラス管に入れ, 底部を軽く敲いて試料を詰め, ガラス管を溫度計に結びつけて試料と溫度計の水銀球とを相接せしめ, これを内徑約 5cm の底部が球状をなしたガラス製容器中に入れたパラフィン中に浸漬して加熱する。溫度計の水銀

柱は前記ガラス容器中に於てパラフィンの蒸氣に圍繞せられるやうにし、毎分1°Cの割合に温度を上昇させて毛細管中の試料が一様に透明となつた時の温度を讀んでこれを融點とする。

(2) **アルコール不溶物** 小豆粒大に粉碎した試料 15g を内容 200cc の圓錐フラスコに採り、無水酒精 45cc を加へ還流冷却器を附して湯浴上に1時間加熱し、温い間に重量既知の石綿グーチャーつぼで吸引し、濾過し、温無水酒精で洗滌し、150~110°C で乾燥後秤量し、増加重量をアルコール不溶物とする。

(3) **灰分** 試料約 5g を精密に秤取して重量既知の磁製るつぼに入れ、なるべく低温で灼熱灰化する。

5. フェノールフォルムアルデヒド樹脂

人造樹脂にはフェノールフォルムアルデヒド樹脂以外に尿素フォルムアルデヒド樹脂、クマロン樹脂、グリブタル樹脂、ヴィニル樹脂、スチロール樹脂その他種類が多いが、これ等は夫々原料、製法、性質、特徴を異にし、實用試験乃至物理的試験は夫々用途に応じて適當に實施され、化學的試験法には未だ一貫した方法がない。

フェノールフォルムアルデヒド樹脂は縮合促進剤に酸を使用した場合とアルカリ(主にアンモニア又は苛性ソーダ)を使用した場合とで性質並に用途の異なるものが得られる。

ノボラック型樹脂 石炭酸 2 モルに對しフォルムアルデヒドを 1 モルより稍過量に加へ、少量の鹽酸又は酸性鹽を加へ加熱縮合させたもので、主としてセラックの代用品として塗料工業に於て使用される。この樹脂の特徴は酒精、アセトン等に可溶で、炭化水素、脂肪油には不溶。一般に淡色透明であるが時日の経過と共に着色する缺點がある。質は松脂に似て脆弱で、耐水性は大でないが酸には比較的よく耐へる。セラックよりも融點が高いが脆く、研磨の際下層が溶出する傾向がある。硼砂その他の弱アルカリで解膠されないが、樹脂製造の際フェノールに芳香族カルボン酸(サリチル酸等)を加へて置けばセラックに似てアルカリで乳化されるものが得られる。

ベークライト型樹脂 石炭酸 1 モルに對しフォルムアルデヒドを約 1 モルの割合に混じ、アルカリ類(主にアンモニア又は苛性ソーダ)を添加して加熱

縮合させたもので、不融不溶性樹脂として極めて廣い用途を有する。特に電氣絶縁材、化學工業用材、日用品等の製造に多量に消費せられる。

縮合の初期から不融、不溶性の樹脂に至る縮合経路をベークライト氏は次の3種に分類した。

ベークライト A (Bakelite A) 粘稠性の油狀物質又は飴狀乃至樹脂狀の物質で、酒精、アセトン、グリセリン等に溶解し、樹脂狀のものを加熱すれば熔融する。加熱により B を經て C となる性質がある。

ベークライト B (Bakelite B) 脆い固體で熔融しない。總ての溶剤に不溶であるが、アセトン又は石炭酸中に永く放置すると表面がゼリー狀になる。加熱すれば可塑性を帶び、型に入れて壓力を加へ成形し得る。加熱により C に變る。

ベークライト C (Bakelite C) 不融性で、硬くて脆く、殆ど總ての溶剤に不溶である。耐酸、耐水、耐藥品性に富み、電氣絶縁性が大である。

以上3種のベークライトは夫々の性質に應じ適當に利用される。例へばベークライト A を酒精に溶解してベークライトワニスを製し、これは塗布後130°C 附近に熱して C に變へ硬化させる。ベークライト A 或は A, B の混合物に鉛屑、バルブ、綿、紙、顔料、粘土等を混じて所謂コンパウンドを作り、コンパウンドを型に入れ強く壓搾加熱して電氣器具、食器、文房具等を製する。また紙、織物、石綿等にベークライトワニスを塗布して適當に積重ね強く壓搾加熱して電氣器具、齒車等を製する。

油性樹脂 A型の初期縮合物に略同量コロフォニウム(ロヂン)を加へて熱すると油性のものとなり、之はワニスの製造に用ひて極めて優秀な結果が得られる。アルバートル等の商品名で知られるものが之である。

原料にクレゾールを用いたもの 現在市場にあるフェノールフォルムアルデヒド樹脂並にその製品は、フェノール類として石炭酸の代りにクレゾールを用いたものが多い。然しクレゾールは石炭酸に比して價格が低廉である以外に何等の特徴なく、寧ろ多くの性質が劣つてゐる。クレゾールを用いたものは若干のフェノール臭が残るから食器類の製造には適しない。

コールタールから分離した工業用クレゾール中には凡そ35%のオルトクレゾール、40%のメタクレゾール、25%のパラクレゾール並に少量のキシレノールや石炭酸が混在してゐる。フォルマリンとの反應性はメタが良好で、オル

トとバラは不良である。従つてクレゾールを原料にしてベークライト型樹脂を製するには、なるべくメタの含量の大なることが望ましい。粗製クレゾールを分溜してメタの溜分を集めれば、比較的簡単にメタの含有量 60% 以上のものが得られ、これを使用すれば多少の臭氣、變色等を許すならば琥珀代用品を得ることも可能である。

遊離石炭酸の測定 ベークライト中の遊離石炭酸を定量するに現在のところ完全な方法がないが、大略を知るには次の方法による。極微粉にした試料約 5g を還流凝縮器を附したフラスコに入れ、約 150cc の水を加へ煮沸して約 10 時間浸出する。浸出液は濾過して洗液を合併して 250cc とし、その 100cc を採取して之に 2% NaOH 溶液 10cc を加へ 65°C に加温する。これに N/10 沃素の一定量を注加し、この混合液を十分に振盪し冷却した後微酸性となし濾過する。濾液は N/10 チオ硫酸ソーダ液を用ひて逆滴定し、消費された N/10 沃素液の cc 数より沃素の g 数を知る。これに 0.1255 を乗ずれば水で浸出された石炭酸の g 数を得る。

遊離アンモニアの測定 極微粉にした試料 5~10g を採り、200cc の蒸溜水を用ひて前記の如く約 10 時間煮沸浸出し、浸出液をアンモニア定量の常法の如く蒸溜して溜出液を一定量の N/10 H₂SO₄ 液に吸収させ、過剰の酸を N/10 NaOH でフェノールフタレインを指示薬として逆滴定し、消費された酸の cc 数よりアンモニアの量を求める。

衛生試験 ベークライト型樹脂を食器類の製造に用ひた場合の衛生試験に關し日本薬局方記載の「石炭酸樹脂析検取扱方」を示せば次の通りである。

4% 醋酸水溶液を受檢定量器に満盛し、30 分間 40°C の温度を保たせ置いた後にその液 200cc を採り、之に 25% 磷酸 10cc を加へ蒸氣蒸溜を行つて得た溜出液 50cc に付各 10cc を取り、次の反應を試験する。(但し浸液 200cc を取り得ないものはその割合を前記に準據させる)。

(a) ミロン反應 試料にミロン試薬 2cc を加へて加熱する時石炭酸存在すれば紅色を呈する。ミロン試薬は水銀 1 部を冷發煙硝酸 1 部に溶解し、2 倍量の水で稀釋し、24 時間静置して上澄液を分取したものである。

(b) 過クロール鐵反應 試料に日本薬局方の過クロール鐵液 1cc を 100cc の水に稀釋した溶液 2cc を滴下すれば、石炭酸存在すれば青紫色を呈する。

(c) ビリター反應 試料に 4% 鹽酸フェニルヒドラチン水溶液 1cc を加

へ、4% 過クロール鐵液數滴を滴下して振盪し、更に強硫酸を加へて強酸性とする時はフォルマリン存在すれば稍永く褪色しない紅色を呈する。

(d) リミニー反應 試料に 4% 鹽酸フェニルヒドラチン水溶液 1cc を加へ、新に製した 0.5% ニトロプルシッドナトリウム水溶液 3~4 滴を加へ、更に濃厚な苛性ソーダ液を加へてアルカリ性とする時は、フォルマリン存在すれば藍色を呈する。

6. 尿素フォルムアルデヒド樹脂

この樹脂は尿素とフォルムアルデヒドとを 1:1.5~2.0 モル比に混じアンモニア、ヘキサメチレンテトラミン等のアルカリ剤或は少量の酸を縮合促進剤として添加し加熱縮合させたもので、有機ガラス、ポロパス (Pollopas) 或はビートル (Beetle) 等の名稱で知られたものである。無色透明で硬く、外觀はガラスに頗るよく似てゐる。比重はガラスの約 $\frac{1}{2}$ で、耐火性強く、酸、アルカリ、薬品等に對する抵抗性も大である。缺點は硬化の際容積收縮が著しく、爲に内部歪を生じて龜裂を生じ易く、多少の吸濕性を有し、之も龜裂の原因になる。その結果有機ガラスとして透明美觀のあるものは未だ實用化されるに至つてゐない。ベークライトと同様に粉碎して他物と混じコンパウンドとし日用品等が製造される。特別な試験法はない。

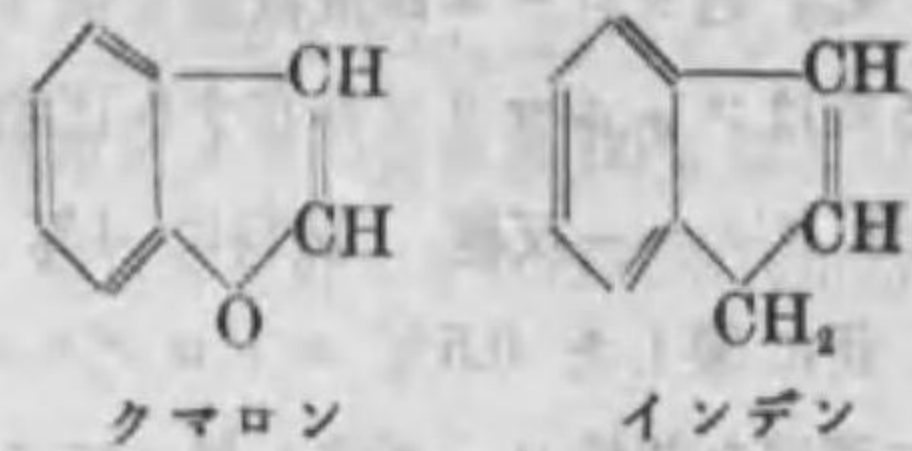
7. グリブタル樹脂

この樹脂はグリセリンと無水フタル酸とを加熱縮合させたもので、アセトン可溶、熔融性の A 型からアセトン不溶、不融性、加熱により可塑性を帯びる B 型を経て、全く不溶、不融で加熱により可塑性を帯びるが水等に對しても抵抗力の強い C 型縮合物となる。無色透明又は淡黄色透明で耐水性があり、電氣絶縁性も大である。ラッカー、ワニス等の製造に供して耐候性の大なるものが得られる。試験法は實用試験である。

8. クマロン樹脂

コールタールを分溜してソルベントナフサ類を製造する際 160~185°C に溜出する油の中にはクマロン、インデン及びそれ等のメチル誘導體を含む。

よつてコールタールより 150~200°C
又は 160~185°C の溜分を精溜して分
離し、苛性ソーダ及び 50° B_é 位の硫
酸で順次に洗滌し、充分に乾燥した後
に鉛張タンク内で濃硫酸を作用させク



マロン、インデン等を重合させる。この際生成するタールは之を分ち、クマロ
樹脂を溶解したナフサは中和水洗後蒸溜してナフサを除き樹脂を分離する。

クマロン樹脂には原料の種類、製造工程中の条件により硬度、色、透明度、
融点等種々異なるものがある。一般にエーテル酒精混合溶剤に可溶性物質の含
有量の多いもの程軟かく、アセトン不溶性有機物の含有量の多いもの程色調が
濃厚である。クマロン樹脂は塗料、印刷インキの製造に用ひられる。

試験法は主に實用試験である。

9. ヴィニル樹脂

一般にヴィニル基 ($\text{CH}_2\text{:CH-}$) を有する化合物は不安定で、或種のもの
は重合して樹脂状物を生ずる。現在工業化されてゐるヴィニル樹脂は醋酸ヴィニル
($\text{CH}_2=\text{CHO}\cdot\text{COCH}_3$)、アクリル酸エステル ($\text{CH}_2=\text{CH}\cdot\text{CO}\cdot\text{OR}$)、メタアク
リル酸エステル ($\text{CH}_2=\text{C}(\text{CH}_3)\cdot\text{CO}\cdot\text{OR}$) 等である。醋酸ヴィニルは主に硫酸
水銀の觸媒で醋酸とアセチレンとを縮合させて製し、アクリル酸エステルはア
クロレンを原料にする方法等により、またメタアクリル酸エステルはアセトン
シアンヒドリン等を原料にする方法によつてゐる。

ヴィニル樹脂は之等のエステルを少量の過酸化物(例へば過酸化ベンゾイル)
を觸媒にして重合させたもので、一般に無色透明、無味、無臭、耐水、耐酸、
耐アルカリ性で、溶剤には一般に溶け難いがケトン類やエステル類には可溶な
ものがある。加熱すれば可塑性を帯びる。日用品、安全ガラス等の製造に用ひ
られる。實用試験以外特別な試験法はない。

10. スチロール樹脂

スチロール樹脂はスチレンを過酸化物 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH:CH}_2$) を觸媒にして重合さ
せたものでヴィニル系樹脂の一種である。スチレンの製造には諸法があるが、
主なものは桂皮酸の乾溜、鹽化アルミニウムの觸媒作用によるベンゾールとア

セチレンの縮合、メタロルエチルベンゾールの分解等であるが、工業的にはエ
チルベンゾールを原料にする方法が行はれてゐる。

スチロール樹脂は無色透明で、比重 0.93~1.05。耐水、耐酸、耐アルカリ性
で、電気絶縁性に富み、殊に高周波絶縁材料として優良な性質を有する。缺點
は軟化點が低いこと並に時日の経過と共に失透し易いことである。試験法は
主に實用試験である。

ヴィニル系樹脂には以上の外、ヴィニルメチルケトン ($\text{CH}_2\text{CO}\cdot\text{CH:CH}_2$)
を原料にしたもの等もある。

第14編 塗料, 顔料, 漆

(通し番號第[71]節)

塗料及び顔料

塗料中主要なるものは、ペイント、ワニス及漆である。ペイントは、顔料をボイル油又は其他の展色劑と混摺して濃稠液にしたもので、此を固體表面に塗布して乾燥する際には、不透明なる塗膜が出来る。而して、展色劑にワニスを使用する際には、光澤の強い塗膜が生成する故、此のペイントを特にエナメルと呼んでゐる。

ワニスは、樹脂類をテレピン油、揮發油、アルコール其他の揮發性溶劑、又はボイル油に溶解したものである。うち、樹脂類をボイル油に溶解し、溶劑で稀釋した油ワニスが多。此に對して、樹脂類を揮發性溶劑に溶解したものを、精ワニスと言つてゐる。此等ワニスの塗膜は、ペイント塗膜と相違して、透明で、固體素地を透視出来る。

茲には、顔料、ボイル油、ワニス及ペイントの試験法に就て述べる。參考文獻は、田中芳雄氏及安藤一雄氏、最新化學工業試験法、上巻；材料研究會編、工業材料便覽、非金屬；上野誠一氏、油脂實驗法等である。

I. 顔料試験法

(1) 比重

内容約 50cc の比重壺に依て測定する。即ち、該比重壺に 15°C の蒸溜水を充たして其の重量 (W) を秤量し、次に乾燥せる後試料を秤取し、其の重量を (P) とする。此の試料の入つた比重壺に再度蒸溜水を充たし、氣泡を除去して 15°C に保温せる後、秤量し、其の重量を (F) とする時は、次式より比重を計算出来る。

$$\text{比重 (15°C/15°C)} = P/(P+W-F)$$

水に代えて比重 (S) 既知の燈油、クロロホルム 又はアルコール等を使用する際には、

$$\text{比重 (15°C/15°C)} = P \times S / (P+W-F)$$

茲に、W は、例へば燈油と比重壺との量で、F は燈油と比重壺と試料との量

である。

(2) 細度

顯微鏡法—直接法としては、顯微鏡に依り約 1,000 倍に擴大して、接眼測微計又は接眼測微螺旋を用ひて、粒子の大きさを測定する。

間接法としては H. Green は、試料を 1,500~5,000 倍に擴大して顯微鏡寫眞を撮り、幻燈器で其の陰畫を 20,000~25,000 倍に擴大し衝立表面に撮影し、mm 尺を以て粒子の直徑を計り、粒子直徑~粒子數曲線を得てゐる。

一般に顯微鏡試験の缺點は、局部試料の試験に依て、全試料を代表することにある。

篩分け法—粗粒子の試験に採用される。詳細は、(7) JES, 第 4 條参照。

沈降分析法—Stokes 法に依れば、半徑 r 及密度 d なる球狀粒子が、粘度 η 及密度 D なる液體中を沈降する速度 v は、次式で表はされる。

$$v = \frac{2}{9} \cdot r^2 (d - D) g / \eta$$

故に、d, D 及 η が一定なる際には、 $r = K \sqrt{v}$

従つて、D 及 η 既知なる液體中を密度既知の試料粒子が沈降する速度 v を測定して、其の半徑を計算出来る。笠井圓爾氏 (大工試報, 第 11 回, 第 17 號) は、化學天秤を改造して液體中を沈降する試料の量を自動的に記録し、此より試料粒子の沈降曲線を得てゐる。此の曲線から、以上の原理に基き、容易に粒子の細度及混合割合等を知ることが出来る。

(3) 粗粒子

粗粒子の定量には、試料を攪め適當なる液體中に分散させて篩分けする。液體としては、水、燈油、アルコール等が使用される。詳細は、(7) JES 塗料用顔料試験法, 第 4 條参照。

(4) 色

同種類又は類似の標準顔料と比色して、良否及濃淡を検べる。例へば、試料を、ガラス板上に於て亞麻仁油と平底の乳棒を以て練合せて、ペイントを造る。同様にして、標準顔料よりペイントを造り、兩者を一枚のガラス板に相接して塗布し、ガラス板の裏面より透視して比色する。又、精確には、ロヴィボンド比色計を使用して、其の色度を測定する。詳細は、(7) JES 塗料用顔料試験法, 第 2 條参照。尙、ロヴィボンド比色計に就ては、石油及アスファル

ト試験法参照。

(5) 着色力

例へば、白色顔料に於ては、試料 1g を白色磁製板上に載せ、プルシアン青 0.1g を加へる。次に 1 滴宛漂白亜麻仁油を加へて練合せ、均一の泥状體にする。同一方法に依て、亜鉛華の標準品にて、同様の泥状體を造り、兩者をデッキ・ガラス上に相接して塗布し、ガラスの両面から着色力を検べる。斯て、例へば標準品が試料よりも青色に富む際には、試料の着色力は標準品よりも大である。

此の際、プルシアン青に代えて、油煙（沈降炭酸石灰の 6 倍量を混じたるもの）を使用し、鉛白の着色力を 100 として、數量的に表示することもある（H. A. Garner, *Physical & Chemical Examination of Paints, Varnishes, Lacquers and Colours*, 1933, 6th Ed., 62~67; 尙、着色試験法の詳細は、(7) JES 塗料用顔料試験法、第 3 條、及塗料用各種顔料試験法参照）。

(6) 吸油量

顔料より塗料を製造するに要する油量であつて、顔料に対する重量 % を以て表はし、試験方法に依て、其の數値著しく相違する。

例へば、H. A. Garner (前出) の練合せ法 (Rub-out Test) に於ては、試料 5g に亜麻仁油を 1 滴宛添加し、篋でよく練り、固練りペイントが生成するに到る亜麻仁油の cc 數を測定し、其の結果を重量 % で示す。

H. Wagner & H. Phanner (*Farb. Z.*, 34, 2513) は、一定量の試料に油を加へ、篋で攪拌し、試料が油に依て一様に濕潤される點を、第 1 油點 (Öl-Punkt 1) 又は濕潤點 (Benetzungspunkt) と言ひ、更に油を加へて凸出部に光澤の生ずる點を第 2 油點又は滑點 (Schmierpunkt) と言ひ、更に油を加へて篋から糊状に流れて油が分離し初める點を、第 3 油點又は流動點 (Fließpunkt) と言つてゐる。

(7) JES 塗料用顔料試験方法

第一條 本規格は塗料用顔料の試験に之を適用す

第二條 色 規定量 (備考 1) の試料を採り之に規定量 (備考 1) の亜麻仁油 (備考 2) を加へガラス板上に載せ篋を用ゐて練り合せ均一なる糊状と爲す

次に與へられたる見本品を同様に處理し此の兩糊状體を 1 枚のガラス板上に並べて盛り其の裏面を打ちて平と爲し裏面より見て色を比較す

備考

1. 本試験の試料及亜麻仁油の規定量は各塗料用顔料規格に於て別に之を定む

2. 亜麻仁油の色は重クロム酸カリ 0.1% 以下の水溶液の色に相當するものとす

第三條 着色力 規定量 (第二條備考 1) の試料をガラス板上に採り之に規定量 (第二條備考 1) の亜麻仁油 (第二條備考 2) の内少量を残し大部分を加へ篋を用ゐて十分に練り合せ之に規定量 (第二條備考 2) のペイント又は補助顔料 (備考) に亜麻仁油の殘部を加へ練り合せたるものを混じて更に練り合せ均一なる糊状と爲す

次に與へられたる見本品を同様に處理し此の兩糊状體を 1 枚のガラス板上に並べて盛り其の裏面を打ちて平と爲し裏面より見て着色力を比較す

備考

本試験に用うるペイント又は補助顔料に付ては各塗料用顔料規格に於て別に之を定む

第四條 粗粒分 本試験に使用する篩の標準は次の通りとす

篩目の開き 0.044 mm (平均の開きの公差 $\pm 8\%$, 最大開きの公差 90%)

針金の徑 0.036 mm (公差 $+35\% - 15\%$)

篩の内徑 約 75 mm

篩の深 約 20 mm

篩の重量 50g 以下

篩の材料 枠は黄銅、針金は銅、黄銅又は他の適當なる金屬

規定量 (第二條備考 1) の試料を容量 100cc のビーカーに採り之を少量のアルコールを加へて濕しガラス棒を以て軽く壓し試料の凝集せるものを崩す

上記の試料に水約 50cc を加へて充分に攪拌したる後液中に浮遊せる部分を直にビーカー上の篩 (備考) に傾瀉す 此の篩は網の兩面を豫めアルコールにて濕しビーカーの縁に載せ篩上に傾瀉せる液體は完全にビーカー中に落ちる様に準備し置くものとす

次に再び水約 50cc を残りの試料に注加し上記の如く篩上に傾瀉す

斯くすること数回の後水を以てビーカー中に残れる顔料を全部篩上に移し更に水を少量づゝ注ぎながら振盪し大部分の細末顔料を通過せしむ

次に篩を径約 120mm の蒸発皿に入れ網上数耗に達する迄水を注入し刷毛(長約 25mm, 幅約 15mm の繪畫用刷毛)を用ひて軽く網上を掃き試料を十分に洗滌す

次に蒸発皿を清浄なる布にて拭ひ之に篩を入れ水を用ひて篩の枠及網を十分に洗ひ尙水中にて篩を振盪洗滌したる後更に蒸発皿を布にて拭ひ再び篩を入れアルコール 20cc 乃至 30cc を以て洗滌し次にエーテル 20cc 乃至 30cc を以て洗滌したる後篩を 105°C 乃至 110°C に調節したる乾燥器中にて 30 分間乾燥しデシケーターに入れ冷却後秤量し再び同温度の乾燥器中にて 15 分間乾燥しデシケーターに入れ冷却後秤量す斯く乾燥及秤量を繰返し其の差 1mg 以下となるに至りたる時此の重量より篩の重量を減じ残量を粗粒分の重量と爲し其の百分率を算出す

備考

新に購入したる篩は使用前次の方法に依り豫め十分に洗滌し乾燥して重量を測り之をデシケーター中に保存し其の防錆に注意す又使用の際も極めて鄭重に取扱ひ篩目の開きに移動を生ぜざる様特に注意を要す

篩は之を径約 120mm の蒸発皿に入れ石油を注ぎ網上数耗に達せしめ刷毛(長約 25mm, 幅約 15mm の繪畫用刷毛)を用ひて十分に洗滌す

次に蒸発皿を清浄なる布にて拭ひ之に篩を入れエーテルを注ぎ篩の枠及網を十分に洗滌し更に蒸発皿を布にて拭ひエーテル約 30cc を以て 2 回以上洗滌したる後 105°C 乃至 110°C に調節したる乾燥器中にて 30 分間乾燥しデシケーターに入れ冷却後秤量し再び同温度の乾燥器中にて 15 分間乾燥しデシケーターに入れ冷却後秤量す

斯くして其の差 1mg 以下に至る迄乾燥及秤量を繰返し篩の重量を定む

II. ボイル油試験法

(1) 色 度

比色計に依て測定する。(石油及アスファルト試験法参照)

(2) 比 重

比重壺を使用して、一般方法に従ひ、15°C の水に対する 15°C の比重を測

定する。

(3) 粘 度

落球式粘度計を以て測定する。Valenta (*Chem. Ztg.*, 1906, 30, 583) は直径 9mm の銀製球體が直径 13mm のビュレット中を、垂直に一定距離を落下する時間から、粘度を算定してゐる。尙、氣泡粘度計をも使用し得る。(此等の粘度計に対する詳細は、石橋正樹氏著、粘度測定法提要、顔塗料、第 10 卷、第 7 號附録参照。)

(4) 乾燥試験

5×10cm の平滑清浄なるガラス板上に、ボイル油の 1 滴を落し、指頭にて平均に塗布して、塵埃なき明るい部屋に水平に放置し、乾燥する迄の時間を測定する。指頭で軽く觸れて油が粘着しない状態を以て、乾燥と認める。優良なるボイル油は、此の方法に依て、一般に 12 時間以内に乾燥する。精確には、光度一定なる恒温槽内に於て、標準品と比較す可きである。

(5) 酸 價

油脂試験法参照。

(6) 沃 素 價

油脂試験法参照。生亞麻仁油は 150~173 であるが、酸化重合の進行と共に減小し、濃稠なるものは、約 70 である。

(7) 鹼 化 價

油脂試験法参照。生亞麻仁油に略々相等しい。

(8) 不 鹼 化 物

油脂試験法参照。生亞麻仁油は、ボイルすることに依て不鹼化物を増大せざる故、約 1% 以上の不鹼化物は、樹脂質、礦油製品等の偽和に依る。

(9) 乾 燥 劑

一般に定性試験を行ふ。即ち、試料を、分離漏斗に採つてエーテルに溶解し、稀硝酸で抽出される液に就て、定性分析を行ふか、又は試料を灰化して、此の灰分を定性分析する。乾燥劑には、一般に鉛及マンガン化合物が使用され、又コバルト、亞鉛、カルシウム等の化合物も使用される。

定量試験に於ては、20g の試料を 50cc のエーテルに溶解し、此に蒸溜水 30cc を加へ、加温して振盪し、其の水溶液に就て、メチル・オレンジを指示薬として N/2 鹽酸を以て滴定する。尙、此の測定値より樹脂酸鉛又は樹脂酸

マンガンを定量するには、樹脂酸の平均分子量を 346 とする。

(10) 樹脂

乾燥剤として使用せる少量の樹脂類は、70% アルコールで抽出して定量する。

III. 油ワニス及精ワニス試験法

(1) 外観

簡単には、試料を試験管に採り、標準品と肉眼で比較する。又、精確には、比色計を使用する（石油及アスファルト試験法参照）。尚、透明度及臭気等も検べる。

(2) 比重

比重計又は比重壺を使用して測定する。

(3) 粘度

気泡式粘度計又は落球式粘度計を使用して測定する（石橋正樹氏、前出）。

(4) 乾燥試験

ボイル油の場合に準ずる。夏期は 20 時間、冬期 32 時間以内に完全乾燥するものは、良好である。

(5) 塗布試験

ワニス刷毛にて、実際に小板又はガラス板に塗布して塗り工合を試験する。

(6) 塗膜面の性状試験

小板（油ワニスの場合には白ペイントを下塗りせるもの）又はガラス板に試料を塗布し、塗膜面の色相、光澤、透明度、平滑度、特に硬度を試験する。

硬度——第 1 圖は、硬度

試験に一般に使用せられる

Dupont & Clements の

硬度計を、自働式に改良し

たものである。試験には、

分銅 (b) を載せたる標準針

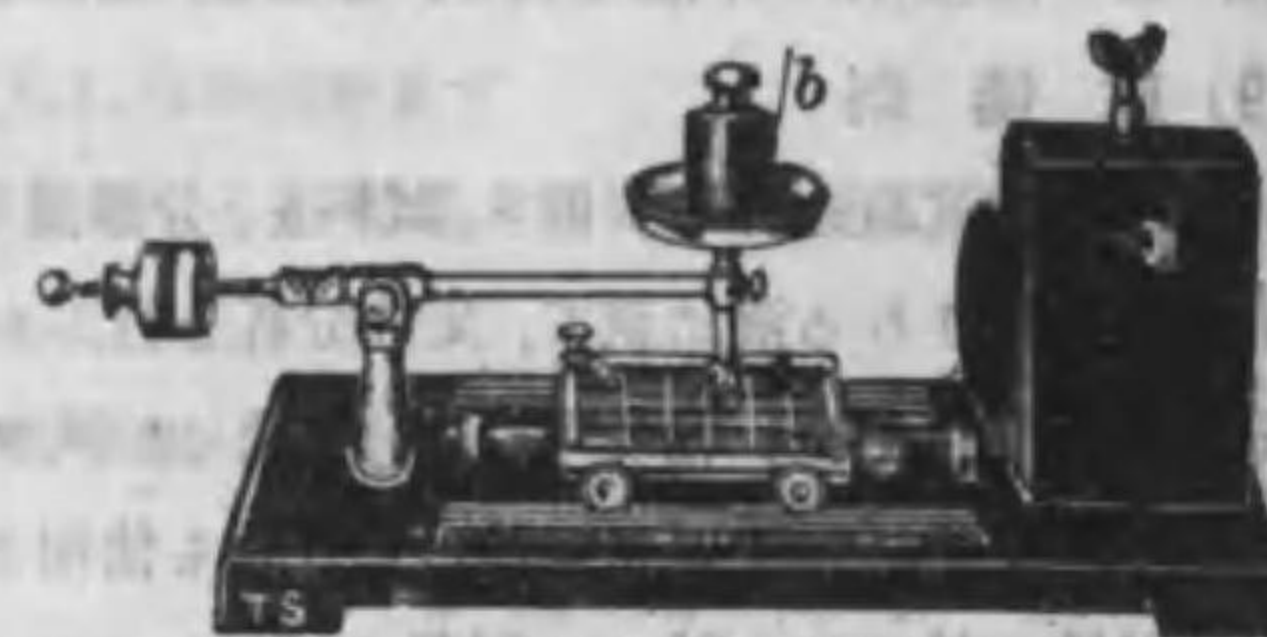
(a) を、自働的に塗膜面上

に移動せしめ、依て生ずる

掻痕の模様、及此に要する重量等を測定して、硬度及乾燥度を判定する。

(7) 塗膜試験

第 1 圖



小板又はガラス板に塗布して生ずる塗膜に就て、耐久試験、耐水試験其他の試験を行ふ。

耐久試験(曝露試験)——塗膜試験板を屋外に懸け、塗膜の耐久性を検べる。曝露後、1ヶ月以内に於て光澤消耗し、龜裂を生じ、白堊化し、剥落又は表面硬化するものは、不良である。尚、辨柄と 2 倍のペイントを混和して下塗りせる小板片に、良質の油製コーバル・ワニスを 2~3 回塗布せるものは、曝露試験に於て龜裂を生ずる迄に 3 ヶ月以上を要する。

耐アルカリ試験——アルカリに対する抵抗性は、塗膜ガラス板を、15~30% の炭酸ソーダ液に室温に於て 2~3 時間浸漬後、液を徐々に加温して、最後に 6 分間煮沸して放冷する。斯て、塗膜面に水を噴霧状に吹付けて、塗膜面の變色、及溶解せりや否やを検する。

耐水試験——小木片を多数に造り、試料を以て均一に全部塗布して充分に乾燥せるものを秤量し、次に水中に 2~3 週間浸漬して取出し、表面を吸取紙で拭ひ取つて秤量し、其の重量増加を吸水量とする。此の吸水量大なるものほど、耐水性が小である。

(8) 酸價

油脂試験法に準ずる。

(9) 乾燥剤

ボイル油試験法に準ずる。

(10) 引火點

石油及アスファルト試験法に準ずる。但し、精ワニスに就て遂行する。

(12) 蒸溜殘渣(樹脂質及脂肪油)

試料 50~100g を 500cc フラスコに採取し、水蒸氣蒸溜して、全揮發性溶劑を溜出して、殘渣の試料に対する%を計算する。

斯て生成する蒸溜殘渣は、油ワニスに於ては濃稠樹脂状を呈し、樹脂、樹脂酸鹽、亞麻仁油酸鹽、ボイル油及不鹼化油（樹脂油及鑛油製品等）を含有する故、此等を定量する。即ち、遊離樹脂は、遊離有機酸同様にして檢し、酸價 7 以下なる時は、存在しないものと認める。又、樹脂酸鹽及亞麻仁油酸鹽は、灰分試験に依て定量する。尚、純無機成分が存在する際には、蒸溜殘渣を、豫めベンゾール・アルコール (9:1) と共に煮沸して此を分離する。

油分(ボイル油及不鹼化油)は、蒸溜殘渣を酸及ベンゾールと共に加温して

乾燥剤を分解し、其のベンゾール液を鹽酸水溶液を以て洗滌せる後、酒精ソーダで中和し、乾燥剤より生成する酸をソーダ石鹼に變じて Spitz & Hönig 法 (*Z. angew. Chem.*, 1891, 4, 565) に依て分離しベンゾール液中に残存する鹼化油及不鹼化油に就て試験する。

精ワニスの蒸溜残渣は、脆き樹脂状を呈する。其の重量より、灰分の量を減じて樹脂の量とする。又、灰分に就て、樹脂酸鹽及亞麻仁油酸鹽の存在を試験する。即ち、鉛、マンガン及石灰鹽等は、灼熱に依て相當する酸化物を残留する故、此を定量出来る。

以上に於て使用せられる樹脂質は、コロホニウム、セラック、琥珀、ザンヂバル・コーバル、カウリ・コーバル、マニラ・コーバル、ダムマー、サンダラック、マスチックス、エレミ其他であつて、此等を各個に定性又は定量することは至難である。

(12) 揮發性溶劑

試料を水蒸氣蒸溜して得られる溜出分を以て、揮發性溶劑とする。此の際アルコール及アセトンは、水に可溶性にして、他の溶劑から分離する。

アルコールは沃化フォルム反應に依り、又アセトンはヒドロ・キシル・アミン又はフェニル・ヒドラジンに依て検出する。

ワニスに最も多量使用されるテレピン油は、以上の水溶液を分離せる油分を代表するものにして、其の香氣、比重、沸點、屈折率等より此を確定出来る。即ち、純テレピン油は、比重 (15°C/15°C) 0.865~0.875、沸點は 155~162°C の範圍に於て 75~80% 溜出し、175°C 迄に全部溜出する。又、其の屈折率 (n_D^{150C}) は、1.471~1.474 である。尙、石油エーテルを偽和せるテレピン油は、Marcusson 法 (*Chem. Ztg.*, 1909, 987) に依て定量する。

IV. ペイント試験法

(1) 細 度

ペイント中の顔料の細度を言ふ。其の試験方法は、顔料の細度試験と同一である。一般に顯微鏡法に依る。

(2) 稠 度

下塗りを施工せる木片に、實際に刷毛にてペイントを塗布して、塗り工合を試験する。

(3) 隠 蔽 力

縦横に黒線を引ける白色板中に、同一面積を區切り、試料及標準ペイントの一定量を探り、同量の展色劑 (10 分のボイル油、2 分のテレピン油、1 分の液狀乾燥劑) を加へて試験する。即ち、刷毛を以て白色板狀の各區劃を、成る可く薄く且つ均一に塗布して乾燥し、黒線が完全に隠蔽するに到る迄、塗布を反復する。此の際に、消費せられる試料の量を標準ペイントの量と比較し、消費量の小なる程隠蔽力が大なりとする。

此の性質は、顔料粒子の直徑に逆比例し、ペイントの不透明度と一致する。尙、隠蔽力を數學的に表示するには、Pfund (*Farb. Ztg.*, 1920, June) の Cryptometer を使用する。

(4) 塗 覆 力

一定量のペイントに依て均一に塗布せられる最大面積を以て表はす。試料ペイント及標準ペイントの各同一量を下塗りせる板に均一に塗布し、塗覆面積を比較し、其の大なる程、塗覆力大なりとする。同一細度の顔料を使用せる際に於ては、塗覆力は顔料の比重に逆比例する。

(5) 乾 燥 試 験

ボイル油の場合に準ずる。一般に、戸外に於て、乾燥時間が 18 時間以上に互る場合には、液狀乾燥劑を加へて、乾燥を促進する。されど、乾燥著しく迅速なるペイントは、上乾きして小皺を残し易く、且つ乾燥塗膜は、耐久性に乏しい。

(6) 塗膜面の性状試験

ワニスの場合に準ずる。

(7) 塗膜試験

ワニスの場合に準ずる。

(8) 展 色 劑

定量法— 試料をソックスレー抽出器を使用して、アセトン又は他の適當の溶劑を以て抽出し、抽出液より溶劑を逐出せる殘量の試料量に對する%を以て、展色劑%とする。

成分試験— 展色劑は、ボイル油、又は此に生亞麻仁油又は他の乾性油を加へたものである。尙、テレピン油、石油ベンチン又は樹脂類等を含有するものがある。

展色劑の數滴をガラス板上に塗布して放置する際には、一般に 12 時間以内

に乾燥し、樹脂類を含有するものは、更に迅速に乾燥して、硬い光澤膜を生成する。尚、樹脂類は Liebermann-Storch 反応に依て検定する。

礦油製品其の他の不鹼化物は、一般油脂類中の不鹼物定量法に従て定量出来る。

猶、一般試験法に従て、ボイル油及脂肪油を検定する。

(9) 顔料

定量法—試料 15g を、遠心分離機のガラス管に秤取し、20~30cc の溶剤を加へてガラス棒にて攪拌して均一に混合せる後、尙溶剤を加へて 60cc とし、遠心分離機にかける。其の上澄液を傾瀉して、更に溶剤 40cc を加へて 2 回抽出し、最後にエーテル 40cc を加へて抽出したる後、80°C の湯煎浴中で加熱して溶剤を逐出し、更に 110°~115°C の熱氣乾燥函中で恆量となる迄乾燥する。此の恆量残留物の試料に対する%を以て顔料%とする。

成分試験—ワニスの場合に準ずる。

漆

漆は東洋固有の天然塗料で、支那、日本、安南等がその生産地である。漆樹 (*Rhus vernicifera* De) の樹幹に切付けして滲出する液汁を掻き集めたものを生漆といひ、15~25% の水分並に若干量のゴム質、含窒素物を含み、そのまま招漆塗、下塗工程等に用ひられる。生漆を攪拌しつゝ 40~50°C に熱して水分を除き、なほ必要に応じて花油、亞麻仁油等の乾性油や顔料、乾燥剤等を加へて得たものを製漆又は黒目漆といふ。

漆の有用成分はウルシオールで、通常漆の 60~70% を占め、漆の品位はウルシオールの含有量によつて定まる。

漆が乾燥するのは酵素ラッカーゼの作用によるので、漆を 70°C 以上に加熱すれば常温に於ける乾燥性が全然消滅する。

普通に用ひられる漆の種類が次の通りである。

生漆	生正味漆	主に招漆塗に用ひる。
	下地漆	主に下塗工程に用ひる。
	梨子地漆	主に梨子地塗に用ひ塗面を研磨する。

透漆	木地蠟漆	主に木地蠟塗、色漆塗に用ひ塗面を研磨する。
	朱合漆	顔料と混じり色塗に適するもので、朱を混ずれば鮮明な赤色を呈する故この名がある。相當量の乾性油を含む。
透上塗漆	透上塗漆	色塗に適するもので、性質、用途は朱合漆と同じである。
	春慶漆	主に春慶塗に用ひるもので相當量の乾性油を含む。
黒漆	蠟色漆	主に黒色の研磨艶出塗に用ひるもので、黒漆中品質最も優良である。
	塗立漆	黒色の上塗に使用するもので光澤に富む。若干量の乾性油を含む。
	中塗漆	黒色の中塗に使用するもので、塗立漆に似てゐるが油を含まないのを原則とする。品質は劣る。
	上花漆	主として黒色の上塗に用ひるもので相當量の乾性油を含み光澤に富む。
	速乾漆	乾燥の特に速なことを必要とする場合に用ひる。

I. 漆液の試験法

以下述べる試験は總て下記の條件の下に実施する。

- (A) 温度 20°C、湿度 75% (但し速乾漆では湿度を 52% とする)。
 (B) 恆温恆濕器内の換氣は均等の速度で行ひ、試験 1 回を完了するまでの換氣總量は塗膜 1cm² につき 0.2l 以上。
 (C) 試験中換氣を行はなぬ恆温恆濕器内で漆液を乾燥又は硬化させる場合には試験開始前に器内の換氣を行ひ、且つ器内の空氣は供試塗膜 1cm² につき 0.2l 以上。

(1) **硬化試験** 重量で試料 4 に對し砥粉 6 をガラス板上に採り、砥粉は水を適度に加へて篋で練合せた後に之に前記の試料を混合し、篋で均等に練合す。之をガラス板 (165mm×120mm 平坦清淨なもの) に成るべく均等の厚さ (塗膜 1m² につき漆液約 100g の割合) に塗抹し、塗面を垂直に置き、前記の條件の下に一定時間 (普通に 48 時間) 放置する。塗面を拇指の爪で押し塗面に明瞭な爪跡の凹みを生じなければ硬化は完了したものとす。硬化試験は主に下地漆に就て試験しその時間は 48 時間以内なるを要する。

(2) **乾燥試験** 試料を清淨なガラス板上に漆刷毛を用ひて成るべく均等の

厚さ(塗膜 1m²につき漆液約 60g の割合)に塗り, 塗面を垂直に一定条件の下に置き, 一定時間後に塗面に指頭を觸れ粘着性を感じなければ塗面は乾燥したものとする。乾燥時間は漆液の種類によつて異なるが, 生漆は 5~6 時間以内, 透漆は 8~20 時間以内, 黒漆は 7~8 時間以内, 速乾漆は 5 時間以内である。

(3) **透明度試験** 重量で試料 1 に対し朱 1.5 の割合に混じて練合せ, 漆刷毛を用ひて清浄なガラス板に塗抹し, 塗面を垂直に置いて 24 時間経過させた後乾燥塗面の色を同時に同様な処理を行つた見本品の塗面と比較して検する。

(4) **研磨試験** 平坦な板に生漆砥粉下地を施し, 硬化した後その面を平に研ぎ, 次に中塗漆を漆毛で 1 回塗り, 乾燥後朴炭で研いで製した試験板面に試料を漆刷毛を用ひて 1 回塗り, 塗面を垂直に置き 48 時間経過させた後, 塗面を水及び蠟色炭(えご, さるすべり又はやまつばきより製したもので, 原木材の横断面に相當する面を平坦に研ぎおろして使用する)で研ぎ, 次に菜種油と砥粉との混合物で磨き, 更に菜種油及角粉(鹿の角を炭化粉砕したもの)を以て磨き, 同様に処理した見本品と比較して面の状態を検する。

II. 漆液の分析法

(1) **加熱減量** 生漆は試料 1.5g を重量既知のガラス皿に採り, 攪拌しつゝ湯浴上に加熱し, 泡が全く消失するを待つて 105~110°C の恒温器に入れ 30 分を經て取出し, デシケーター中で冷却し, 秤量してその際の減量を加熱減量とする。

速乾漆では試料約 1g を圓錐フラスコ 100cc 中に精密に秤取し, 試料を底面に擴げて 105~110°C の恒温器に入れ, 炭酸ガスの氣流中で 3 時間熱した後取出し, デシケーター中で冷却して秤量する。

(2) **ウルシオール**の定量 ウルシオールを精密に定量することは頗る困難で, 現在良法がない。普通に用ひられる容量法並に後段に記載する重合法はウルシオールの概量を知り, 或はウルシオール含有量を比較判定するに有效な方法である。

(A) **容量法** 試料約 1g を精密に採取し, 生漆は試料秤取後に水分を除去する。生漆及び透漆は之に無水酒精 20cc を加へよく攪拌した後静置して不溶物を沈下させる。上澄液は傾瀉により濾紙で濾過し, この操作を反復して濾

液が着色しなくなれば更に濾紙を無水酒精で洗滌する。これらの濾液及び洗液は無水酒精を加へて全容を精密に 100cc とする。

黒漆の場合はエーテル 20cc を加へて溶解し, 濃鹽酸を滴下して黒色を消失させ, 静置して不溶物を沈下させる。上澄液は傾瀉により豫め少量の水を入れた分液漏斗中に濾過して入れ, 濾液が着色しなくなるまで濾紙並に沈澱物をエーテルで洗滌する。エーテル層を水で數回洗滌した後無水酒精を加へて脱水し, 圓錐フラスコ中に濾紙で濾過し, エーテルを溜出させた後無水酒精を加へて全容を 100cc とする。但し速乾漆に於てはエーテルを溜出させ, 次に湯浴中に浸し空気を送つて樟腦臭を除いた後, 酒精を加へて 100cc とする。

斯くして得た生漆又は製漆の酒精可溶分を 100cc 溶液としたものから 200cc の試料をガラス管(外徑約 17mm, 高さ約 400mm, 容量約 60cc で摺合せガラス栓を有するもの)内に採り, 無水酒精 10cc を加へ, N/4 水酸化バリウム液を用ひて滴定し, 時々静置して觀察し 1~2mm の厚さの上澄液層が透過光により紅色を呈するに至る點を滴定終點とする。この滴定數よりウルシオールの概量を算出するには次式による。

$$\text{ウルシオール}\% = \frac{2.42 \times \text{N/4 バリウム水の cc 數}}{\text{試料の g 數}}$$

(B) **重合法** 前記の容量法は一般に滴定終點の觀測が困難であるが, 特にその判定の困難な場合には本法によるのが便利である。

前記の無水酒精溶液を生漆の場合は 40cc, 製漆の場合は 25cc 採り, 酒精の大部分を溜出させた後容量 100cc の細口圓錐フラスコに入れ, 流動パラフィン 0.5g 及び硫酸酒精(無水酒精 100cc に硫酸(比重 1.84) 2cc を加へたもの) 1.5cc を加へ, 少量のエーテルを注加して溶解させ, 湯浴上で加温し, スプレーで空気を送つて溶剤を除去して器底に重合物の均一な層を形成させ, 炭酸ガスを通じつゝ 110~115°C に 30 分間加熱する。冷却後ベンゾール酒精の等容混合液を加へ, 還流凝縮器を附して湯浴上で加熱して抽出する。抽出後上澄液を重量既知の濾紙上に傾瀉し, 前記溶剤で濾紙を洗滌する。抽出を反覆し, 抽出液の一部を採つて湯浴上で溶剤を除去するも残留物を認めざるに至らしめる。次にフラスコに熱湯を加へて煮沸し前記の濾紙で濾過する。濾液に硫酸根を認めなくなるまで熱湯で洗滌し, 最後に固形物を熱湯で悉く濾紙上に移し, 105~110°C で恒量となるまで乾燥し, 残留重合物を以てウルシオールの量とする。

$$\text{ウルシオール}\% = \frac{f \times \text{重合物のg数}}{\text{試料のg数}} \quad \left\{ \begin{array}{l} \text{生漆の場合 } f=250 \\ \text{製漆の場合 } f=400 \end{array} \right.$$

(3) 含窒素物 前項ウルシオールの測定に際して得た無水酒精抽出残渣に熱湯を加へて煮沸し, 重量既知の濾紙に移して熱湯を用ひて洗滌した後 105~110°C で恒量となるまで乾燥し, 濾紙上の残留物を含窒素物とする。

(4) ゴム質 前記含窒素物の定量に際して得た濾液及び洗液を蒸發乾涸し 105~110°C で恒量となるまで乾燥し, 残留物をゴム質とする。

第15編 燃料

(通し番號第[72]節)

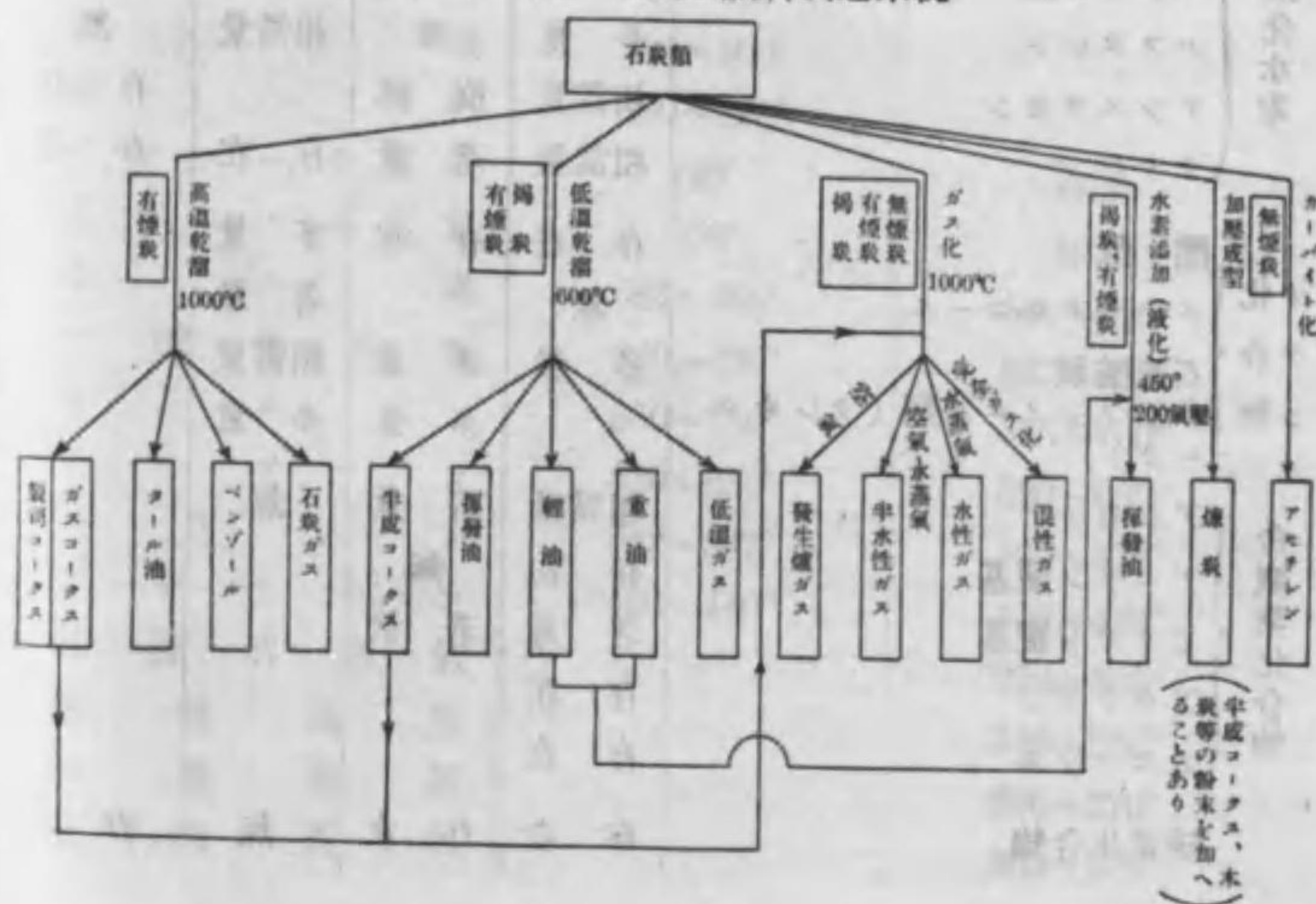
第1章 總説

第1節 燃料の種類及び用途

現行の燃料資源は主として石炭類又は石油原油の系統であるが他に木材, 油母頁岩, 天然ガス等の系統があり, 他に合成揮發油, 醱酵アルコール, 合成メタノール等もある。

石炭系燃料の製造系統は第1圖の如くである。石油原油よりは蒸溜(蒸壓, 減壓乃至クラッキング)により揮發油, 燈油, 軽油, 重油等を製取する(石油の項参照)。油母頁岩は之を乾溜(500°C以下)すれば石油原油類似の頁岩油を溜出し, 之を更に蒸溜して揮發油乃至重油とする。天然ガスはメタンが主成分であるが揮發油の蒸氣を含む濕性ガスと, それを含まぬ乾性ガスの別があり前者よりは揮發油を回収してゐる。木材の乾溜は現今では木炭のみを目的として行はれてゐる。合成揮發油とは廣義にはガスより接觸的に合成した揮發油でフィッシャー法合成ベンゼン, ポリマーガソリン等がある。尙輕油類を

第1圖 石炭系燃料製造系統



熱分解して得る油ガス、空氣中に揮發油等の蒸氣を含ませた空氣ガス等もある。今石炭、木材、石油及び油母頁岩を乾溜乃至蒸溜して得られる代表的溜出物を比較すれば第1表の如くである（但し石炭は高温乾溜の場合）。

燃料の用途は加熱用、内燃機用、照明用等に大別し得る。液體及びガス燃料は殆んど凡ての用に供し得るも、ただ熔鑄爐や熔銑爐等の冶金用には供し得ない。

第 1 表

	石 炭	油母頁岩	木 材	石 油 (米國産)
水 素	多 量	痕 跡	多 量	在 存
氣化 體水 炭素	メタン系	多 量	多 量	存 在
	オレフィン系	多 量	著 量	存 在
	アセチレン系	存 在	無	
液體及 び固體 炭化水 素	液體パラフィン類	小 量	多 量	無
	固體パラフィン類	痕 跡	著 量	存 在
	液體オレフィン類	小 量	甚多量	
	ナフテン類			著 量
	液體アセチレン類	存 在	存 在	存 在
	ベンゼン類	多 量	痕 跡	相當量
	ナフタレン	多 量	無	相當量
オ化 キ合 シ物	アンスラセン	相當量	痕 跡	存 在
	クリセン	相當量	著 量	存 在
	醋 酸	存 在	存 在	多 量
含窒素 化合物	メチルアルコール	無		著 量
	石炭酸類	多 量	著 量	相當量
	多價フェノール類(クレオソート)		多 量	多 量
	アンモニア	相當量	著 量	無
含窒素 化合物	アニリン鹽基	存 在	無	
	ピリヂン鹽基	著 量	著 量	
	アクリヂン	存 在		
	カルバゾル	存 在		
硫黄化合物	存 在	存 在	無	存 在

一方固體燃料はそのまゝでは内燃機關に應用出来ない。ここでは液體燃料特にガソリン乃至重油が近時の交通機關の發展と不可分の關係にある。船舶用ボイラー加熱用としての重油も亦然りである。ガス燃料の最大用途は都市ガス用である。尙燃料の照明の用途は今日では一般に行はれない。ただ特殊の場合へば、電力供給の不便な燈臺用光源としてアセチレンが重用せられてゐる。

第 2 節 着火温度又は發火温度

空氣又は酸素の存在に於て燃料が燃焼を開始する最低温度を着火温度又は發火温度と云ふ。此温度に於て急激なる酸化即ち燃焼を始めるのである。着火温度は一般に燃料の温度を漸次上昇せしめて測定する。然るに燃料使用に際しては一般に(ディーゼル機關を除き)點火劑(火焰、電火、熱灼固體等)で點火する。故に内燃機關の方面では上の如く定義した着火温度を特に自然發

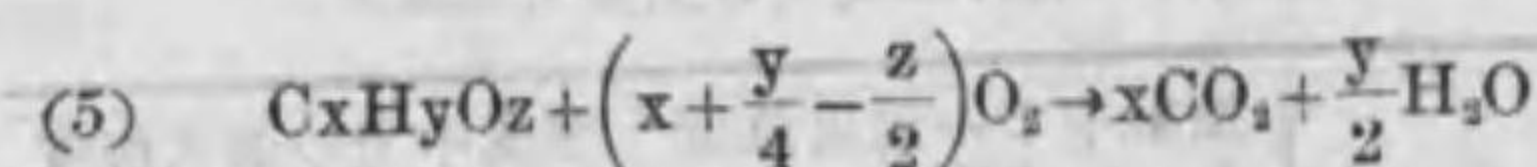
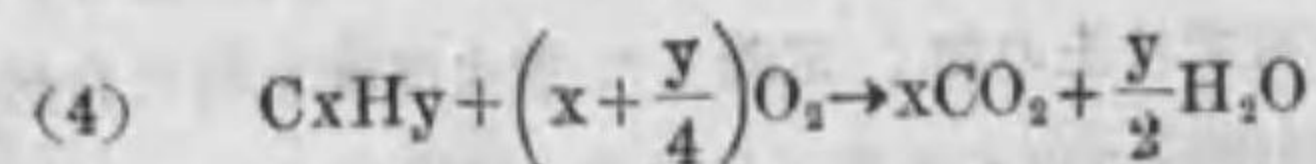
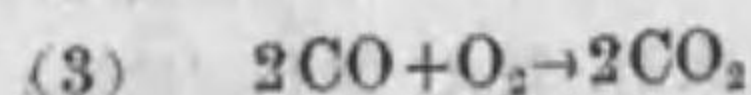
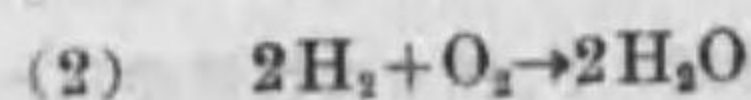
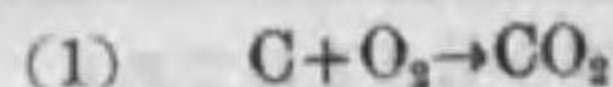
第 2 表 各種燃料の着火温度(自然發火温度)

	空氣中での着火温度 (°C)	酸素中での着火温度 (°C)
泥 炭 及 び 褐 炭	230° 以上	—
有 煙 炭	300° 以上	—
無 煙 炭	500° 前後	—
高 温 コ ー ク ス	400~600°	—
半 成 コ ー ク ス	300~400°	—
木 炭	300~400°	—
木 材	400~470°	—
ベンゾール蒸氣	740°	662°
アルコール蒸氣	558°	425°
水	580~590°	580~590°
一 酸 化 炭 素	640~660°	637~658°
メ タ ン	650~750°	556~700°
エ タ ン	530~630°	520~630°
エ チ レ ン	542~547°	500~519°
ア セ チ レ ン	406~440°	416~440°
揮 發 油 蒸 氣	—	270~300°
燈 油 蒸 氣	—	240~260°
輕 油 蒸 氣	—	250~270°
重 油 蒸 氣	—	260~270°

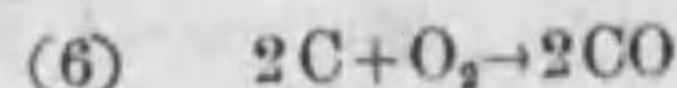
火温度と云ふことがある。尙 液體燃料については引火點及び燃焼點（又は發火點）と云ふのがある（石油の項参照）。第 2 表は代表的燃料の空氣又は酸素中に於ける常壓下の着火温度を示す（コークス、木炭等は其の炭化程度乃至炭素形態等により着火温度を異にする）。

第 3 節 燃焼反應

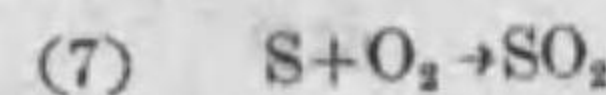
燃料を構成する主要可燃成分は炭素、水素、一酸化炭素及び炭素化合物 C_xH_y 又は $C_xH_yO_z$ である。それらの燃焼反應式は次の如く示さる。



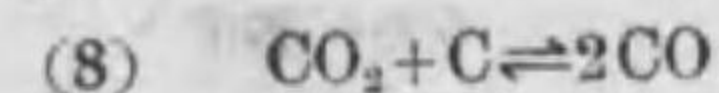
これ等の反應が完全に進行した場合を完全燃焼と云ひ、之に對し反應が部分的に行はれて燃料の一部を残留するか又は低位の酸化を受けた場合を不完全燃焼と云ふ。炭素が低位の酸化を受ける時は (6) 式の如く一酸化炭素を生ずる。



又炭素化合物が不完全燃焼を行へば媒を遊離する。尙 燃料中に硫黄化合物を含有してゐる場合には更に次の反應が行はれる。



又燃焼系に於ては上記の反應 (1) と (6) は常に



なる平衡により關聯してゐる。この平衡は $900^\circ C$ 以上に於て CO_2 の分壓は殆ど無い。

着火温度以上に於ける可燃物分子と酸素との反應は一般に瞬時反應に屬し、從て現實に燃焼速度を支配するものは可燃分子と酸素分子が單位時間に衝突する割合である。此見地からガスは最迅速な燃焼を行ふ（火焰の項参照）。液體又は固體の燃焼は不均一反應であるから之等を細微なる状態とする程燃焼速度が大となる。加之此種の接觸界面に於ては之に近接せる氣體分子は其粘性によつて界面上に殆ど静止の状態を保てる氣體膜を形成し、その厚さが燃焼

速度を支配する。その厚さは氣流々速が増加するに従て減少する。

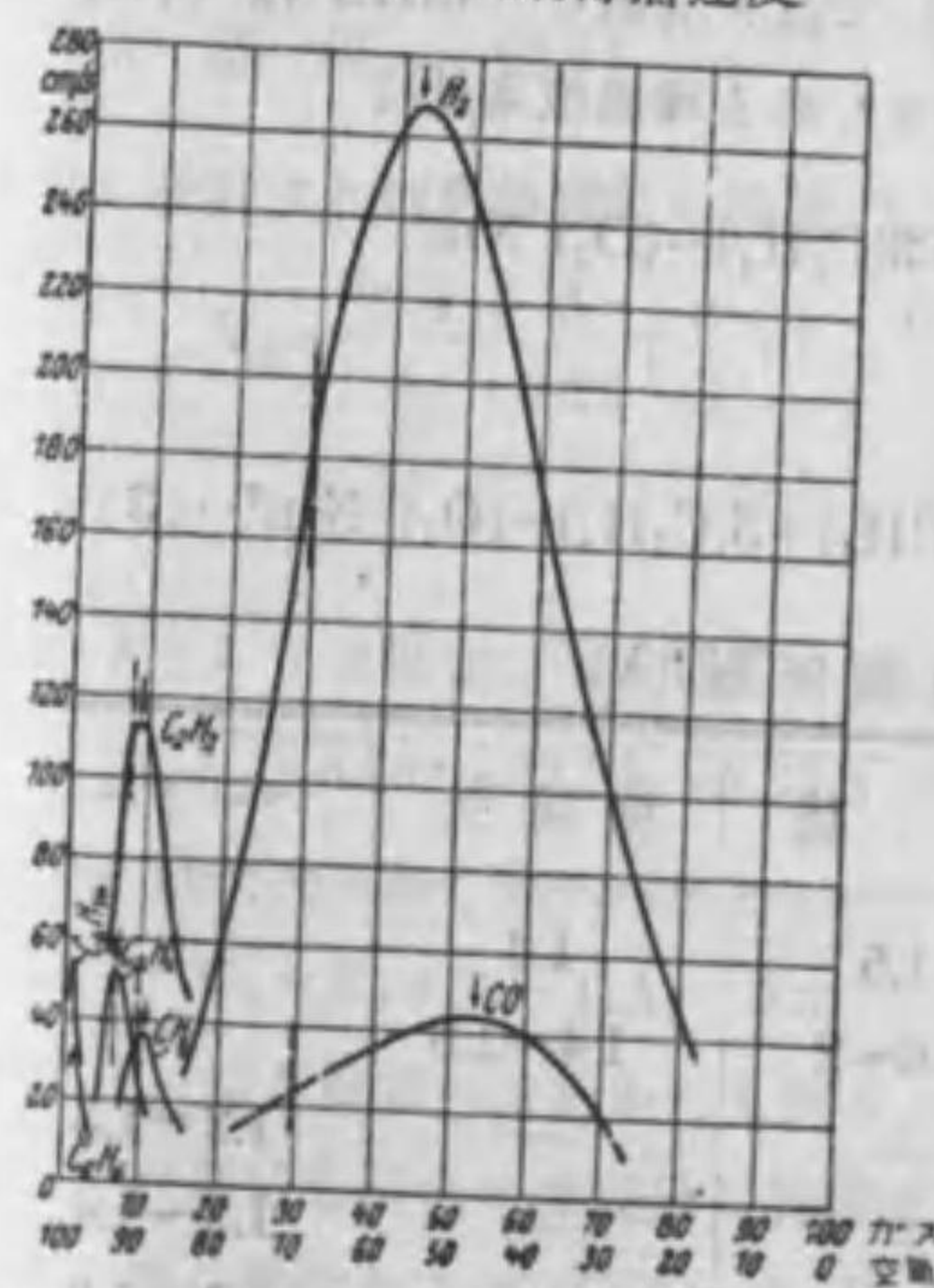
第 4 節 火 焰

火焰は可燃ガスが酸素と混じて燃焼し發光せる部分である。但し固體觸媒上で接觸燃焼すれば火焰を發しない。之を表面燃焼又は無焰燃焼と云ふ。火焰には移動焰と定常焰の別がある。前者は可燃ガスと空氣の溶相中で點火場所を中心として波及する火焰である。但し此時の混合氣の組成は爆發限界（其項参照）内にあることを要す。内燃機關の燃焼は凡て移動焰による。移動焰の傳播速度は一般に毎秒數 m に達す。これについて Nusselt (VDI. 1925, 872) は次式を與へてゐる。

$$u = \sqrt{\frac{c\lambda Pt_0^2(t_v - t_c)BL}{103.7 R^2 C_p(t_c - t_0)}}$$

ここに u = 火焰傳播速度 cm/sec ; c = 恒數 ; λ = 熱傳導度 K. cal/sec. t_0 ; P = 壓力 ; t_0 = 初めの温度 ; t_c = 自然發火温度 ; t_v = 燃焼温度 ; B = 空氣含量(%) ; C_p = 可燃混合氣の t_0 と t_v 間の平均比熱 ; R = 氣體恒數。

第 2 圖 火焰傳播速度



第 2 圖は數種の可燃氣に就てその空氣率を變化した場合の火焰傳播速度の變化を示す。

移動焰による燃焼は普通に爆聲を伴ふから通常之を爆發と云ふ。然るに移動焰の傳播に際して若し發生壓力が周圍を極度に壓縮して其結果未燃部分の温度が著しく上昇する時には極めて急激な燃焼が惹起し、其燃焼速度は毎秒數千 m を算する。斯様な極端なる燃焼を爆轟又は急激爆發と云ひ、内燃機關内で之が惹起すればノッキングと稱する障害の主要

因となる（石油の項参照）。

定常焰はブンゼン燈等の火焰であつて、燃焼用空氣の一部又は全部がガス氣流の外側から供給されつつ火焰と氣流が平衡を保つてゐる。定常焰の傳播速

度は毎秒 1m 以内である (但し酸素吹管では毎秒 100m 程度)。

第 5 節 燃焼に必要な酸素乃至空気量

(I) 固体又は液体燃料 燃料 1 坩中の炭素, 水素, 酸素, 硫黄, 窒素, 灰分及び水分の量を夫々 c, h, O, S, n, a 及び w で表はせば, その完全燃焼に必要な理論酸素量は

$$\frac{c}{12} + \frac{1}{4} \left(h - \frac{O}{8} \right) + \frac{S}{32} \text{ kg-mol}$$

である。茲に $\left(h - \frac{O}{8} \right)$ は有効水素である。之を容積に換算して

$$O_0 = \frac{22.4}{4} \left(\frac{c}{3} + h - \frac{O-S}{8} \right) \text{ Nm}^3 \dots \dots \dots (1)$$

但し Nm³ は標準状態 (0°C, 1 気圧) に於けるガスの 1m³ である。この O₀ に對應する空気量 A₀ は

$$A_0 = \frac{O_0}{0.21} = 26.7 \left(\frac{c}{3} + h - \frac{O-S}{8} \right) \text{ Nm}^3 \dots \dots \dots (2)$$

(II) ガス燃料 1m³ (又は 1Nm³) の中に含む成分ガスの容積を (CO), (H₂), (CH₄), (CmHn), (O₂), (N₂), (CO₂) で表す (但し CmHn は C₂H₄ と見做す)。このガスの 1Nm³ を完全燃焼せしめる理論酸素量は

$$O_0 = \frac{1}{2}(\text{CO}) + \frac{1}{2}(\text{H}_2) + 2(\text{CH}_4) + 3(\text{C}_2\text{H}_4) - (\text{O}_2) \text{ Nm}^3$$

空気量に直して

$$A_0 = \frac{1}{0.21} \left\{ \frac{1}{2}(\text{CO}) + \frac{1}{2}(\text{H}_2) + 2(\text{CH}_4) + 3(\text{C}_2\text{H}_4) - (\text{O}_2) \right\} \text{ Nm}^3 \dots (3)$$

第 3 表 空気過剰係数 (λ)

	燃 料	手 焚	機 械 焚	バーナー
加熱用燃焼装置	無煙炭, コークス	1.5	1.4	—
	有煙炭	1.6~2	1.4~1.8	—
	微粉炭	—	—	1.2~1.3
	重ガス燃料	—	—	1.2~1.4
内燃機関	ディーゼル機関	—	1.8~2	—
	ガソリン機関	—	1.1~1.2	—

実際の場合は理論空気量よりも過剰を要する。その割合は (實際空気量)/A₀=λ なる比で表し, 之を空気過剰係数と云ふ。又 $\frac{1}{\lambda} = \eta$ を空気係数と云ふ (第三表参照)。

第 6 節 燃焼廢氣

(I) 固体又は液体燃料 1 坩の燃料が過剰係数 λ を以て完全燃焼した時の燃焼廢氣中各成分の容積は

炭酸ガス $22.4 \times \frac{c}{12} \text{ Nm}^3$

亞硫酸ガス $22.4 \times \frac{S}{32} \text{ Nm}^3$

酸素 $(\lambda - 1)O_0 = \frac{22.4}{4}(\lambda - 1) \left\{ \frac{c}{3} + h - \frac{O-S}{8} \right\}$

窒素 $\frac{0.79}{0.21} \lambda O_0 + 22.4 \frac{n}{28} = \frac{0.79}{0.21} \times \frac{22.4}{4} \lambda \left\{ \frac{c}{3} + h - \frac{O-S}{8} \right\} + \frac{22.4}{28} n$

水蒸氣 $22.4 \left(\frac{h}{2} + \frac{w}{18} \right) \text{ Nm}^3$

之等を合計すれば燃焼廢氣の容積 V_g が判る。即ち

$$V_g = \frac{22.4}{4} \left\{ \frac{\lambda}{0.21} \left(\frac{c}{3} + h - \frac{O-S}{8} \right) + \frac{n}{7} - \left(h - \frac{O}{8} \right) \right\} + 22.4 \left(\frac{h}{2} + \frac{w}{18} \right) \text{ Nm}^3 \dots (1)$$

特に λ=1 なる場合の燃焼廢氣の容積 V₀ は

$$V_0 = 8.89c + 32.3h + 3.33S + 0.80n + 1.24w - 2.640 \text{ Nm}^3$$

尙 V_g は又次の如く與へられる。

$$V_g = V_0 + (\lambda - 1)A_0 \text{ Nm}^3 \dots \dots \dots (2)$$

其他 V_g は又廢氣の分析からも判る。水蒸氣を除外した廢氣を乾燃焼廢氣と稱しその單位容積中の各成分の容積を (CO₂'), (O₂'), (N₂'), (SO₂'), (CO') で表す。完全燃焼ならば (CO')=0, 又 (SO₂') は (N₂') の中に含ませて考へると, 分析で (CO₂') 及び (O₂') を求むれば窒素は

$$(N_2') = 1 - (CO_2') - (O_2')$$

今燃料 1 坩よりの乾燃焼廢氣の容積を V_d とすれば

$$V_d = \frac{22.4}{12} \frac{C}{(CO_2')} Nm^3 \dots \dots \dots (3)$$

故に燃料の炭素含有量と廢氣の CO₂ 含有量とを求めれば V_d が判る。尙、廢氣中の水蒸氣の容積を燃料の分析値の方から計算して加ふれば全廢氣量を得る。即ち

$$V_g = V_d + \frac{22.4}{18} (9h+w) Nm^3$$

又燃料の分析値より V_d が判る。即ち (1) 式の最終項を除き、且つ S 及び n を無視すれば

$$V_d = \frac{22.4}{4} \left\{ \frac{\lambda}{0.21} \left(\frac{c}{3} + h - \frac{O}{8} \right) - \left(h - \frac{O}{8} \right) \right\} Nm^3 \dots \dots \dots (4)$$

(II) ガス燃料 (CO, (H₂), (CH₄), (C₂H₄), (O₂), (N₂) 及び (CO₂) を成分とするガス燃料の 1Nm³ の完全燃焼による廢氣成分量は

炭酸ガス (CO)+(CH₄)+2(C₂H₄)+(CO₂) Nm³

酸素 $(\lambda-1)O_0 = \lambda O_2 - \left\{ \frac{(CO)+(H_2)}{2} + 2(CH_4) + 3C_2H_4 - (O_2) \right\}$

窒素 $\frac{0.79}{0.21} \lambda O_0 + (N_2) Nm^3$

水蒸氣 (H₂)+2(CH₄)+2(C₂H₄) Nm³

$$V_g = \{(CO)+(H_2)+(CH_4)+(C_2H_4)+(O_2)+(N_2)+(CO_2)\} + \frac{\lambda}{0.21} O_0 - \frac{1}{2} \{(CO)+(H_2)\} = 1 + \lambda A_0 - \frac{1}{2} \{(CO)+(H_2)\} Nm^3 \dots \dots \dots (5)$$

分析により乾燃焼廢氣の 1 容積中の各成分の割合 (CO₂'), (O₂') 及び (N₂') を求めれば 1Nm³ の燃料の與へる乾燃焼廢氣の容積は判る。即ち

$$V_d = \frac{1}{(CO_2')} \{(CO)+(CH_4)+2(C_2H_4)+(CO_2)\} Nm^3 \dots \dots \dots (6)$$

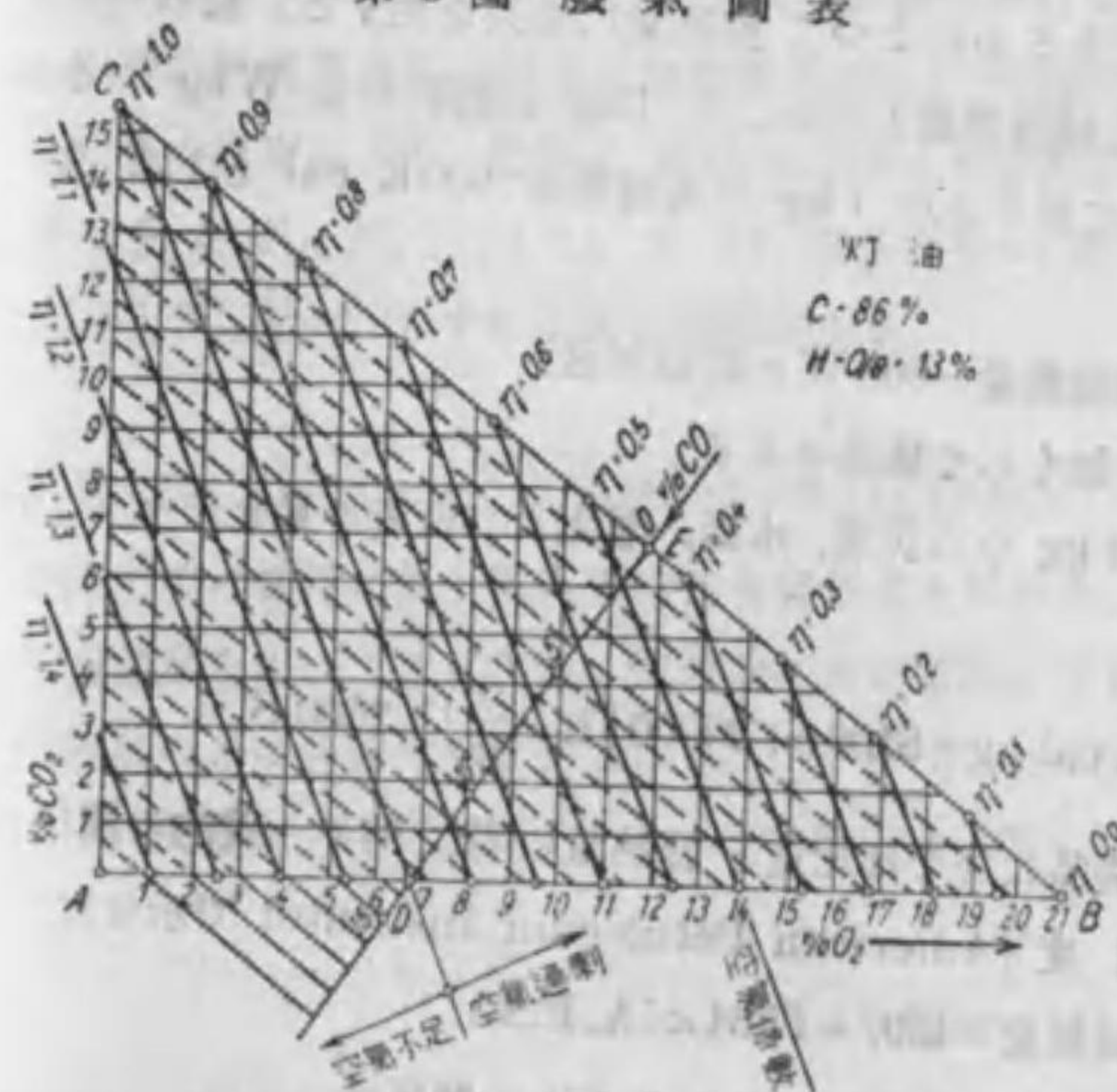
或は (5) に於て水蒸氣を除いて

$$V_d = \{(CO)+(CH_4)+2(C_2H_4)+(CO_2)\} + (\lambda-0.21)A_0 + (N_2) \dots (7)$$

(III) 完全燃焼の判定 空氣の過不足乃至完全燃焼の程度は廢氣の組成に依つて判断し得る。若し適度の過剩空氣による完全燃焼ならば廢氣は主として

CO₂ 及び N であるが、不完全燃焼なら CO, H, CmHn が伴ふ。就中 CO が主である。又逆に空氣が過剩に失すれば廢氣中の CO₂ は減少する。之等の場合に使用燃料の元素組成が既知であれば上掲の如く任意の空氣量に對する廢氣中の CO₂, CO 及び O₂ を推算し得るから此値と實測値とを對照すれば

第 3 圖 廢氣圖表



使用空氣量を判定し得る(以上に於て廢氣中の水分及び煤等は除外して考へる)。此際廢氣圖表を使用すれば便利である。第 3 圖は其一例で灯油 (C. 86%; 有效水素 13%) に對する廢氣圖表である。

茲に AB, AC, OD 線は夫々廢氣中の酸素、炭酸ガス及び一酸化炭素量 (%) を

示す座標軸であり、又 CD 及び之に平行なる線は座標上の各點に對應する空氣係数を示す。今一例として廢氣の分析値が CO₂=8%, O₂=6% ならば AB, AC 軸に於て之が決定する點に對する空氣係數 η=0.8 及び CO=4% なることを知り得る。此際若し圖より得たる一酸化炭素量が分析による値と著しく異なる時は煤の生成等による誤差に基くのである。又分析値が CO₂=11%, O₂=6% の如くその決定する點が BC 上にある場合は CO=0% で従つて完全燃焼を示すものである。

第 7 節 發 熱 量

熱量發は燃料の單位として kg, lb, kg-mol, lb-mol, ft³, m³ 等を用ひ、又熱量單位は k. cal, B. T. U., C. H. U. 等を用ひる。但し 1 k. cal は 1kg の水を 14.5°C から 15.5°C 迄加熱するに要する熱量、1B. T. U. は 1 封度の水を 6°F から 63°F まで加熱するに要する熱量、1C. H. U. (lb-cal) は 1 封度の水を 1°C だけ上昇せしむるに要する熱量である。尙 10⁴ K. cal を 1 熱位、

10° B. T. U. を 1 サームと云ふ。

發熱量の測定は固體又は液體燃料の時はボンブ熱量計、ガス燃料はユンケルス熱量計によるのが通例である。前者では恒容發熱量、後者では恒壓發熱量を得。單に發熱量と記載せる時はこの實測値である。燃燒廢氣中に水がある時はそれが蒸氣又は液體であるかによつて發熱量に差異を生ずる。前者の場合を眞發熱量と云ひ、後者を總發熱量と云ふ。今 1kg の燃料から Wkg の水が生成するとすれば、常溫に於ける水 1kg の蒸發熱を 600 K. cal とし、次の關係がある。

$$\text{總發熱量} - 600W = \text{眞發熱量}$$

尙發熱量の近似値は次の如くして算出せらる。

(1) 固體燃料 燃料 1kg 中の炭素、水素、酸素及び硫黃の量を夫々 c, h, o, S とすれば

$$\text{總發熱量 K. cal/kg} = 8100c + 29000 \left(h - \frac{o}{8} \right) + 2500S$$

(2) 液體燃料 石油製品に於ては比重と發熱量の間、略々一義的關係がある。今比重を A. P. I. 度 (American Petroleum Institute) で示せば

$$\text{總發熱量} = 4397 + 17.64 \times (\text{A. P. I.})$$

で與へらる。但し A. P. I. 度と 15/15 の比重 (S) の關係は

$$\text{A. P. I.} = \frac{141.5}{S} - 131.5$$

(3) ガス燃料 此の場合はガス分析値による各可燃成分の量に夫々發熱量

第 4 表

	總發熱量 K. cal/Nm ³	眞發熱量 K. cal/Nm ³
H ₂	3020	2570
CO	3030	3030
CH ₄	9470	8540
C ₂ H ₆	16800	15300
C ₂ H ₄	23700	21800
C ₄ H ₁₀	29400	27400
C ₂ H ₂	13800	13400
C ₄ H ₈	34800	33500

を乗じたものの和を以て發熱量を算出す。第 4 表は代表的ガスの發熱量である。

第 8 節 燃燒溫度

[I] 理論燃燒溫度 燃燒に際し發現する溫度を燃燒溫度と云ひ、燃燒が完全であり且つ其燃燒熱が悉く燃燒生成氣體に移行すると假定して算出したものを理論燃燒溫度又は理論火焰溫度と云ふ。今理論燃燒溫度を t₂ とし、燃燒前の系の溫度を 0°C、燃料の 0°C に於ける眞發熱量を Q、燃燒後の系の各成分の量を N₁, N₂... とし、又それ等各成分の 0°C と t₂ 間の平均比熱を [C₁]₀^{t₂}, [C₂]₀^{t₂}... とすれば次の關係がある。

$$t_2 = \frac{Q}{N_1[C_1]_0^{t_2} + N_2[C_2]_0^{t_2} + \dots}$$

此際燃燒の條件に依り恒高又は恒容發熱量を用ひる。尙 Q の値は常溫に於ける發熱量を用ひて差支ない。燃燒前の系が常溫よりも高い溫度 t₁ にある時は燃燒前の系の各成分の量を n₁, n₂... とし、それら各成分の 0°C と t₁ 間の平均比熱を [C₁]₀^{t₁}, [C₂]₀^{t₁}... とすれば次の如くなる。

$$t_2 = \frac{Q + t_1 \{n_1[C_1]_0^{t_1} + n_2[C_2]_0^{t_1} + \dots\}}{N_1[C_1]_0^{t_2} + N_2[C_2]_0^{t_2} + \dots}$$

上式にて燃燒溫度を算出するには逐次法による。即ち先づ或溫度 t₂^I を想定し [C₁]₀^{t₂^I}, [C₂]₀^{t₂^I} を用ひて計算して t₂^{II} を得、更に [C₁]₀^{t₂^{II}}, [C₂]₀^{t₂^{II}} を用ひて t₂^{III} を求め逐次之を繰返して終に t₂ⁿ と t₂ⁿ⁻¹ とが同一になつた時の t₂ を採るのである。今理論空氣量によるガスの理論燃燒溫度を例示すれば次の如くである。

H ₂	CO	CH ₄	C ₂ H ₂
2260°C	2400°C	2070°C	2670°C

[II] 現實燃燒溫度 實際の場合は發熱量の一部は常に周圍に放散し、又 2000°C 位の高溫度に於ては燃燒生成物中の CO₂ 及び水は相當著しく解離するから理論燃燒溫度は實現せられない。例へば上例について CO₂ 及び水の解離を考慮すれば次の如くなる。

H ₂	CO	CH ₄	C ₂ H ₂
2170°C	2050°C	1960°C	2310°C

便に輻射による熱損失を考慮すればそれだけ溫度は降下する。第 5 表は各種

第 5 表

	現實最高燃焼温度 (°C)
高 爐 ガ ス	1700
發 生 爐 ガ ス	1750
水 性 ガ ス	2300
石 炭 ガ ス	2100
褐 炭	1900
石 炭	2100
コ ー ク ス	2250

燃料の現實的最高燃焼温度の代表値を示す。

第 9 節 燃焼方式と燃焼

燃料の使用は燃焼条件により恒圧及び恒容燃焼の 2 方式に、又用途により加熱、内燃機関及び照明の 3 方式がある。加熱及び照明方式は一般に大気圧下の恒圧燃焼に屬し、ディーゼル機関は気筒内高圧下の恒圧燃焼であり、爆發式内燃機関は恒容燃焼に屬する。

(I) 加熱 加熱方式はストーブ、吹管、ブンゼン燈等による以外は多く窯爐による。

(1) 固體燃料 火床燃焼法と微粉燃焼法の 2 種がある。尙熔鑪爐、熔銑爐等は爐自身が燃焼装置を兼ねてゐる。

石炭の灰はその種類によつては燃焼中軟化し又は融結してクリンカーを作り通風を阻害し、或は未燃石炭を抱合して不完全燃焼の因をなし易い。微粉燃焼の場合には灰の融點の高下により粉状のまま取出す式と熔融して流出せしめる式とがある。

(2) 液體燃料 工業的には加熱用として主に重油やタール油の如き重質油を用ひ、輕質油は専ら内燃機関に用ひる。

重油の燃焼装置は蒸發乃至熱分解して用ひるものと、重油噴燃器によるものとがある。重油は石炭に比して發熱量が大で、燃焼温度も高く、完全燃焼を行ひ易く又灰分の問題がない、且つ燃焼供給量の調節が容易且つ迅速であるから高速度艦船用蒸氣罐に重用せらる。

(3) ガス燃料 窯爐に於けるガスの燃焼装置はブンゼン燈原理のバーナーによるか或は爐體の一部を以て燃料又は空氣の送入口を構成せしめたポート

型である。其他に吹管燃焼により酸素と可燃ガスより特に高温の火焰を發生せしめ金屬の熔接、熔鑪或は白金、石英等の熔融、人造寶石の製造等に應用するものがある。尙水又は水溶液中に燃料ガス及び空氣を直接に導入して其中で燃焼を行はしめる水中燃焼法や耐火性多孔質隔膜上で表面燃焼せしめることもある。

(II) 内燃機関 爆發式内燃機関にはガス燃料乃至輕質液體燃料（揮發油、ベンゾール、アルコール等）が用ひられディーゼル機関は重油を用ひる。

内燃機関の效率はその壓縮比と共に増大しその關係は次式で與へられる。

$$\eta = 1 - \left(\frac{1}{r}\right)^{0.4}$$

茲に η は熱效率、 r は壓縮比である。然るに壓縮比には燃料の性質に基く或る制限があつて、もし壓縮によつて混合氣の温度が其自然發火温度以上に上昇する時は點火以前に自然發火して所謂過早發火を行ひ或は更に急激爆發を惹起する。斯様なる異常燃焼が生起すれば機関の出力は著しく減少し、其際機関より特殊の金屬性音を發生するから此現象とノッキングと云ふ。故に機関の效率増進は一に燃料の抗ノック性によつて支配せられる。然るに石油蒸溜によつて得たる通常の揮發油に於ては大なる壓縮比を實現し得ない。之に比して分解揮發油、ベンゾール、アルコール等はノッキングを起し難く従つて此の意味に於て之等の燃料を總稱してアンチノック性燃料と云ふ。又 4 エチル鉛、ニエチルセレンウム、其他芳香族アミン類等の少量を揮發油に添加すれば著しくアンチノック性を増進するから此種の添加物質をアンチノック剤と云ふ。揮發油機関の抗ノック性の測定として一般にオクタン價を用ふ（石油の項参照）。近時の飛行機用揮發油のオクタン價は 80 前後である。

第 2 章 固體燃料と其分析試験法

第 1 節 各種固體燃料の性状

(I) 石炭類 石炭類を大別すれば泥炭、褐炭、有煙炭（瀝青炭）、無煙炭となる（下表参照）。後二者を狹義に石炭と云ふ。その根源は一般に植物であるがその母體に就てリグニン又は纖維素の何れかに歸する二説がある。元素組成は C を主とし其他 H, O, S, N 等を含み、又水分及び灰分を含有する。成分基としてはメソキシ ($-\text{CH}_3\text{O}$)、水酸基 ($-\text{OH}$)、メチル基 ($-\text{CH}_3$) 等が檢出されてゐる。

第 6 表 本邦石炭分類表 (地質調査所制定)

名 稱	燃 料 比 (%)	固 定 炭 素 (%)	揮 發 分 (%)	燃 燒 状 態	粘 結 性
無 煙 炭	12 以上	92.3 以上	7.7 以下	青 色 短 焰 光 有 り 煤 煙 少	な し
半 無 煙 炭	12~7	92.3~87.5	7.7~12.5	き 短 焰	な し
半 瀝 青 炭	7~4	87.5~75	12.5~25	光 有 り 短 焰	良 乃 至 稍 良
高 度 瀝 青 炭	4~1.8	75~35.7	25~24.3	煤 焰 有 り 長 焰	良
低 度 瀝 青 炭	1.8~1	35.7~50	24.3~50	煤 焰 有 り 長 焰	良 乃 至 稍 良
黒 色 褐 炭	1 以下	50 以下	50 以上		な し
褐 色 褐 炭	1 以下	50 以下	50 以上		な し

石炭の燃焼性に就ては着火乃至完全燃焼の難易、火焰の長短、燃焼温度等を考慮する。一般に炭化度の高い石炭は着火温度高く、又發熱量の大きなものは燃焼温度高い。揮發分の多いものは長焰を生ずるが煤煙を生じ易い。灰分は石炭の夾雜物であるのみならず又燃焼時にクリンカーを生じ、従て通風を阻害し又石炭を抱合して未燃損失を誘致し且つ灰の除去に困難を來し易い故に灰分軟化點は高いもの程よい。本邦産石炭灰分軟火點を例示すれば第 7 表の如くである。

第 7 表 石炭灰分軟火點 (酸化性氣圍)

産 地	町 田	三 池	飯 塚	大 根 土	春 採
軟 化 點 °C	1120	1110	1320	1350	1100

ピチューメントに富む石炭は之を乾溜した時多孔質の固いコークスを生成する。此の様な石炭を“粘結性”があると言ひその石炭と粘結性炭と云ふ。有煙炭は凡て之に屬す。尙硫黄の含量は一般に 0.5~3% であるが特に製司コークス原炭或は煉炭原料としてその少いものがよい。工業分析では水分、灰分、揮發分、固定炭素等を測り此際“固定炭素/揮發分”の比を燃料比と云ふ。

(1) 泥炭は多量の水分を含有し直接燃料としての價值乏しく煉炭原料等とす。本邦産氣乾泥炭の組成は第 9 表に示す。(2) 褐炭は外觀上褐色褐炭(亞炭)と黒色褐炭の 2 種がある。燃料又はガス化(第三章参照)用等に供し得るが水分多く發熱量も低いかの有煙炭に比して利用價值劣る。但し低温乾溜、水素添加等には好適なものがある。本邦産褐炭の組成は第 8 表に示す。(3) 有

煙炭は粘結性を特性とし燃料、コークス用及び石炭ガス用炭として石炭類中最廣般の用途を有する。就中ガス及コークス用炭は特に粘結性大なるものをを用ひる。本邦の代表的有煙炭の組成は第 9 表に示す。(4) 無煙炭は粘結性無く、揮發分も少量であるが炭素量が大である。燃料、煉炭原料、ガス化、カーバイド製造用等に供する。本邦無煙炭の組成は第 9 表に示す。

第 8 表 本邦泥炭及び褐炭の組成

	水 分 (%)	灰 分 (%)	炭 素 (%)	水 素 (%)	酸 素 (%)	發 熱 量 (K. cal/kg)
泥 炭(氣乾)	20~30	10~20	30~45	4~6	18~25	3500~4500
褐色褐炭(亞炭)	30~50	15~30	55~65	5~6	25~35	4000~4500
黒 色 褐 炭	20~40	10~20	65~75	4~6	20~30	4500~5000

第 9 表 本邦の代表的有煙炭及び無煙炭の組成

		水 分 (%)	灰 分 (%)	揮 發 分 (%)	固 定 炭 素 (%)	發 熱 量	
有 煙 炭	ガ ス 用 炭	夕 張	2~8	6~10	35~45	50~60	7000~8000
		滿之浦	2~7	7~12	35~40	50~55	7600(一例)
		松 島	1~6	7~13	35~40	50~55	7200~7800
		崎 戸	2~6	10~13	35~40	50~55	7600(一例)
		撫 順	3~6	5~8	35~40	48~55	6700~7200
無 煙 炭	コ ー ク ス 用 炭	二 瀬	1~	15~17	30~35	48~50	7200(一例)
		鹿 町	2~	16~20	20~25	50~55	7000(一例)
		高 島	1~5	7~10	35~40	50~55	~8400
		吉 隈	1~7	10~12	30~40	51~59	6700~7500
		土 威	1~7	6~8	20~28	60~65	—
		本溪湖	1~3	17~20	18~20	60~68	6000~7400
	焚 料 炭	2~6	8~15	35~40	35~55	6000~7500	
無 煙 炭	山 口 縣 産 出	3~4	20~30	8~9	55~65	5000~6000	
	朝 鮮 産 出	5~8	3~12	5~8	80~90	7000~7500	

(II) 煉炭類 煉炭は石炭類、コークス、木炭等の粉末をピッチ、タール、糖密、粘土、石膏、珪酸ソーダ等の給合剤と共に加壓成形したものである。工業用煉炭は無煙炭及び有煙炭を原料とし水分、灰分共に僅少で適度の揮發分を

有し、灰分軟化點は 1300°C 以上なるを要する。家庭用煉炭は着火容易、火持長く、硫黄分僅少で無煙無臭なるものがよい。本邦煉炭の性質は第 10 表の如くである。又第 11 表は鐵道省煉炭規格である。

第 10 表 本邦煉炭組成

		水分 (%)	灰分 (%)	揮發分 (%)	固定炭素 (%)	硫黄 (%)	發熱量 (K.cal/kg)
工業用	鐵道用	1.8~5.9	7.9~16.6	20.7~42.9	34.6~69.5	0.49~2.19	6120~7700
	海軍用	0.6~1.3	8.4~11.3	15.4~17.1	73.0~75.6	0.41~0.81	7670~7800
	一般用	1.4~4.2	8.9~12.3	6.2~15.8	62.8~81.7	0.27~1.78	6680~7350
家庭用	豆炭	2.1~3.9	16.5~23.5	9.4~25.8	54.8~69.1	0.1~0.6	5600~6350
	孔明煉炭 (4寸)	2.1~4.2	18.0~22.3	7.6~12.8	62.8~70.2	0.54~0.74	5790~6190

第 11 表 鐵道省煉炭規格

	甲 種					乙 種
	特 號	第 1 號	第 2 號	第 3 號	第 4 號	
強度 (%)	35以上	35以上	35以上	35以上	35以上	35以上
發熱量 (カロリー)	7600以上	7400以上	7200以上	7000以上	6800以上	5500以上
揮發分 (%)	18~22	20~25	23~28	25~30	28~35	25以上
硫黄 (%)	0.6以下	0.8以下	1.0以下	1.2以下	1.2以下	3.0以下

〔III〕 コークス類 製司コークス、ガスコークス及び半成コークスの類がある。前二者を高温コークスとも云ふ。製司コークスは製鐵用、鑄物用等の良質コークスの製造を目的として製したもので、ガスコークスは石炭ガス製造の副産物である。前者は後者に比し炭化度高く、揮發分、灰分も少い。着火温度は 500~550°C である。半成コークスは着火温度低く (350~400°C) 揮發分も多い。ガスコークス又は半成コークスは一般に熱用又はガス化用に供する。尙コークス等の炭質物をガス化又は還元用とする時 その種類によつて反應速度を異にする。その測度を一般に“反應性”と云ひ、高温度 (850~1000°C) に加熱したコークスに CO₂ 又は水蒸氣を通じて測定する。又コークスは多孔質であるからその粉末の比重と塊の比重を異にする。前者を眞比重、後者を見掛比重と云ふ。この兩者より氣孔率を算出し得る。その他製鐵用コークスは特に強度が大で且つ硫黄量の小なることを要する (第 12 表参照)。本邦コークスの組

成は第 13 表に示す。

第 12 表 本邦コークス規格

	製鐵用コークス	鑄物用コークス
大 小	30 mm 以上	90 mm 以上 80% 以上 15 mm 以下 4% 以下
氣孔率	41% 以上	
堅牢度	80% 以上 (回轉試驗)	85% 以上 (墜落試驗)
灰分	19.5% 以下	10.0% 以下
固定炭素	80% 以上	85.0% 以上
揮發分		2.0% 以下
硫黄		0.6% 以下

第 13 表 本邦コークス及び木炭の組成

	高温コークス	半成コークス	木炭 (白炭)	木炭 (黒炭)
炭素 (%)	82~87	90~94 (無水無灰として)	82~87	75~85
水素 (%)	1~1.5	3~4 (")	0.5~2.0	1~3
酸素及窒素 (%)	1~1.5	3~6 (")	2~5	3~8
硫黄 (%)	0.5~1.0	—	—	—
水分 (%)	0.2~4	2~5	7~10	7~10
灰分 (%)	7~18	10~15	1~3	1~3
揮發分 (%)	2~4	8~15	—	—
發熱量 (K.cal/kg)	7000~7800	6500~7500	6700~7200	6700~7500
眞比重	1.85~2.00	—	1.4~1.8	1.4~1.3
見掛比重	0.95~1.45	—	—	—
氣孔率 (%)	25~50	—	—	—
着火温度 °C	500~550	350~400	350~400	300~370

〔IV〕 木炭類 本邦では 1000°C 前後の最高炭化温度にて製出される白炭 (堅炭) と、800°C 前後に於ける黒炭 (土窯炭) とがある。前者は櫟等を原料として緻密にして比重大で堅硬である。着火は黒炭に比して困難であるが燃焼温度高く且つ火持が長い。黒炭は樺、樟等を原料として軟質で着火温度は低

く火持は短い。木炭の主要用途は家庭用であつてその評価は眞比重及び硬さを重要視する。本邦産木炭の組成は第 13 表に示す。

〔V〕薪材 本邦では主として木炭原料とするが其他家庭燃料とする。工業用燃料としては窯業等に於て其長燃焼を賞用せらるる他に用途は少い。氣乾状態のものは水分 1~20%、灰分 2% 以下、發熱量 3500~4500 K. cal/kg、着火温度 400~470°C である (理研報告, 10, 299)。

第 2 節 固體燃料の一般分析試験法

本邦では日本標準規格 J. E. S. 第 236 號 (類別 K 48) による石炭分析及試験方法がある。本法は石炭類、コークス類、煉炭等廣く固體燃料に適用せられ、試料採取法、工業分析 (濕分、水分、灰分、揮發分、固定炭素)、元素分析 (炭素、水素、硫黄、窒素、酸素)、發熱量測定乃至結果の採録法に互つて規格してゐる。其の要點を下に記す。

(1) 試料採取法 分析及發熱量測定の用に供するものと濕分測定用に供するものとは別々に採取するものにして何れも小口試料の數個を採り之を合して大口試料とし次に粉碎縮分す、小口試料の採取法及び粉碎縮分法を規定せり。

(2) 濕分測定法 試料を室溫に於て恆濕器中に靜置し其の濕度と平衡したるとき減量の試料に對する百分率を求むる方法により 40°C 以下の乾燥装置に依り濕潤を感ぜざる程度に乾燥したる時の結果を第一次濕分と稱し更に食鹽飽和溶液を入れたる恆濕器中に一夜靜置したる時の結果を第二次濕分と稱す。濕分は第一次濕分を控除せる試料に對する第二次濕分と第一次濕分の和を以て示すものとす。

(3) 水分 試料を 105°~110°C にて一時間加熱したる時の減量の試量に對する百分率を以て示すものにして試料は約 7g とし蓋付容器を使用す。

(4) 灰分 試料を空氣中に於て約 750°C にて加熱し灰化したる時殘留無機物の試料に對する百分率を以て示す、試料は約 1g とし電氣爐又はガス爐を使用す、加熱温度は $750 \pm 25^\circ\text{C}$ なり。

(5) 揮發分 試料を約 950°C にて 7 分間加熱したる時の減量を試料に對する百分率にて示す。試料は約 1g とし使用するべき落し蓋付白金ルツボの寸法を規定せり、加熱装置は豎型管狀電氣爐とし温度は $950 \pm 20^\circ\text{C}$ なり。

(6) 固定炭素 水分、灰分及揮發分の和と 100 との差を以て示す。

(7) 炭素及水素 試料を乾式燃焼法に依り酸素の氣流中にて加熱し燃焼物中の炭酸ガス及水の量より換算する 通常の元素分析法に依るものにして必要なる装置の種類及び配置を指定せり。

(8) 硫黄 全硫黄はエシユカ法を原則としパール式硫黄ポンプ法の代用を認む。不燃焼性硫黄は灰中の硫黄をエシユカ法 (又はパール法) によりて求め試料の量より水分を減じたるものに對する百分率にて示す。燃焼性硫黄は上記二者の差なるも水分を控除せる試料に對する百分率を以て示す。

(9) 窒素 ケールダール法による。

(10) 酸素 常法により炭素、水素、窒素、燃焼性硫黄及灰分 (水分を控除せる試料に對するもの) の和と 100 との差を以て示す。

(11) 發熱量 非斷熱式又は斷熱式ポンプ熱量計に依り測定し一定の補正を爲し試料 1g に對するカロリー數を以て示す。試料の量は兩式共に約 1g とし非斷熱式にては輻射及傳導に依る熱の補正を要し之に對し公式を定めあり (斷熱式にては此の補正を要せず)。包紙の燃焼熱は兩式共に補正を要し豫め測定したるものを使用す。本規定による 斷熱式熱量計は 燃研式斷熱熱量計なり。

以上概記せる日本標準規格中には尙分析並に測定の手順を同一人に於て 2 回繰返し其の結果の差が一定値以下なる場合に 2 回の平均値を以て所要の値とすべきことを規定してある。各項目の一定値は下の如くである。

			差
1. 水	分	5% 未滿	0.20%
		5% 以上	0.30%
2. 灰	分	15% 未滿	0.30%
		15% 以上	0.50%
3. 揮發分			0.50%
5. 炭素			0.20%
6. 水素			0.10%
7. 全硫黄及 不燃焼硫黄		1% 未滿	0.05%
		1% 以上 2% 未滿	0.10%
		2% 以上	0.20%
8. 窒素			0.10%

9. 發 熱 量

50 カロリー

第 3 節 固體燃料の特殊試験法

各種燃料用途に對し夫々合目的試験法がある。以下その 代表的方法を採録する。

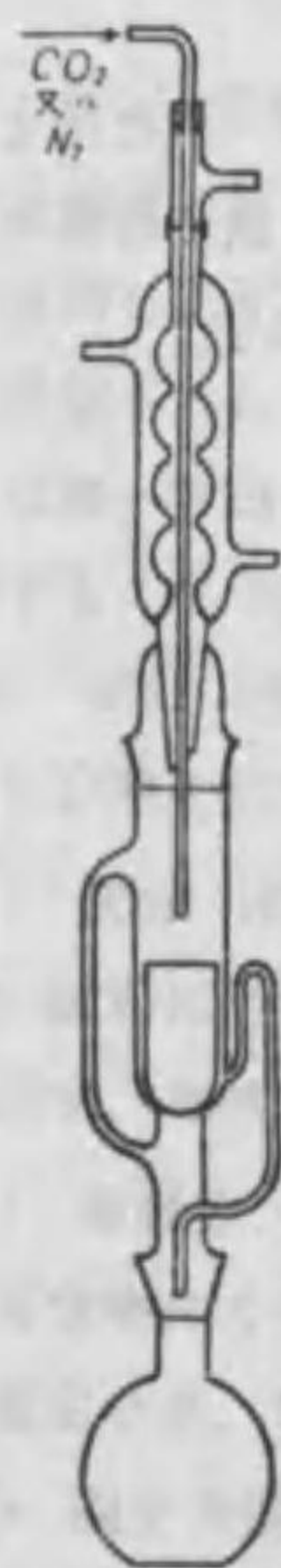
〔I〕 石炭特殊試験

抽出成分、乾溜生成物乃至粘結膨脹性、熱分析、發熱量、灰分耐火性等に就て行ふ。

a. 抽出試験 石炭の構成々分の中で溶剤で抽出し得る部分を撰擇的に抽出定量する試験である。溶剤としてアルコール、エーテル、アセトン、石油エーテル、クロロフォルム、ベンゾール、テトラリン、石炭酸、アニリン、ピリヂン等があるが就中ピリヂン、石炭酸及びベンゾールが最も廣く用ひられる。以下此種の代表的方法を採録する。

ピリヂン—クロロフォルム抽出試験 (α , β , γ 化合物の分離) 先づ石炭をピリヂンで抽出する。此時の抽出残渣を α 化合物と云ふ。抽出物は更にクロロフォルムで抽出しその抽出物を γ , 残渣を β 化合物と云ふ。

第 4 圖 抽出装置はソックスレー抽出器を用ひ、且つ抽出中の酸化を防止する爲め炭酸ガス或は窒素を器中に通ずる(第 4 圖参照)。石炭試料は 60 目篩(タイラー式)下に粉碎し之を減壓下に $100\sim 105^\circ\text{C}$ で 1 時間乾燥し、その約 5g を採り、圓筒濾紙に容れ脱脂綿で覆ひ抽出器(容量 370 cc) に入れ之にピリヂン約 200 cc を加へる。(石炭によつてはピリヂン注加により膨脹して圓筒濾紙を破ることがあるから豫め試料炭をビーカーに取りピリヂンで濕しておくがよい)。次で抽出器の加熱を始める。その程度は抽出液が 10 分につき 1 回フラスコ中に流下する程度がよい。此の如く晝夜繼續抽出すること 1 週間位で抽出器内のピリヂンは無色となつて見掛上抽出が終了するが更にフラスコを換へ新しいピリヂン 200 cc を加へ同時に試料炭を攪拌し乍ら引續きその儘更に晝夜連續 1 週間抽出する。合計 2 週間に渉る抽出が終れば兩抽出液を集めて蒸溜フラスコ中に稀してピリヂンを驅逐し残量が約 20 cc となれば冷却し之に 100 cc の蒸



溜水を加へピリヂン臭の無くなる迄水蒸氣蒸溜をする。以上の操作中も常にフラスコには炭酸ガスを通ずる必要がある。斯の如くして得た抽出物は豫め炭酸ガスを滿した廣口壺に容れ 100°C 以下で減壓の下に 2 時間乾燥し秤量場に稀して秤量する。之が β 及 γ 化合物の合計量である。又抽出残渣は α 化合物である。

次に 200 cc のソックスレー装置で β 及 γ 化合物をクロロフォルムで抽出する。先づ 100°C で乾燥秤量した圓筒濾紙に該化合物を採り其の量を測つた後 150 cc のクロロフォルムを以てピリヂンの場合と全く同様に炭酸ガス或は窒素を通じつつ $50\sim 150$ 時間抽出を行ふ。抽出器内のクロロフォルムが無色となつた時抽出を止め抽出物は豫め炭酸ガスを滿した三角フラスコに移し加熱してクロロフォルムの大部分を驅逐した後之を豫め秤量した小型三角フラスコ中に移して炭酸ガスを通じつつ徐熱して乾潤せしめ次で減壓の下に $80\sim 85^\circ\text{C}$ でクロロフォルム臭の無くなる迄乾燥し冷却後秤量して γ 化合物量を求める。抽出器中の圓筒濾紙は廣口壺に移して減壓下に約 90°C にて乾燥し秤量場に移し秤量して β 化合物量を求める。

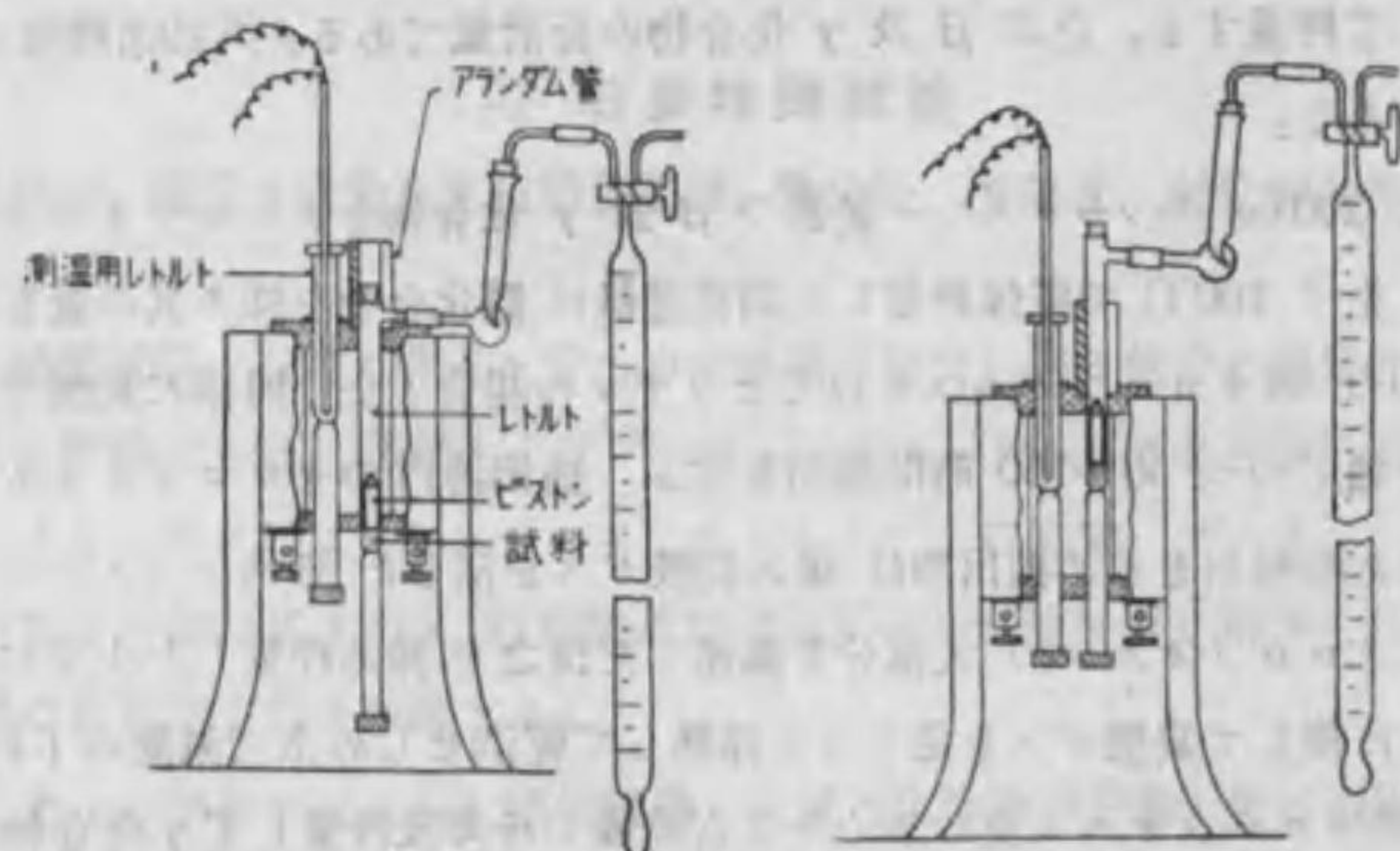
α 化合物の量は試料石炭量より β 及 γ 化合物含量を控除して求める。或は直接秤量して求む。この時はピリヂン抽出残渣を分溜フラスコに移し炭酸ガスを通じつつ水蒸氣蒸溜を行ひピリヂン臭の消失した時水を濾別し残渣を廣口壺に移し減壓の下に約 100°C で 1 時間内外乾燥し秤量場中で秤量すればよい。

備考 (1) 市販ピリヂンは水を含有するから長さ約 50 cm のヤング精溜管を付けた蒸溜フラスコで精溜し $95\sim 112^\circ\text{C}$ の溜分及び $112\sim 128^\circ\text{C}$ の溜分を集め、前者には其の重量の 30% の固形苛性ソーダを加へ靜かに振盪した後數分間放置し、ピリヂンを採り更に上記と同様の精溜装置で再蒸溜して $116\sim 122^\circ\text{C}$ の溜分を集め之を少量の固形苛性ソーダと共に密閉壺中に貯藏する其の際の蒸溜残渣は更に 128°C 迄蒸溜し之を前記 $112\sim 128^\circ\text{C}$ の溜分と合せて精溜して $114\sim 124^\circ\text{C}$ の部分を取り更に精溜して $116\sim 122^\circ\text{C}$ の溜分を集め上記貯藏の分に合して抽分に供する。(2) 市販クロロフォルムも又精溜して $59\sim 61^\circ\text{C}$ の溜分を用ひる。(3) γ 化合物は更に揮發油、エーテル、アセトンで抽出して $\gamma_1, \gamma_2, \gamma_3, \gamma_4$ 化合物に分ち得る。

b. 乾溜試験 主として乾溜生成物の分布を測定するものである。

Lessing 式乾溜試験 乾溜生成物の試験法で、通例 600°C 及び 900°C で行ふ。

第5圖 レッシング乾溜試験装置



豫熱位置

本測定位置

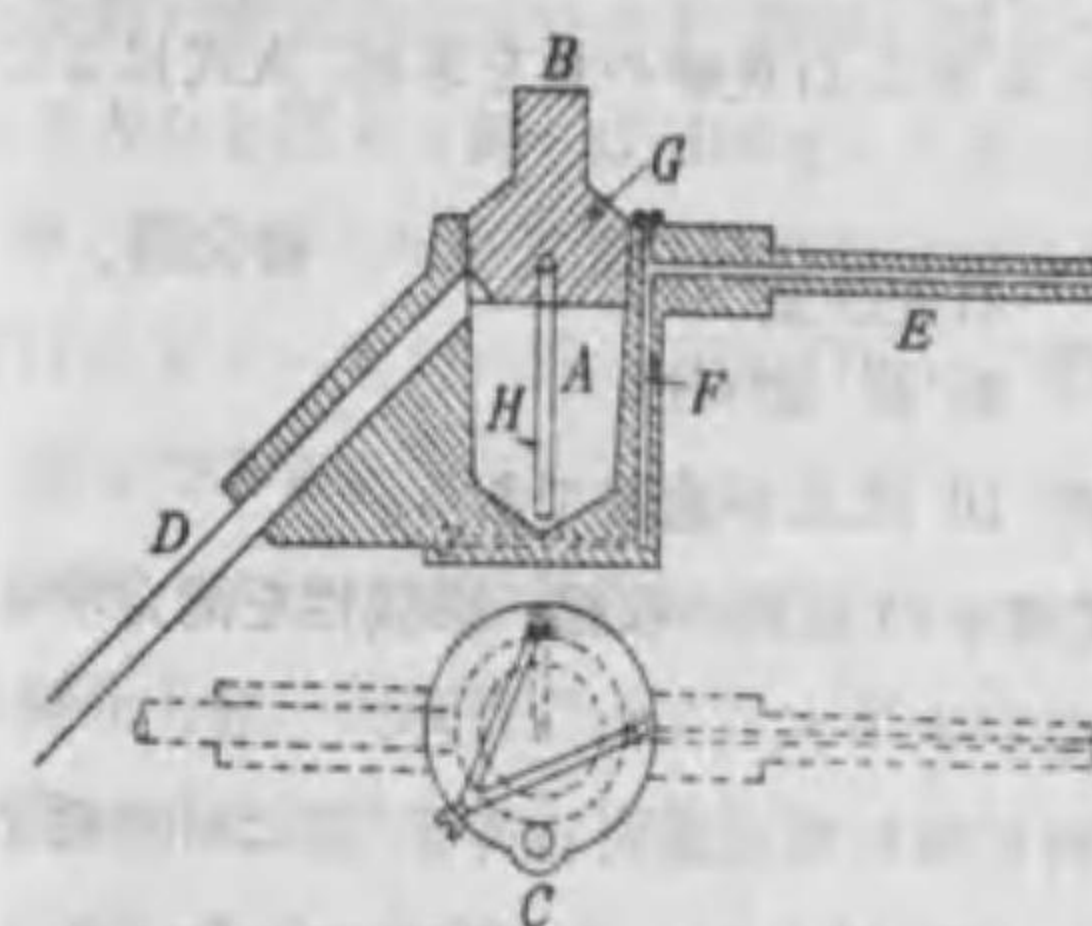
装置 (第5圖参照) 2個の圓筒形レトルト (熔融石英製) 及び之を併立挿入する電気爐より成る。一方のレトルトは測温用他は試料用とする。後者の上部はアランダムの管 (内径 18 mm, 高さ 55 mm, 幅 10 mm の縦の間隙あり) で保温する。試料の上にはピストン (熔融石英製) を荷重する。レトルトの位置はその支持用臺管で調節する。揮発分はタール凝結器を経て容量 30 cc のガス・ピュレットに捕集する。

操作 60 目篩 (I. M. M) 以下に粉碎せる氣乾試料 1g をレトルトに採りピストンを入れた後ゴム栓をする。凝結器は綿又は硝子綿 (100°C で乾燥秤量せるもの) を充す。ピュレットはグリセリンと水の等量混液又は飽和食鹽水を満す。次で豫め所要温度 (豫備レトルト内で測温す) 例へば 900°C に加熱した爐の中にレトルトを挿入する。但し初めはレトルト下端の試料層が爐底より突出する如くして豫熱する (豫熱期間は乾溜試験温度が 900°C ならば 1 分間, 600°C ならば 2 分間とする)。而る後レトルトの底部を爐底より 45 mm 上げて (即ち爐の加熱帯迄) 7 分又は 15 分間加熱しつゝ、ガスを連続的に捕集する。ガス量は 30 分毎に記録する。加熱終了後、レトルトを引き出しそ秤量する。のまま冷却した後コークス・タール (レトルトに凝着せるもの) 及び凝結器を凝結器は更に 10°C で 30 分間乾燥してガス液量及びタール量を

求める。(J. Soc. Chem. Ind. 1912, 465 及 671; Fuel, 1923, 152 及 186)

Fischer 式乾溜試験 低温乾溜生成物の試験法である。

第6圖 フィッシャー乾溜試験装置



装置 總アルミニウム製で第6圖の如き構造を持つ。Aはレトルト (高さ 95 mm, 上端径 95 mm), Bはレトルト蓋, Cはレトルトの側壁に設けた温度計挿入孔, Dは揮発分の導出管, Eは水蒸気送入口 (水蒸気を送入しない式もある), 此の水蒸気はEよりFに入り底部に下り再び上昇して蓋 B 中の穿孔 G に入り管 H を下つてレ

トルトの中心下部に出る。其の間に充分過熱せられるのである。此の装置の E 部を架臺に保持し、その下に三聯式ガス、バーナーを置く。又側管 D には 500 cc の枝管附丸底をコルク栓で連絡する。此のビーカーは水槽中に保ち乾溜生成物を冷却せしめる。フラスコの枝管ガス計量器を経て用水ガス溜に導く。ガス溜の流水口には活栓をつけ、流水量を加減して常にレトルト内を水柱 20~30 mm の減壓に保つ。

操作 豌豆大に破碎した石炭試料 300 g をレトルトに採り、バーナーに点火し毎分 5°C の割合で温度を上げ 500°C に到れば直ちに滅火して放冷する。但し水蒸気送入口は 13°C より行ふ。フラスコに集つたタール及びガス液は先づその全量を測り、更に蒸溜して水分を求め、兩者の差よりタール量を知る。ガス量はガス計量器により測定し、又ガス溜中より試料を採つて成分を分析する (始めに装置内にあつた空氣を補正するがよい)。尙乾溜の途中で任意の温度に於てガス分析を行ひ参考とし得る。

(c) **粘結膨脹性試験** 石炭の粘結乃至膨脹性は工業分析に於て揮発分を定量した残渣炭の性状により、或は前記乾溜試験によつて得るコークス分の性状によつて定性的の判定を行ひ得るが、更にその詳細な試験法が種々ある。此處にはその代表例として次の二法を採録する。

Camprendon 法 粘結性を定量する方法である。40 目篩以下に粉碎せる

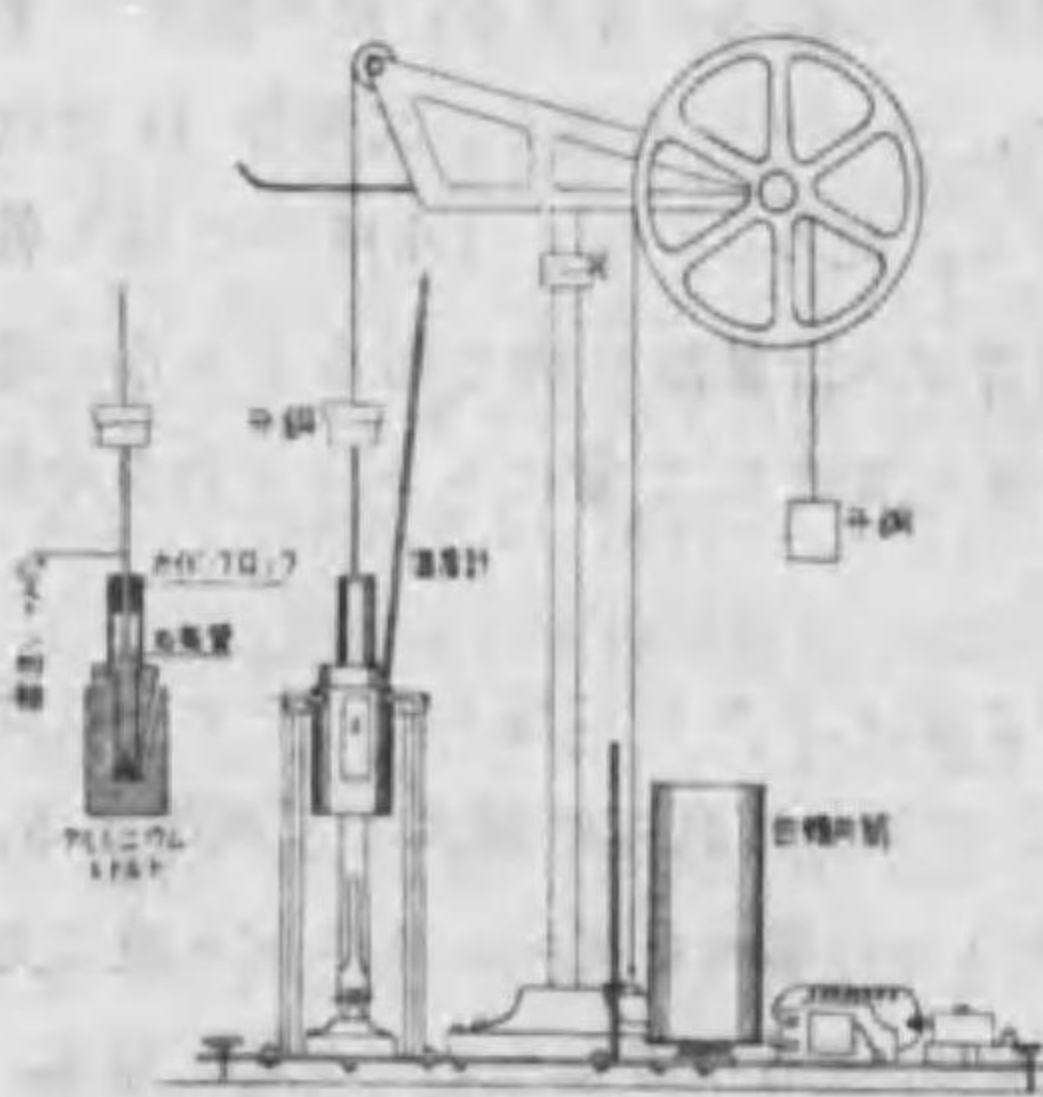
石炭試料を適量の石英砂或は黒鉛粉末(40~50目篩)とよく混合しその25gを正しく白金坩堝(高さ40mm, 直径34mm, 底部24mm)に秤取して蓋を密閉する。次に4號メッカーバーナーを坩堝の下方1cmの距離に置き1000°Cで7分間加熱した後、コークス分を取出し、之を倒立して其上に500gの荷重を行ひその重さに耐へ得る爲に必要な石英砂の量を求め、次式によつて粘結度(Caking Index)を得る。

$$\text{粘結度 (I)} = \frac{\text{石英砂量(S)}}{\text{石炭量(C)}}$$

備考 コークス用炭としては粘結度16以上が適當である。

下村式 (K. B. S) 試験 本法は乾溜中の石炭の収縮、膨脹性を測定するものである。

装置 圖示の如し。粉末状石炭試料を容れたる透明石英管、或は耐熱硝子管
第7圖 下村式 (K. B. S) 試験装置



(徑15mm, 高120mm)をアルミニウム製レトルト中に納める。レトルトは内部の状態を検し得るために窓を設け實驗中はアルミニウム製の蓋を以て閉ぢて置く。レトルトは之を外套筒を以て覆ひ下部よりブンゼン燈を以て加熱する。温度はレトルトの底部に挿入した温度計で讀む。ピストン(徑14mm)を捻じ込んだ中空鋼製軸を三味線糸で上方の滑車より吊し他方の滑車の分銅にてバランスせしめる。比軸は圓筒に嵌れるがガイドロックに支へられその上下運動は第三の滑車に依りて3.7倍に擴大せられたる後自記用ペシ装置に傳はる。曲線を畫く紙を張つた圓筒(徑120mm, 高230mm)は1時間に1週轉する。ピストン上加へらるる荷重は兩側の分銅を加減して自由に變更し得る。尙装置のベッドプレートに電氣振動器を取り付けて摩擦の慣性に依る障害を除去する。装置の運動する部分は常に油を引いて摩擦を少くする。

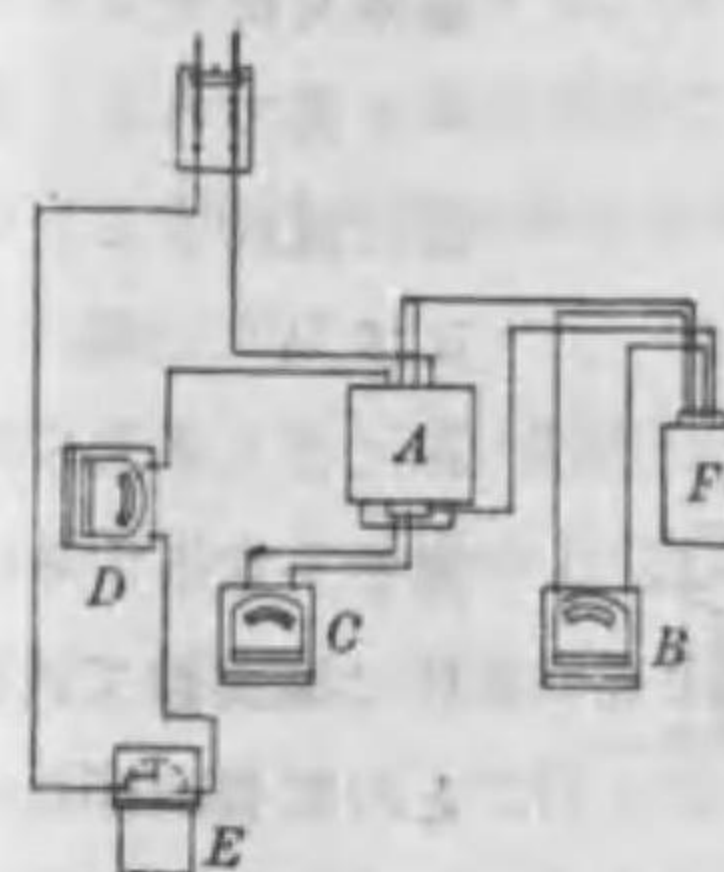
操作 操作は各實驗者の好みに随つて行ひ得る。その一例を次に掲げる。試料として1-gの空氣乾燥石炭(タイラー篩65メッシュを通過せるもの)を

用ひ石英管を軽く叩いてその表面を出来るだけ平にする。比較試験には加熱率を一定する事が肝要で、例へば200°C迄上昇するに10分間、以後200°Cより300°C迄1分間10°Cの割合、300°Cより500°C迄1分間5°Cの割合とする。荷重方法は次の二種の場合がある。其一は兩側の分銅を平均せしめ試料上少許の摩擦抵抗以外全く荷重の掛らない様にして實驗し、其二是試料に可なり大なる壓力(例へば100g)を加へ實驗する。(燃料協會誌, 昭7, 184)

d. 熱分析 石炭乾溜時の發熱又は吸熱の過程を測定する方法である。通常行はれるオーステン氏の方法(Proc. Mech. Eng., 1899, 38)を採取すれば次の如くである。

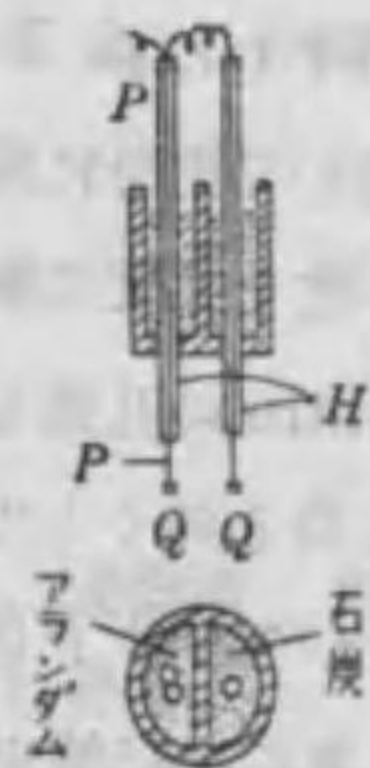
原理 本法は示差熱電對を用ひて、一方には石炭、他方には熱的乃至化學的に變化し難い對照物質(アラシム粉等)を同一電氣爐中に並べ、兩者を同一状態の下で加熱する。其時炭化の進行に従て石炭の温度が對照物質の温度より

第8圖 熱分析装置



りも高く又は低く表れる經過を圖示して所謂加熱曲線を求め、之について發熱、吸熱の過程を観察する。

装置(第8圖参照) Aは電氣爐、Bは對照物質の測温用ミリボルト計、Cは石炭と對照物質の温度差を讀む示差電流計、D、Eは電氣爐の附屬設備、Fは熱電對冷接點容器。又石炭及び對照物質はアラシム製の中仕切のある圓筒に入れ夫々内薄の水晶管Hで貫通し、各管内に熱電對を容れること圖の如くする。但しその接點は何れも管の中央に位置せしめP、P端はミリボルト計Bに、Q、Q端は示差電流計Cに結ぶ。



操作 上の如く裝備した後一定の温度上昇率(例へば毎分10°C)で爐を加熱し1分毎にミリボルト計及び示差電流計を讀み石炭の温度と對照物質の、温度差を求め之を時間に對して點綴して加熱曲線を得る。尙實驗中は電氣爐を硝子鐘等の密閉容器に收め、絶えず真空ポンプで排氣して揮發分の二次的分解を防止する。

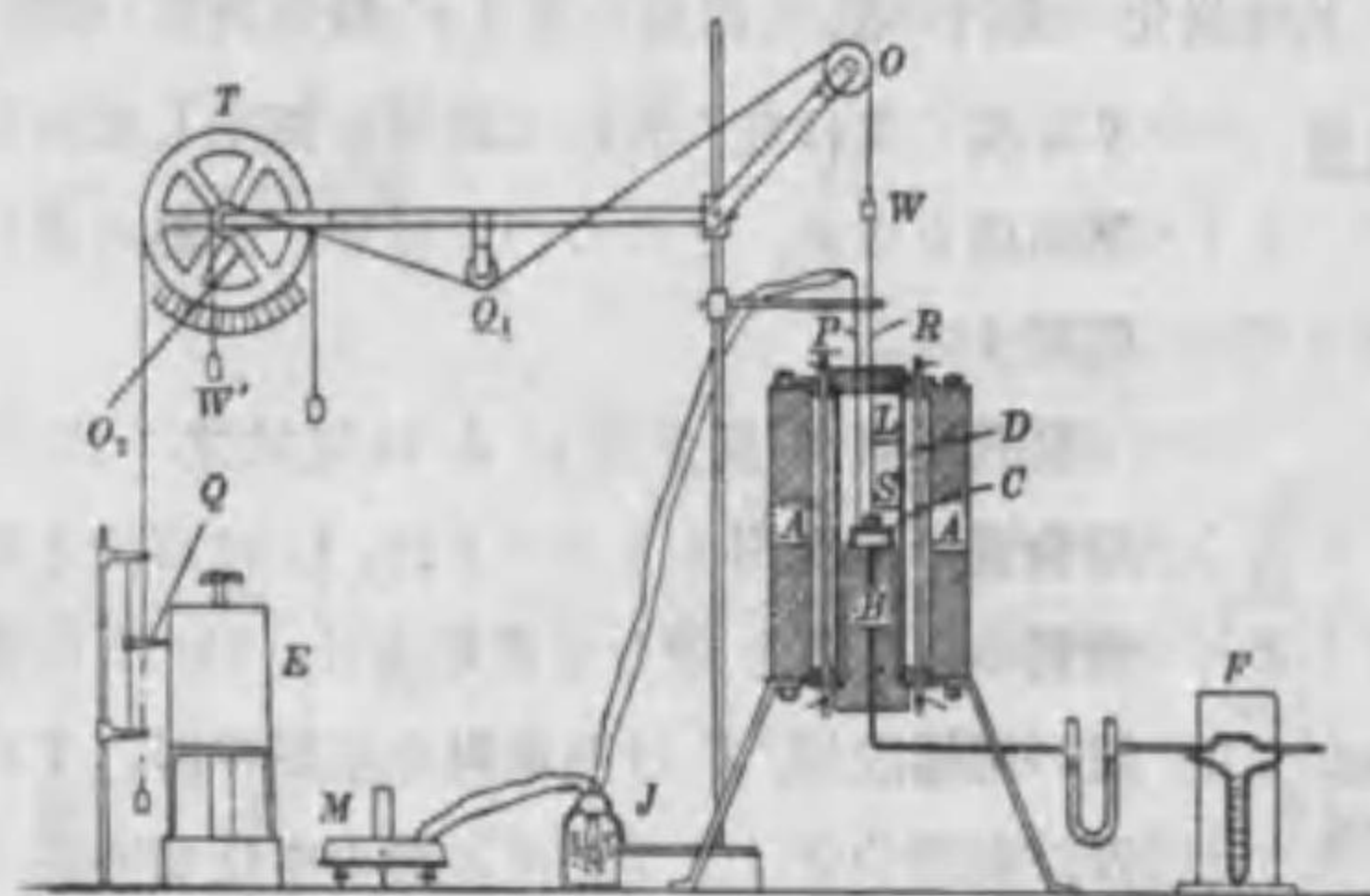
e. 發熱量測定 前章の一般分析試験法に記載してある。但し熱量計として通常のボンブ熱量計を使用するよりも、燃研式斷熱々量計を使用する方が便利である。(燃料研究所報告第 12 號)。

f. 灰分耐火試験 石炭の焚燒乃至ガス化時のクリンカー生成等に対する適性試験である。角錐法、顯微鏡法、(マイクロ温度計法)、熔隔曲線法、燃研法(内田法)等がある。

香坂法 本法は熔隔曲線法に屬し、温度上昇に伴ふ灰の軟化熔融の行程を追跡して耐火度を制定するものである。

装置 第 9 圖に於て A はカーボランダム電気抵抗器(最高温度 1550°C)、B は耐火性支臺、C は耐火性小皿、S は圓筒型(高さ及び徑 1 cm)に壓型作

第 9 圖 香坂式灰分試験装置



成せる試料灰であつて白金板の座板上に置く、R は白金棒又はタングステン棒で S 上に垂直に支持する。W 及び W' は錘、これにより S 上の荷重を一定とする。P は温度計で試料との距離 0.5 cm

以内に挿入する。O、O₁ 及び O₂ は滑車、之を通じて R 及び W を細絲で連絡する。圖示の如く裝備したる後一定速度を以て爐温を上昇すれば棒 R は試料の膨脹乃至軟化に伴つて上下する。此の運動を O、O₁ を通じて指針に傳へ目盛板上に擴大指示せしめ、毎 5°C 毎に目盛の讀みを取り、之を温度に對して點綴して灰の軟化行程を圖示する。支臺 B の中心には徑約 3 mm の孔道を穿ち還元性ガス(水素)を導入して該氣圈内での耐火度を測定し得る如くしてある。

備考 (1) 灰試料 60 篩目を通る石炭を磁製皿に取り 750°C に保てるガスマッフル爐中で灰化したものを 200 篩目程度に粉碎し更に上記爐中で 3 時間焼いて完全に灰化する。この灰を粘着剤を用ひずに壓搾成型器に入れて 200 ~ 2000 kg/cm² 程度に壓搾して上記筒型とする。(2) 棒 R は酸化性氣圈は白

金製(徑 1.5 mm, 長 30 cm)、還元氣中ではタングステン製(徑 3 mm)。R 上の最適荷重は 30 g。(燃料協會誌, 昭 10, 1177 参照)

内田法 灰分の軟化する瞬間の温度を測定する方法である。先づ瑪璃乳鉢で粉碎した灰をデキストリン溶液(約 10%) でよく練つた後押型で楕圓形の平板狀に成型し大氣乾燥を行ひ更にガスバーナーで灼熱して硬化せしめる。此の試片には成型の際 2 個の小孔が貫通してあつて、その一方の孔には先端を丸めた白金線、他方には同じく先端を丸めた白金ロヂウム線を挿入し、兩球端部を試片の下側で接觸せしめて一個の熱電對を構成せしめ、之を電氣爐内に吊す。此際尙兩線の間中部に於て試片に錘りをかけて置く。かくの如くして漸次爐の温度を高めて行くと遂に試片が軟化して、錘りの爲に變形し熱電對の熱接點の役目をしてゐた前記の球端部が別離し、温度計器(ミリボルト計)の指針が零點に戻るからその瞬間の温度を讀んで軟化點とする。

測定後試料が熱電對に結着せる場合はガスバーナーで灼熱し、冷水中に投入すれば容易は脱落する。又熱電對の球端部が汚れた場合は硼砂球で熔融し冷水中に入れるか或は直接に王水又は濃鹽酸中に浸して清淨し更に冷水で洗滌する。(燃料研究所研究報告, 第 9 號)

〔II〕 コークス特殊試験法

氣孔率、堅牢度、燃焼乃至反應性、發熱量等を試験する。但し發熱量測定は石炭の場合と同様にして行ふ。

a. 氣孔率 普通は眞比重及び見掛比重より算出するのであるが、又特殊の装置を用ひて迅速に行ふ場合がある。

普通法 一般に 60 目篩(タイラー式)以下に粉細したコークスの比重を眞比重とする。その測定は一般固體の粉末比重測定法に従つて行ふ。見掛比重はコークス片の占める體積でその重量を除して求める。その測定は容積計又は浮力法による。氣孔率は次式で求める。

$$\left(1 - \frac{\text{見掛比重}}{\text{眞比重}}\right) \times 100 = \text{氣孔率}(\%)$$

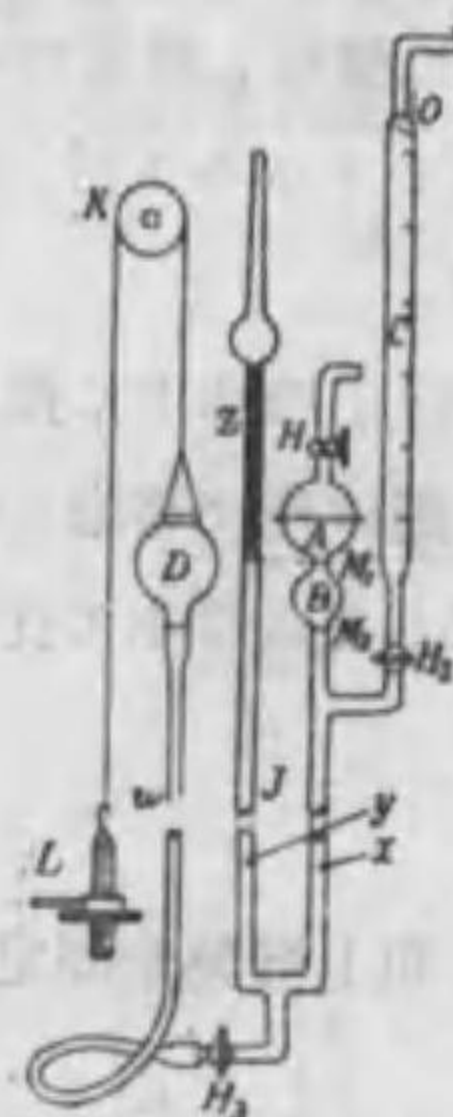
大島、福田法 氣體膨脹法に基く氣孔率計によるものであつて氣孔率を迅速に求め得る。

装置(第 10 圖参照) A は試料容器であつて上下 2 部より成りフランジの摺合せにより氣密にし各 6 箇の突起を具へゴム紐で上下を密着せしむ。B は膨脹球、C はピュレット、x, y は開端壓力計であつて y の先端は毛管 z 及

び安全球に終り x 端は膨脹球 B に附着する。J は且盛板であつて壓力計内の水銀柱を 0.01cm 迄測り得る、w は肉厚ゴム管、H₁、H₂、H₃、H₄ は活栓、D は水銀器で、螺旋調節器 L により上下し得る。ピユレット上部は三道活栓 H₄ により大氣又は吸引ポンプに通ずる。

操作 先づ活栓 H₁、H₂、H₃ を開き B、x、y 及び D に水銀を充し同時に H₄ より吸引ポンプにより C 中に O 迄水銀を充し H₂ を閉ぢる。次に L を以て水銀面を正しく M₁ に置き A の下部に塊状コークス試料を入れゴム紐

第 10 圖 として上下を固定する。次に H₁ を閉ぢ(H₂ も閉ぢたるま大島、福田式氣象率計 主) D を下げ水銀面が M₁ より M₂ に下りた時に止



め L にて水銀面を M₂ に置く。此際 AB 内に減壓生じ xy の水銀柱の高さを異にする。その差を dem とする。次に試料塊の容積を測る。それには H₁ を開き D を上げて水銀面を M₁ に達せしめ H₃ を閉ぢ次に H₂ を開きピユレット内の水銀を A に送りその時の C の水銀面を讀めばよい。かくして得た塊の容積を V とする。但し試料の氣孔が大なる時はその中に水銀が浸入するから補正を要する。之は秤量によつて知るか或は A 中に送つた水銀を再び C に吸ひ上げ A の水銀面が M₁ に來た時の C の水銀面を讀めばよい。猶ほ毛管 Z に入つた水銀容積をも補正する。かくして得た壓力差 d 及び塊容積 V より次の如くして氣孔率を求める。今大氣壓を b とし b-a=p とすれば p は膨脹後の A 及 B 球内の壓力である。而して大氣壓の下で試料を入れたる容器 A を滿せる全空氣容積を a とし膨脹球 B の容積を V_B とすれば

$$a = p \times V_B / d$$

故に試料の實體容積を S とすれば

$$S = V_A - a$$

但し V_A は容器 A の容積である。従て氣孔の容積は全容積 V と S の差であるから

$$\text{氣孔率} = [(V - S) / V] \times 100$$

備考 試料コークスは 150~200°C で乾燥秤量したるものを用ひる。(工業

化學雜誌, 昭 3, 1221, 参照)

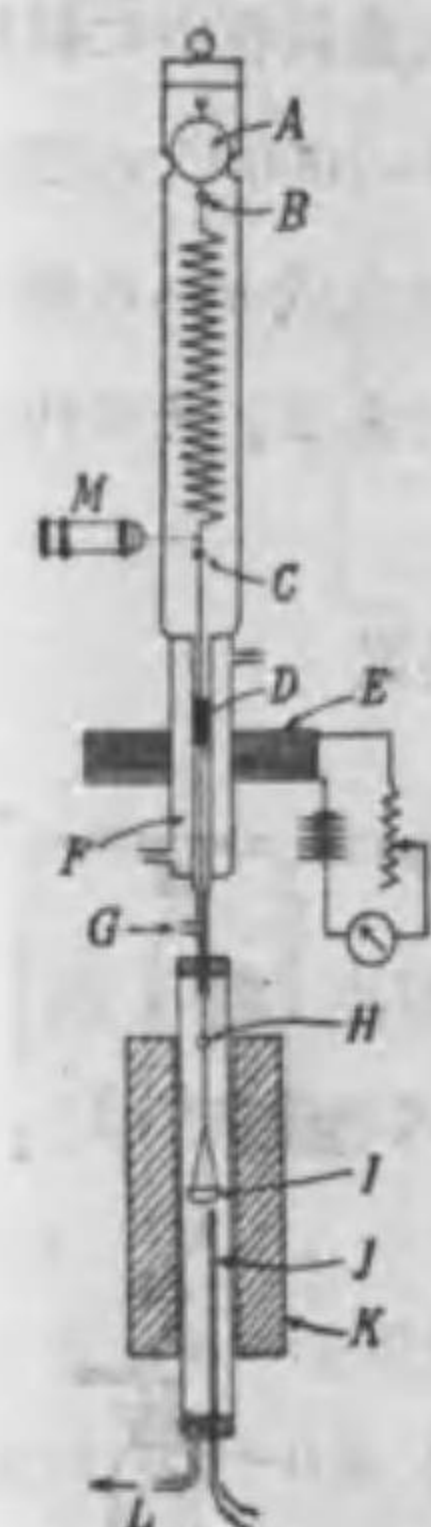
b. 堅牢度試験 冶金用コークスの硬さを測定するものである。二種の方法が行はれてゐる。

回轉試験法 (Drum test) 日本製鐵所で行ふ方法は徑 1.5m、長さ 1.5m の横置圓筒(内壁に沿うて 6 枚の翅を有する)内に 1 箇 2kg 前後のコークス片を合計 10kg 位採取し、2 分間に 30 回轉せしめた後、15mm 篩で篩別し、篩上の全試料に對する%を以て潰裂度とする。

墜落試験法 (Shatter Test) 米國鐵山局法である。この原理は一定の高さよりコークスを落下せしめた場合の破碎程度を測定するものである。

c. 燃焼性乃至反應性試験 コークスの燃焼乃至ガス化の速さを直接又は間接に表示する爲に反應性と云ふ用語を用ひその測度を反應度 (Reactivity と云ふ。従て廣義には着火溫度、燃焼速度、ガス化速度を包括するが狹義では

第 11 圖 大島、福田式連續精神裝置



ガス化に關聯して用ひる。この時のガス化劑としては通例炭酸ガス又は水蒸發を使用する。此種燃焼乃至反應性の試験法には溫度法、容量法、重量法等がある。以下その代表的なものを採録する。

大島、福田式綜合試験 着火溫度、反應速度、燃焼速度等を試験し、又揮發分、水分、灰分等を一聯して測定する方法である。

裝置 (第 11 圖参照) 此裝置はゼンマイ秤の原理に基いて加熱、燃焼乃至反應下の炭素試料の重量を連續的に秤量し、其結果を溫度又は時間に對して圖示したる後適當に解析して着火溫度、燃焼又は反應速度を知るのである。熔融石英スプリングの下端 c に白金線を以て順次鐵心 D 及び試料用白金皿 I を吊し、スプリング及び鐵心は硝子製の圓筒中に、又試料容器は反應管中に收めて外界と孤立せる系を構成する。上記圓筒の鐵心部は二重壁の流水冷却筒 F をなし、其の外側にはリレノイド E を設ける。反應管は電氣爐 K によつて加熱する。試料容器の直下に挿入せる溫度計によつて測定する。反應管の兩端には夫々技管 G 及び L を設け、之によりて氣體の導入及び導出乃至生成氣體の精集等を行ふ。試

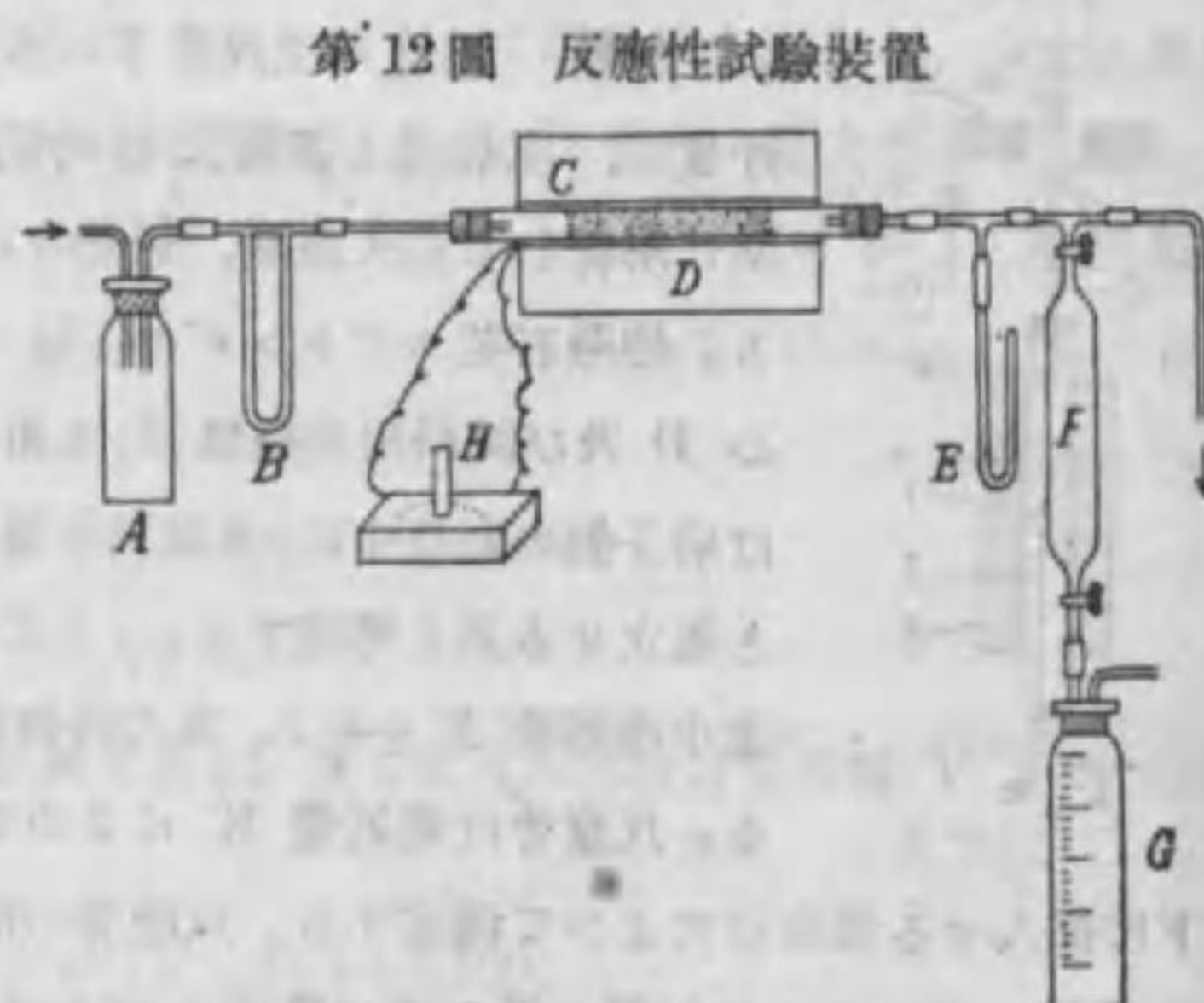
料温度は容器は白金製圓筒状の皿にして(直径1.3cm, 深さ0.5cm) 反応が進展して反応面が下方に移行するも試料表面積に變化なき様にする。

操作 試料は凡て粉末として用ひ、毎回0.5~0.1gを白金皿に秤取しその表面を平坦にした後反応管に装入する。次に爐を加熱し同時に適當な氣體を送入しつつ試料の重量變化を逐次に測定する。その方法は炭素試料の重量變化に對應するゼンマイの伸縮に伴ふ鐵心の移動に對して、ソレノイド電磁力を調節して常に鐵心を零位に定座せしむる如くし、其際加減せる電流の値を重量に換算するのである。但し零位は讀取顯微鏡Mで觀測する。斯様な手法を用ひて試料を一定流率下の空氣流中に於て一定の加熱率を以て漸次温度を上昇せしめた場合の重量變化を加熱温度に對して圖示すれば試料炭素の燃燒特性曲線を得る。又同様にして窒素氣流中の重量變化を測りて揮發分特性曲線を得る。前者により燃燒の經過が分り、着火温度、灰分量等を判定し得る。又一定温度の下で燃燒せしむれば恒溫燃燒速度が分る。更に空氣の代りに炭酸ガスを用ひて炭酸ガスに對する反應度を試験し得る。

反應性試験 コークスが一定温度に於て炭酸ガス又は水蒸氣と反應する速さを試験する爲に用ひられる普通の方法は、直立又は横置の反應氣管中に粒狀コークスを一定の長さだけ填充し之を一定温度(通例は850~1000°Cの間に選ぶ)に保ちつつ炭酸ガス又は水蒸氣を通じ、(1)その際の生成ガスの成分又は、(2)反應後の重量減損等を測定して反應度を求めるのである。その代表例として新村氏の裝置を記載する。

裝置(第12圖参照)

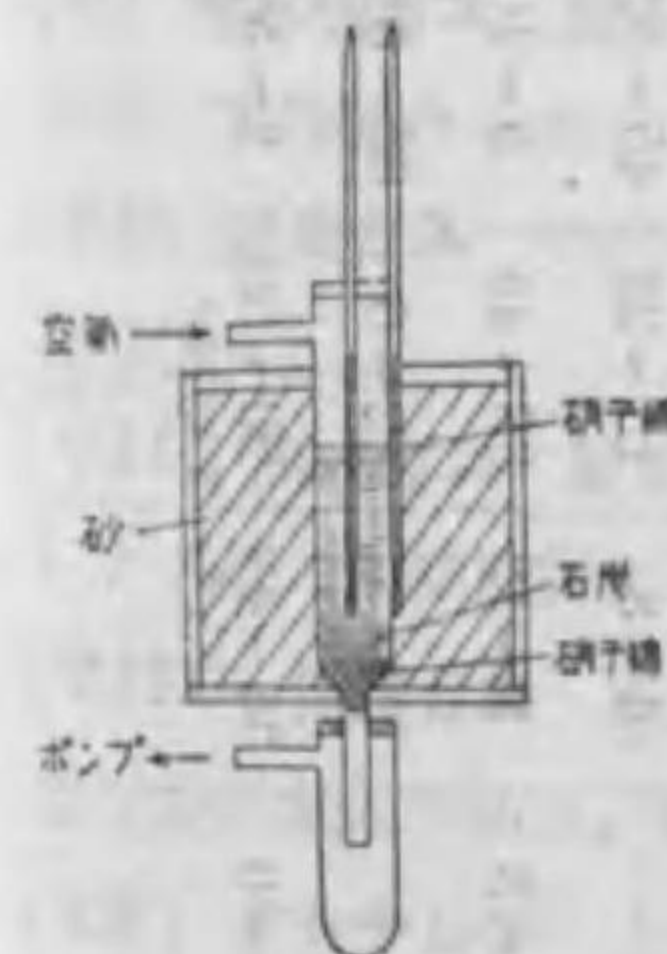
Aは炭酸ガス壓力調整壺、Bはガス流速計、Cはコークス試料と之を容れた石英管(徑17mm, 長さ約500mm)、Dは電氣爐、Eは壓力計、Fはガス試料採取等としGは割度圓筒、Hは高温計である。



操作 粒狀(5~10目篩)のコークスを石英管中に一定の長さ(例へば12cm)だけ充填し、その前後を耐火煉瓦の破片等充たして後、Aより炭酸ガスを送りつつ爐を加熱して900°Cに上昇せしめた後其温度に保つて反應せしめ一定時間毎に生成ガスを分析する。その方法はガス採取管Fにグリセリン2、水1の溶液を満し圖示の如く位置せしめGの割度圓筒を少々減壓に保ちつつFの活栓を注意して開きEの壓力計が零點に留るが如くしてF中にガス試料を取り終れば之を裝置より取外して其の中のガスを常法によりて分析しその結果を適當に計算又は圖示して反應性を知るのである。

示差式着火温度測定法 特に着火温度のみを測定する便宜な方法である。此方法は石炭に就ても適用せられる。

第13圖 示差式着火温度裝置



裝置(第13圖参照) 試料炭を粒又は粉狀とし、その適量を加熱管中に入れその中に温度計を挿入する。別に加熱管の外側に接して對照用温度計を設けておく。管内に空氣を通じ乍ら爐を加熱して行くと、初めは内側の温度が低く表はれるが、漸次温度が上昇して試料が着火すれば内側の温度は急激に上昇して外側の温度よりも高くなる。此の交叉點を以て着火温度とするのである。圖はWheeler (Fuel, 1924, 366)の用ひた裝置であるが、此の原理で色々便宜な裝置を組立てて使用すればよい。

第3章 ガス燃料と其分析試験法

第1節 各種ガス燃料の性状(第14表参照)

〔I〕天然ガス 石油地方等より噴出しメタンを主成分とする。特にプロパン、ブタン、ペンタン、ヘキサン等を含有するものを濕性天然ガスと云ひ、然らざるものを乾性天然ガスと云ふ。前者よりガソリンを回収する。比重は一般に0.6~0.8、發熱量は8000 K.cal/m³以上を普通とする。

〔II〕石炭ガス 高温乾溜によるガスはガス燃料中加熱用、動力用、燈用等として最廣く使用せられる。製司コークス製造の副生ガスは特にコークス爐ガスと云ふ。尙石炭ガスはその製造、配給、使用等の見地より一般に發熱量

第14表 各種ガス燃料の代表的組成

組成性質 種類	ガスの成分 (%)						比重 (空気=1)	發熱量 (kcal/m ³)	燃焼用空気量 (m ³ /ガスm ³) (過剩空気15%)
	CO ₂	CO	CmHn	CH ₄	H ₂	N ₂			
石炭ガス	2~4	6~11	2~5	23~38	43~59	5~8	0.4~0.5	4,600~5,300	5 前後
無煙炭を用ひる 發生爐ガス	2~4	20~25	—	3~7	7~12	55~63	0.9 前後	1,100~1,300	1.5 前後
	3~7	2~26	—	3~5	10~13	50~60			
コークス	2~7	22~29	—	1~3	8~18	53~64	0.55~0.6	1,000~1,200	3~5 前後
木炭	1~3	25~30	—	—	10~13	55~63	0.6~0.67	2,600~2,800	—
コークスを用ひる 水性ガス	2~6	36~42	—	0.5~1.5	44~52	2~6	—	5,000~5,500	—
ガス油で増熱 する	2~4	28~33	10~12	10~20	25~35	3~5	—	1,300~1,350	—
半水性ガス (モンドガスの例)	13~17	8~11	—	4~8	15~23	45~52	—	3,000~3,500	1.5 前後
混成ガス	4~8	28~32	1~3	8~12	88~45	5~10	—	850~1,000	—
高爐ガス	5~16	20~30	—	—	0.2~6	55~60	—	6,500~7,200	—
低溫	6~12	5~1	3~6	35~42 (C ₂ H ₆ 等を含む)	20~30	2~5	0.6~0.7	—	—
アセチレン	—	—	—	—	—	—	—	13,800	0.898

4500 K. cal/m³, 比重 0.5 前後を經濟的限度とせられ, 又水性ガス或は混成ガスを以て稀釋するのが普通である。尙本邦瓦斯事業法に於ては供給ガスの最低壓力及び最低熱值, 標準熱值, 有害成分量(硫化水素, 硫黄總量, アンモニア)等に就いて規定がある。

〔III〕發生爐ガス 炭素—空氣反應に基いて石炭, コークス及び木炭等をガス化して得るもので CO を可燃成分とする。但し製造作業の圓滑のために少量の水蒸氣を混用する場合が多い。

〔IV〕水性ガス 炭素—水蒸氣の反應に基いて得られるもので H₂ 及び CO を主成分とする。一般に石炭ガスの混合劑として或は増熱水性ガスとして使用する外, 水素製造原料等に供する。増熱水性ガスとは輕油其他の重質燃料油を熱分解した油ガスを混じて發熱量を増大したものである。

〔V〕半水性ガス 發生爐ガス及び水性ガス反應を同時に併用して得るものである。其特例なるモンドガスの成分は第 14 表の如くである。

〔VI〕混成ガス 石炭の低溫乾溜と水性ガス化を併用して石炭を完全ガス化して得る。

〔VII〕高爐ガス 製鐵熔鐵爐の副産ガスであつて通常製鐵事業に附帶するコークス爐の加熱に供する。其性質發生爐ガスに類似してゐる。

〔VIII〕低溫ガス 石炭の低溫乾溜時に副生するガスであつて, 炭化水素類に富み發熱量大である。通常發生爐ガス等と混合使用せられる。

〔IX〕アセチレン 一般に炭化カルシウムに水を作用せしめて製し發熱量極めて高く, 従て燃焼温度も高い。吹管の燃料として金屬の熔接, 熔斷等に供する外, 燈臺用光源燃料等に供する。

第 2 節 ガス燃料の分析試験法

〔I〕分析 法

(1) 一般成分定量 ヘンベル又はオルサットの装置により一般のガス分析法に従て行ふ。分析の順序は炭酸ガス, 重炭化水素, 酸素, 一酸化炭素, 水素, メタンである。

(2) 全硫黄定量 ガス中の全硫黄化合物の硫黄量の定量である。その含量が少い場合はレフェリーの装置を用ふればよい。又多量の硫黄がある場合は次の如くする。即ち白金海綿を填めた石英管を 350°C 前後に加熱して置き, 之に試料ガス 100l を 20~30l/時間の割合で通し, ガス中の硫黄化合物を

て硫化水素に變へた後、更に 10% の醋酸カドミウムを容れた吸収瓶に通じて硫化カドミウムとして沈澱せしめる。この液を醋酸々性とし、硫酸銅溶液を加へて硫化銅に變じ、この形で銅を定量した後硫黄量を算出する。

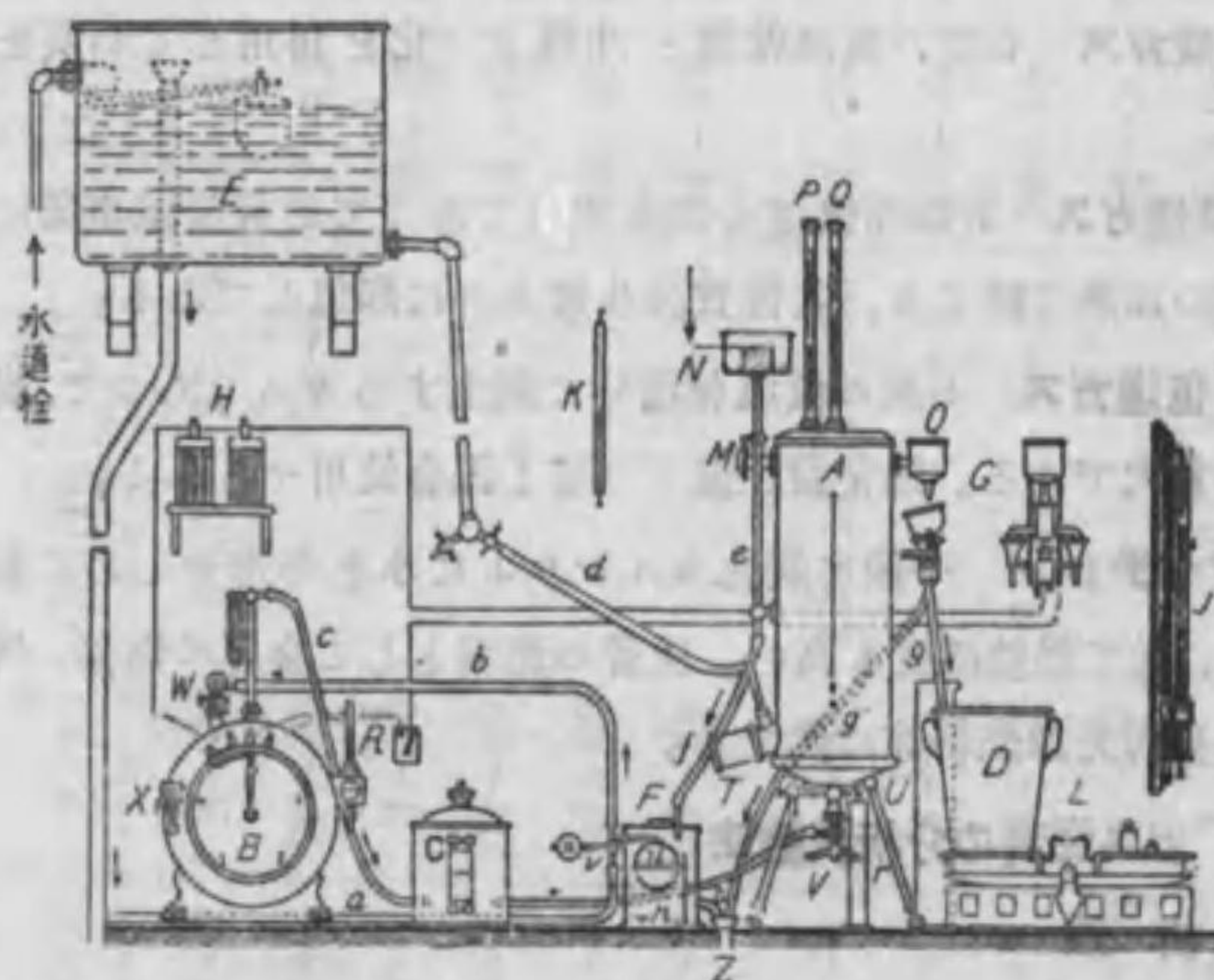
(3) アンモニア定量 試料ガスを 15l/時間の割合で $\frac{1}{2}$ N の硫酸に通じてアンモニアを吸収せしめた後、その硫酸をコチニールを試薬として $\frac{1}{2}$ N, NaOH で滴定し、硫酸の減量からアンモニアの吸収量を求める。

(備考) 本邦瓦斯事業法には諸種の試験規則がある。(實用燃料便覽参照)

[II] 發熱量測定法 發熱量はガス分析の結果より略算出来るが、正しくはユンカーズ熱量計による。以下その方法を採録する。

原理 ユンカーズ熱量計の原理は一定量のガスを常壓ガスバーナーで燃やし、その發生熱を流水に吸収せしめる様にし、流水の使用量とその過度上昇から發熱量を算出するのである。

第 14 圖 ユンカーズ熱量計



精造 (圖面参照)

- | | |
|------------|---------------|
| A 熱量計 | F 熱量計保安裝置 |
| B ガスメーター | G 自動式電磁流水分配装置 |
| C ガス圧力調整装置 | H 電池 |
| D 水量秤量器 | J 晴雨計 |
| E 給水槽 | K 溫度計 |

- | | |
|-----------------|----------------|
| L 天秤 | S 燃燒廢氣の寒暖計 |
| M 流水調整用活栓 | T 燃燒廢氣の排出口 |
| N 流水量を一定に保つ溢流装置 | U 凝縮水の出口 |
| O 流出水口 | V ガスメーター |
| P 流入水の寒暖計 | W ガスメーター調整活栓 |
| Q 流出水の寒暖計 | X ガスバーナー水位決定装置 |
| R ガス計量器中の寒暖計 | Z 放水口 |

A の構造は直立中空の圓筒で其の周壁は水套を形成し此の中を水が昇降する。中空の部分にガスバーナー V があつて之でガスを燃燒せしめる。燃燒廢氣は周壁の水套の間に設けた多數の直立金屬管を通つて排出口 T から外部に逃れ其の間に水套内の冷水でその熱を吸収する様にしてある。

操作 圖の様に配備し、初めにガスバーナー V は熱量計の外に出しておく。先づ活栓 M を開け、又配分装置 G を放水口 Z に通じた後、水道栓から徐々に水を出し溢流装置 N の内筒の上縁から絶えず過剰水が溢流する様に M を調節する。次にガス栓を開き計量計 B を 2 回回轉した後ガスバーナー V に點火し、同時に調節装置 W を以てガスの壓力及流速を均一にする。又ガスバーナーは下部の空氣調節装置で焰の状態を良好にした後靜に之を熱量計に挿入して圖の如く固定する。尙燃燒用空氣の細微な調節は廢氣導出口 T に設けた調整弁で行ふことが出来る。カスの流速は其の廢氣量に應じて變化せしめることが必要であつて大凡次の標準によればよい。

ガスの發熱量 cal/m ³	ガスの流速 l/時
5000 前後	200
4000 "	250
3000 "	350
1200 "	500

以上の測定を 2 回繰返して行ひそれからの結果が近似した時はその平均を以て測定値とする。此の値から次の如くして發熱量を求める。

$$\text{總發熱量 (cal/m}^3\text{)} = \frac{\{(\text{流出水溫度}) - (\text{流入水溫度})\} \times \text{水量 (kg)}^{\text{a}}}{\text{ガス量 (l)} \times (\text{ガス計量器補正}) \times (\text{ガス容積の補正})}$$

真發熱量(cal/m³)=(總發熱量)

$$\frac{0.6 \times (\text{凝縮水量 } g) \times 1000}{\text{ガス量}(l) \times (\text{ガス計量器補正}) \times (\text{ガス容積の補正})}$$

但しガス計量器の補正は標準ガス計量器と比較するか、又は熱量計に附随するガス計量器補正装置を以てする。又ガス容積の補正は測定時の大気圧、ガス温度、ガス壓力等より標準状態の乾燥ガス換算する因子ある。之は次式で計算する。

$$\frac{273(b_0 + p_1 - S)}{760(273 + t)}$$

但し、 t はガスの温度(°C)、 b_0 は其時の大気圧を 0°C に換算した値(mm Hg)、 p_1 はガスの示す壓力(mm Hg)、 S は t °C に相當する水蒸氣の最大張力(mm Hg)。

第 16 編 タール類

(通し番號第[73]節)

第 1 章 各種タールと其性状

第 1 節 總 說

有機物或は歴青質岩石を乾溜して得られる褐色乃至黒色の油狀物質を總稱してタールと云ふ。その組成は極めて複雑で乾溜母材、乾溜方法等によつて異なるも一般に炭化水素を主とし又オキシ、ニトロ化合物其他を含有する。此等を大別すれば酸性油、鹽基性油及び中性油の 3 部となる。又酸性分を總稱してタール酸と云ふ。タールを蒸溜すれば其大部分を溜出し黒色熱可塑性物を得。之をピッチと總稱す。ピッチを更に加熱すれば多孔質の炭質物を得、之をピッチコークスと云ふ。

工業製品としてのタールには石炭類より得られる高温タール、低温タール、發生爐ガスタール、水性ガスタール、高爐タール乃至は褐炭タール、泥炭タール等があり、又木材乾溜で得る木タール、骨炭製造時に副生する骨炭タール等があり更に油ガスタール、増熱水性ガスタール等もある。尙乾溜に際しタールと共に常に水溶液(ガス液、木醋液等)を副生する。この液は木材、泥炭等の場合は酸性であるが石炭、骨炭等の場合は鹽基性である。尙有煙炭よりのタールの性状を比較すれば第 1 表の如くである。

第 2 節 石炭タール(高温タール)

(I) 總說 有煙炭の高温乾溜を行ふコークス爐又は石炭ガス製造爐より採取するタールを通例單に石炭タールと稱し、又は高温タールと云ふ。或は又コークス爐タール又は石炭ガスタールと區稱することもある。タールの收率は原炭に對し 3~6% で比重は 1.08~1.33 程度である。之等は原炭の種類及び乾溜方式により異なる。その組成は一般に芳香族炭化水素及びフェノール類を主とし多量のベンゾール、トルオール、キシロール、ナフタリン、アンストラセン、石炭酸、クレゾール等を含むが、其他微量成分として極めて多種の物質を含有する。

(II) タール分溜方式 高温タールの工業的處理の第一歩は分溜により先づ 3~5 の溜分とする。その温度範圍は必ずしも一定せぬが 4 種の代表例を示せ

ば第2表の如くである。

第1表

生成装置	比重 15.5°C 15.5°C	粘度 (エンゲラー)	ベンゾール不溶分 (%)	固定炭素 (%)	灰分 (%)	タール酸 (%)
コークス爐	1.15~1.26	30~100	3~17	14~40	0~0.5	1~4
石炭ガス爐	水平式	1.25~1.33	150~650	15~40	0~0.5	1~4
	直立式	1.12~1.16	25~50	2~5.5	0~0.5	4~6
低温乾溜爐	0.95~1.12	25~50	0~7	5~15	0~1.5	10~30
ガス發生爐	1.12~1.20	~100~	5~25	10~35	0~25	3~9
高 爐	1.15~1.30	80	10~25	10~30	10~15	5~10

第2表 高温タール分溜温度

第1例		第2例		第3例		第4例	
溜分	沸点°C	溜分	溜出温度°C	溜分	溜出温度°C	溜分	溜出温度°C
軽油	~170	軽油	~170	軽油	~170	軽ナフサ	~110
中油	170~230	中油	170~200	カルボ油	170~200	軽油	110~170
重油	230~270	重油	200~300	ナフタリン油	200~230	カルボ油	170~225
アンストラセン油	270~350	アンストラセン油	280~400	クレオソート油	230~300	クレオソート油	225~270
ピッチ	350以上	ピッチ	400以上	アンストラセン油	300~350	アンストラセン油	270~360
				ピッチ	350以上	ピッチ	360以上

各種高温乾溜爐式によるタールの分溜成績の數例を綜合すれば第3表の如くである。

第3表

	コークス 爐タール	石炭ガスタール	
		直立式爐	水平式爐
軽油	1~2	2~10	1~3
中油	3~4	12~14	7~9
重油	9~11	8~16	6~10
アンストラセン油	25~27	16~30	5~10
ピッチ	44~46	36~53	60~80

本邦石炭よりコークス爐タールの分溜結果の一例は第4表の如くである。

第4表

溜分	溜出温度°C	比重	收率%
軽油	~170	0.905~0.920	0.73
カルボ油	170~200	0.960~1.002	1.18
ナフタリン油	200~230	1.030~1.045	2.88
クレオソート油	230~300	1.050~1.065	20.45
アンストラセン油	300~350	1.070~1.100	4.00
ピッチ	350以上		66.00

(III) タール溜分の性状 以上の各種溜分の性状は次の如くである。

- (1) 軽油 軽油は比重 0.910~0.950, 綠色螢光の可動性油であつて主成分は
- | | |
|----------------------|----------|
| 石炭酸(及他の酸油) | 5~15% |
| 鹽基類(ピリヂン等) | 1~3% |
| 硫黄化合物(二硫化炭素, チオフェン等) | 約 0.1% |
| ニトリル | 0.2~0.3% |
| 中性酸素化合物(アセトン, クマロン等) | 1.0~1.5% |
| 炭化水素 | |
| オレフィン族 | 3~5% |
| パラフィン族 | 0.5~1.0% |
| 芳香族 | 80%以上 |

芳香族炭化水素の主なるものはベンゾール及其の同族體(トルオール, キシロール等; 約 80%) ナフタリン(約 10%) である。

軽油の試験法としては普通比重の測定, 石炭酸, 鹽基及ナフタリンの定量, ベンゾール類收得率の試験(蒸溜試験)等がある。

- (2) 中油 中油は常温に於て黄色乃至褐色半固體であつて通常石炭酸及びナフタリンの強い臭氣がある。比重は 1.0 以上平均約 1.02 で其主成分は
- | | |
|-------------------------|--------|
| ナフタリン及メチルナフタリン等 | 30~50% |
| フェノール類(石炭酸, クレゾール類) | 25~35% |
| 鹽基類(ピリヂン, キノリン, キナルヂン等) | 約 5% |

中油の試験法としてはナフタリン及フェノール類を定量し又蒸溜により粗製ベンゾール, 石炭酸油, ナフタリン油, 残渣油の各量を求める。

(3) 重油 重油は常温に於て半固体であるが温むれば暗褐色の液となる。比重約 1.04。主成分はナフタリン、アンスラセン、フェナンスレン等の炭化水素約 20%、タール酸(クレゾール及高級フェノール類) 8~10%、ピリジン及キノリン鹽基約 6%及び液状炭化水素約 70%である。重油の試験法としては比重の測定及び蒸溜によりナフタリン油、クレオソート油量を求め更に前者に就いてナフタリン後者に於てはタール酸及タール鹽基の定量を行ふ。

(4) アンスラセン油 黄緑色乃至暗緑色を呈し常温に於て固体又は半固体であるが 60°C に於て液化する。比重 1.1 で常温に於て約 10%のアンスラセンを析出する。主成分はアンスラセンの外にアセナフテン、フェナンスレン、カーバゾール、フルオレン、アクリチン等であつて常液体成分として各種の高級炭化水素を含むも其の組成は充分明でない。極めて粘稠であるから減摩剤として使用する事を得る。アンスラセン油の試験法としては比重、粘度の測定、蒸溜試験及アンスラセンの定量等を行ふ。

(5) タールピッチ タールピッチは之を大別して 3 種とするを得る。軟質ピッチ(軟化点 30~50°C)、煉炭用ピッチ(軟化点 60~75°C)及硬質ピッチ(軟化点 75~85°C)であつて之等の試験法としては比重、軟化点の測定、炭分、遊離炭素、灰分の定量等を行ふ。又必要に應じアスファルト及石油ピッチの場合と同様にして引火点、伸度、針入度、感熱係数等を検定する。

[IV] 用途 石炭タールは其儘で道路用、塗料等として用ひ又クレオソート油等も防腐用に供するが一般には各種溜分は夫々重要なる芳香族化合物の原料とする。又特殊な溜分より減摩油、變壓器油、燃料油、浮遊選鍍用油等を調製してゐる。これ等は一般にタール油と總稱し通例は比重 1.01 以上である。タール油の性状は第 5 表に示す。

第 3 節 低温タール

[I] 總説 有煙炭乃至褐炭を 600°C 前後で乾溜して得るタールで、その收率は原炭に對し 10~15%、比重は 0.9~1.1 の間にある。粘度、發熱量、性状等は石油重油に類似であるが、石油に比し比較的少量の不飽和化合物を含む。又高温タルの成分は芳香族化合物であつたが低温タルは脂肪族殊に固形パラフィン並に相當量の高級フェノール類を含む。低温タル中の鹽基性油の含量は一般に 5% 以下で、残部は酸性油及び中性油である。中性油の主成分は脂肪族及芳香族炭化水素又は後者の誘導體である。

第 5 表 タール油性状

比 重	0.95~1.09
水分 (%)	0~12.0
硫 黄 (%)	0.28~1.02
灰 分 (%)	0~0.10
引 火 點 °F	97~208
粘 度 (レットウッド) 單位 70°F	~68
總發熱量 B. T. U. lb	16400~17900
眞 發 熱 量 %	15900~17200
コークス分 (%)	1.3~14.7
遊 離 炭 素	0~5.2
タ ー ル 酸	痕跡~30.0

本邦石炭より得た低温タルの性状の一例は第 6 表の如くである。

第 6 表

沸 點 範 圍 (°C)	~170	170~230	230~300	300 以上
溜 出 量 (%)	4~10	11~21	21~34	42~60
比 重 20°/4°C	0.78~0.85	0.88~0.96	0.89~1.0	
酸 性 油 %	5~16	28~52	28~52	

低温タルの用途は主に燃料用であつて、粗タルを更に適當に分溜して揮發油乃至重油とし其の他パラフィン、ピッチ等を得る。

第 4 節 木タール

乾溜母材、乾溜方式等により異なるが、一般性状は比重(15.5°/15.5°C) 1.05~1.21、粘度(エングラール) 50~65、ベンゾール不溶分 0~7.5、固定炭素 5~20

第 7 表

蒸 溜 範 圍 °C	主 成 分
~100°	脂肪酸、シルベン(C ₈ H ₈ O), メタノール、ベンゾール
100~150	ベンゾール同族體
150~200	ベンゾール同族體、石炭酸類
200~250	石炭酸類、リグノセリン酸(C ₂₄ H ₄₈ O ₈), ナフタリンレテン、高級パラフィン

%, 灰分 0~1.0%, タール酸 10~40 である。又諸溜分の含有する主要成分は第7表の如くである。

尙ストックホルムタール (Stockholm Tar) と云ふのは松等の松柏科植物より得られるタールで、このものは多量の樹脂質やターペンチンを含み、比重 1.04 程度であり、放置すればピロカテコルの結晶を析出する。

木タールの用途はそのままで塗料、粘結剤、造船用其他雑多な方面に用ひられ、又ピッチの原料とする。

第5節 雑種タール

以上の他の諸種のタールの性状は次表に例示する。

第 8 表

	比重15.5°/ 15.5°C	粘 度 (エング ラー)	ベンジ ン不溶分 (%)	固定炭素 (%)	灰分(%)	タール酸 (%)
増熱水性ガスタール	1.06~1.15	25~50	0.2~5.0	10~20	~0.5	0
油ガスタール	0.95~1.10	25	~2.0	10~25	~0.5	0
一發生爐ガスタール	1.12~1.20	100	5~25	10~35	~25	3~9
高 爐 タ ー ル	1.15~1.30	80	10~25	10~30	10~15	5~10

但し高爐タールとは石炭を混用する高爐より出るタールで、その組成は高温タールよりも寧ろ低温タールに近い。

第2章 タール試験法

こゝにはその代表的な方法として高温タールの分析試験法を述べる。低温タールの試験法はフェノール類及び遊離炭素以外は石油原油に準じて行はれる。参考書として次の如きものがある。

田中芳雄 著、最近化学工業試験法 昭和2年分册新版 493~517
安藤一雄

Lunge-Berl; Chem. Tech. Untersuchungsmethoden 第7版 III 207
~325

Illingworth; Analysis of Coal and Its Products 1921, 149~213

Allens, Commercial Organic Analysis. Vol. III. 5th Edition.

(I) 試験採取法

槽車又はタール船より試料を採取するには 其の荷卸の時タール 導管に小き

な活栓を取りつけこの開孔を調節して試料量が全タール量の約 0.1% に相當する如く採取する。又貯蔵槽より採取する 場合には 槽の深さに應じ適當な長さの直立鐵管 (内徑 4~5cm) を使用し其の下端に栓を附し之に鐵線を取りつけ管内を通じて栓を開閉する 様にする。之を開栓の儘タール 槽の底部迄挿込みタールを管内に侵入せしめた後栓をして 鐵管を引き揚げ内容物を 適當なる試料瓶に移す。タール槽の處々に於て同様の操作 により分析の 目的に應じ適當量を採取する。斯くして得た試料は分析の際によく攪拌した後之より更に所要量を用ひる。

(II) 比重測定法

タールの比重を測定するには之に混淆せる 水分を豫め 除去する。それにはタールを大きなビーカーに採り時計皿で蓋をして 50°C 以下に於て 24 時間湯浴上で加温する。然るとき水分は一般に 上層に分離するから 之を注出するか又は濾紙で拭ひ取る。低温タール等の如く水よりも 軽いタールは大型の分液漏斗に入れて 24 時間 50°C 以内に湯浴上で加温し水分を下より抜き取る、又タールを蒸溜して脱水を行ふ方法も行はれる ((3)水分定量法の項参照)。水分を除去したものは之を 15.5°C に冷却し、粘度小なるものは比重計又は比重瓶を以て普通の如くして測定するも粘度大なるものは Lunge 氏法に依る。即ち共栓部に細い溝渠のある内容約 20cc の秤量壺を採り其の重量(a)を精秤し次に之に水を満し 15.5°C の重量(b)を求め次に之を乾燥した後その 2/3 位までタールを満し栓を除き 30 分位温水に浸しタール中の氣泡を充分に逐ひ出し 15.5°C に冷却し栓をして其の重量(c)を求め最後に此のタールの上に水を満たし 15.5°C に冷却し栓をして再び秤量 (d) し次式で計算する。

$$S = \frac{c-a}{(b+c)-(a+d)}$$

(III) 水分定量法

水分の定量は普通 (A) 直接蒸溜法 (B) 稀釋蒸溜法の何れかによる。

(A) 直接蒸溜法

一定量のタール (400~500g) を内容 750~1000cc 銅製蒸溜罐に装入し之をリービッヒ冷縮器に連結し初め輪燈を以て蒸溜罐の上部を加熱し次第に之を下方に下げてタールの噴騰を防ぐ(次圖参照)。

溜出物は 100cc 目盛筒に集め室温に冷却した後下層に分れた水分の容積を



読む。普通 170°C 迄蒸溜すれば水分の全部を溜出するも遊離炭素含量大なるタールは 200°C 迄蒸溜を要することがある。

備考 溜出物の上層油を蒸溜罐に返戻しよく混合し之を脱水タールとして比重の測定其他の試料に供し得る。

(B) 稀釋蒸溜法

約 100g のタールを内容約 500cc の圓錐フラスコに採り之に約 200cc の市販キシロール (又はトルオール) を加へてよく混合し之を硝子管によりて直立リービッヒ冷縮器に連結して約 150cc を蒸溜し、溜出物を細い目盛筒に集め室温に冷却せる後下層水分の容積を読む。

溜出水分よりタール中の水分の容量%乃至重量%を求むる式は次の如し。

$$\frac{\text{水の容積} \times 100 \times \text{タールの比重}}{\text{タールの重量}} = \text{タール中の水分の容量\%}$$

$$\frac{\text{水の容積} \times \text{室温に於ける水の比重}}{\text{タールの重量}} = \text{タール中の水分の重量\%}$$

〔IV〕遊離炭素定量法

遊離炭素とはタールの一定量を適当な溶媒を以て洗滌した際の残渣炭質物である。故に使用溶媒、洗滌抽出法等により其量を異にする。Wietz の標準法によれば 5~10g の試料を内容約 100cc のビーカーに採り之にトルオール 5cc を加へ蓋をし湯浴上で約 30 分間温め時々攪拌する。一方に内径約 2.5cm のソックスレー濾筒を精秤し之を適当な濾過器に入れ下にビーカーを置き上記トルオール液を之に注入し熱トルオールを以て傾瀉洗滌し最後に熱ベンゾールで洗滌した後濾筒の口を濾紙又は綿を以て軽く蓋をなしソックスレー抽出器に入れベンゾールを以て之が着色せざる迄抽出した後 105°C で乾燥し、秤量する。

Kohler 氏法に於ては 10g 試料に 25g 氷醋酸及 25g トルオールを加へ還元冷却装置を附けて加熱し之を豫め精秤せる二枚の濾紙を重ねて濾過し濾液の着色せざる迄熱トルオールを以て洗滌した後 120°C で乾燥し秤量する。

〔V〕蒸溜試験

タールを試験的に蒸溜して如何なる割合に各分溜物を生ずるかを知る事はタールの秤價法として最も信頼すべき結果を與へるものである。此試験には

硝子製レトルト乃至銅製蒸溜罐を使用する。蒸溜試験の結果は其の装置及び操作条件により著しく異なるから常に比較し得べき結果を得る爲には一定の標準法を設け之を嚴守して行ふ。硝子製レトルトを使用する蒸溜試験の一標準法は次の如くである。

(a) 蒸溜フラスコ 250cc エングラー蒸溜フラスコを用ひる。其の各部の寸法は次の如くである。

フラスコ内径	80mm	頸の長さ	150mm
頸の内径	17mm	側管の長さ	150mm
側管の内径	9mm	側管と頸の角度	75°
内容物の表面より側管迄の高さ	90mm		

(b) 寒暖計 硬硝子 0~400°C 又は 0~450°C 迄の目盛のものがよい。其の各部の寸法は次の如くである。

幹の直径	6.5~7.5mm
0°より400°迄の長さ	285~305mm
球の直径	5mm
寒暖計の長さ	385mm
球の長さ	10~15mm
球の底より0°迄の長さ	25~35mm

常温に於て之を沸騰せる水蒸氣に觸れしめる際 90°C 迄の上昇 8 秒以内なるを要する。

(c) 冷縮管 溜出物の凝縮には空氣冷縮器を使用す其の寸法次の如し。

管の長さ	500mm
管の内径	12~15mm
管のアダプター端の内径	20~25mm

(d) 加熱装置 プンゼンバーナーを用ひ長さ 20cm 直径 9cm のブリキ板を以て之を圍み焰の動搖を防ぐ又之に小孔を穿ち焰の模様を監視し得る如くする。

(e) 受器 溜分受器として 0.1cc 目盛の 25cc 目盛筒を使用する。

蒸溜操作

豫め秤量せるフラスコに脱水タール 100g を正確に装入し寒暖計及冷縮管をコルク栓により普通の如く取りつけ(寒暖計の球の頂點とフラスコ側管の開

口の中央が水平線上にある如くする) 1 分間 1cc の速度で蒸溜する。初溜の温度を記録し次に適宜の温度範囲に於て之を分溜し各溜分の重量及容量を求め尙其の性状を記録する。又フラスコ冷却後之を秤量して残渣の量を求める。

實驗室に於て稍大規模の蒸溜試験を行ふには内容約 5~7l の銅製蒸溜罐を使用し 3~4kg の試料を採り輪燈を以て罐の上部より加熱して先づ水を溜出せしめ(水分定量法の項参照) 後輪燈を下げつゝ次第に下部を加熱し 1 分間 10~15cc の速度を以て蒸溜する。此場合には同時に水分をも定量する事が出来る。

溜分の取り方は原料タールの種類により又目的とする溜分乃至成分により必ずしも一定でないが普通の場合は次の如くである。

~170°C	軽油分
170°~235°C	中油分
235°~270°C	重油分
270°~315°C	アンスラセン油分
315°~360°C	
残 渣	ビッチ分

[VI] タール酸定量法

一定量タールを採り 315°C 迄蒸溜し之を分液漏斗に採り其の各 100cc に對し 20%苛性曹達液約 40cc を加へ振盪した後湯浴上にて少しく温め静置せる後下層溶液を目盛筒に抜き取り稀硫酸を以て酸性とし冷却後分離したタール酸の體積を読み原試料に對する容量%を求める。

備考

1. 相當多量の試料を蒸溜せる場合には 315°C 迄の各溜分について其のタール酸量を求めるがよい。
2. 試料が粘稠に過ぎるときはベンゾール又はトルオールを以て稀釋して行ふ。

[VII] ナフタリンの定量法

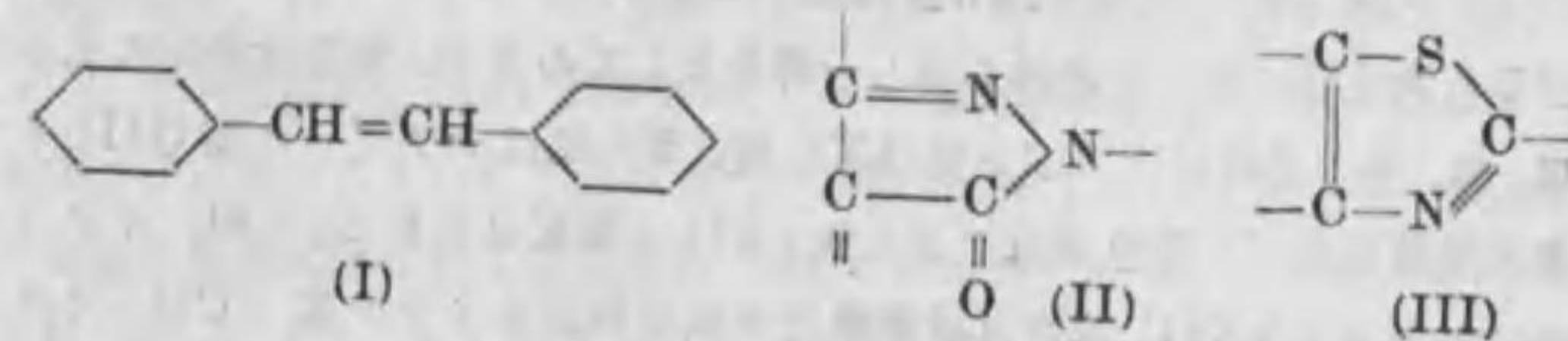
中油分及重油分中には多くの場合多量のナフタリンを含み之を室温に永く保つときは結晶として析出するから之をキヤロコ布及ブッフネル氏漏斗を用ひて濾過し結晶を秤量して粗製ナフタリン量を求める。

第 17 編 染料

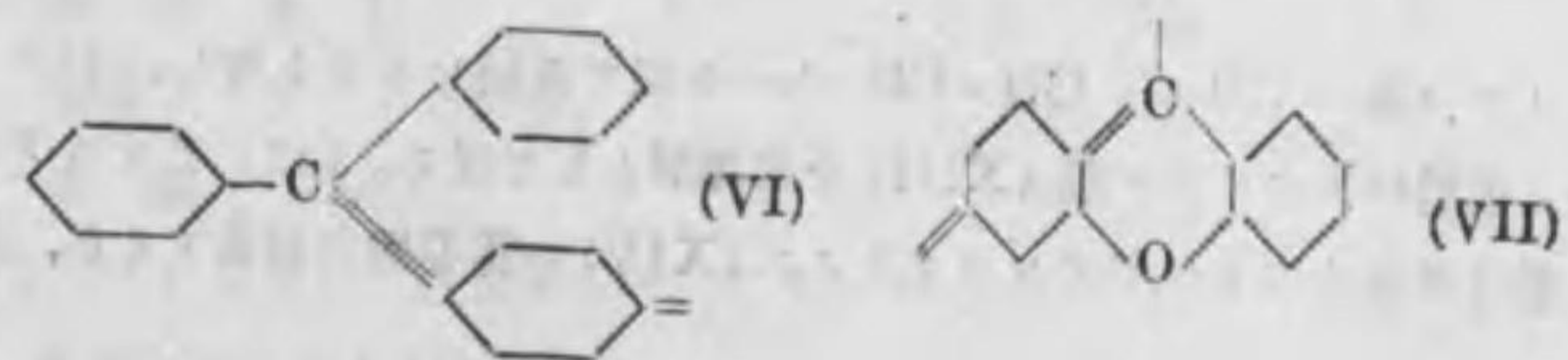
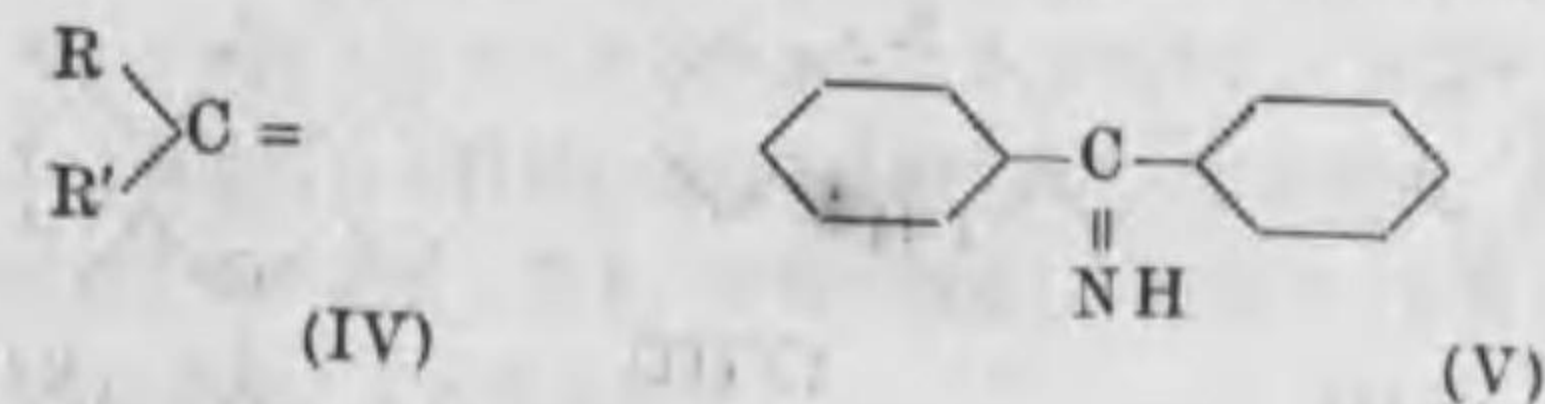
(通し番號第[74]節)

(I) 染料の化學的分類

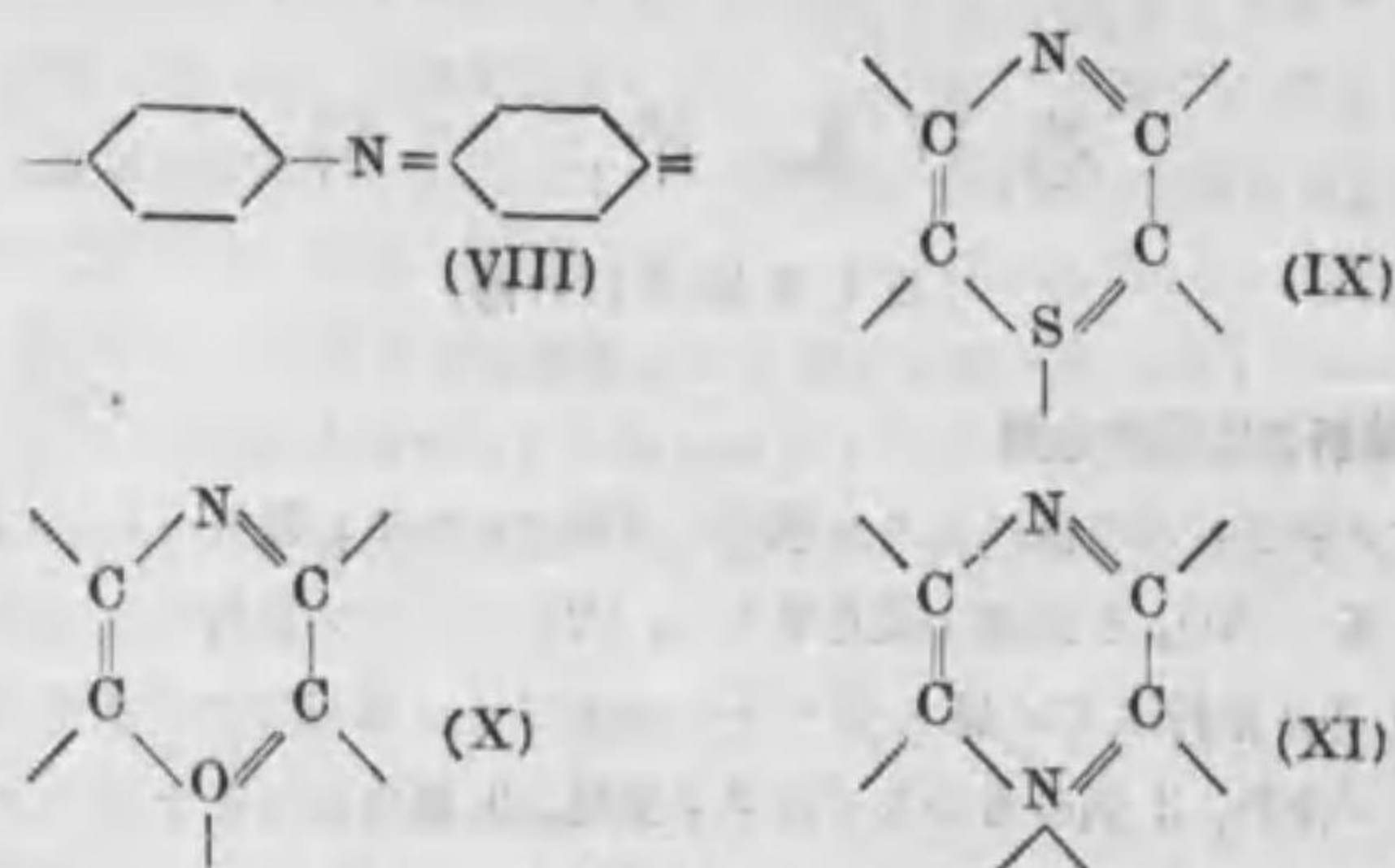
染料は其特有の發色團により化學的に分類せられる。即ち (1) ニトロ染料はニトロ基 $-\text{NO}_2$ を共通の發色團とし、(2) ニトロソ染料はニトロソ基 $-\text{NO}$ 、(3) アゾ染料はアゾ基 $-\text{N}=\text{N}-$ を有する。而してアゾ基 1 個のものをモノアゾ染料、2 個のものをジスアゾ染料、3 個のものをトリスアゾ染料、4 個のものをテトラキスアゾ染料云々と稱する。(4) スチルベン染料は其分子内にスチルベン (I) の形を有し、(5) ピラゾロン染料はピラゾロン環 (II)



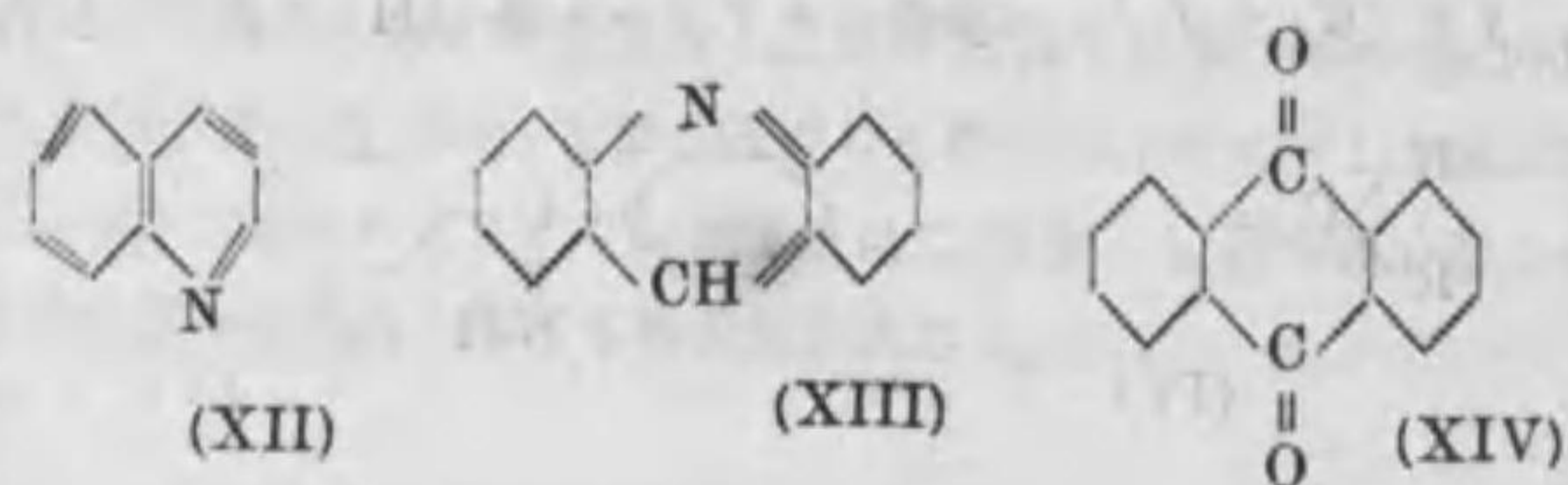
を、また (6) チアゾール染料はチアゾール環 (III) を固有の發色團として



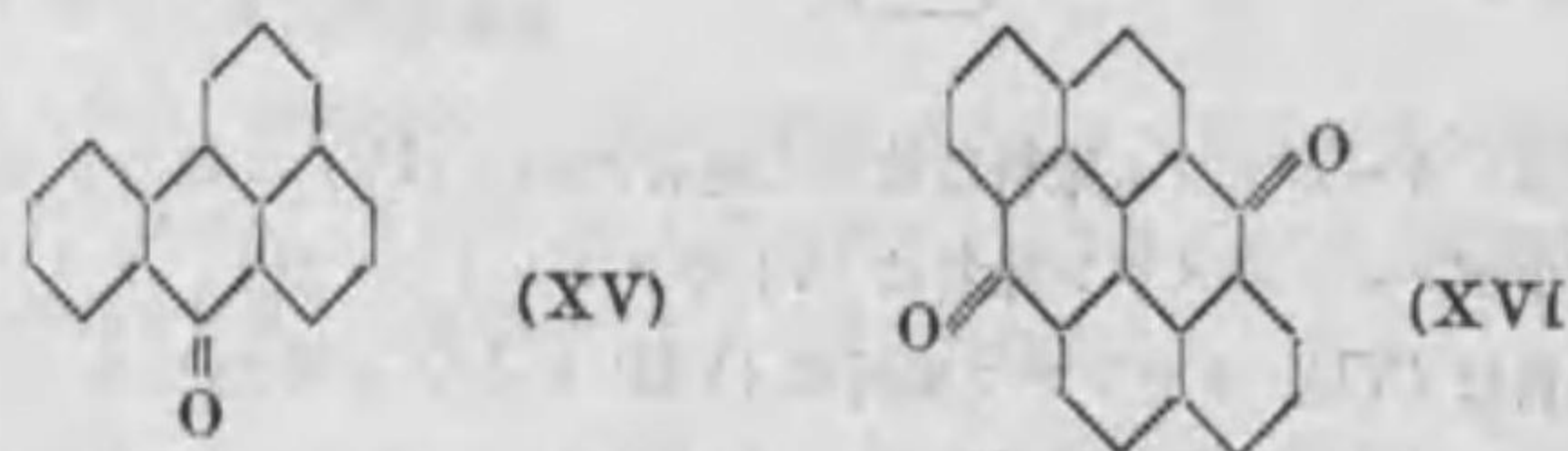
居る。(7) カーボニウム染料は簡単に表示すれば (IV) の如き共通形となるが、其中ジフェニルメタン染料は (V) のケトンイミン型を、トリフェニルメタン染料は (VI)、キサンテン染料は (VII) なる分子構造を有して居る。(8) キノンイミン染料は分子内に p-キノンイミド或は o-キノンイミドの形を有する物であるが之れに 4 種の分屬が存在し、インドフェノール類は (VIII)、



チアジン類はチアジン環 (IX), オキサジン類はオキサジン環 (X), アジン類はアジン環 (XI) を夫々固有発色團の集合形とする。(9) 硫化染料は製法及び染色的性質に於て共通性を有し一群をなしてゐるが、構造化学的に見る時は黒、緑、青の系統はチアジン型 (IX), 橙、黄の類はチアゾール型 (III), また従来の美麗ならざる紫色系はアジン型 (XI) と推定せられる。(10) キノリン染料はキノリン (XII) 及び其誘導體乃至類型物質をメチン基 $=CH-$ 又はポリ

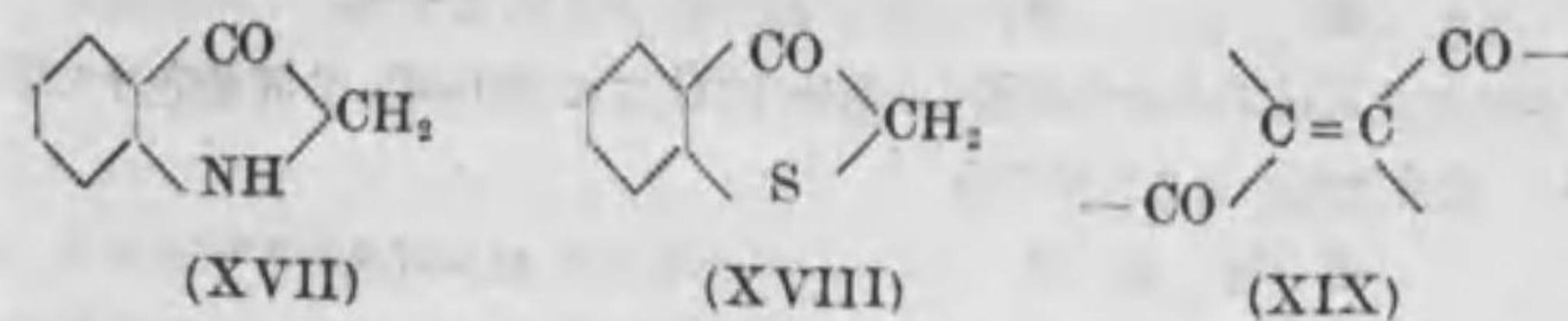


メチン基 $=CH-(CH=CH)_x-$ を以て連結せる形を有し, (11) アクリチン染料はアクリチン環 (XIII) を共通形として居る。(12) アンストラキノン染料は其多くのものがアンストラキノン (XIV) の誘導體に相當するが、近代的建



染染料中には更にベンズアンソロン (XV) より生ずる多環式キノン乃至はア

ンスアンソロン (XVI) の誘導體も存在する。(13) インヂゴ系染料はインド



キシル (XVII) 又は β -オキシ・チオナフテン (XVIII) を特有の構成成分とし, $>CH_2$ 基酸化の結果 (XIX) 式の如く $>C=C<$ 結合により此等の 2 分子が連結せられて染料を形成する。

(2) 染料の染色的分類

染料は其染色的性質に従ひ十數種に分類せられる。即ち (1) 酸性染料, (2) 鹽基性染料, (3) 直接染料, (4) 媒染及び酸性媒染染料, (5) 建築染料, (6) 硫化染料, (7) ピグメント染料 (酸化染料, 冷染染料等あり), (8) 顯色染料, (9) 酒精溶染料, (10) 油溶染料, (11) 醋酸絹絲染料等が數へられる。

此等の中主要なるものに就き代表的の染法を例示すれば下記の如くである。尙小規模の染色試験に於ては容量約 500 cc の磁製ビーカーを用ひ、染浴の全容を約 300 cc とし、3 g 程度の織布又は絲を染色するのを普通とする。而して染色實驗に於て染浴に添加する染料、助剤等の分量は凡て纖維の重量を 100 とし、夫れに對する%を以て表すことになつて居る。夫等の分量は從て甚だ少量となる故染料 (水溶性の場合) は例へば 0.1% 水溶液、助剤も 10% 乃至 1% 水溶液を豫め調製し置き、容量に換算して使用するが便利である。

(1) 酸性染料による羊毛染色

酸性染料	0.5~3%
硫酸ナトリウム (結晶)	10~15%
硫酸 (66°Bé)	3~5%

混合後羊毛を浸漬し、煮沸湯浴中にて 45~90 分染色、後よく水洗する。

(2) 鹽基性染料による木綿染色

鹽基性染料は中性又は弱醋酸性にて絹及び羊毛を直接染めるが、木綿の場合には豫めタンニン媒染する。即ち欲する濃度により 1~6% タンニンを含む浴中に 80~90°C にて木綿を浸漬し、次で長く (なるべく一夜) 放置する。後木綿の水を切り、洗滌することなく其儘吐酒石 0.5~3% を含有する冷浴中に 20 分保ち、充分よく水洗する。

染浴。鹽基性染料	0.1~2%
醋 酸	1~5%

常温にて上記媒染木綿を浸漬し、50~70°Cにて30~45分間染色する。

(3) 直接染料による木綿染色

直 接 染 料	0.5~5%
炭酸ナトリウム(無水)	0.5~2%
食鹽又は硫酸ナトリウム(無水)	10~20%

染浴の温度60°Cにて木綿を浸漬し、45~60分煮沸湯浴中にて加熱する。

(4) 酸性媒染染料による羊毛染色

酸性媒染染料には2~3異なる染法があるが、今最も普通なるクロム染色を擧ぐれば次の如くである。

酸性媒染染料	0.1~5%
硫酸ナトリウム(結晶)	10%
硫 酸(66°Bé)	3%

此浴に羊毛を浸漬、30~60分煮沸湯浴中にて染色し、次で尙硫酸(66°Bé)1~2%に相當する量を稀硫酸として補給し45~60分加熱する。次で之れに重クロム酸カリ1~3%を添加し更に30~45分間湯浴中に加熱する。

(5) 媒染染料による絹染色

クロム媒染。鹽化クロム溶液(20°Bé)に2~12時間絹を浸漬し(時間は希望濃度により異なる)、軽く水洗後、10%の重炭酸ナトリウムを含有する浴中を通し、水を切り軽く水洗して染色する。

染色。染浴には絹用媒染染料(後表参照)1~5%を均一に泥状又は液状に混合し、常温にて約15分間絹を浸漬攪拌し、徐々に加熱し、90°C附近にて約1時間染色する。水洗後水1lに石鹼5gを溶解せしめたる石鹼液にて煮沸し、更に水洗後稀薄なる醋酸々性の中に通じて後乾燥する。

尙上記染浴に其1/4~1/2容量の絹練廢液を加へて染色すれば一層良好である。

(6) 建染染料染色

A. インダンスレン染料による木綿染色。染料は欲する濃度により0.5~5%を用ひる。普通のIN法を例示すれば染浴は水1lに對し

苛性ソーダ(40°Bé, 35%)	10~12cc
ハイドロサルファイト(コンク粉末)	1~4g

之れに豫め水にて泥状とせる染料を添加し、50~60°C温めて建浴を生成せしめ、此温度にて木綿を浸漬して45~60分染色する。後先づ水にて洗滌、次で硫酸々性の中にて、更に水にて洗ひ、最後に石鹼液にて煮沸し、水洗乾燥する。

B. インヂゴ系染料による羊毛染色

濃厚建浴。インヂゴ系染料(20%泥状)	7.5g
水(60°C)	15cc
苛性ソーダ(40°Bé, 35%)	1.8cc
ハイドロサルファイト(コンク粉末)	1.5g

55°Cに温めて建浴を生成せしめる。

染浴。染浴としては水1lを50°Cに温め、之れにアンモニア(20%)0.5cc、ハイドロサルファイト0.25g膠溶液(1:10)3ccを添加し、濃厚建浴の必要量を加へ50°C附近にて45分間染色、水洗後、醋酸々性の中にて洗ひ更によく水洗する。

(7) 硫化染料による木綿染色

染料及び助剤の量は所要染色濃度により大いに異なるが、今黒色の場合に就き例示すれば次の如くである。

黒色硫化染料	10%
硫化ナトリウム(結晶)	15%
炭酸ナトリウム(無水)	5%
食 鹽	50%

煮沸湯浴中にて均一に溶解しめ、後木綿を入れて60~90分加熱染色し、充分よく水洗して乾燥する。

(8) 醋酸絹絲染色

A. セリトン染料及びセリトン・ファスト染料。水に不溶性であり水1l中に石鹼2~3gを加へ、染料を平均に懸濁し、60~70°Cにて30~60分染色、水洗後弱醋酸々性の中にて浸し、乾燥する。

B. セリット染料及びセリット・ファスト染料。水溶性を有する。染浴に20~50%の硫酸ナトリウム(無水)を添加し、60~70°Cにて30~60分染色後上例の如く處理する。

[3] 染料の定性分析

或る染料が染色的見地より如何なる種類に属するやの決定は比較的容易である。次で構造上何れの化学的分類に所属するやの問題も一般には大なる困難なく確定し得られる。斯くして染色的、化学的の種類決定すれば個々染料の水溶液の色、吸収スペクトルの吸収極大波長、濃硫酸呈色、アルカリに対する性状其他よりして、該染料が単一且既知なる際には多くの場合構造の推定まで進み得る。

染料が単一なりや混合物なりやの判定は(1)溶液に就き濾紙上の斑點試験、或は濾紙片による毛管上昇試験、(2)一定量の染料を多数の布片を以て順次一定時間づゝ系統的に染色する分別染色、(3)溶解度を利用する分別、例へば、水、食鹽水、各種有機溶剤等を用ひる分別等によるものとする。染料が混合物なる時は夫等の分離に稍研究的手腕を要し、既知染料の場合と雖も各成分の決定は容易でない。更に當該染料が從來一般に對して未知のものならば、其構造決定は既に定性分析の域を脱し、本格的研究の問題となるものである。

以下此所には染料の染色的乃至化学的種類の決定法を挙げ、更に参考として重要染料に就き其所屬と主なる性質とを列挙することにした。

A. 必要なる試薬

(1) タンニン試薬。タンニン 10g, 醋酸ナトリウム 10g, 水 200cc。之れに石炭酸の痕跡を添加すれば變敗を防止し得る。

(2) 鹽化第一錫・鹽酸。鹽化第一錫(結晶) 100g, 濃鹽酸 100cc, 水 5⁰cc。

(3) 醋酸鉛溶液。醋酸鉛 5g, 水 100cc。尙濾紙片を此溶液に浸漬し、清淨なる空氣中にて自然乾燥せるものが醋酸鉛試験紙である。

(4) 過マンガン酸カリ溶液。過マンガン酸カリ 1g, 濃硫酸 2g, 水 1l。

(5) 弗化クロム溶液。弗化クロム 10g, 醋酸ソーダ 5g, 水 100cc。

(6) 苛性ソーダ溶液。苛性ソーダ 5g, 水 100cc(5:100)。同時に 1:100 溶液をも用意する。

(7) 醋酸。氷醋酸 5cc に水を加へて 100cc とする (5:100)。

(8) 蟻酸。蟻酸(90%) 1cc に水を加へて 100cc とする (1:100)。

(9) 稀鹽酸。濃鹽酸 5cc に水を加へて 100cc とする (1:20)。

(10) アンモニア水。濃アンモニア水(25% NH₃) 1cc に水を加へて 100cc とする (1:100)。

(11) 染料溶液。約 0.5% 水溶液。

B. 染色的分類に関する豫備實驗

先づ染料試料の少量を試験管に採り、冷水乃至熱湯に可溶なりや不溶なりやを検する。

(i) 水に不溶性の染料。建築、硫化、媒染、ピグメント(レーキ)染料等之れであり、尙特殊染料として酒精溶、油溶染料等も此種に屬する。此種染料に就ては後に記載する第4表に従ひ系統的に定性試験を行ふ。

(ii) 水に可溶性の染料。鹽基性、鹽基性媒染、直接、酸性、酸性媒染染料等は本格的の水溶性染料である。又媒染染料のアルカリ鹽乃至重亞硫酸鹽化合物も水溶性を有する。其外本來不溶性の建築染料が可溶性リウコ化合物の形で市販せらるゝ時、或は硫化染料中に硫化ナトリウムを混入せる時は同様水に溶解する。此等は然し概して空氣に對して不安定であり、溶液を蒸發皿に採り水と共に煮沸するか、或はフラスコに採り吸引ポンプにより空氣を導入すれば容易に不溶性染料の沈澱を生ずる。インヂゴゾール型の安定リウコ化合物も弱硫酸酸性にて空氣を通ずるか亞硝酸ナトリウムを加ふれば、不溶性建築染料を再生する。此等は其再生せる不溶性染料に就き第4表に従ひ分析する。

水溶性染料に就ては第1表乃至第3表に従つて定性分析を行ふ。

(1) 鹽基性染料及び鹽基性媒染染料(第1表)。染料水溶液にタンニン試薬を加ふれば沈澱することを特長として居る。またタンニン媒染木綿(前記染色法の部参照)が普通の木綿に比し著しく濃色、耐水性に染色せられる。

(2) 直接染料及び水溶性硫化染料(第2表)。染料水溶液にタンニン試薬を加ふるも沈澱せず、且媒染せざる通常の木綿をよく染める(染色法の部参照)。

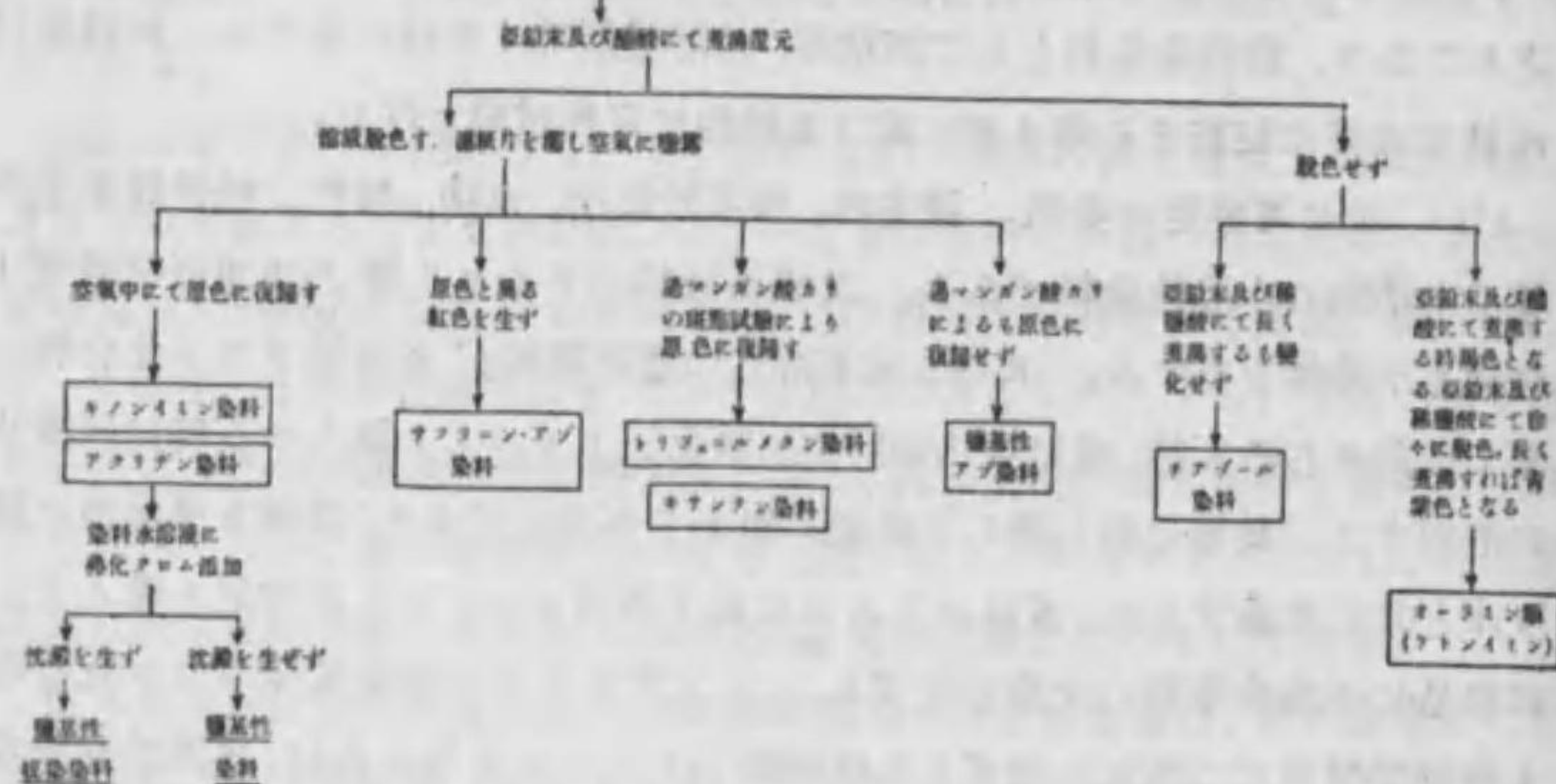
(3) 酸性染料及び酸性媒染染料(第3表)。タンニン試薬により沈澱せず、且木綿に對し殆ど染着力を有しない。酸性染浴にて羊毛をよく染める。

(iii) 灰分の試験。不溶性染料にても水溶性染料にても灰分中金屬の試験は屢々有用である。食鹽、硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム等は最も常通添加剤として存在するが、不溶性染料にて BaSO₄, Al₂O₃, ZnO, Fe₂O₃ 等多量に含有するはレーキ染料の特長である。又水溶性染料にてクロム、銅等を含むものはネオラン型の近代的酸性媒染染料なることを認め得る。

C. 系統的定性分析

前記豫備実験の結果により、下記第1表乃至第4表の何れかに就き系統的な分析をなすものとする。一般の場合此等定性分析は染料溶液の3~5ccを試験管に採りて行へばよい。

第1表 鹽基性染料及び鹽基性媒染染料



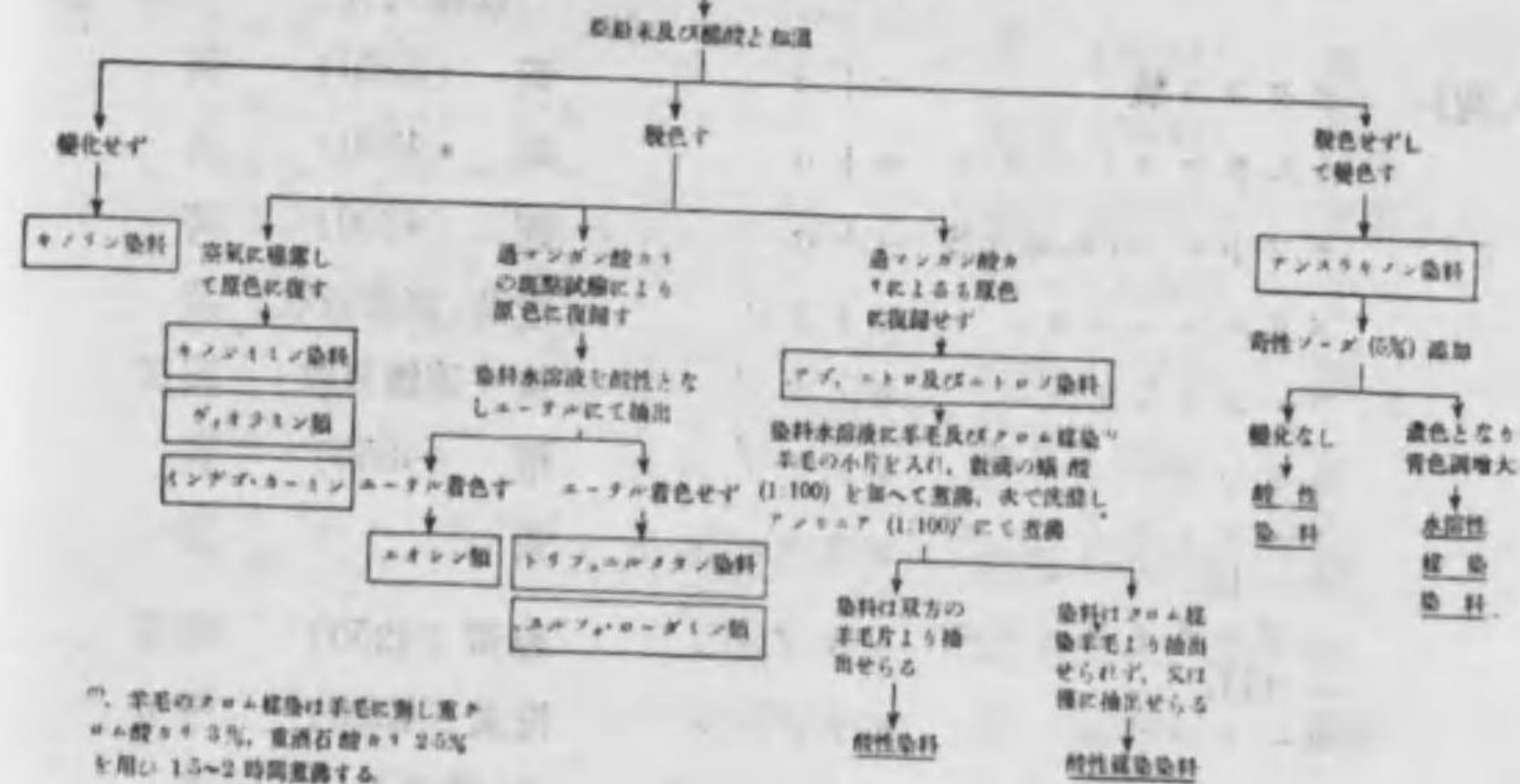
第2表 直接染料及び水溶性硫化染料



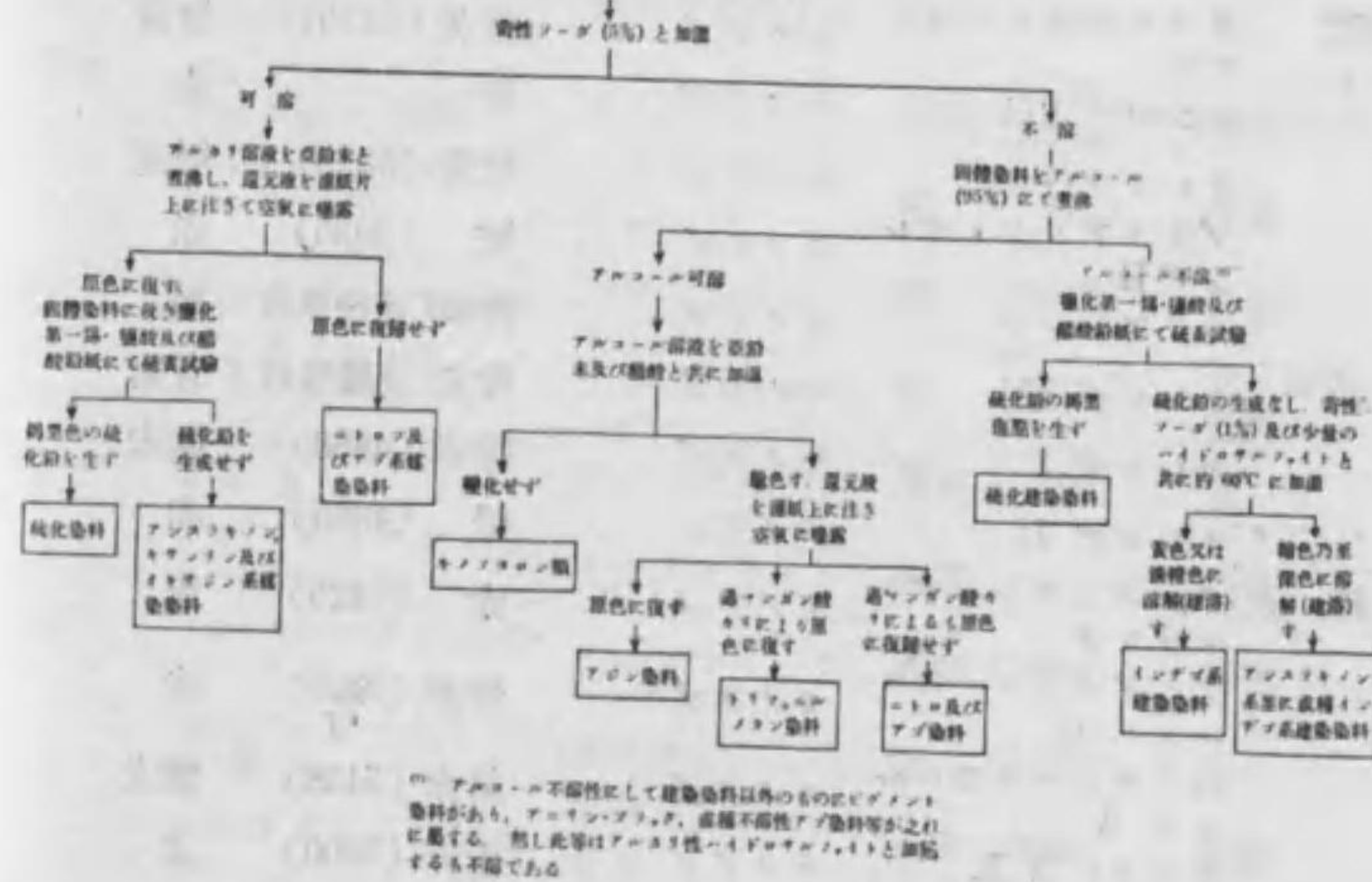
(4) 重要染料の特性一覽

構造若くは製法の知られたる市販染料中より、主として工業的乃至學術的見地より重要なものを適宜選出し、其等の染色的分類、化學的所屬、溶液の色、

第3表 酸性染料及び酸性媒染染料



第4表 水に不溶なる染料



濃硫酸呈色等を以下順次列記する。此等は染料個々の定性分析に際し、或は染色に用ひる染料選擇の場合に屢々利用の機會ありと思惟する。

(1) 酸性染料

左端行の始めに(黄)とあるは黄色系染色を與ふる染料なるを意味する。以下之れに準ずる。

	構造系統	水溶液(吸 収極大Å)	濃硫酸 呈色	
(黄)	ビクリン酸	ニトロ	黄 (3530)	黄
	マルチウス・エロー	ニトロ	黄 (4350)	黄
	ナフトール・エロー-S	ニトロ	黄 (4350)	黄
	メタニル・エロー	モノアゾ	橙黄(連続吸收)	紫
	ファスト・エロー	モノアゾ	黄(連続吸收)	褐黄
	クリソイン	モノアゾ	橙 (4850)	黄
	ファストライト・エ ロー G	ビラゾロン	黄	橙
	スプラライト・エロ ー GL	ビラゾロン	緑黄 (4250)	緑黄
	タートラジン	ビラゾロン	橙黄 (4320)	橙黄
	フルオレスセイン	キサントゲン	黄, 緑螢光(4935)	黄
	キノリン・エロー	キノリン	黄 (4259)	橙
(橙)	クロセイン・オレン ヂ	モノアゾ	橙黄 (5135)	橙黄
	ボンソー 2G	モノアゾ	橙	赤
	オレンジ G	モノアゾ	橙黄 (5020)	橙黄
	ブリリアント・オレ ンヂ R	モノアゾ	橙 (4935)	赤
	ヘリアンシン	モノアゾ	橙黄(連続吸收)	褐
	オレンジ IV	モノアゾ	橙黄(連続吸收)	青紫
	オレンジ I	モノアゾ	橙赤 (4880)	紫赤
	オレンジ II	モノアゾ	橙 (4865)	赤
(緋, 赤)	ファストアシッド・ マゼンタ	モノアゾ	赤 (5425)	赤
	アミドナフトール・ レッド G	モノアゾ	緋赤 (5403)	赤
	パラチン・スカーレ ット A	モノアゾ	緋赤 (5438)	紫赤
	ボンソー 2 R	モノアゾ	橙赤 (5000)	赤
	アゾアシッド・レッ ド B	モノアゾ	赤 (5020)	赤
	アミドナフトール・ レッド 6B	モノアゾ	赤 (5180)	赤
	ファスト・レッド B	モノアゾ	赤 (5200)	青
	クリスタル・ボンソ ー	モノアゾ	赤 (5040)	紫
	ファスト・レッド A	モノアゾ	赤 (5025)	紫

	アゾルビン	モノアゾ	赤 (5175)	紫
	アマランス	モノアゾ	赤 (5250)	紫
	コチニール・レッド A	モノアゾ	緋赤 (5000)	赤紫
	ブリリアント・クロ セイン	ヂスアゾ	赤 (5365)	青紫
	クロス・レッド BA	ヂスアゾ	赤 (5240)	青
	ダブル・スカーレ ット	ヂスアゾ	橙赤 (5035)	緑
	フクシン S	トリフェニルメ タン	紫赤 (5540)	黄
	スルフォ・ローダミ ン B	キサントゲン	紫赤 (5675)	橙
	エオシン	キサントゲン	赤, 緑螢光(5180)	黄
	エリスロシン	キサントゲン	赤 (5257)	褐黄
	ローズ・ベンガル	キサントゲン	紫赤 (5512)	褐
	アゾカーミン G	アジン	紫赤 (5010)	緑
	アリザリン・ルビ ノール G	アンスラキノ ン	紫赤 (5290)	赤
(紫)	ヴィクトリア・ヴァ イオレット 4BS	モノアゾ	暗紫 (5800 5420)	紫赤
	アシッド・ヴァイオ レット 4BC	トリフェニルメ タン	紫 (5430)	橙黄
	ファストアシッド・ ヴァイオレット A2R	キサントゲン	紫 (5340)	橙赤
	アリザリン・ダイレ クトヴァイオレット	アンスラキノ ン	紫 (5615)	青(緑褐二 色性)
	アリザリン・イリ ノール R	アンスラキノ ン	紫青 (5760)	青
	アンスラキノ・ワ イオレット	アンスラキノ ン	赤紫	暗褐
(青)	スルフォンアシッド・ ブリウ G	モノアゾ	赤紫 (5920)	暗青
	スルフォン・シアニ ン G	ヂスアゾ	紫 (5795)	青
	エリオグロージン A	トリフェニルメ タン	緑青 (6298)	淡黄
	アルカリ・ブリウ	トリフェニルメ タン	青, 難溶(5465)	褐赤
	メチル・ブリウ	トリフェニルメ タン	青 (6070)	赤褐
	ウォーター・ブリウ	トリフェニルメ タン	青 (6090)	橙黄
	コットン・ピュアブ リウ B	トリフェニルメ タン	青 (6420 5900)	赤褐
	パテント・ブリウ V	トリフェニルメ タン	青 (6380)	黄

染料		染料	色	色
パテント・ブリウ A	トリフェニルメタン	青 (6364)	黄	
サイアノール	トリフェニルメタン	青 (6135)	黄	
ウール・ファストブリウ BL	アジン	青紫 (5785)	緑	
ファスト・ブリウ 6B	アジン	青紫 (5960)	青	
アリザリン・サフィロール B	アンスラキノン	青 (5895)	黄	
アリザリン・サフィロール SE	アンスラキノン	青 (6410)	褐黄	
アリザリン・ピュアブリウ B	アンスラキノン	青 (5883)	紫赤二色性	
アリザリン・アストロール B	アンスラキノン	緑青 (6619)	青	
サイアナンスロール R	アンスラキノン	青 (5758)	赤紫	
アンスラキノン・ブリウ SR	アンスラキノン	緑青(アルコール 7140)	暗赤紫	
インヂゴ・カーミン	インヂゴ	青 (6115)	青	
(緑) ナフトール・グリーン B	ニトロソ	黄緑	黄褐	
ライト・グリーン SF	トリフェニルメタン	緑 (6335)	黄	
ブリリアント・ミリンググリーン B	トリフェニルメタン	青緑 (6354)	橙赤	
ナフタリン・グリーン V	トリフェニルメタン	青緑 (6411)	黄褐	
ウール・グリーン S	トリフェニルメタン	緑青 (6341)	褐紫	
アリザリン・シアニンググリーン	アンスラキノン	青緑 (6581)	紫青	
(褐) ナフチルアミン・ブラウン	モノアゾ	黄褐	紫	
レゾルシン・ブラウン	ヂスアゾ	褐	褐	
ファスト・ブラウン G	ヂスアゾ	赤褐	紫	
(灰, 黒) ナフトール・ブリウブラック	ヂスアゾ	黒青	緑	
パラチン・ブラック A	ヂスアゾ	暗青	青	
スルフォンシアニン・ブラック B	ヂスアゾ	紫	暗青	
ナフチルアミン・ブラック D	ヂスアゾ	紫黒	青黒	
ナフトール・ブラック 6B	ヂスアゾ	紫	緑黒	

染料		染料	水溶液 (吸収極大 Å)	濃硫酸呈色
ナフトール・ブラック B	ヂスアゾ	紫		緑
ニグロシン, 水溶性	アジン	青紫 (5860)		青
アリザリン・ブリウブラック B	アンスラキノン	暗赤紫		紫
(2) 鹽基性染料				
	構造系統		水溶液 (吸収極大 Å)	濃硫酸呈色
(黄) オーラミン	ヂフェニルメタン (ケトンイミン)	黄 (4330)		無色
アクリヂン・エロー	アクリヂン	黄, 緑蛍光 (4555)		淡黄, 緑蛍光
トリバフラヴィン・	アクリヂン	黄, 緑蛍光		淡黄, 青緑蛍光
フォスフィン	アクリヂン	橙, 緑蛍光		淡黄, 緑蛍光
チオフラヴィン T	チアゾール	黄 (4080)		暗黄, 緑蛍光
フラグインヂュリン O	アジン	橙黄 (5290, 4940)		紫赤
(橙) クリソイヂン	モノアゾ	橙褐		褐黄
アクリヂン・オレンヂ	アクリヂン	橙黄, 緑蛍光		無色, 緑蛍光
(緋, 赤) パラフクシン	トリフェニルメタン	赤 (5435)		黄
フクシン (マゼンタ)	トリフェニルメタン	赤 (5165)		黄褐
ニウフクシン	トリフェニルメタン	赤 (5522)		黄
ローダミン B	キサントン	紫赤, 橙蛍光 (5565)		黄褐, 緑蛍光
ローダミン G	キサントン	赤紫, 橙蛍光 (5555)		黄
ローダミン 6G	キサントン	緋赤, 緑蛍光 (5264)		黄
アストラ・フロキシオン FF	インドシアニン	赤, 緑蛍光 (5405)		—
ニウトラル・レッド	アジン	赤 (5260)		緑
フェノサフラニン	アジン	赤		緑
サフラニン	アジン	赤 (5295)		緑
(紫) メチル・ヴァイオレット B	トリフェニルメタン	紫 (5855)		黄
レッド・ヴァイオレット 5R	トリフェニルメタン	紫赤		黄褐
クリスタル・ヴァイオレット	トリフェニルメタン	紫 (5910)		黄

染料

	メチル・ヴァイオレット 6B	トリフェニルメタン	青紫 (5910)	黄
	メチレン・ヴァイオレット 3RA	アジン	紫赤 (アルコール 5593)	緑
	モーヴェイン	アジン	赤紫, 難溶 (5438)	暗緑
(青)	インドイン・ブリウ	サフラニン・アゾ	紫 (5425)	緑青
	ヴィクトリア・ブリウ B	トリフェニルメタン	青 (6192)	赤褐
	ニウトラル・ブリウ	アジン	紫 (5640)	褐紫
	カブリ・ブリウ	オキサジン	青 (6655)	緑 (赤二色性)
	ニウブリウ R	オキサジン	青紫 (5732)	黒緑
	メチレン・ブリウ	チアジン	青 (6678)	黄緑
	ニウメチレン・ブリウ N	チアジン	青 (5880)	黄緑
(緑)	マラカイト・グリーン	トリフェニルメタン	青緑 (6169)	黄
	ブリリアント・グリーン	トリフェニルメタン	緑 (6230)	黄
	メチレン・グリーン B	チアジン	緑青 (6600)	暗緑
(褐)	ビスマーク・ブラウ G	チアジン	褐 (5030)	褐
	ビスマーク・ブラウ R	チアジン	赤褐 (5080)	暗褐
(灰, 黒)	ジェーナス・ブラック	サフラニン・アゾ	暗緑青	緑
	メチレン・グレー	アジン	赤灰	暗緑

(3) 直接染料

	構造系統	水溶液 (吸収極大 Å)	濃硫酸呈色
(黄)	チアゾール・エロー	チアゾール・アゾ	黄
	ベンゾ・ファストエロー 5GL	チアゾ	黄 (3940)
	クリサミン G	チアゾ	褐黄, 難溶
	カータミン S	スチルベン	橙 (4200)
	スチルベン・エロー G	スチルベン	黄
	スチルベン・エロー 3G	スチルベン	橙
	ブリリアント・エロー	スチルベン・チアゾ	橙 (4040)
	クリソフェニン G	スチルベン・チアゾ	橙 (4080)

染料

	プリムリン	チアゾール	黄, 青螢光	淡黄, 緑螢光
	クロラミン・エロー	チアゾール	黄 (4230)	褐赤
(橙)	ベンゾファスト・オレンヂ GS	チアゾ	橙赤 (4950)	赤紫
	ベンゾ・オレンヂ R	チアゾ	橙	紫青
	トルイレン・オレンヂ G	チアゾ	褐黄	赤
	ピラゾール・オレンヂ G	チアゾ (ピラゾロン)	橙	紫赤
(緋, 赤)	チアミン・ローズ B	チアゾール・アゾ	赤 (5220)	赤紫
	チアジン・レッド R	チアゾール・アゾ	赤 (5050)	紫赤
	ベンゾファスト・スカーレット 4BS	チアゾ	緋赤 (4945)	赤
	ベンゾファスト・ローズ 2BL	チアゾ	赤 (5230)	青
	コンゴ・レッド	チアゾ	赤 (4970)	青
	コンゴ・コリンス G	チアゾ	赤	青
	コンゴ・ルビン	チアゾ	赤	青
	チアミン・スカーレット B	チアゾ	赤	紫
	チアミンファスト・レッド F	チアゾ	赤 (4980)	青紫
	アセト・パープリン 8B	チアゾ	紫赤	青
	ベンゾ・パープリン 4B	チアゾ	赤	青
	ベンゾライト・レッド 8BL	チアゾ	赤 (5050)	青
(紫)	チアミン・ヴァイオレット N	チアゾ	赤紫 (5400)	緑青
	オキサミン・ヴァイオレット	チアゾ	赤紫	青
(青)	チアミン・ブリウ 2B	チアゾ	紫 (6000)	緑青
	チアミン・ブリウ BX	チアゾ	青紫 (5645)	青
	チアミン・ブリウ 3B	チアゾ	紫 (6175)	緑青
	ベンゾ・アズリン G	チアゾ	青紫 (5690)	青
	チアミン・ピュアブリウ FF	チアゾ	青 (6421)	青緑
	オキサミン・ピュアブリウ 5B	チアゾ	青 (6355)	青緑
	チアミノゲン・ブリウ 2B	チアゾ	青	紫青

	ブリリアントファスト・ブリーウ 2G	チスアゾ	青紫 (5955)	緑黒
(緑)	チアミン・グリーンB	トリスアゾ	緑 (6750)	紫
	チアミン・ダークグリーン N	トリスアゾ	緑	青緑
	チアミン・グリーンG	トリスアゾ	暗緑 (6655)	紫
(褐)	チアミン・ブラウンM	チスアゾ	赤褐 (6100)	紫
	チアミン・ブロンズG	トリスアゾ	褐	青紫
	ベンゾクロム・ブラウン G	トリスアゾ	橙	褐紫
	コンゴ・ブラウンG	トリスアゾ	赤	赤紫
	ベンゾ・ブラウンG	テトラキシアゾ	赤褐	紫褐
(灰, 黒)	チアミン・ブラック BH	チスアゾ(顯色)	紫青	青
	コロンビア・ブラック FB	トリスアゾ	紫黒	青
	ダイレクト・チープブラック RW	トリスアゾ	青黒	紫青
	ダイレクト・チープブラック EW	トリスアゾ	緑褐	紫青

(4) 酸性媒染染料

	構造系統	水溶液(吸収極大Å)	濃硫酸呈色
(黄)	アリザリン・エロー GG	モノアゾ	黄(連続吸収)
	クロム・エロー D	モノアゾ	橙
	アンスラセン・エロー C	チスアゾ	黄褐
(橙)	アリザリン・エロー R	モノアゾ	褐黄
	アシッドアリザリン・オレンジ GR	チスアゾ	橙赤
(緋, 赤)	アシッドアリザリン・レッド B	モノアゾ	橙赤 (4915)
	アシッドアンスラセン・レッド G	チスアゾ	緋赤
	エリオクロム・レッド B	ビラゾロン	橙赤 (4910)
(紫)	パラチンクロム・ヴァイオレット	モノアゾ	暗紫赤
	メタクロム・ヴァイオレット B	モノアゾ	紫赤
(青)	クロム・ブリーウ R (アゾルピン)	モノアゾ	赤 (5175)
	エリオクロム・アズロール B	トリフェニルメタン	褐黄

(緑)	パラチンクロム・グリーン G	モノアゾ	暗赤紫	赤紫
	ナフトクロム・グリーン G	トリフェニルメタン	黄褐	鈍青
(褐)	パラチンクロム・ブラウン 2G	モノアゾ	橙褐	赤褐
	パラチンクロム・ブラウン W	モノアゾ	褐	暗橙褐
	メタクロム・ブラウン B	モノアゾ	橙赤	赤
	クロモーゲン I	クロモトローブ酸	微褐	無色
(黒)	クロモトローブ 2R	モノアゾ	赤 (5422)	赤
	エリオクロム・ブラック B	モノアゾ	黒紫	暗青
	パラチンクロム・ブラック 6B	モノアゾ	紫 (5060)	青
	アシッドアリザリン・ブラック SE	チスアゾ	青	紫
	ダイヤモンド・ブラック F	チスアゾ	青紫	緑

(5) 媒染染料

	構造系統	適用繊維	苛性カリ溶液	濃硫酸呈色
(橙)	アリザリン・オレンジ	アンスラキノン	綿, 毛	紅 (5800)
(緋, 赤)	アリザリン	アンスラキノン	綿, 毛	紫 (5060)
	アリザリン・レッド S	アンスラキノン	毛	紫 (5995)
	アリザリン GD	アンスラキノン	綿, 毛	青紫 (6090)
	アリザリン GI	アンスラキノン	綿	紫 (6120)
(紫)	クロム・ヴァイオレット	トリフェニルメタン	綿	淡褐
	ガレイン	キサントゲン	綿, 毛, 絹	青
	ガロシアン	オキサジン	毛, 綿	赤紫
	アリザリン・ボルドー	アンスラキノン	綿, 毛	赤紫 (6335)
	アリザリン・シアン NS	アンスラキノン	綿, 毛	青
(青)	ガラミン・ブリーウ	オキサジン	毛, 綿	赤紫
	ブリリアントアリザリン・ブリーウ	チアジン	毛, 綿, 絹	紫青
	アンスラセン・ブライウ WR	アンスラキノン	毛	青

青, 赤螢光
赤(薄層にて緑)
緑
紫青, 褐赤螢光

	アリザリン・ブリウ	アンストラキノン	毛, 絹, 綿	青 (弱アルカリにて媒)	赤
(緑)	ソリッド・グリーン O	ニトロソ	綿, 絹	暗褐	淡黄
	ピグメント・グリーン B	ニトロソ	綿	褐, 緑黄蛍光	暗褐
	セルレイン	キサントン	毛, 絹, 絹	暗緑	暗褐
	アリザリン・グリーン S	アンストラキノン	綿, 毛, 絹	赤	赤
(褐)	アンストラセン・ブラウン	アンストラキノン	綿, 毛, 絹	緑青	褐赤
(黒)	アリザリン・ブラック WR	ナフタザリン	毛, 綿	青	赤紫

(6) 建築染料

		構造系統	建浴(リウコ溶液)	濃硫酸呈色
(黄)	インダンスレン・エロー GK	アシルアミノ・アンストラキノ	紫	褐黄
	インダンスレン・エロー G	フラヴァンスロン	青	橙
	インダンスレン・エロー GN	アンストラキノ・チオキサント	紫	褐
	インダンスレン・エロー GF	アンストラキノ・チアゾール	緑褐	黄褐
	アルゴール・エロー GCN	アンストラキノ・チアゾール	赤紫	黄
	インダンスレン・ゴール Dエロー GK	チベンズ・ピレンキノ	紫赤	赤
	インダンスレン・ゴール Dエロー RK	チベンズ・ピレンキノ	紫赤	紫赤
	インヂゴ・エロー 3G	インヂゴイド	紫赤	褐赤
(橙)	シバ・エロー G	インヂゴイド	紫赤	褐赤
	インダンスレン・オレンヂ RRR	アシルアミノ・アンストラキノ	赤橙	橙赤
	インダンスレン・オレンヂ 6RTK	アンストラキノ・イミド	赤	緑
	インダンスレン・オレンヂ RT	アンストラキノ	褐橙	暗褐
	インダンスレン・オレンヂ 4R	ピランスロン	赤紫	緑青
	インダンスレン・ゴール Dオレンヂ R	ピランスロン	赤紫	青
	インダンスレン・ゴール Dオレンヂ G	ピランスロン	赤	紫青
	インダンスレン・ゴール Dオレンヂ GN	アンストラキノ・チオキサント	紫	褐
	インダンスレン・ブリリアントオレンヂ GK	アンスアンスロン	紫	緑

	インダンスレン・ブリリアントオレンヂ RK	アンスアンスロン	紫	緑
	アルゴール・オレンヂ RF	チオインヂゴイド	緑褐	紫青
	ヘリンドン・オレンヂ D	チオインヂゴイド	暗黄	紫青
(緋, 赤)	インダンスレン・レッド 5GK	アシルアミノ・アンストラキノ	紫	緋赤
	インダンスレン・レッド G	アンストラキノ・イミド	赤	緑
	インダンスレン・レッド RK	アンストラキノ・アクリドン	紫赤	橙黄
	インダンスレン・ブリリアントピンク R	チオインヂゴイド	黄	緑
	アルゴール・レッド 5B	チオインヂゴイド	黄	緑
	アルゴール・ピンク BG	チオインヂゴイド	褐黄	緑青
	アルゴール・スカーレット 2 G	チオインヂゴイド	暗紫	緑
	チオインヂゴ・スカーレット R	チオインヂゴイド	黄橙	褐
(紫)	インダンスレン・ヴァイオレット BN	アンストラキノ・アクリドン	紫青	暗緑
	インダンスレン・ヴァイオレット RT	ヴィオランスロン	青, 褐蛍光	赤紫
	インダンスレン・ヴァイオレット R	イソヴィオランスロン	紫, 褐赤蛍光	緑
	インダンスレン・ヴァイオレット B	イソヴィオランスロン	青	緑
	インダンスレン・ブリリアントヴァイオレット BBK	アシルアミノ・アンストラキノ	赤褐	赤褐, 後緑
	インダンスレン・ブリリアントヴァイオレット RK	アシルアミノ・アンストラキノ	褐赤	褐赤, 後緑
	インダンスレン・ブリリアントヴァイオレット RR	イソヴィオランスロン	青, 赤蛍光	緑
	インダンスレン・ブリリアントヴァイオレット 3B	イソヴィオランスロン	青	緑
	インダンスレン・レッドヴァイオレット RH	チオインヂゴイド	黄緑褐	灰緑
	アルゴール・ヴァイオレット BB	チオインヂゴイド	黄緑褐	緑
	シバ・ヘリオトローブ B	インヂゴイド	黄緑褐	灰青

染料

	シバ・ヴァイオレット 3B	チオインヂゴイド	橙	青緑
(青)	インダンスレン・ブリウ RSN	インダンスロン	青	黄褐
	インダンスレン・ブリウ RK	インダンスロン	暗褐	褐黄
	インダンスレン・ブリウ GCD	インダンスロン	青	褐黄
	インダンスレン・ブリウ GC	インダンスロン	青	黄褐
	インダンスレン・ブリウ BCS	インダンスロン	青	褐
	インダンスレン・ブリリアントブリウ R	インダンスロン	青	黄褐
	インダンスレン・ダークブリウ BO	ヴィオランズロン	赤紫, 赤螢光	褐赤, 紫
	インヂゴ	インヂゴイド	黄	黄緑
	インヂゴ・ピュア BASF/R	インヂゴイド	黄	緑
	シバ・ブリウ 2B	インヂゴイド	黄	青緑
	ブリリアント・インヂゴ BASF/B	インヂゴイド	黄	青緑
(緑)	インダンスレン・グリーン BB	インダンスロン	青緑	緑
	インダンスレン・ブリリアントグリーン B	ヴィオランズロン	青	紫
	インダンスレン・ブリリアントグリーン GG	ヴィオランズロン	青	紫
	シバ・グリーン G	インヂゴイド	褐黄	暗緑
	シバノン・グリーン GC	チオインヂゴイド	紫	灰緑
(褐)	インダンスレン・ブラウン G	アシルアミノ・アンスラキノン	橙褐	褐赤
	インダンスレン・ブラウン R	アンスラキノン・カーバゾル	赤褐	紫赤
	インダンスレン・ブラウン GR	アンスラキノン・カーバゾル	褐	褐
	インダンスレン・マルーン R	アンスラキノン	褐赤	灰褐
	アルゴール・ブラウン 3R	チオインドゴイド	暗黄	紫青
	ヘリンドン・ブラウン G	チオインヂゴイド	黄褐	赤
	シバ・ブラウン R	インヂゴイド	黄褐	紫青
(灰, 黒)	インダンスレン・ブラック BB (アンスラ・グリーン B)	ヴィオランズロン	青, 赤螢光	青紫

染料

インダンスレン・オリウ R	アンスラキノン・カーバゾル	暗褐	褐赤
インダンスレン・グレイ K	アンスラキノン	赤褐	緑, 後褐
インダンスレン・グレイ 6B	チオインヂゴイド	黄緑褐	青

(7) 硫化染料

	原料系統	硫化ナトリウム溶液	濃硫酸呈色
(黄)	インメチアル・エロ-D インメチアル・エロ-GG	m-チアミン チアゾール及びベンジチン	橙褐 黄褐
(橙)	インメチアル・オレンジ C	m-チアミン	橙褐
(暗赤)	チオーゲン・ダークレツ F G	チフェニルアミン	褐
(暗紫)	インメチアル・ボルドー チオーゲン・ヴァイオレット	アジン アジン	紫赤 紫赤
(青)	インメチアル・ピュアブリウ インメチアル・インドン R	インドフェノール インドフェノール	明青 黄褐
	パイロゲン・ブリウ R	チフェニルアミン	紫青
	パイロゲン・インヂゴ	インドフェノール	青
	ヒドロン・ブリウ R	カーバゾル・インドフェノール	難溶(建染) 暗青
	ヒドロン・ブリウ G	カーバゾル・インドフェノール	難溶(建染) 暗緑青
(緑)	パイロゲン・グリーン B	ニトロフェノール	緑
	インメチアル・グリーン	インドフェノール	緑
(褐)	カシウ・ド・ラヴァル インメチアル・ダークブラウン A	クレゾール チフェニルアミン	黒褐 暗褐
(灰, 黒)	ヴァイダル・ブラック	アミノ・フェノール	青緑
	サルファー・ブラック T	チニトロ・フェノール	黒緑青
	インメチアル・ブラック FF	チフェニルアミン	緑黒

(8) ビグメント(レーキ)染料

	構造系統	アルコール溶液	濃硫酸呈色
(黄)	リソールファスト・エロ ー GG	ニトロ	黄(難溶) 褐
	ハンザ・エロ G	モノアゾ	—
	ファナール・エロ G	鹽基性染料オーラミン	—
(橙)	リソールファスト・オレ ンチ R	モノアゾ	橙 青紫
	ビグメント・オレンヂ R	モノアゾ	黄橙 赤
	パーマメント・オレンヂ R	モノアゾ	黄(難溶) 紫赤
(緋, 赤)	パラニトロアニリン・レ ッド	モノアゾ	難溶 赤
	ビグメントファスト・レ ッド HL	モノアゾ	橙赤 紫
	リソール・ルビン B	モノアゾ	不溶 赤
	リソール・レッド R	モノアゾ	橙赤 紫
	レーキ・レッド C	モノアゾ	難溶 赤
	レーキ・レッド D	モノアゾ	橙 赤
	シバレーキ・レッド B	インヂゴイド	不溶 黄橙, 黄紫 光
(紫)	ビグメント・ボルドー N	モノアゾ	赤 青
	ビグメント・パープル A	モノアゾ	赤 紫赤
	ファナール・ヴァイオレ ット R	鹽基性染料メチル・ヴァイオレット	—
	ヘリオファスト・ヴァイ オレット AL	酸性染料アリザリン・ダイレクトヴァイオ レット R	—
(青)	ファナール・ブリウ B	鹽基性染料ヴィクトリア・ブリウ B	—
	ヘリオファスト・ブリウ SL	酸性染料アリザリン・サフィロール B	—
	ヘリオファスト・ブリウ BL	酸性染料アリザリン・サフィロール SE	—
(緑)	ビグメント・グリーン B	ニトロソ	黄 暗褐
	ファナール・グリーン G	鹽基性染料マラカイト・グリーン	—
	ハンザ・グリーン G	インドフェノール	青緑 —
(褐)	ビグメント・ブラウン	モノアゾ	褐 青
(黒)	ビグメント・ブラック B (アニリン・ブラック)	アジン	不溶 紫
	ログウッド・レーキ	ヘマテイン	不溶 —
(9) 油溶染料			
	構造系統	アルコール溶液	濃硫酸呈色
(黄)	アミノアゾ・ベンゾール	モノアゾ	黄 褐

	バター・エロ O	モノアゾ	黄	黄
	スーダン G	モノアゾ	黄	褐黄
	アミノアゾ・トルオール	モノアゾ	褐	褐
(橙)	クリソイチン	モノアゾ	橙褐	褐黄
	スーダン I	モノアゾ	橙黄	赤
	セロチン・オレンヂ C	モノアゾ	橙赤	緑黄, 後紫
(緋, 赤)	スーダン II	モノアゾ	橙赤	赤
	スーダン III	ヂスアゾ	赤	緑
	スーダン IV	ヂスアゾ	赤	青緑
(紫)	オイル・ボルドー	モノアゾ	赤	青
	ファット・ヴァイオレット A	鹽基性染料メチル・ヴァイオレット	—	—
(青)	アニリン・ブリウ(油溶)	トリフェニルメ タン	青	褐黄
	インヂュリン(油溶)	アジン	青	青
	ファット・ブリウ B	鹽基性染料ヴィクトリア・ブリウ B	—	—
(緑)	マラカイト・グリーン (鹽基)	トリフェニルメ タン	—	黄
(褐)	スーダン・ブラウン	モノアゾ	褐	青
(灰, 黒)	油溶性ニグロシン	アジン	青黒	暗緑

[5] 堅牢度試験

染色堅牢度試験は各國異なる方法を用ひて居るが、外國に於てはドイツ其他に見るが如く、繊維の種類により夫々別個の試験法を行ふのが普通である。本邦に於ける現行法は繊維の種類を問はず同一の試験法を適用するもので、實際上の見地より完全なりとは認め難く早晚改正せらるべきものと信ずる。

I. 本邦染色堅牢度試験法

大正 15 年 1 月商工省工務局の制定に係り、染色織布又は絲に就き下記項目の諸試験を行ふものである。茲には其要領のみを採録する。

- (1) 日光試験。メチレン・ブリウ B を標準染料とする。
- (2) 水洗試験。可検織布を同繊維同量の白布と共に 97°C の蒸溜水中に 10 分間浸漬する。
- (3) 石鹼試験。97°C のマルセル石鹼水溶液 (0.5%) 中に (2) の場合と同様 10 分間浸漬する。
- (4) ソーダ試験。97°C の結晶炭酸ソーダ水溶液 (1%) 中に (2) の場合

と同様 10 分間浸漬する。

- (5) 精練試験。97°C のマルセル石鹼水溶液 (0.5%) 中に (2) と同様にして 1 時間浸漬する。
- (6) 鹽素試験。水 1l 中有効鹽素 1g の晒粉水溶液に無水炭酸ナトリウム 0.03% を加へ、此液中に 15°C に於て (2) と同様にして 1 時間浸漬する。
- (7) 酸化試験。水 1l に対し濃硫酸 (66°Bé) 7g、過酸化ナトリウム 5g (有効酸素 18% 以上) を溶解し、之を珪酸ナトリウムにて中和し更にアンモニアにて弱アルカリ性となし、此液に 80°C に於て (2) と同様にして 5 時間浸漬する。
- (8) 硫酸試験。硫酸の 0.5% 水溶液中に常温に於て (2) の場合と同様 10 分間浸漬する。
- (9) 醋酸試験 (對汗堅牢度)。醋酸の 1% 水溶液中に 38°C に於て (2) の場合と同様 10 分間浸漬する。
- (10) 摩擦試験。精練漂白綿布を小麦澱粉 1g、沈降性炭酸カルシウム 1g 及水 100cc の割合にて混合煮沸したる溶液に浸漬し、乾燥仕上した後、軸徑 3cm、張力 500g の摩擦試験機の軸木に纏附し、次に可檢織布を 1cm 幅に折疊みて摩擦試験機にかけ 1 分間 60 回轉の速度にて 100 回轉する。
- (11) 火熨斗試験。木板上に水洗乾燥したる知多晒綿布 2 枚を重ねて敷き、其上に可檢織布を置き、更に濕潤せる精練漂白綿布 (水分は纖維と同量) にて之を覆ひ 150~180°C のアイロンを以て壓し乾燥するに至らしめる。

上記各試験に於ける堅牢度は各之を 5 等級に分ち、次の如く表示するものとする。

1. 最 堅 牢
2. 堅 牢
3. 稍 堅 牢
4. 不 堅 牢
5. 最 不 堅 牢

II. ドイツ染色堅牢度試験法

1928 年同國堅牢度委員會により改正せられたるものの詳細は Schultz-Lehmann, *Farbstofftabellen*, 第 7 版, Einleitung XXXI に掲載せられて居る。此方式に於ては前記の如く纖維の種類により試験法を異にし、且一般の堅牢度は 5 等級に分ち I 級を最不堅牢、V 級を最堅牢とする。唯木綿及羊毛の耐光堅牢度のみは之れを 8 等級に區分し、I 級を最不堅牢、VIII 級を最堅牢にして居る。今参考のため其試験項目並に標準染料名を採録すれば下記の如くである。

A. 染色木綿堅牢度試験

(1) 耐光堅牢度

- I 級 シカゴ・ブリウ 6B
 II 級 メチレン・ブリウ BG
 III 級 インドイン・ブリウ R
 IV 級 クライオゲン・ヴァイオレット 3R
 V 級 シリウス・レッド 4B
 VI 級 ヒドロソ・ブリウ G
 VII 級 サルファー・ブラック T
 VIII 級 インダンスレン・ブリウ GC

(2a) 洗濯堅牢度

- I 級 ローダミン B
 III 級 ベンゾ・カッパーブリウ B
 V 級 インダンスレン・ブラウ ン R

(2b) 煮沸堅牢度

- I 級 ベンゾ・パープリン 4B
 III 級 インメチアル・グリーン BB
 V 級 インダンスレン・ブラウ ン R

(3) 水洗堅牢度

- I 級 クリソフェニン G
 III 級 クロラミン・エロー C
 V 級 インメチアル・カーボン B

(4) 摩擦堅牢度

- I 級 メチル・ヴァイオレット BB
 III 級 プリムリン
 V 級 ナフトゲン・ブリウ RR

(5) 火熨斗堅牢度

- I 級 プリリアント・ベンゾヴァイオレット B
 III 級 ベンゾ・パープリン 4B
 V 級 インダンスレン・グリーン BB

(6) 硫黄堅牢度

- I 級 ダイヤモンド・フクシン
 III 級 コロンビア・ブラック FF
 V 級 チアミン・ブラック BH

(7) 耐汗堅牢度

- I 級 プリリアント・ピュアブリウ 8G

- Ⅲ級 デアミン・ファストレック
 F F
 V級 インダンスレン・ブラウ
 ン R
 (8) アルカリ堅牢度
 I級 マラカイト・グリーン
 Ⅲ級 ダイレクト・チープブラ
 ック EW
 V級 デアミン・ブラック BH
 (9) 酸煮沸堅牢度
 I級 クロラミン・エロー C
 Ⅲ級 プリムリン
 V級 インメチアル・カーボン
 B
 (10a) 耐酸堅牢度
 I級 ベンゾ・パーブリン 4B
 Ⅲ級 クリソフェニン G
 V級 インダンスレン・ブリウ
 RS
 (10b) 脱色堅牢度
 I級 ベンゾ・パーブリン 4B
 Ⅲ級 ベンゾ・オリウ
 V級 インダンスレン・ブリウ
 RS
 (11) カルカリ加熱堅牢度
 I級 パラニトロアニリン・レ
 ッド染色
 Ⅲ級 インチゴ
 V級 アリザリン (トルコ赤)
 (12) 鹽素堅牢度
 I級 メチレン・ブリウ B

- Ⅲ級 ヒドロロン・ブリウ R
 V級 インダンスレン・ブラウ
 ン R
 (13) マーセル化堅牢度
 I級 クリサミン G
 Ⅲ級 クリソフェニン G
 V級 インダンスレン・ブラウ
 ン R
 (14) 過酸化物堅牢度
 I級 インメチアル・グリーン
 GG
 Ⅲ級 インダンスレン・ブラウ
 ン GR
 V級 インダンスレン・ゴール
 ドオレンジ 3G
 (15) ソーダ煮沸堅牢度
 I級 ベンゾ・パーブリン 4B
 Ⅲ級 インダンスレン・ブラウ
 ン RT
 V級 インダンスレン・カーキ
 GG
 B. 染色羊毛堅牢度試験
 (1) 耐光堅牢度
 I級 インチゴチン Ia (インチ
 ゴ・カーミン)
 II級 ボンソー RR
 Ⅲ級 アマランス
 IV級 アゾ・アシッドレッド B
 V級 アシッド・ヴァイオレッ
 ト 4RN
 VI級 デアミン・ファストレック

- F F
 VII級 アンスラキノン・グリー
 ン GXN
 VIII級 インチゴ又はナフトー
 ル・グリーン B
 (2) 洗濯堅牢度
 (羊毛白布組合せ)
 I級 オレンジ II
 Ⅲ級 パテント・ブリウ A
 V級 パラチン・クロムブラッ
 ク 6B
 (木綿白布組合せ)
 I級 クリソフェニン G
 Ⅲ級 パテント・ブリウ A
 V級 パラチン・クロムブラッ
 ク 6B
 (3) 水洗堅牢度
 I級 プリリアント・グリーン
 Ⅲ級 パテント・ブリウ A
 V級 パラチン・クロムブラッ
 ク 6B
 (4) 摩擦堅牢度
 標準染料の制定なし。
 (5) 火熨斗堅牢度
 I級 フクシン S
 Ⅲ級 アマランス
 V級 タートラジン
 (6) 硫黄堅牢度
 I級 デアミン・スカーレット
 B
 Ⅲ級 ミリング・レッド F G

- V級 パラチン・スカーレット
 A
 (7) 耐汗堅牢度
 I級 アマランス
 Ⅲ級 プリリアント・ミリング
 レッド B
 V級 ダイヤモンド・ブラック
 PV
 (8) アルカリ堅牢度
 I級 ウォーター・ブリウ
 Ⅲ級 アマランス
 V級 パラチン・クロムブラッ
 ク 6B
 (9) 酸煮沸堅牢度
 I級 クロム・エロー D
 Ⅲ級 デアミン・スカーレット
 B
 V級 アリザリン・ブラック
 WX
 (10) 漂白堅牢度
 I級 アゾ・エロー
 II級 パテント・ブリウ A
 Ⅲ級 ファスト・エロー
 IV級 クリソフェニン G
 V級 スルフォン・シアニン
 GR
 (11) 縮絨堅牢度
 I級 アゾ・エロー
 Ⅲ級 スルフォン・シアニンブ
 ラック BB
 V級 ダイヤモンド・ブラック

PBB

(12) 化炭堅牢度

- I級 アリザリン・レッド W
 III級 オレンジ IV
 V級 パラチン・スカーレット A

(13) 湯通堅牢度

- I級 パテント・ブリウ A
 III級 ダイヤモンド・ブラック F
 V級 ダイヤモンド・ブラック PV

(14) 蒸絨堅牢度

- I級 チオフラヴィン T
 III級 スルフォン・シアニン GR
 V級 ナフトール・ブラック 6 B

(15) 海水堅牢度

- I級 クリソイン
 III級 サイアノール
 V級 スルフォン・シアニンブラック BB

C. 染色絹堅牢度試験

試験は燐珪酸錫にて 50% 増量せる絹、並に増量せざる普通絹の双方に就て定められて居る。

(1) 耐光堅牢度

(普通絹)

- I級 ヴィクトリア・ブリウ R
 II級 ファスト・レッド O

- III級 アシッドアリザリン・グレー G

- IV級 ヴィオラミン ARR

- V級 インダンスレン・ブリリアント・ヴァイオレット RR
 (増量絹)

- I級 ヴィクトリア・ブリウ R

- II級 ファスト・レッド O

- III級 アシッドアリザリン・グレー G

- IV級 アリザリン・ダイレクトブリウ A

- V級 スブラミン・エロー R

(2) 洗濯堅牢度

(普通絹)

- I級 クリスタル・ボンソー 6 R

- III級 ジェーナス・エロー R

- V級 アリザリン SX

(増量絹)

- I級 クリスタル・ボンソー 6R

- III級 ジェーナス・エロー R

- V級 ヴィクトリア・ブリウ B

(3) 煮沸堅牢度 (普通絹)

- I級 ファスト・レッド O

- V級 インダンスレン・ブリリアントヴァイオレット RR

(4) 水洗堅牢度

(普通絹)

- I級 キノリン・エロー O

- III級 アシッド・ヴァイオレット

ト 4BL

- V級 ジェーナス・エロー R (3%)

(増量絹)

- I級 キノリン・エロー O

- III級 アシッド・ヴァイオレット 4BL

- V級 ジェーナス・エロー R (2%)

(5) 摩擦堅牢度

(普通絹)

- I級 ダイヤモンド・グリーン GX (8%)

- III級 アゾ・フラヴィン 3G (5%)

- V級 ファスト・レッド O (増量絹)

- I級 ダイヤモンド・グリーン GX (6%)

- III級 アゾ・フラヴィン 3G (2%)

- V級 ファスト・レッド O

(6) 火熨斗堅牢度 (普通絹及増量絹)

- I級 ブリリアント・ベンゾヴァイオレット B

- III級 オキサミン・ブラック BRT

- V級 ファスト・レッド O

(7) 硫黄堅牢度

(普通絹)

- I級 アマランス

- III級 オレンジ II

- V級 インダンスレン・レッド ヴァイオレット RH

(増量絹)

- I級 アマランス

- III級 オレンジ II

- V級 ジェーナス・レッド B

(8) 耐汗堅牢度

(普通絹)

- I級 アマランス

- III級 チアゾ・ブリリアントブラック B

- V級 インダンスレン・ブリウ GCD

(増量絹)

- I級 アマランス

- III級 クリスタル・ヴァイオレット P

- V級 ジェーナス・レッド B

(9) 耐酸堅牢度 (普通絹及増量絹)

- I級 ベンゾ・パーブリン 4B

- III級 ダイヤモンド・グリーン GX

- V級 キノリン・エロー O

(10) 漂白堅牢度 (普通絹)

- I級 セルレイン S

- III級 インダンスレン・オリグ G

- V級 インダンスレン・レッド

ヴァイオレット RH	III級 ジェーナス・エロー R
(11) 精練堅牢度 (普通絹)	V級 インダンスレン・レッド
I級 ファスト・レッド O	ヴァイオレット RH

以上の外ドイツ堅牢度試験法にはヴィスコース絹糸及醋酸絹糸の染色に対する試験法並に標準染料が夫々定められて居るが茲には省略する。

尙其後変更を加へられたるドイツ堅牢度試験法の詳細は *Echtheitskommission, Verfahren, Normen und Typen*, 1935 (第7版, Verlag Chemie, Berlin) を参照せられたい。

第18編 化学兵器

(通し番號第[75]節)

(1) 化学兵器の分類

化学兵器は主として軍用方面に於て敵の戦闘力を削減し乃至は自軍の作戦、行動を有利ならしめんがために使用する爆薬以外の化学薬品を意味し、一部は平時に於ても殺蟲用、護身用等に應用せられる。其實用は 1914 年世界大戦以來のことに屬し、一般には毒ガスと呼ばれて居る。但し毒ガスとして使用せらるゝ物質の中、嚴密なる意味に於てガス體は案外少く、液體のもの最も多く、更に固體のものさへもある。唯使用時其效力を發揮せしめるためガス體のものは勿論ガスとして、液體のものは蒸氣又は細霧として、固體のものは細塵として用ひられる故に毒ガスなる名が與へられたることと思はれる。近年軍用方面では化学兵器或は化兵劑なる語が使用せられて居る。

化学兵器の分類には種々の方式がある。例へば單に物理的状態即ちガス體、液體、固體の3者に區別するもの、或は揮發性の立場から一時性と持久性の2種に分けるもの等もある。然し實際上便利で、また廣く行はれて居るのは其生理的效力により分類するものである。一方化学的の分類は稍専門的であるが毒物の構造と毒性の見地より興味を有する。

A. 生理的の分類

- (1) 窒息劑。主として呼吸器を犯し、窒息致死せしむる效力あるもの。
- (2) 糜爛劑。皮膚に發瘡せしめ、細胞を破壊糜爛するもの。
- (3) 刺戟劑。之れに2種あり、(i) 催涙劑、(ii) 嘔劑。
- (4) 中毒劑。急激に全般的中毒症狀を惹起するもの。

B. 化学的の分類

(1) Jankowsky の分類。

第1類。發毒團 鹽素、臭素、沃素等。

助毒團 フェニル、ベンジル等。

例。ハロゲン：鹽素、臭素

Cl, Br

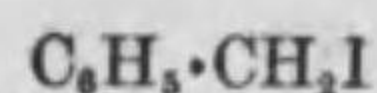
鹽化ベンジル

$C_6H_5 \cdot CH_2Cl$

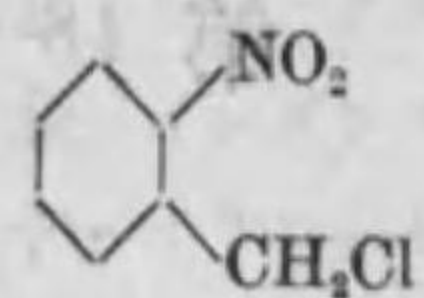
臭化ベンジル

$C_6H_5 \cdot CH_2Br$

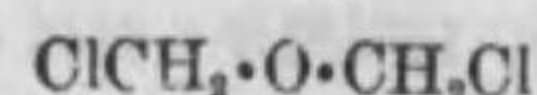
沃化ベンジル



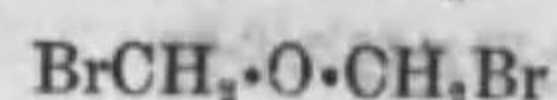
o-ニトロ鹽化ベンジル



ジクロル・ジメチルエーテル



ジブロム・ジメチルエーテル

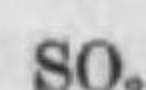


第2類。不飽和酸化物

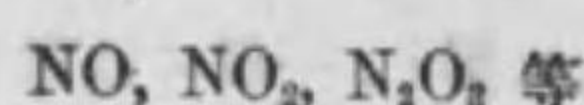
例。一酸化炭素



二酸化硫黄



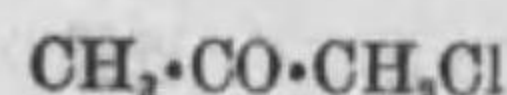
酸化窒素類



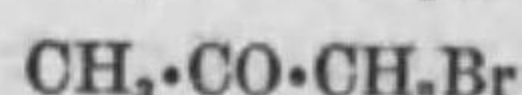
第3類。發毒團 CO

助毒團 ハロゲン及び二重結合

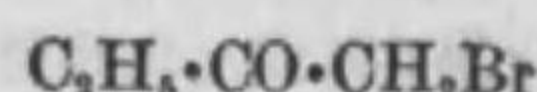
例。クロルアセトン



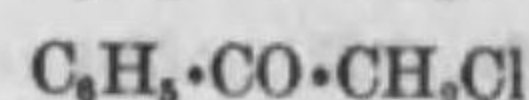
ブロムアセトン



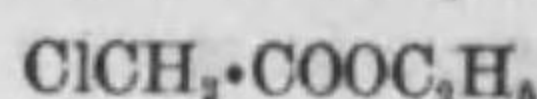
ブロムメチル・エチルケトン



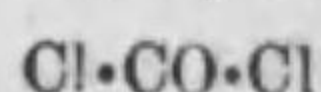
クロル・アセトフェノン



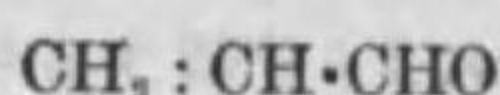
クロル醋酸エチル



フォスゲン

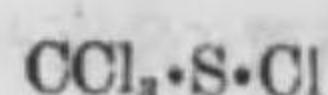


アクロレイン

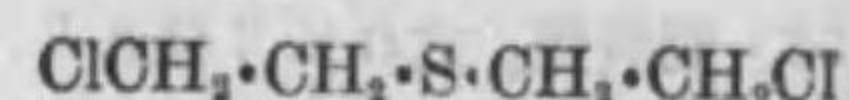
第4類。發毒團 -S-, $\begin{matrix} & \diagup & S=O & \diagdown \\ & & & \end{matrix}$, $\begin{matrix} & \diagup & S & \diagdown \\ & & O & \end{matrix}$

助毒團 ハロゲン, メチル等

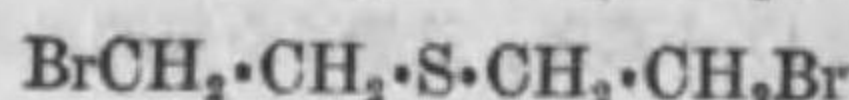
例。過クロルメチル・メルカプタン



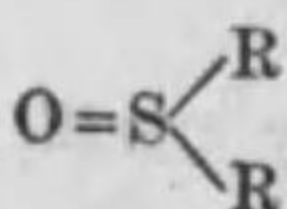
硫化ジクロル・チエチル



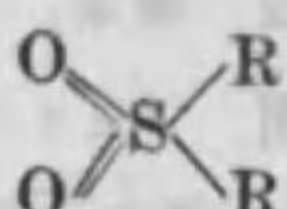
硫化ジブロム・チエチル



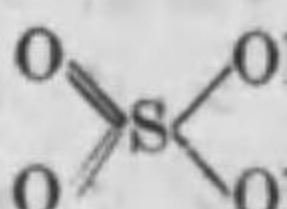
スルフォキシド類



スルフォン類



硫酸エステル

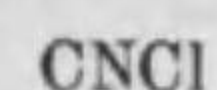
第5類。發毒團 -C≡N, -N=C, -NO₂

助毒團 ハロゲン, ベンジル等

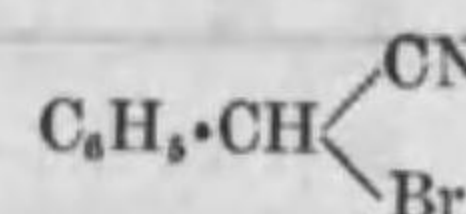
例。青 酸



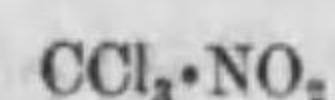
クロルシアン



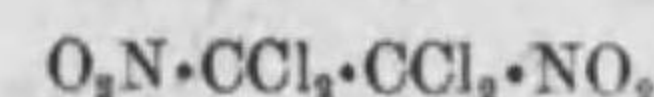
青臭化ベンジル



クロルピクリン



四鹽化ジニトロエタン



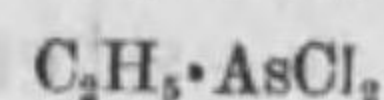
第6類。發毒團 -As<

助毒團 メチル, エチル, フェニル等

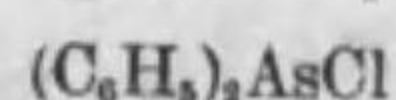
例。メチル・チクロルアルシン



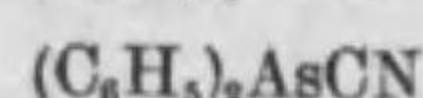
エチル・チクロルアルシン



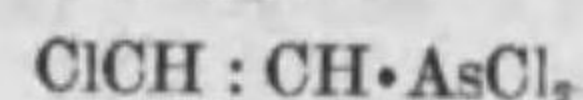
チフェニル・クロルアルシン



チフェニル・シアンアルシン

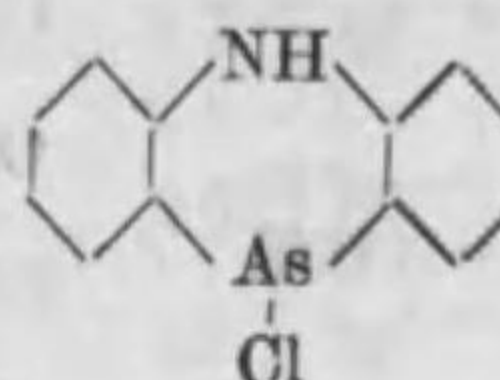


クロルゲニル・チクロルアルシン



クロル・フェナルサジン

(チフェニルアミン・クロルアルシン)



(2) Engel の分類。

第1類。ハロゲン化エステル (フォスゲン, クロル醋酸エステル, チフォスゲン, ブロム醋酸エチル, ヨード醋酸エチル等)。

第2類。ハロゲン化エーテル (チクロル・ジメチルエーテル, チブロム・ジメチルエーテル, 硫化チクロル・チエチル等)。

第3類。ハロゲン化ケトン (クロルアセトン, ブロムアセトン, ブロムメチル・エチルケトン, クロル・アセトフェノン等)。

第4類。芳香族ハロゲン化合物 (鹽化ベンジル, 臭化ベンジル, 青臭化ベンジル, 臭化キシリル等)。

第5類。ハロゲン化ニトロ化合物 (クロルピクリン等)。

第6類。シアン化合物 (青酸, クロルシアン, ブロムシアン等)。

第7類。砒素化合物 (各種クロルアルシン等)。

(2) 化兵劑の沸點による配列

今重要化兵剤の全般を通覧するため、其沸點(760mm)に従ひ之れを配列すれば第1表の如くである。尙減壓沸點のみ記録せられたるものは最後に掲載した。

第 1 表

		沸 點 (°C)	融 點 (°C)	比 重	生 理 的 作 用
鹽 素	Cl ₂	- 33.5	- 102	1.4	窒 息
フ オ ス ゲ ン	COCl ₂	8.2	- 118	1.4	窒 息
ク ロ ル シ ア ン	ClCN	12.5	- 6	1.2	中 毒・催 涙
青 酸	HCN	26.5	- 15	0.7	中 毒
ア ク ロ レ イ ン	CH ₂ :CH·CHO	52	- 88	0.8	催 涙
臭 素	Br ₂	59	- 7	3.1	中 毒
ブ ロ ム シ ア ン	BrCN	61	52	1.9	中 毒・催 涙
チ オ フ オ ス ゲ ン	CSCl ₂	73.5	-	1.5	中
ジ ク ロ ル ・ メ チ ル エー テ ル	O(CH ₂ Cl) ₂	105	-	1.3	催
ク ロ ル 蟻 酸 モ ノ ク ロ ル メ チ ル	Cl·COO·CH ₂ Cl	106.5	-	1.46	催 涙・窒 息
ク ロ ル ビ ク リ ン	CCl ₃ ·NO ₂	112	- 69	1.6	中 毒・催 涙
ク ロ ル ア セ ト ン	CH ₃ ·CO·CH ₂ Cl	119	-	1.18	催 涙
ク ロ ル 蟻 酸 ト リ ク ロ ル メ チ ル (ジ フ オ ス ゲ ン)	Cl·COO·CCl ₃	127	- 57	1.7	窒 息
メ チ ル ・ ジ ク ロ ル ア ル シ ン	CH ₃ ·AsCl ₂	132	-	1.8	中 毒・糜 爛
ク ロ ル 硫 酸 メ チ ル	Cl·SO ₂ ·OCH ₃	133	- 60	1.49	中 毒・催 涙
ブ ロ ム ア セ ト ン	CH ₃ ·CO·CH ₂ Br	136	- 54	1.63	中 毒・催 涙
ブ ロ ム メ チ ル ・ エ チ ル ケ ト ン	C ₂ H ₅ ·CO·CH ₂ Br	145	-	1.43	中 毒・催 涙
過 ク ロ ル メ チ ル ・ メルカプタン	CCl ₃ ·S·Cl	148	-	1.7	中 毒・催 涙
ク ロ ル 硫 酸 エ チ ル	Cl·SO ₂ ·OC ₂ H ₅	152	-	1.4	中 毒・催 涙
ジ ブ ロ ム ・ メ チ ル エー テ ル	O(CH ₂ Br) ₂	154	- 34	2.2	催 涙

		沸 點 (°C)	融 點 (°C)	比 重	生 理 的 作 用
エ チ ル ・ ジ ク ロ ル ア ル シ ン	C ₂ H ₅ ·AsCl ₂	156	-	1.7	中 毒・糜 爛
ブ ロ ム 蟻 酸 エ チ ル	BrCH ₂ ·COOC ₂ H ₅	168	-	1.53	催 涙
ヨ ー ド 蟻 酸 エ チ ル	ICH ₂ ·COOC ₂ H ₅	179	-	1.8	催 涙
硫 酸 ジ メ チ ル	SO ₂ (OCH ₃) ₂	188	- 27	1.33	中 毒・糜 爛
ク ロ ル ヴ ィ ニ ル ・ ジ ク ロ ル ア ル シ ン (ル イ サ イ ト)	Cl·CH:CH·As Cl ₂	190	- 18.2	1.9	糜 爛
臭 化 ベ ン ジ ル	C ₆ H ₅ ·CH ₂ Br	199	- 4	1.43	催 涙
鹽 化 フェ ニ ル ・ カ ー ビ ル ア ミ ン	C ₆ H ₅ ·N ₂ CCl ₂	208	19.5	1.3	刺 戟
硫 化 ジ ク ロ ル ・ ジ エ チ ル (イ ベ リ ッ ト)	S(CH ₂ ·CH ₂ Cl) ₂	217.5	14.4	1.3	糜 爛・中 毒
沃 化 ベ ン シ ル	C ₆ H ₅ ·CH ₂ I	226	24	1.77	催 涙
ジ ク ロ ル ・ ジ ヴ ィ ニ ル ・ ク ロ ル ア ル シ ン	(Cl·CH:CH) ₂ AsCl	230	-	1.7	糜 爛
硫 化 ジ ブ ロ ム ・ ジ エ チ ル	S(CH ₂ ·CH ₂ Br) ₂	240	31~34	2.05	糜 爛
青 臭 化 ベ ン ジ ル N	C ₆ H ₅ ·CHBr·C N	242	29	1.5	催 涙
ク ロ ル ・ ア セ ト フェ ノ ン	C ₆ H ₅ ·CO·CH ₂ Cl	245~247	56~58	1.3	催 涙
フェ ニ ル ・ ジ ク ロ ル ア ル シ ン	C ₆ H ₅ ·AsCl ₂	257	-	1.6	中 毒・刺 戟
ト リ ク ロ ル ・ ト リ ヴ ィ ニ ル ・ ク ロ ル ア ル シ ン	(Cl·CH:CH) ₃ As	260	21	1.5	糜 爛
ブ ロ ム ・ ア セ ト フェ ノ ン	C ₆ H ₅ ·CO·CH ₂ Br	260	50	-	催 涙
ジ フェ ニ ル ・ ク ロ ル ア ル シ ン	(C ₆ H ₅) ₂ AsCl	333	38.9	1.3	中 毒・刺 戟
ク ロ ル ・ フェ ナ ル サ ジ ン (ア ダ ム サ イ ト)	NH(C ₆ H ₄) ₂ AsCl	410	194	1.6	噴 嚏
ジ フェ ニ ル ・ シ ア ン ア ル シ ン	(C ₆ H ₅) ₂ AsCN	577	31	1.4	中 毒・刺 戟
ブ ロ ム ビ ク リ ン	CBr ₃ ·NO ₂	127/118 mm	10.2	2.8	中 毒・催 涙

		沸 點 (°C)	融 點 (°C)	比 重	生 理 的 作 用
クロルスチロール・ ジクロルアルシン	$C_6H_5 \cdot CCl:CH \cdot AsCl_2$	108~110 /12mm	—	—	刺 戟
ブロムヴェニル・ ジブロムアルシン	$Br \cdot CH:CH \cdot AsBr_2$	140~143 /16mm	—	—	刺 戟
o-ニトロ臭化ベ ンジル	$(NO_2)C_6H_4 \cdot CH_2Br$	—	46~47	—	催 涙
四鹽化チニトロ メタン	$O_2N \cdot CCl_2 \cdot CCl_2 \cdot NO_2$	—	142~143	—	中毒・催涙
硫化チヨード・ ジエチル	$S(CH_2 \cdot CH_2I)_2$	—	62	—	糜 爛
ジフェニル・ブ ロムアルシン	$(C_6H_5)_2AsBr$	—	54~56	—	刺 戟
ブロム・フェナ ルサジン	$NH(C_6H_4)_2AsBr$	—	—	—	噴 嚏
シアン・フェナ ルサジン	$NH(C_6H_4)_2AsCN$	—	227	—	噴 嚏

(3) 揮 發 度

温度 20°C, 760mm に於て 1m³ の空気を飽和する毒物の量を以て揮發度とする。其量は普通 mg を以て表すが、時に (mm)³ を採用することもある。物質の比重を d とすれば $mg = (mm)^3 d$ となる。揮發度は化兵剤の重要な性質の一つに屬し、其大小により用途、用法を適當に選擇しなければならぬ。

今揮發度公知なる化兵剤を其揮發度の異なるものより列挙すれば第 2 表の如くである。

第 2 表

	揮 發 度 (mg/m ³)	ガ ス 體 密 度 (空 氣 = 1)	生 理 的 作 用
ク ロ ル シ ア ン	2,600,000	2.1	中毒・催涙
ア ク ロ レ イ ン	407,000	1.9	催 涙
ブ ロ ム シ ア ン	200,000	3.7	中毒・催涙
ク ロ ル ビ ク リ ン	184,000	5.7	中毒・催涙
ジクロル・メチルエーテル	180,000	4	催 涙
ブ ロ ム ア セ ト ン	75,000	4.7	中毒・催涙

	揮 發 度 (mg/m ³)	ガ ス 體 密 度 (空 氣 = 1)	生 理 的 作 用
メチル・ジクロルアルシン	74,440	5.5	中毒・糜爛
ク ロ ル ア セ ト ン	61,000	3.2	催 涙
ク ロ ル 硫 酸 メ チ ル	60,000	4.5	中毒・催涙
ジ フ ォ ス ゲ ン	53,200	6.9	窒 息
エチル・ジクロルアルシン	22,000	6	中毒・糜爛
ジブロム・メチルエーテル	21,100	7	催 涙
過クロルメチル・メルカプタン	18,000	6.4	中毒・催涙
ク ロ ル 硫 酸 エ チ ル	18,000	5	中毒・催涙
硫 酸 ジ メ チ ル	3,300	4.3	中毒・糜爛
ヨ ー ド 醋 酸 エ チ ル	3,100	7.4	催 涙
臭 化 ベ ン ジ ル	2,440	7.5	催 涙
鹽化フェニル・カービルアミン	2,100	6.0	刺 戟
沃 化 ベ ン ジ ル	1,200	7.5	催 涙
イ ー ベ リ ッ ト	625	5.4	糜爛・中毒
フェニル・ジクロルアルシン	404	7.7	中毒・刺戟
ジフェニル・クロルアルシン	0.35	—	中毒・刺戟
ジフェニル・シアンアルシン	0.16	—	中毒・刺戟

(4) 不 耐 限 度

化兵剤の有する刺戟性の大小を表す特数として、1分間以上人間の耐へ得ざる濃度を不耐限度と稱し、1m³ の空気中に含有せらる毒物の mg を以て之れを表して居る。今公知なる化兵剤の不耐限度を表示すれば第 3 表の如くである。此特数の小なる程刺戟性の異なることを示して居る。

第 3 表

	不 耐 限 度 (mg/m ³)	最 低 刺 戟 濃 度 (mg/m ³)	生 理 的 作 用
ジフェニル・シアンアルシン	0.25	0.1	中毒・刺戟
ア ダ ム サ イ ト	0.4	0.1	噴 嚏
ジフェニル・クロルアルシン	1	0.1	中毒・刺戟
ク ロ ル ・ ア セ ト フ ェ ノ ン	4.5	0.3	催 涙
ブ ロ ム ア セ ト ン	10	1	中毒・催涙
エチル・ジクロルアルシン	10	1	中毒・糜爛

	不耐限度 (mg/m ³)	最低刺戟濃度 (mg/m ³)	生理的作用
ブロムメチル・エチルケトン	11	1.6	中毒・催涙
ヨード 酢酸 エチル	15	1.4	催 涙
フェニル・ジクロルアルシン	16	—	中毒・刺戟
フオスゲン	20	5	窒 息
鹽化フェニル・カービルアミン	25	3	刺 戟
メチル・ジクロルアルシン	25	2	中毒・糜爛
沃 化 ベ ン ジ ル	30	2	催 涙
青 臭 化 ベ ン ジ ル	30	0.3	催 涙
ブ ロ ム 酢 酸 エ チ ル	40	10	催 涙
ク ロ ル 硫 酸 メ チ ル	40	2	中毒・催涙
ジ フ ォ ス ゲ ン	40	5	窒 息
ジクロル・メチルエーテル	40	14	催 涙
ク ロ ル 硫 酸 エ チ ル	50	2	中毒・催涙
クロル蟻酸モノクロル・メチル	50	2	催涙・窒息
硫 酸 ジ メ チ ル	50	—	中毒・糜爛
ア ク ロ レ イ ン	50	7	催 涙
ク ロ ル ビ ク リ ン	50	2	中毒・催涙
ブ ロ ム ・ メ チ ル エ ー テ ル	50	20	催 涙
ク ロ ル シ ア ン	50	—	中毒・催涙
臭 化 ベ ン ジ ル	60	4	催 涙
過クロルメチル・メルカプタン	70	10	中毒・催涙
ブ ロ ム シ ア ン	85	5	中毒・催涙
ク ロ ル ア セ ト ン	100	18	催 涙
鹽 素	100	10	窒 息

〔5〕 毒性徴数及び危険濃度指數

化兵劑の致死濃度を表す特数として毒性徴数がある。今 1m³ の空氣中に cmg の毒物が含有せらるゝ時、之れを呼吸する動物が 1 分間にして死に至るものとすれば、毒性徴数 W は $W = c \cdot t$ を以て表される。此數値の小なる程少量を以て單時間に致死せしめ得られ、即ち毒性大なることを意味して居る。而して此數値は 1 分間にして死に至る場合の毒物の濃度 mg/m³ に外ならぬ。

また毒性徴数 W を不耐限度 G を以て割りたる W/G を以て危険濃度指數とする。此指數の小なるもの程不耐限度と致死濃度とが近接して危険性大なることを示し、反對に危険濃度指數の大なる程、不耐限度に比し致死濃度大にして危険性小なることを表して居る。

今毒性徴数公知なる化兵劑を毒性大なるものより列記すれば第 4 表の如くである。

第 4 表

	毒性徴数	危険濃度指數	生理的作用
ブ ロ ム ・ メ チ ル エ ー テ ル	400	8	催 涙
フ オ ス ゲ ン	450	22	窒 息
ジ フ ォ ス ゲ ン	500	12	窒 息
ジクロル・メチルエーテル	500	12	催 涙
イ ベ リ ッ ト	1,500	—	糜爛・中毒
ヨード 酢酸 エチル	1,500	100	催 涙
硫 酸 ジ メ チ ル	1,500	30	中毒・糜爛
ル イ サ イ ト	1,500	—	糜 爛
ク ロ ル 硫 酸 メ チ ル	2,000	50	中毒・催涙
ア ク ロ レ イ ン	2,000	40	催 涙
ク ロ ル ビ ク リ ン	2,000	40	中毒・催涙
ブ ロ ム シ ア ン	2,000	24	中毒・催涙
ブ ロ ム 酢 酸 エ チ ル	3,000	75	催 涙
ク ロ ル ア セ ト ン	3,000	30	催 涙
沃 化 ベ ン ジ ル	3,000	100	催 涙
ク ロ ル 硫 酸 エ チ ル	3,000	60	中毒・催涙
過クロルメチル・メルカプタン	3,000	42	中毒・催涙
鹽化フェニル・カービルアミン	3,000	120	刺 戟
エチル・ジクロルアルシン	3,000	300	中毒・糜爛
メチル・ジクロルアルシン	3,000	120	中毒・糜爛
青 酸	1,000~4,000	—	中 毒
ブ ロ ム ア セ ト ン	4,000	40	中毒・催涙
ク ロ ル ・ ア セ ト フ ェ ノ ン	4,000	890	催 涙
ジフェニル・クロルアルシン	4,000	4,000	中毒・刺戟

	毒性徴数	危険濃度 指 数	生理的作用
チフェニル・シアンアルシン	4,000	16,000	中毒・刺戟
臭 化 ベ ン ジ ル	6,000	100	催 涙
ブロムメチル・エチルケトン	6,000	550	中毒・催涙
鹽 素	7,500	75	空 息
青 臭 化 ベ ン ジ ル	7,500	250	催 涙

〔6〕 主要化兵剤の検出法

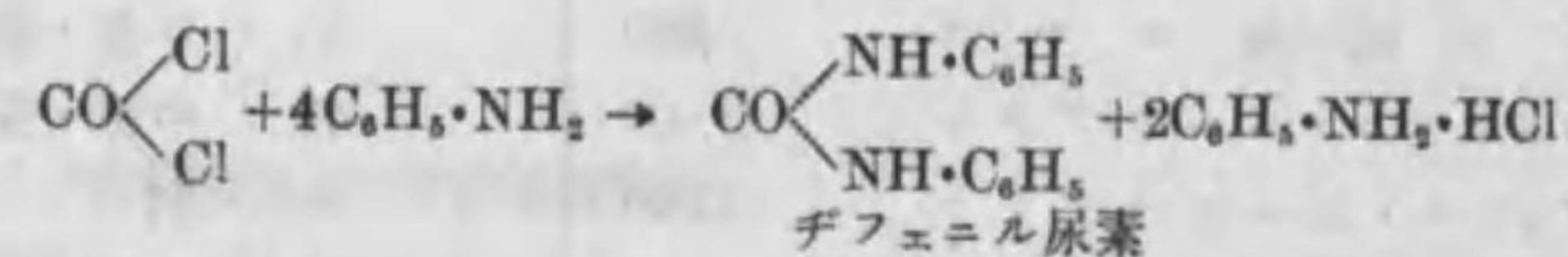
有力にして最も代表的なる化兵剤数種に就き其定性的検出法を記述する。

(1) フォスゲン COCl_2 (窒息剤)

a) チメチルアミノ・ベンズアルデヒド-チフェニルアミン試験紙 (Vedder)。此試験紙は白色乃至僅に淡黄色を有する。之れをフォスゲンの含有せらるる空气中に置けば 15 秒以内に顯著なる橙黄色に變ずる。感度 1 : 1,000,000 (空气中)。

試験紙調製法。p-チメチルアミノ・ベンズアルデヒド 5g, チフェニルアミン 5g アルコール 100cc に溶解し、濾紙片を之れに浸し、暗黒にして清浄なる空气中に乾燥する。CO₂ の氣中にて乾燥すれば一層良好である。試験紙は乾燥せる暗黒容器中に密閉貯蔵する。

b) アニリン法 (Kling 及び Schmutz)。試薬としては水 100cc にアニリン油 3g を溶解せしめたるものを用ひる。此液約 5cc を試験管型ガス洗滌器に採り、外部より冷却しつゝフォスゲン含有の空氣を通ずれば、次式に従ひ殆ど定量的にチフェニル尿素の白色結晶性沈澱を生ずる。感度 1 : 100,000 (空气中)。



生成するチフェニル尿素は顯微鏡下に檢すれば斜方晶系角柱にして融點 236°C を有する故容易に確認し得る。

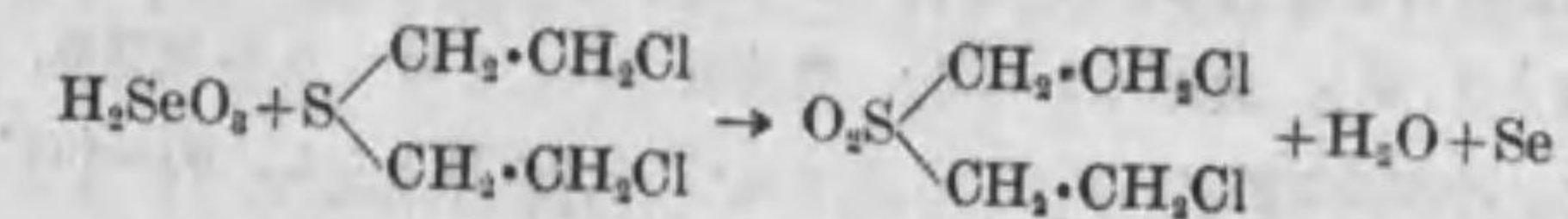
(2) イベリット $\text{S}(\text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \text{Cl})_2$ (薬癩中毒剤)

a) β -ナフトール試薬。イベリット含有の空氣を β -ナフトール試薬中に通ずれば沈澱を生ずる。感度 0.06mg イベリット。

試薬調製法。 β -ナフトールのアルコール溶液 (10%) 1cc に N/50 NaOH 100cc を加へる。此液は貯蔵すれば褐變する故使用直前調製するをよしとする。

b) 沃化白金ナトリウム紙。沃化白金ナトリウムの水溶液に濾紙片を浸し、未だ全く乾燥せざる中に使用する。此試験紙は最初赤色であるがイベリットの蒸氣に觸れ紫色に變ずる。感度 0.02mg イベリット。

c) セレン試薬 (Yablich)。亜セレン酸の稀硫酸溶液を試薬とし、之れにイベリット含有の空氣を通ずれば次式の反應によりセレンを遊離し橙黄色沈澱を生ずる。



感度 1l の空气中 0.005mg イベリット。但し此反應はアルシン類によつても行はれる。

d) 沃化ナトリウム試薬 (Grignard)。

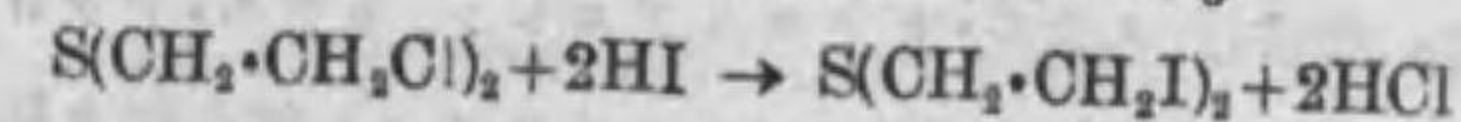
沃化ナトリウム……………20g

硫酸銅溶液(7.5%)……………40 滴 (觸媒)

アラビアガム溶液(35%)……………2cc (保護コロイド)

水……………200cc

以上の割合に調製せる試薬中へイベリット含有の空氣を通ずれば次式の複分解により硫化チヨード・チエチルを生成し、黄色沈澱を生ずる。空氣 1l 中 0.1mg のイベリットならば 4 分間にて検出し得られる。

(3) クロルピクリン $\text{CCl}_3 \cdot \text{NO}_2$ (催涙中毒剤)

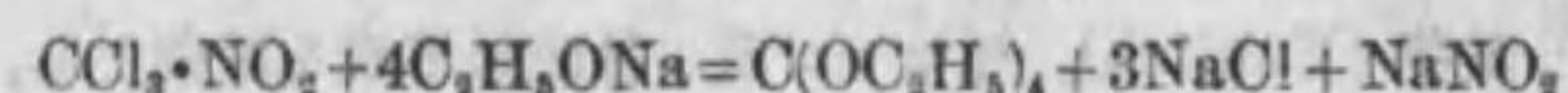
a) チメチルアニリン紙。チメチルアニリンのベンゾール溶液 (5~10%) を製し、之れに濾紙片を浸漬し、自然乾燥して試験紙とする。此試験紙をクロルピクリン含有の空氣中に曝露すれば最初白色のものが黄色乃至褐色となる。

b) 沃化カリ澱粉法。クロルピクリン含有の空氣を豫め赤熱せる石英管又は磁製燃焼管に通ずれば、熱分解の結果遊離鹽素を生成する。依て燃焼管を出でたるガスを沃化カリ澱粉溶液中に導入すれば沃素を遊離して青色を呈する。

c) チチオ・エチレングリコール法 (Ray 及び Das)。チチオ・エチレングリ

コールのカリ鹽 $\text{CH}_3\text{SK} \cdot \text{CH}_3\text{SK}$ をアルコールに溶解し、之れにクロルピクリンの蒸氣を通ずれば水及びベンゾールに不溶なる黄色沈澱 (融點 123°C) を生ずる。

d) ナトリウム・エチラート法。ナトリウム・エチラートにクロルピクリンが作用すれば次式により亜硝酸ナトリウム及び食鹽を生ずる故、此等を検出して間接にクロルピクリンの存在を知り得る。感度 $1:1,000,000$ (空氣中)。



(4) アルシン誘導體

a) 亜砒酸の生成 (Ewins)。試料 $0.1 \sim 0.2\text{g}$ をケールダール・フラスコに採り、硫酸カリ 10g 、澱粉 $0.2 \sim 0.3\text{g}$ 、濃硫酸 20cc を加へ 4 時間強熱、分解せしめる。冷却後苛性ソーダにてリトマス・アルカリ性となし、 $30 \sim 40^\circ\text{C}$ にて硫酸を加へ弱酸性となし、更に重炭酸ナトリウムにてアルカリ性とする。斯くすれば溶液中に亜砒酸生成せる故之れに就き普通の砒素試験を行ふ。例へば其一部を鹽酸と亜鉛にて還元、砒化水素を發生せしめ、之れを昇汞紙に觸れしめて褐變せしむるなどは頗る敏感である。

b) 次亜磷酸鹽法 (Bougault)。試料溶液 $1 \sim 2\text{cc}$ に次亜磷酸試薬 5cc を加へ、 $15 \sim 60$ 分間煮沸湯浴上にて加熱する。砒素化合物の量により溶液が橙褐乃至褐黒に着色し若くは沈澱を生ずる。

試薬。次亜磷酸ナトリウム 10g 、水 10cc に濃鹽酸を加へて 100cc とし、靜置して食鹽を沈降分離せしめる。而して此溶液 10cc に就き $\text{N}/10$ 沃素・沃化カリ液 $1 \sim 2$ 滴を加へる。

c) 砒化水素法。此法はメチル・ヂクロルアルシン、エチル・ヂクロルアルシン乃至はクロルヴィニル・ヂクロルアルシン (ルイサイト) 等の如き脂肪系アルシン誘導體に適用せられる。

即ち試料溶液 (水又はアルコール溶液) $1 \sim 2\text{cc}$ に砒化水素水 $2 \sim 3$ 滴を加ふれば、次の反應により砒化アルシンを生ずる結果、數秒にして乳光を呈し、或はアルシン多量の時は白色無定形の沈澱を生成する。感度 $0.02 \sim 0.05\text{mg}$ クロルアルシン。



(7) 毒ガス特殊名稱表

- アキニット (Aquinite 佛名)。クロルピクリン, $\text{CCl}_3 \cdot \text{NO}_2$, 催涙, 致死。
- アダムサイト (Adamsite 米名)。ヂフェニルアミン・クロルアルシン, $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{NHAsCl}$, 催咳, 嘔吐, 致死。
- イペリット (Yperite 佛名)。硫化ヂクロル・ヂエチル, $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl})_2\text{S}$, 糜爛, 致死。
- ヴィランチット (Villantite 佛名)。クロル硫酸メチル, $\text{Cl} \cdot \text{SO}_2 \cdot \text{OCH}_3$, 催涙, 致死。
- クラーク I (Clark I 獨名)。ヂフェニル・クロルアルシン, $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{AsCl}$, 嘔吐, 嘔吐, 致死。
- クラーク II (Clark II 獨名)。ヂフェニル・シアンアルシン $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{AsCN}$, 嘔吐, 嘔吐, 致死。
- クレールジット (Clairsite 佛名)。過クロルメチル・メルカプタン, $\text{CCl}_3 \cdot \text{SCH}_3$, 惡臭, 催涙, 刺戟, 致死。
- クロップ (Klop 獨名)。アキニット (前掲) に同じ。
- K ストフ (K-Stoff 獨名)。鹽化フェニル・カービルアミン, $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{NCCl}_2$, 催涙, 刺戟。
- コロンジット (Collongite 佛名)。フォスゲン, COCl_2 , 窒息, 致死。
- シクリット (Cyclite 佛名, Cyklit 獨名)。臭化ベンジル, $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CH}_2\text{Br}$, 粘膜炎刺戟, 催涙, 視力障礙。
- シシ (Cici 佛名)。ヂクロル・メチルエーテル, $(\text{CH}_2\text{Cl})_2\text{O}$, 催涙。
- シュルヴィニット (Sulvinitite 佛名)。クロル硫酸エチル, $\text{Cl} \cdot \text{SO}_2 \cdot \text{OC}_2\text{H}_5$, 催涙, 視力障礙。
- シュルバリット (Surpalite 佛名)。過クロル蟻酸メチルエステル, $\text{Cl} \cdot \text{CO}_2 \cdot \text{CCl}_3$, 窒息, 致死。
- スーパーバリット (Superpalite 米名)。シュルバリットに同じ。
- チック (Dick 獨名)。エチル・ヂクロルアルシン, $\text{C}_2\text{H}_5 \cdot \text{AsCl}_2$, 嘔吐, 糜爛, 致死。
- ヂフォスゲン (Diphosgen 英名)。シュルバリットに同じ。
- C ストフ (C-Stoff 獨名)。ヴィランチット (前掲) に同じ。
- D ストフ (D-Stoff 獨名)。ヂメチル硫酸, $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$, 糜爛, 致死。

トニット (Tonite 佛名)。クロルアセトン $\text{CH}_3\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_2\text{Cl}$, 催涙, 視力障碍。

T ストフ (T-Stoff 獨名)。ブロムキシロール, $\text{CH}_3\cdot\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{CH}_2\text{Br}$, 催涙。

パピット (Papite 佛名)。アクロレイン, $\text{CH}_2=\text{CH}\cdot\text{CHO}$, 催涙, 致死。

Bn ストフ (Bn-Stoff 獨名)。ブロムメチル・エチルケトン, $\text{CH}_2\text{Br}\cdot\text{CO}\cdot\text{C}_2\text{H}_5$, 催涙。

B ストフ (B-Stoff 獨名)。ブロムアセトン, $\text{CH}_3\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_2\text{Br}$, 催涙。

ビビ (Bibi 佛名)。ジブロム・メチルエーテル, $(\text{CH}_3\text{Br})_2\text{O}$, 催涙。

フレンジニット (Fraisinite 佛名)。沃化ベンジル, $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{CH}_2\text{I}$, 催涙。

ブロナット (Blotite 佛名)。B ストフ(前掲)に同じ。

ベルトリット (Bertholite 佛名)。鹽素, Cl_2 , 窒息, 致死。

ペルストフ (Perstoff 獨名)。シュルバリット(前掲)に同じ。

マスタード・ガス (Mustard gas 英名)。イペリット(前掲)に同じ。

モーギニット (Mauguinite 佛名)。クロルシアン, ClCN , 催涙, 致死。

ラクリミット (Lacrimite 佛名)。チオフォスゲン, CSCl_2 , 窒息, 致死。

ルイサイト (Lewisite 米名)。クロルヴィニル・ジクロルアルシン, $\text{CHCl}_2\cdot\text{CH}\cdot\text{AsCl}_2$, 糜爛, 致死。

ロスト (Lost 獨名)。イペリット(前掲)に同じ。

参考書, J. Meyer, Der Gaskampf und die chemischen Kampfstoffe 第3版, 1938.

M. Sartori, Die Chemie der Kampfstoffe, 1935.

F. Flury u. F. Zernik, Schädliche Gase, 1931.

山田 櫻, 化學兵器(實用製造化學講座), 1935.

中村 隆壽, 化學兵器の理論と實際, 1936.

第19編 爆 發 物

(通し番號第[76]節)

I 爆發物の概説

爆發物とは、其の一部に熱、打撃或は其の他のエネルギーの少量を以て輕微な擾亂作用を與へると、突如として化學變化を起し、急激に多量の高熱ガスを生成し、周圍に著しき壓力の上昇を來す物質系を總稱する。酸素と水素との混合氣體、即ち爆鳴氣は氣體爆發物の最も有名なるものである。市ガスの漏洩、メタンガスの蓄積に因る小なるガス爆發を始め、飛行船の水素氣囊の爆發、炭坑に於ける坑内ガス爆發の變災等は甚だ慘憺たるものである。製粉工場の小麦粉又は玉蜀黍粉の爆發、或は炭坑での炭塵爆發等は粉體爆發の顯著な例である。之等のガス又は粉體爆發の多くは可燃性の氣體若くは微粒子(液、固)と空氣又は酸素との間の化學反應即ち燃焼に因るものであるが、必ずしも酸素を要しない場合もある。例へば鹽素と水素との同容混合物は爆鳴氣より尙一層猛烈であつて、直接強き光線に曝しただけで爆發することは周知の事實である。ガス爆發或は粉體爆發の多くは變災に屬し、この爆發エネルギーを利用する場合は内燃機關等に其の例を見るに過ぎぬ。而も斯かる場合と雖も、ガソリン或は重油等を機關の爆發室内に導き、こゝに於て始めて空氣と混合して爆發物たらしむるものであつて、最初から氣體爆發物として工業的に利用せられあるものは皆無と云つてもよい。工業的に廣く利用せらるゝ爆發物は主として固體又は液體であつて、之を火藥類と總稱する。従て本項には専ら火藥類に關して敘説することとする。

爆發と燃焼 可燃性の物體のその一部がマッチの焰とか電氣火花とかに依つて或定まつた最低溫度(發火點)に迄加熱されると燃焼が起る。燃焼せる一層から發生した熱が、之に隣る層に傳はつて之を發火點にまで加熱するに充分であるならば、燃焼は逐次一層から一層へと進行する。爆發物に於ては燃焼が漸昇速度を以て進むのが常である。これを爆發といふ。爆發速度は其の物體系固有の性質は勿論、容器壁の觸媒作用或は點火源の強さ等の影響を受けて毎秒數厘乃至數百米の範圍に互つてゐる。

壓の上昇は一般に爆發速度を速める。加壓によつて熱を生じ、且各層の壓が

高まれば發火點に達し易くなる。燃焼の過程では壓が上昇すると必然的にその速度が高まるから燃焼部分が十分に長いとその或る一層の壓が充分に大になり壓縮のみで點火し得るに至る。斯くて全體の壓の平衡が破れると、層から層への熱傳導ではなくして衝動的な壓力の移動によつて點火が起り、同時に爆發燃焼が衝動壓として進行することになる。衝動壓の傳播速度はすべての壓力波と同様に定数であり、且極めて大である。斯く最大な定速を以て傳播進行する爆發燃焼過程を爆轟といふ。爆轟の速度は概ね 1,000 米/秒以上で 10,000 米/秒にも達することがある。

ガス爆發、粉體爆發等に於て點火が強なるか或は爆發物が多量に存在するときは爆轟となる。多量の火薬類の爆發は爆轟となるが、通常爆薬に爆轟を確保せしめるためには雷管を用ひる。然し銃砲に於ける無煙火薬又は發動機内の燃料の燃焼には断じて爆轟を回避せねばならない。

火薬類の性能 輕微な外力の賦與で爆轟反應を呈することは、其の取扱、加工、貯藏等に多分の危險性が伏在することを意味する。又爆發現象の外に與ふる効果が工業的に利用される所である。従て火薬類の性能は安全度と爆發效果との兩方面の吟味を要する。

安全度には自然分解に對する考慮、換言すれば如何程長く貯藏可能なりやの化學的安定度と、如何なる程度の外力にて爆發するか（逆に見れば之を完全に爆發せしめんには幾何の外力を與ふべきか）といふ感度とが含まれる。爆發效果の吟味は威力の判定である。これには量と強さ即ち仕事威力と破壊的衝動とを併せ考察するを要する。

化學的に餘りに不安定なること及び鋭敏に失することは工業的利用價値を損ずる。例へば鹽化窒素 NCl_3 、沃化窒素 NI_3NH_3 等の如き爆發物は現在では未だ火薬類として利用され得ない。然し又一方安全に過ぎて容易に爆發しなくても亦實用に適しない。例へば硝酸アンモニウムは爆發物ではあるが、その單體を直ちに火薬類とすることは少しく無理である（勿論該品は酸素供給體として甚だ多くの火薬類の重要な成分ではあるが）。威力に關しては用途によつて制束を受ける。即ち發射薬には専ら仕事威力を要求し、炸薬には主として破壊效果の強大なるを希望し、爆破薬は目的物に應じて交々兩效果の配分せられたものとする。

安定度と感度 火薬類の爆發分解には少くともそれに必要なる最小のエネ

ルギを必要とする。このエネルギーは火薬類の本質に基く所であつて、當然その種類に依て異なる。その多少を比較するに感度なる概念が用ひられる。所要エネルギーの小なるものは大なるものよりも化學的、熱的又は機械的に敏感である。特に化學的又は熱的感度を安定度といふ。そして機械的作用のみを指して狭義に感度と稱してゐる。

衝撃、打撃、摩擦等の機械的效果に對する感應性は火薬類の製造、取扱及運搬上に甚だ重要な性能である。又一方雷管及他の爆薬の爆轟衝動への感應性は爆破作業の實際に密接なる關係がある。これは特に感應爆發或は殉爆と名づけられてゐる。化學的感度即ち安定度は保存性を支配するものであること云ふ迄もない。

保存性と取扱注意 ピクリン酸、トリニトロトルオール等の芳香族ニトロ化合物或は無機硝酸鹽と可燃物との混合物たる黑色火薬等は化學的に可なり安定であつて、常溫乾燥状態にては永年の保存に耐へる。然し綿薬、ニトログリセリンを始め多くの硝酸エステル類は、その特性として常溫にても所謂自然分解をなし、溫度の上昇に従て著しく進行し、遂には自然爆發をすら惹起することあり。故に硝酸エステル類そのものは勿論、之を基劑とする無煙火薬、ダイナマイト類の保存中は、斷へず耐熱試験等によつて分解變質の程度を検せねばならない。ダイナマイト類は本來工業爆薬であるから永年貯藏の要なく、むしろ常に新品を使用するやう努むるのが得策である。然し無煙火薬は平時より一朝有時に備ふる所があらねばならぬ。従て無煙火薬の貯藏庫は四時の溫度及濕度の差僅小なるを要する。時としては冷水中に貯藏することもある。

雷汞、窒化鉛等の如く衝撃摩擦に對して甚だ鋭敏なるものは可及的に貯藏保存を回避せねばならない。已むを得ざるときはゴムバケツ等に少量宛水蓄する。

形を與へ、薬包とし又は加工せられた火薬類には防濕に意を用ひねばならぬ。吸濕は一方分解を促すと共に他方著しく爆發性を阻害する。吸濕せる硝安爆薬或はダイナマイト類等の脱水は實際上不能といふも差支ない。雷管、導火線の吸濕したるものは低溫乾燥又はデシケータにて除濕する。

威力と特徴 火薬類が爆反應を起すと、それが燃焼（爆發）であらうと爆轟であらうと、著しく多量のガスと熱とを發生放出する。熱量が大なれば生成ガスの溫度高まり、密閉状態での壓が上昇する。高壓ガスの膨脹による仕事が推

進効果である。今 G kg の無煙火薬が薬室容積 V l. の薬室内で燃焼し、その生成ガスの温度が T_0 °K に達したとすると、このとき呈し得る最大圧 P は $P(V-\alpha G)=GRT_0$ より求められる。爰に α は無煙火薬 1kg から生じたガスの分子それ自身の容積に關係する修正項でコボリウムと呼ばれる。其の値は大約比容 V_0 の $1/1000$ である。 R はガス 1kg のガス恆数である。上式に装填比重 $\Delta=G/V$ 、ガス恆数 $R=p_0V_0/273$ 及 $RT_0=f$ を代入すれば $P(1-\alpha\Delta)/\Delta=f$ 或は $P=f\Delta/(1-\alpha\Delta)$ が得られる。

火薬類のエネルギーは熱として解放される。単位重量の火薬類から発生した熱量が、外への仕事及び後反應に消費さるゝことなきとき、之を爆發熱といふ。熱量は物質の熱容量と温度差との積なるを以て、爆發生成物の熱容量を假に定数とすれば、爆發熱 Q は爆發温度 T_0 に比例する ($Q=KT_0$) と見て大勢を知ることが出来る。又 $f=RT_0$ ならば $f \propto Q$ 、即ち f も亦火薬類のエネルギー量を表示する特数となる。これを火薬の力といふ。

然るに火薬類の爆發現象を顧みると、その威力はたゞにエネルギー量のみでなく、このエネルギーを解放する速度が重要な役目を爲すのを認める。換言すれば火薬類の威力には量的性質の外に強さ鋭さ等の質的性質が存在する。速かに爆轟する火薬類が器壁に與ふる衝動壓は破壊作用を呈するであらう。これは爆發生成ガスの仕事たる推進効果とは全く異なる作用である。火薬類のエネルギー解放に關する時間勾配を猛度といふ。但しこの概念は現今の火薬學に於ては、同一條件に於て甲が乙よりもより多くのものを破壊し、より速かに爆轟する性能あるとき、甲は乙よりも猛度大なりと稱するに過ぎない。結局現今の吾人の知識では爆轟速度を以て破壊作用の唯一の尺度となすのみである。

II 火薬類の試験法

威力試験

A. 爆發熱及爆發温度

爆發熱はベルテロー・マーラー・クレーケル熱量計或はピツヘル熱量計に依る。前者では所謂燃焼熱を測定し、後者では可なり多量 (50~100g) の爆薬を雷管にて爆轟せしめたる時の發熱量を求める。

爆發熱が求められ更に爆發生成物が分析測定せらるれば爆發温度を計算することが出来る。爆發生成物の分子熱と分子数との積が $A+Bt$ (A 及 B は

常數、 t は攝氏温度) にて表はさるれば、爆發温度 $t=Q/(A+Bt)$ 即ち $At+Bt^2-Q=0$ を解きて爆發温度が求められる。

B. 鉛壻試験 (トラウッル試験)

徑、高さ各 200mm の鉛壻に軸に沿ひて徑 25mm、深さ 125mm の孔が穿たれてある。10g の爆薬試料を、徑 24.5mm の圓壻形薬包に成形し、錫箔 (80~100g/m²) にて包み、中央に 8 號雷



第 1 圖
I 大さ
II 装填
B: 爆雷
Z: 雷管
S: 砂
F: 導火線
III 爆發後

汞雷管を挿入して鉛壻の孔に込める。この上に乾燥した石英砂を孔口まで満す。砂は線徑 0.35mm、144 目/cm² の篩を通過したものとする。試験温度は装薬、鉛壻共に 15~20°C。爆發後鉛壻を倒にして砂を除き再び立て、放冷する。孔口より水を入れて擴大容積を測

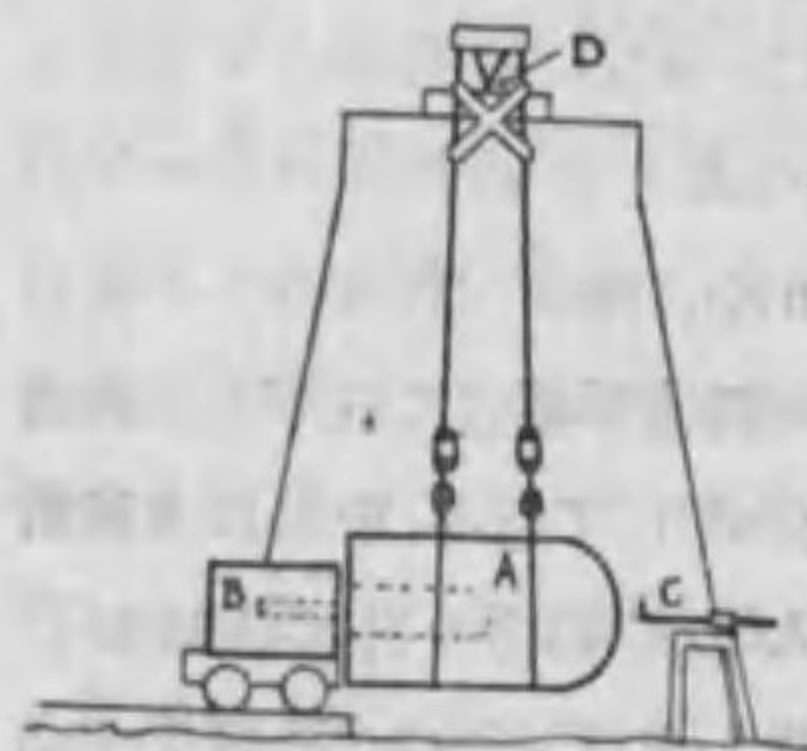
る。その値 V' cc より最初の孔の容積 61cc を差引き $V=V'-61$ (cc) を以て仕事威力を表はす比較値とする。この際使用する雷管を純雷汞雷管 (8 號の雷汞量は 2g) とすれば、雷管による容積擴大を度外視してもよい。尙 15°C を標準温度とすれば 1°C の上下に對し V に干 0.25% の修正を行ふ。

本試験は鉛の如き均質な可塑性物質内で爆薬が爆發したとき、擴大した空高容積は即ち發生ガスの膨脹による仕事威力を示すものとしてゐる。然し擴大容積は爆發速度、爆發熱、爆發温度或は装填比重等に影響せらるゝ所頗る大である。即ち同一薬量にて試験した甲乙 2 種の爆薬の擴大容積は必ずしもそれ等の眞の仕事威力に比例し得ないのである。この關係は f を仕事威力とすれば一般に $V \propto f^n$ で示される。 n は大約 1.4 である。今仕事威力は薬量 G に比例するを當然と見れば $G^n=kV$ (k は比例常數) なる關係を知る。即ち本試験に於ては同一大擴大容積を得べき装薬量を求めて、以て仕事威力の比較を行ふがよい。尙此の際 V を 300cc 内外ならしめるのが適當とせられてゐる。

C. 彈道振子

白砲の砲腔に面して振子 (重量約 5,000kg、鑄鐵製) の空高部が向つてゐる。白砲は鍛鍊鋼製、之に鍛鍊ニッケルクロム鋼の内筒 (徑 55mm、深 550mm の砲腔を設く) を燒嵌す。100g の爆薬々包にテトリール 6 號電氣雷管を附して白砲々腔に装填し、徑 55mm の粘土壻約 1kg で込物する。爆發生成物及

第 2 圖



A: 振子 | C: 標尺
B: 白砲 | D: 支點

粘土破片が振子の空高部に衝突して振子を後退せしめる。この振れ(移動距離) S' を測定し、標準爆薬の標準の振れ S_0 及標準爆薬の當日の振れ S_0' より $S = S_0 S' / S_0'$ を以て試験爆薬の實際の振れとする。

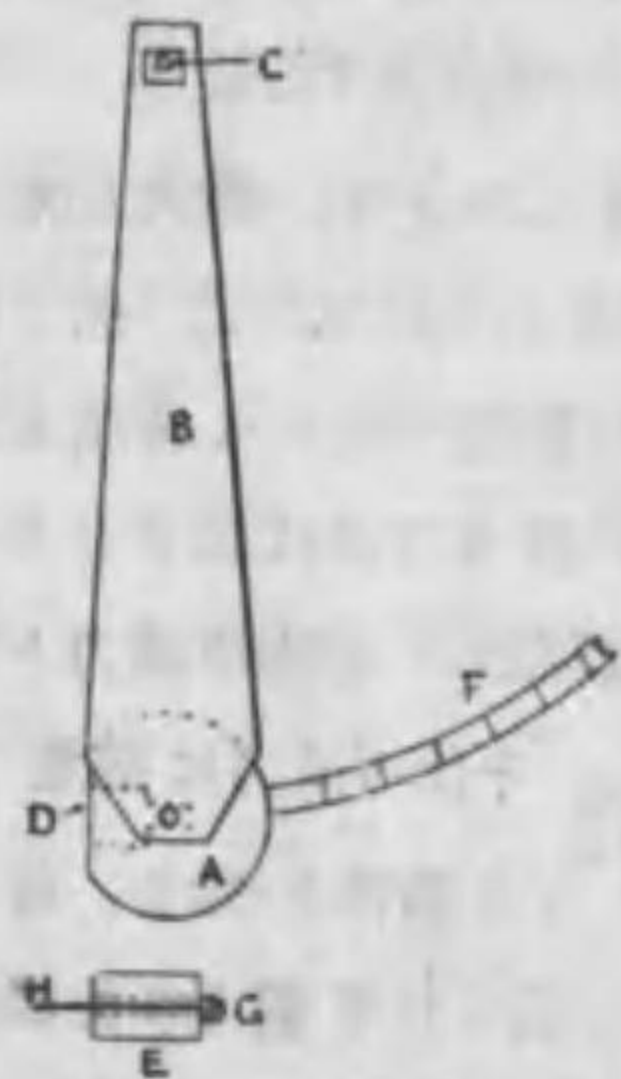
振子の重量を W 、支點と重心との距離を R 、振れ角を θ 、重心の移動距離を S とすれば、振子の運動量の變化は

$$Mv = 2W \sin \frac{\theta}{2} \sqrt{\frac{R}{g}} = W \cdot S / \sqrt{gR} = K \cdot S$$

重心の移動距離 S (即ち振れ) を測定することは振子の運動量の増加を求むることに他ならぬ。故に S は仕事威力の平方根に比例するものと認められる。依て測定値 S の自乗値を以てすれば、薬量一定の場合の仕事威力を比較するに近い。

然し本試験は爆發温度、ガス容積、固形殘渣、装填比重及直接仕事威力に関係すべからざる爆發速度等に影響せらるゝ所著しく、到底異種爆薬の比較を期し難い。我國に於ては専ら炭酸爆薬の仕事威力の比較に用ひられてゐる。

第 3 圖



A: 白砲
B: 振子基板
C: 支點
D: 白砲々腔
E: 彈丸
F: 標尺
G: 爆薬
H: 導火線

D. 彈道白砲

比較的小形の白砲を振子とし、之に 10g 内外の爆薬を装填し、約 16kg の圓筒彈を挿入する。爆薬には雷管を装着し、導火線は彈丸の中心軸の孔を通す。爆薬のエネルギーは一方彈丸に、他方白砲振子に與へられるから、振子の振れ角 θ を測定すれば全エネルギーを算出することが出来る。

M : 白砲の全質量, m : 彈丸の質量, R : 支點軸と白砲重心との距離, J : 軸の周りの慣性能率, g : 重力の加速度とすれば爆薬が彈丸及白砲振子の全系に與へた全エネルギー E は略近的に

$$E = MgR(1 + J/mR^2) (1 - \cos\theta) = K \cdot (1 - \cos\theta)$$

にて與へらる。

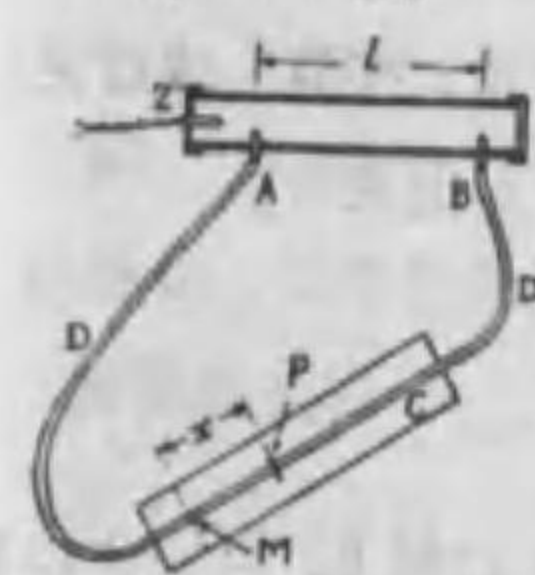
破壊威力

E. 爆發速度, ドートリッシュ検速法

破壊威力を決定する第一因子は爆發速度(爆轟速度)である。爆發速度は現今の火薬學理論では計算が出来ないから實驗的に求めるより仕方がない。爆發速度略して爆速の試験法として最も簡便にして廣く行はるゝものはドートリッシュ検速法である。

直徑 30mm の薬包を鐵管内に装填し、一端に 8 號雷管 Z を、側面に A

第 4 圖



B 2 個の 7 號雷管を挿入する。 A 及 B の雷管は長さ約 1.8m の導爆線 D の兩端を保持する。距離 $AB = l$ を大約 10~15cm に採り正確に測定する。導爆線 D は長さ約 1.8m とし、その中點 M を正確に求める。而して圖の如く導爆線を折り曲げ中點 M が鉛板上の基線(---)と一致するやうに配置する。

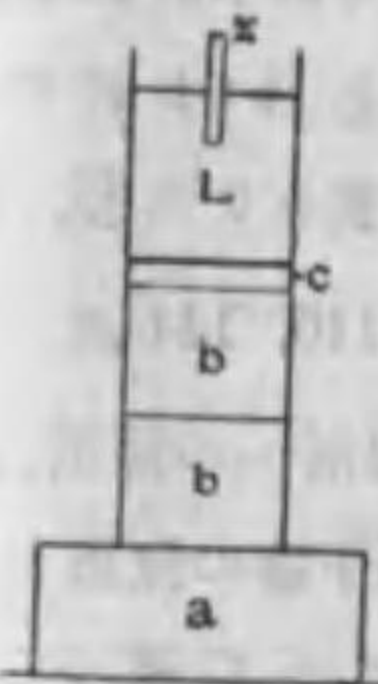
8 號雷管 Z で點爆すれば爆轟が A 及 B を通過するとき夫々導爆線に爆轟を傳へる。そして兩方向からの爆波が出會ふ所に顯著な刻印を残す。これを P とし距離 $MP = x$ を測定すれば次式によつて爆薬の AB 間の平均爆速 W を知る。 $W = v \cdot l / 2x$ 爰に v は使用導爆線の爆速であつて、豫め他の方法で測定しておく。

爆速は各種の検速機を用ひて測定し得ること云ふ迄もないが、こゝには敘説を略す。

F. 猛度計

猛度とは火薬類の爆發分解の時間勾配であるが、その概念は現今の火薬學では次の意味を有するに過ぎない。同一條件に於て甲が爆薬よりも大なる破壊威力を呈するとき甲は乙よりも猛度大なりといふ。其の眞値は求むるに由な

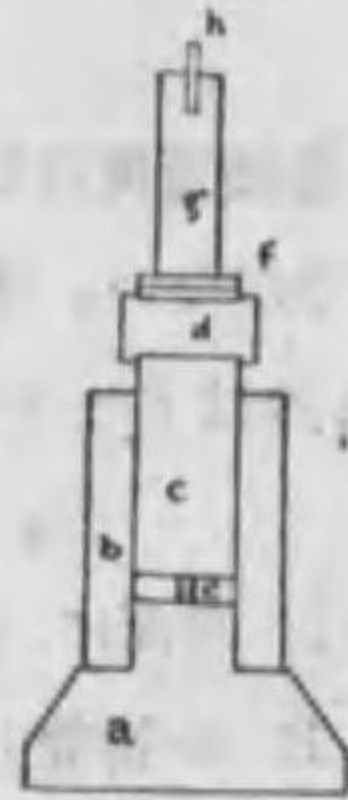
第 5 圖



けれども破壊効果大ならば壓潰力若は衝動壓亦大なるべきことが想像される。

へス猛度計 圖5の如く堅固なる鋼臺 a 上に鉛柱 b (徑 40, 高 30mm) を 2 個重ね、更に鋼板 c (徑 40, 厚 4mm) を載せ、その上にブリキ筒に收めた爆薬 L (徑 40mm, 量 50g) を置く。 L を 8 號雷管 Z で爆轟せしめると鉛柱は壓潰を受けて變形する。この變形程度を觀察して猛度を比較

第 6 圖 する。



カスト強度計 圖 6 に於て銅鐵臺 a 上に銅筒 b を載せ、その中に銅柱 c を挿入する。この際 a と c との間に銅柱 e を挟む。銅柱 c (重量 680g) 上にはニッケル銅板 d (重量 320g) を載せ、保護鉛板 f (徑 40, 厚 4mm) 2 枚を敷きたる上に爆薬包 g を置き、8 號雷管 h にて點爆する。爆薬包は徑 21mm に成形する。銅柱は我國では陸軍造兵廠製の 8 × 13mm のものを用ひてゐる。又薬量は 15g とする。銅柱の壓縮量を衡力表によつて絶対單位の荷重に換算し或は更に係数を乘じて自由ピストン e の受けた壓力を求めることが出来る。

安定度試験

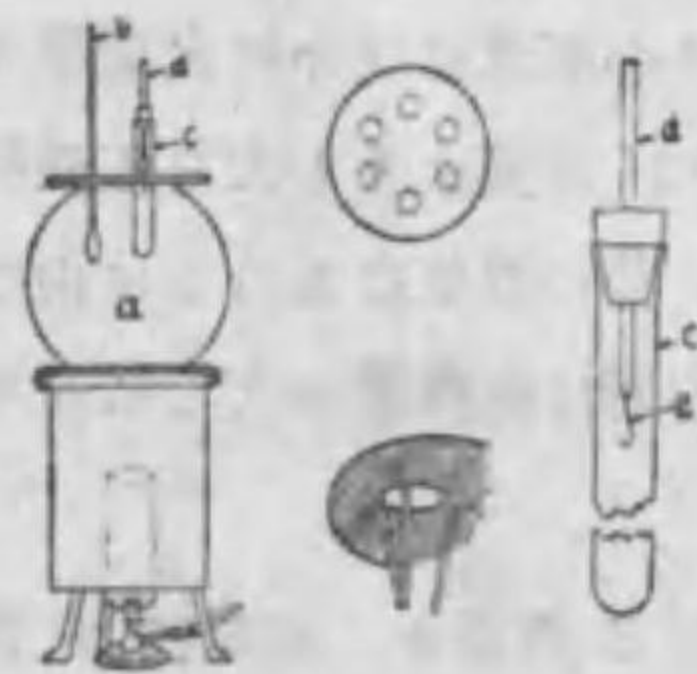
G. 發火點試験

試料 0.1g を試験管 (長 125, 内徑 15, 肉厚 0.5mm) に採り、コルクの密柱を施して 100°C の油浴に浸す。油浴の溫度を毎分 5°C の割合にて上昇せしめ試料の發火する溫度を觀測する。

この方法では發火點の異なる火薬類について加熱時間が違ふ。溫度と時間とが共に變數であることは比較に不便である。それで次の方法が提唱せられる。

銅鐵鑄に孔を穿ちたるものを或溫度に加熱し、この孔に約 0.1g の試料を投入して發火する迄の時間を測る。之を種々の溫度に就て試み、瞬間發火點若くは遅れ時間何秒 (例へば 5 秒) に於ける發火點を比較する。

第 7 圖



a: 湯浴
b: 寒暖計
c: 試験管
d: ガラス棒
e: 試験紙を吊す鉤

H. 耐熱試験

所定の試験管に試料を採り、試験紙を吊せるゴム栓を施し、65°C の湯浴に浸し、これより試験紙が標準紙と同色調を呈する迄の時間を觀測する。試験紙は沃化カリ澱粉紙である。之を試験管内に吊すとき、その上半分を 1:1 のグリセリン水にて潤す。試験管は硬質ガラス製、内容約 39cc, 其の下端より 110, 116, 141 及 156 mm の個所に刻線あり、夫々湯浴への浸漬、試験紙下縁、試験紙上縁及ゴム栓下端の位置を示してある。試料量は火薬類によつて異つてゐ

る。

火薬類の種類	試料量
ニトログリセリン及ダイナマイトから抽出した N/G	3~3.5g
膠質ダイナマイト	3.5 (滑石 7g と混ず)
非膠質ダイナマイト	3.5
ニトログリセリン火薬	管内高の ² / ₃
綿薬及鍍山綿薬	同 ¹ / ₃
ニトロセルローズ火薬	同 ² / ₃
硝安爆薬	同 ¹ / ₃

試験紙、標準色紙及滑石粉は官製品を使はねばならぬ。

I. 遊離酸試験

試料の包紙を除き試験瓶に採る。瓶の形、大きさに規定はないが、徑 35mm, 高 150mm 程度のものが都合よい。その²/₃までの高さに試料を入れ、青色リトマス試験紙をこの上方に吊つて密栓をする。規定時間(無煙火薬、綿薬は 6 時間、其他は 4 時間) 放置し試験紙全面の赤變したものを不良品とする。

J. 加熱試験

徑 35, 高 50mm の秤量瓶に試料約 10g を精秤し、75~80°C の乾燥器内に 48 時間静置し、赤煙の發生を見たときは不良品とする。然らざるも減耗量 1/100 以上ならば亦不良品とする。吸濕の疑あるものは先づ 75~80°C で 5 時間乾燥後秤量して上の如く試験し、赤煙の發生又は減耗量 1/1000 以上を以て不良品とする。

第 8 圖



感度試験

K. 落錘試験

衝撃又は打撃感度の試験には一般に落錘を用ひる。本試験器の主要部は鐵砧 b, 鐵錘 a 及銅柱 c である。試料は其の密度に應じて 0.05~0.1g を採り、徑約 20mm 及 10mm の圓形錫箔 (80~100g/m²) 2 枚で特に壓搾することなく被包し、徑 12.7 厚約 1mm の圓板とする。この試料を鋼製鐵砧上に置き、其の上に高徑各 12.7 mm の銅柱を載せ、種々の高さより鐵錘を落す。同一落高にて 10 回の試験中 1 回も爆發を認めない最大落高

h cm 即不爆點を求め、同時に乾燥粉状ピクリン酸を同一條件にて試験し、其の不爆點 p cm を求め之を 100 (標準) とし、 $100h/p$ を供試爆薬の不爆感度とする。

L. 殉爆試験 (感應爆發試験)

雷管附薬包を地上又は鐵板上に置き、其の長軸上の雷管なき側に若干距離 S を隔て、他の爆薬包を置く。兩薬包は薬形薬量を等しくする。第一薬包の爆轟によつて第二薬包が感應爆發を起す最大距離 S を求める。この S は薬徑、薬量に關係するから通常徑 (d) 25mm 薬量 50g の薬包を用ひ、又 S が薬徑の何倍に當るかを測つて $S=nd$ の n を以て殉爆度と呼ぶ。

III 原料及火薬類の化學的試験

A. 綿 絲

油脂分 乾燥綿絲 5~10g を精秤し、抽出用シムブルに採り、ソックスレー抽出器にて一夜エーテルに浸漬したる後、6 時間抽出を行ふ。

灰分 乾燥綿絲約 5g を精秤し、白金皿にて灼熱灰化する。

アルカリ可溶分 油脂分を去りたる綿絲約 3g を精秤し、フラスコに採り、3% 苛性ソーダ溶液約 300cc を加へ、逆流冷却器に附して 1 時間徐々に加熱煮沸後濾別し、濾液がアルカリ性を失ふまで綿絲をよく洗滌し、乾燥秤量して其の減量を可溶分とする。

銅價 (還元銅量) 参照

B. グリセリン

比重 15°C に於けるグリセリンが 4°C の水に對する比重を求む。P: 比重瓶重量, G: 15°C の試料及比重瓶合量, W: 4°C 水及比重瓶合量。

$$\text{比重}(15^\circ/4^\circ) = (G-P)/(W-P)$$

硝化試験 試験器はシュレーゲル・ナファック硝化試験器。グリセリン 50g を初めの温度 7°C の混酸 384g 中に滴下しつゝ硝化し、温度 23°C 以下にて作業し得る所要時間及び其の後の分離狀況、收量、ニログリセリン及廢液の色調等を觀察して該試料が工業的に適するや否やを試験する。

C. 混 酸

全酸量 試料約 1g を精秤し、約 25cc の水にて淡めメチルオレンジを指示薬としてアルカリ規定液にて滴定する。

全窒素量 ルンゲ窒素計に依るを常とする。

硫酸分 全窒素量を硫酸に換算し、之を全酸分より差引きて硫酸分とする。

亞硝酸分 $\frac{N}{10}$ KMnO₄ 溶液 10cc を約 40°C の温水 100cc にて淡め、之に混酸を特殊酸用ビベットより滴下し莖色消失點を求め、消費せる混酸量を特殊酸用ビベットの重量差より求め、亞硝酸分を HNO₂ として次式より求める。
亞硝酸分 = $2.35 \times F / \text{混酸消費量}$ (F は $\frac{N}{10}$ KMnO₄ 溶液のファクター)

硝酸分 全窒素量及亞硝酸分の何れもを HNO₃ に換算し、兩者の差を硝酸分とする。

水分 上に求めた硫酸分、硝酸分、亞硝酸分の和を 100 より控除する。

D. 硝酸アンモニウム

水可溶分 試料を共栓付目盛シリンダに採り蒸留水に溶かして不溶解なる不純分を測定する。

酸分 水溶液を $\frac{N}{50}$ NaOH にて滴定する。

純分 試料を苛性ソーダ溶液に加へて蒸溜し、發生するアンモニアを濃度既知なる $\frac{N}{4}$ H₂SO₄ 液に通じて中和せしめたる後、硫酸液を $\frac{N}{10}$ アルカリ規定液にて逆滴定する。

E. 硝 石

鹽化物 乾燥試料を精秤してビーカーに採りて水に溶解し、クロム酸カリウム溶液數滴を加へ、 $\frac{N}{100}$ 硝酸銀溶液を以て滴定し、鹽化ナトリウムとして算出する。

窒素量 ルンゲ窒素計に依る。窒素量により硝石の純分を求め。

F. 綿薬 (硝酸纖維素)

酸度 アセトン溶液の上澄を水にて淡め、フェノールフタレインを指示薬として $\frac{N}{50}$ NaOH 液にて滴定し、酸分を硫酸として算出する。

アルカリ度 試料を $\frac{N}{50}$ 鹽酸にて中和したる上澄を採り、過剰の鹽酸を $\frac{N}{50}$ NaOH にて滴定 (指示薬メチルレッド)、消費酸量より炭酸石灰としてアルカリ度を算出する。

溶解度 試料を共栓付目盛シリンダに採り、先づ純アルコール 1 容にて浸漬したる後純エーテル 2 容を加へて數時間振盪し、數時間静置して上澄を採り、蒸發乾涸して殘渣を秤量する。

不溶解分 アセトンにて振盪して可溶分を溶出し、静止して上澄を除き、更

にこの操作を再三繰返したる後不溶性残渣を蒸發皿に移し、アセトン蒸發せしめ残渣を秤る。

灰分 試料を流動パラフィンにて潤し、之に点火燃焼せしめたる後灼熱灰化して秤量する。前に得た不溶解分中灰分を控除したる残は有機性不溶解分と見做される。

窒素量 ルンゲ窒素計による。

安定度 安定度試験法による。

G. ニトログリセリン

酸度、アルカリ度、安定度、窒素量等綿薬に準ずる。

H. ニトロ化合物

窒素量 ケールダール窒素定量法に依る。

硫酸分 試料を温水にて浸漬し、濾液を鹽酸性として鹽化バリウムを加へ、硫酸分を硫酸バリウムとして沈降せしめる。

硝酸分 デフェニルアミン硫酸の呈色反応によつて硝酸分の在否を検し、定量はルンゲ窒素計に依る。但し試料約 5g を 40~50cc の濃硫酸に溶したるものを窒素計に流入することとする。

灰分、ベンゾール不溶解分、水不溶解分等綿薬に準して異曲同巧の操作を行ふ。

融點 可なり多量の試料を小型ビーカーに採り、パラフィン浴等に浸して熔融せしめ、之を取り出して放冷しつゝ温度を觀測する。液が不透明になり一旦降下せる温度が再び上昇して暫時一定温度に止まるときを融點とする。

I. 窒素定量法

ルンゲ窒素計 試料 Sg を濃硫酸 (d=1.84, 95~96%) 約 15cc と共に窒素計のガス發生管に採り、約 200 回軽く振盪して完全に反應せしめ充分 NO を發生せしめたる後室温に靜置すること約 30 分、次の觀測を行ふ。

測定管 (二本立の場合は發生管即測定管) 内のガス壓 P: この時の大氣壓 B (mm Hg) を測定し、測定管の内壓と大氣壓とを平衡せしむるか (このときは P=B)、或は測定管と平衡管との水銀面を水平に一致させる (このときは測定管内の硫酸水銀と硫酸との混液柱の高さ h mm を測り、其の比重 d を實測し一概ね 2.0—このときの水銀の比重を D とすれば P=B-hd/D)。室温 t°C、測定管内の發生ガス容積 V cc を觀測する。

標準状態に於ける NO 1cc の含有する窒素量を 0.62566 mg とすれば試料の窒素含有量は次式より算出される。

$$N\% = \frac{0.00062566 \times 273 \times V \times P \times 100}{760 \times (273+t) \times S}$$

ケールダール法 試料を克く粉碎し S=約 0.5g を精秤し、之を頸長フラスコに採る。30cc の濃硫酸に窒素を含まぬ純サルチル酸 2g を溶解したものをこのフラスコに加へて概ね一夜放置し完全に溶解する。次に約 5g の $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ を少量宛加へて球付ガラス栓をなし、フラスコを徐々に加熱し、急激な反應が起り泡沫が消失する迄續ける。然る後 Hg 數滴を加へて煮沸し、液が無色乃至琥珀色となつた後少量の KMnO_4 にて完全に酸化を行ふ。フラスコに水約 100cc を注加し徐々に加熱して内容を溶解し、之を蒸溜フラスコに移す。蒸溜フラスコには更に Na_2S の飽和溶液約 25cc 及 NaOH の飽和溶液約 200cc を加へて蒸溜を行ひ、發生せるアンモニアは $\frac{N}{10}\text{H}_2\text{SO}_4$ 約 75cc (A) を量入したフラスコ内に導く。この硫酸液を $\frac{N}{10}\text{NaOH}$ にて逆滴定し (Bcc) 次式によつて窒素量を算出する。

$$N\% = 0.0014008 \times \frac{AF - BF'}{S} \times 100$$

爰に F, F' は夫々 $\frac{N}{10}\text{H}_2\text{SO}_4$ 及 $\frac{N}{10}\text{NaOH}$ のファクターである。

J. 雷 汞

雷汞 0.4~0.5g (S) を精秤し、之を約 30 cc の水に投じ、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 約 1g (A) を與へて溶液を完成する。之を 100cc に淡め、その 25cc を採つてメチルレッドを指示薬として $\frac{N}{10}\text{H}_2\text{SO}_4$ にて滴定する。この使用容量は Mcc であつたとする。次に雷汞を加へず $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 約 1g (B) を 100cc の水に溶し、其の 25cc を $\frac{N}{10}\text{H}_2\text{SO}_4$ にて滴定したときの所要量を M'cc とすると

$$\text{雷汞の純度}\% = \frac{4(M - AM'/B) \times 0.007115 \times 100}{S}$$

K. 黑色火薬

硝石 粉碎試料を重量既知の濾紙上に採り熱湯にて抽出する。抽出は濾液がデフェニルアミン硫酸で硝酸反應を呈しないまで行ふ。濾液を蒸發乾涸し尙熔融し始むる迄加熱して放冷後秤量する。

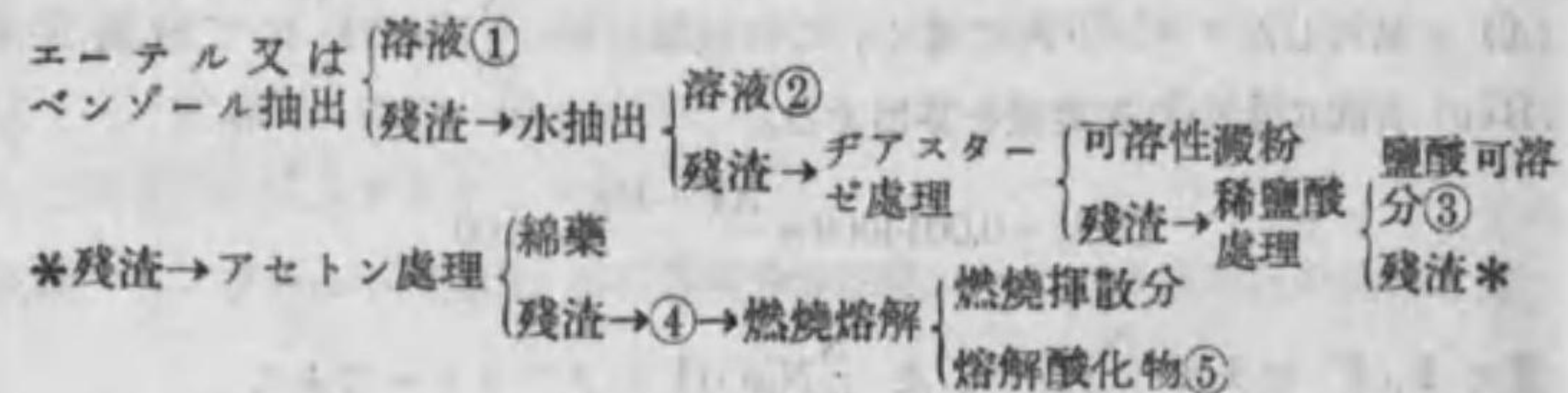
チリ硝石 全く同様に行ふ。

硫黄 硝石分を抽出した残液を濾紙と共に乾燥し恒量を求める。之を其の儘ソックスレー抽出器にて CS₂ 抽出を行ふ。受器内の CS₂ を蒸發し恒量を求めれば硫黄分となるべきであるが、若干の硫黄が揮散することがある。

木炭 硫黄を抽出した残液を濾紙の儘乾燥恒量を求めて木炭分を得る。通常全量より硝石分木炭分並に別に測定した水分の全量を控除して硫黄分とする。

L. 工業爆破薬

ダイナマイト類、硝安爆薬、カーリット(過鹽素酸鹽爆薬)等の配合成分はエーテル、ベンゾール等に可溶性なるニトログリセリン、芳香族ニトロ化合物、鎮油、水に可溶性の無機鹽類の外綿薬、木粉、澱粉、アルミニウム粉末、珪素鐵等甚だ雑多である。然し成分の配合数には自ら制限が存するから一般に次の如き分別を行つてゐる。



①エーテル又はベンゾール可溶分の内ニトログリセリンはルンゲ窒素計にて定量し、アルカリにて鹼化除去する。ニトロ化合物はケールダール窒素定量法にて定量する。

②水可溶分の内硝石、チリ硝石、硝酸アンモニウム等はルンゲ窒素計による窒素定量によつて求める。硝酸アンモニウム、硫酸アンモニウム、過鹽素酸アンモニウム、蓚酸アンモニウム等はアンモニアの蒸溜を行ふ。硼砂は $\frac{N}{2}$ 鹽酸にて滴定する ($\frac{N}{2}$ HCl 1cc は Na₂B₄O₇·10H₂O の 0.09536g に相當する)。水可溶液を醋酸々性として CaCl₂ を與へると蓚酸アンモニウムは蓚酸石灰として沈澱する。之を稀硫酸にて分解し蓚酸の定量を行ふ。食鹽及鹽化カリ等は $\frac{N}{10}$ AgNO₃ を以て滴定する。硫酸アンモニウム、硫酸マグネシア等は水溶液に鹽化バリウム溶液を加へ硫酸バリウムを沈降せしめる。

③鹽酸可溶分中に含まるゝ炭酸石灰は、溶液を一度アンモニアにてアルカリ性とし、次で醋酸々性として之に沸騰せる蓚酸アンモニウム溶液を加へ、蓚酸

石灰を完全に沈降せしめる。以下既述の如く蓚酸を定量し、之より炭酸石灰を求める。

④アセトン處理残液は多くの場合木粉及其の類似物である。之にアルミニウム、珪素鐵等の混合するときは⑤によつて分別する。

⑤燃燒によつて有機分は揮散する。石灰及未燃燒物に融劑を加へて熔解するとアルミニウム及珪素鐵はアルミナ、珪酸及酸化鐵等になる。之を鹽酸にて溶出し、珪素を無水珪酸として沈降せしめ、濾液にアンモニア水と與へて水酸化第二鐵、水酸化アルミニウムを落し、灼熱して酸化鐵及アルミナの含量を定量する。

第20編 寫 眞

(通し番號第[77]節)

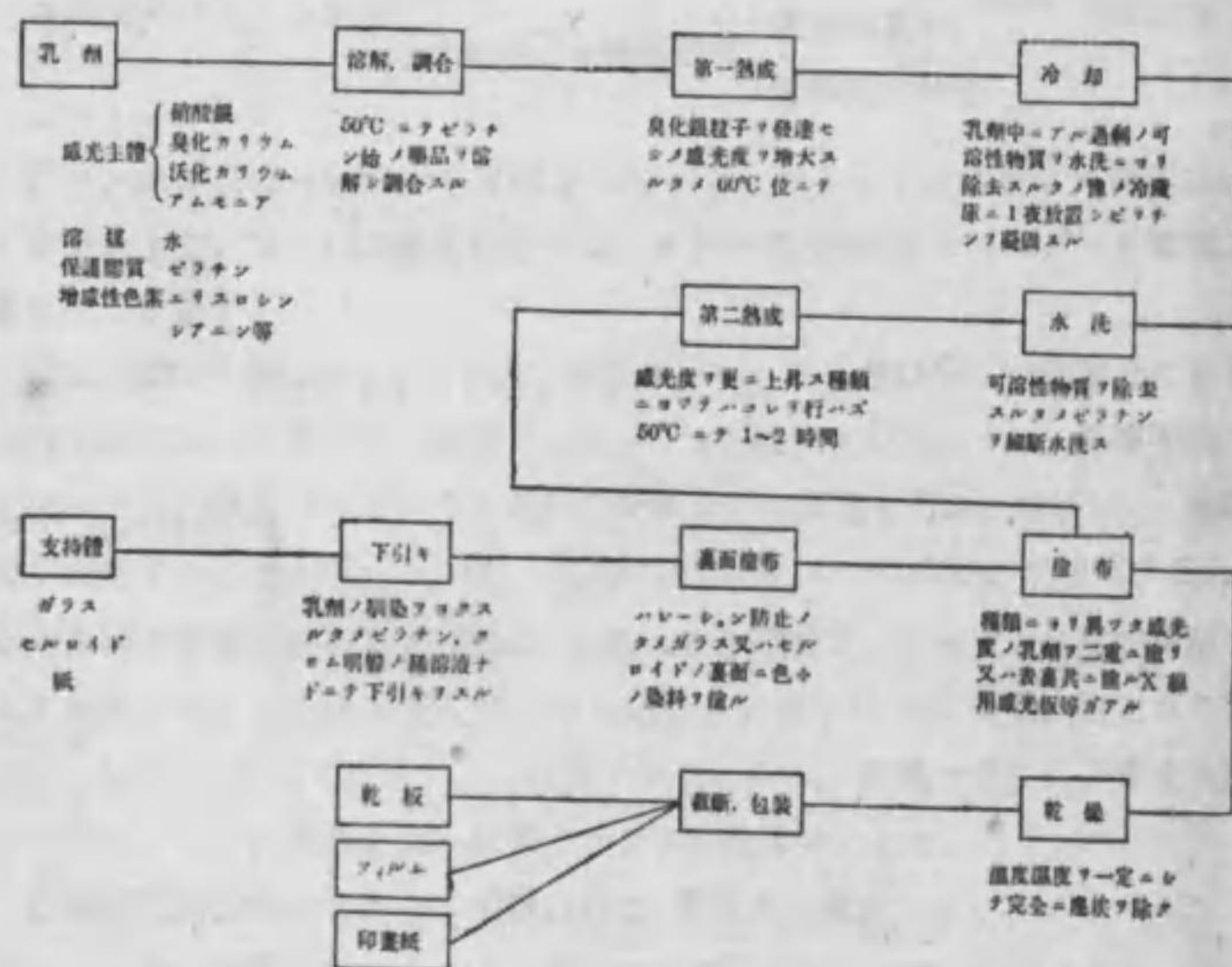
1. 寫眞の種類と目的

寫眞の目的は多種多様であり、材料の種類亦内外製品共に枚舉に堪へぬ、然も之等は非常な進歩を遂げつゝあつて、今日の最優秀品は明日のそれではない、故に材料の名前を掲げる事を差控えその種類の原則のみを述べる。

(a) **標準乾板** 乾板と書いたのはフィルムでもよいが乳剤はゼラチンを保護膠質とし臭化銀を感光主體とし、少量の沃化銀を含むもの。感光波長域は紫外部より 4600 \AA 迄、従つて肉眼の感色度と異なり色盲の寫眞であつて、段々減つて行くが寫眞化學の研究には必要である。プロセスと呼ばれるものの中にも注文しない限り國産品にはこの種類は既に見られない。

(b) **藍色乾板** 標準乾板用乳剤にエリスロシン又はシアニン類等の増減性色素

寫眞感光材料製造工程



素を加へてつくり、肉眼の感色度に似て黄色に感じる。その特徴を發揮する爲には後述黄色フィルターを掛けて紫色を仰へる。

(A. von Hübl: Die Orthochromatische Photographie (1920))

(c) **汎色乾板** 可視光線の全部に感光するもの。標準乾板の乳剤にイソシアニン、ピナシアノール等を加へてある。此種類の中には緑の部分に感じが弱いものがある、それを綠缺と言ふ。汎色乾板を用ひる時は、黄色又は淡緑のフィルターを掛けその特徴を發揮させる。

(d) **赤外乾板** 可視光線より更に長波長の赤外線に感じるもの。クリプトシアニン、ネオシアニン等の増感性色素を加へる。現在 $1,300 \text{ m}\mu$ 位迄感じるものがある。遠距離撮影、夜間効果、鑑定用等に使用する、其特徴を發揮する爲濃赤色フィルターを掛ける。

(S. O. Rawling: Infra-red Photography. Othmar Helwich: Die Infrarot Fotografie (1934))

(e) **紫外線寫眞** 臭化銀は紫外部の方には感光度を持つてゐるから通常の標準乾板で充分である。たゞレンズが通常のガラスでは $330 \text{ m}\mu$ 以短は困難であるから石英レンズ系、又は螢石レンズ系を使ふ必要がある。これで $20 \text{ m}\mu$ 位迄撮ることが出来る。

(f) **シューマン乾板** ゼラチンが短波紫外線を吸収するので、 $200 \text{ m}\mu$ より短い波長の光線に感じる爲にはゼラチンの無いが、若しくは少い乾板を作らねばならぬ。シューマン乾板の製法には色々あるが、普通乾板を 10 vol% の硫酸に 25°C にて 4 時間浸漬すると出来る。たゞ非常に脆くなるから取扱に注意を要する。

(g) **X線寫眞** 感光度を上げる爲に表裏両面に乳剤を塗布する。含有臭化銀量は甚だ多い。参考書は次の通りである。

G. Hevesy: Chemical Analysis by Xray and its Applications (1932)

V. E. Pullin: Engineering Radiography. (1934)

志村繁隆: X線寫眞 (最新寫眞科學大系) (1936)

(h) **分光寫眞** その用途に應じて汎色乾板が使はれ、又その中の特定の波長に感じる様に増感する事が出来る。分光寫眞器に依つては焦點を各部に合はす爲には少し曲げねばならないから、其時折れない様な薄い強靱なガラスを使ふ。それから分光寫眞器に依つては市販のサイズで間に合はぬ事がある。

柴田雄次：分光化学。

植村 琢：分光写真。(最新写真科学大系)(昭和 11 年)

(i) **航空写真** 高速度の汎色性の材料であれば何でもよい。これで測量して地図を作る場合は、出来る限り伸縮しない材料を使はねばならない、其爲印畫紙の間に亜鉛を挿んだものがある。

C. Winchester and F.L. Wills: Aerial Photography (1928)

(j) **立體写真** 写真は其撮影法を巧にするならば立體感が現はれるものであるが猶一層その立體感を増す爲には立體写真に依る、これは双眼鏡の原理を利用した 2 つのレンズを持つ特殊写真器にて 2 枚の陰畫を撮り之を 2 つの陽畫になほした後、2 つのレンズを通して見る。これの最も利用されるのは空中写真に依り地図を作製する際、等高線を描く時である。

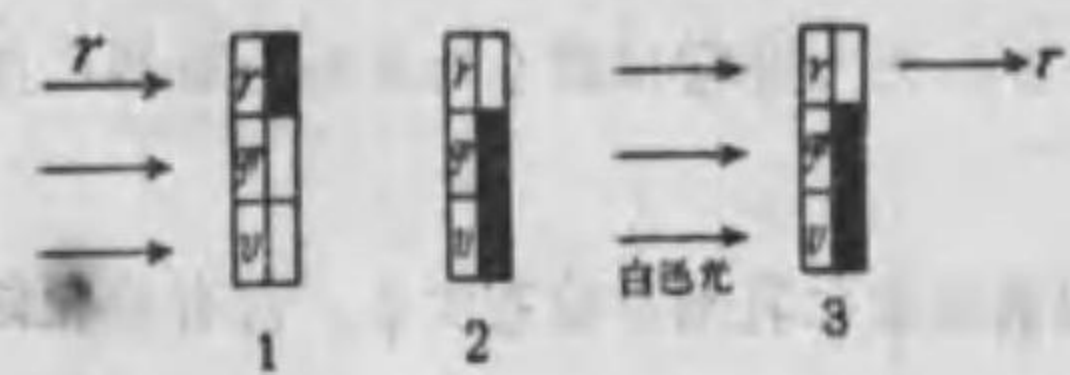
A. W. Judge: Stereoscopic Photography.

(k) **顕微鏡写真** 感光度は大でなくともコントラストの大きいプロセス乾板が用ひられるが、染色した物體等の撮影には汎色でなければならぬ。

H. L. Hindand, W.B. Randles: Handbook of Photomicrography. (1937)

K. Laubenheimer: Lehrbuch der Mikrophotographie (1920)

(l) **天然色写真** 大別して加色法、減色法とするが、その中でも多くの種類があり、詳細は専門の参考書に譲る。天然色陽畫なるオートクローム法について簡単に述べると乳劑と反対側に (1) の如く、赤緑紫の三色に染め分けた微



粒子を配列してフィルターとする。今赤い光を受けるとする。光は乳劑の表面からでなく裏のガラスの方からフィルターを通して来る。赤色光

は赤いフィルターには吸収されずその裏にある乳劑に感ずる。これを反轉現象すると、其處が抜ける。其時白色光で見ると其處が赤く見える。緑紫も同様其他の色はこの三つの組合せである。

O. Wheeler: Colour Photography (1928)

2. 露出及び焦点深度

A. **露出** 写真撮影に於て最重要なのは何と言つても先づ正確な露出を與へ

ることである。後に現像、焼付、補力、又は減力に依つて多少調子を整へる事が出来ても、最も良い調子は最適露出を與へる事に依つてのみ得られる。

正確な露出とは後に感光度測定法に於て述べる写真材料の感光度曲線の直線部分、即ち照射光量の差 ΔI と濃度差 ΔD の比が一定なる部分に於て與へられるものである。感光度大なる材料では曲線が 498 頁圖に於て縦軸の方に寄つてゐるので小なる露出時間で良い。直線部分が長くて適度の傾斜をなすものは寛容度が大でなると稱して撮影にあたり多少の露出時間の差が許されるから樂である。

然しこの直線部分を見出すのは實地に當つて容易ではない。光電池應用の露出計、又は巧みに計算尺様の表に作られた露出表が出来てゐる。

B. **焦点深度** 物體を鮮明に撮影する事は多くの場合写真の目的であるが、一定の蛇腹の長さでは理想的にはレンズより a の距離の物體のみが鮮明であると其の少し前後のものはボケる筈であるが、實際には肉眼が識別し得ない爲、前後に相當許容度がある、これを焦点深度といふ絞りを次第に小さくしてレンズの中心に近い所のみを使ふと焦点深度が深くなる、然し餘り小さく絞ると今度は廻折像が現はれて又ボケて来る。

レンズより a なる距離に焦点を合はせその前後レンズより a_v, a_r の點を鮮明の限界とすると、

$$a_v = \frac{a}{1 + \frac{d(a-f)z'}{f^2}}, \quad a_r = \frac{a}{1 - \frac{d(a-f)z'}{f^2}}$$

f は焦点距離、 z' は廻折像の直径、 d は絞りの直径。

2 點 a, a' を同時に鮮明に撮影せんとする時は焦点を

$$\frac{2a \cdot a'}{a + a'}$$

の所に合すとよい。

焦点深度の表は通常写真器に附屬してゐて、小型写真器にては簡単に讀取る様になつてゐる。

3. フィルター

写真は總て光線の作用であるが必要な波長の光線を通じ、不必要又は害を及ぼす光線を遮るのがフィルターである。

a. **暗室用安全ガラス** 暗室の照明は写真材料にカブリを與へない限度に於

て明るいのを理想とする。市販品も容易に手に入るが、

i 黄色フィルター ガラス 100 cm² に 6%ゼラチン色素液を 7cc 塗布し、自然乾燥する。かくして出来たガラス板はフィルターとなる。ゼラチン色素液は 6%ゼラチン溶液 1000cc, 4%ナフトールオレンジ又はタートラチン溶液 20cc。これはガスライト紙用である。

ii 赤色フィルター これは整色乾板用である。6%ゼラチン溶液 100cc, デュンケルカンメルロート液 (1:20) 20cc を前述の如くガラス板に塗る。

iii 緑色フィルター これは汎色乾板用である。8%ゼラチン溶液 120cc ナフトールグリユン 1g, フィルテルブラウ 1%溶液 4~5cc。

b. 寫眞撮影用フィルター ガラスに色を附けたものと、色素を含むゼラチン膜をガラスの間にバルサム付けしたのものがある。孰れにしても膜面が完全な光學的平面でないといけない。整色乾板には黄色フィルターを掛け紫外線の大部分と紫青の一部を吸収する。汎色乾板には緑色フィルターを掛ける。赤外線乾板には淡赤又は濃赤色フィルターを使用し可視光線の大部分を遮る。

c. 特殊フィルター 各種実験用には種々のフィルターがある。

藍色光フィルター 感光度測定に於て電球を光源にして、そのエネルギーの波長分布が太陽光線のそれに近くなる様に掛けるフィルターで、デビス、ギブソンフィルターがある。色温度 2360°K で 3 板の光學平面硝子の間に 2 つの液層フィルターを組合せる、A 液は硫酸銅 3.707g マンニット 3.707g, ビリデイン 30cc, 水を加へて 1000cc とす。B 液は硫酸コバルトアムモニア 26.827g, 硫酸銅 27.180g 硫酸 (比重 1.835) 10cc, 水を加へて 1000cc とす。

4. 増感及び減感

増感 臭化銀の固有感光波長域より以外の波長に感ずる作用。前記整色乾板、汎色乾板、赤外線乾板等は皆これを利用したものである。これは感光性色素を使用し、その色素の感光波長域に感ずる物であるが色素を乳剤と共に混ぜる乳剤法と後で乾板を溶液中に浸す浸漬法とがある。今浸漬法の處方を 1~2 挙げると、

a) エリスロシン溶液 水 100cc アルコール 50cc, エリスロシン 1/500 溶液 1.5cc これに乾板を 4 分間浸漬して急速に乾燥する。これは整色性を示す。

b) ビナクロム溶液 水 100cc, アルコール 50cc, ビナクロム 1/1000 溶液 3cc これに乾板を 4 分間浸漬して急速に乾燥するこれは汎色性を示す。

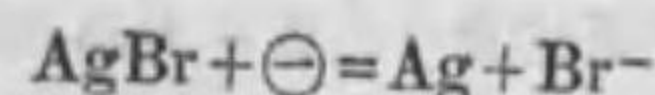
減感 或種の染料は潜像を破壊する事なくしてハロゲン化銀の感光度を低下し、明るい光の下にて現像を可能ならしめる作用がある。この作用を減感と言ふ。最普通に用ひられるのはビナクリプトールグリユンである。乾板をその 1/5000 溶液中に 3~6 分漬し、2 分間水洗後現像する。赤外線乾板、汎色乾板を赤色光下に現像し得るので便利である。

J. M. Eder u. Lüppo-Cramer: Sensibilisierung u. Desensibilisierung (1932)

尾形輝太郎, 感光色素 (昭和 8 年)

5. 現像及び定着

1. 現像 現像とは感光したハロゲン化銀を還元して金属銀とする操作である、即ち次の反應に當る。



この銀は潜像銀核の周圍に蓄積して像を作る。

現像液は現像主薬、酸化防止剤、促進剤、抑制剤よりなる。主薬はメトール、ハイドロキノンの様にベンゼン核に -OH 又は -NH₂ が 2 個以上附いた有機化合物でこれがアルカリ性を帯びると還元性を示す。酸化防止剤はハロゲン化銀を還元する前に現像液が空中酸素に依り酸化される事を防ぐ亜硫酸ナトリウムである。促進剤は炭酸ナトリウムである促進剤は炭酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、硼砂等で主薬と共にアルカリ性を示す、抑制剤は共通イオンの作用に依り反應速度を調節する臭化カリウムである。

現像液は各感光材料に指定した處方に依るのが一番安全であるが、次の参考書には多數處方が記載されてゐる。

J. M. Eder: Rezepte, Tabellen u. Arbeitsvorschriften (1933)

British Journal Photographic Almanac (毎年)

鈴木八郎 寫眞處方集。

今代表的なものを數種あげると。

a. メトール、ハイドロキノン現像液, ID. 2

これは最普通で萬能である、メトールは國によりエロン、ジエノール等商品

名が變る。

メトール 1g, 無水亞硫酸ナトリウム 75g, ハイドロキノ ン 4g, 無水炭酸ナトリウム 50g, 臭化カリウム 1g, 水を加へて全量を 500cc とする。これは貯藏液で平皿現像にはこの 1 部に水 2 部を加へ、タンク現像にはこの 1 部に水 5 部を加へる。温度は 18~20°C 以内に保つ事。

b) 日本寫眞學會指定感光度測定用現像液 メトール 3g, 無水亞硫酸ナトリウム 50g, ハイドロキノ ン 6g, 無水炭酸ナトリウム 25g, 臭化カリウム 1g 水を加へて全量 1000cc とする。使用に當りてこれを 2 倍に稀釋す。

c) 印畫紙用 ID-36 メトール 3g, 結晶亞硫酸ナトリウム 100g, ハイドロキノ ン 12.5g, 結晶炭酸ナトリウム 187.5g, 臭化カリウム 0.75g, 水を加へて 2000cc とする。

d) パイロ現像液 ID-4 MQ に次いで良く用ひられるパイロ現像液は強力であつて露出不足の陰畫を現像するに適する。これは乾板を黄色く染めるので極薄の陰畫でも充分焼付に適する。

A 液メトール 2g, 異性重亞硫酸カリウム 6g, ビロガロール 6g, 水を加へて 500cc とする。B 液結晶炭酸ナトリウム 100g, 水を加へて 500cc とする。使用する際同量の A, B 液を混ぜる。

e) 最大エネルギー現像液 D-82 これも露出不足の陰畫に適する強力なもので、メトール 16g, 無水亞硫酸ナトリウム 60g, ハイドロキノ ン 16g, 水酸化ナトリウム 10g, 臭化カリウム 10g, 水を加へて全量 1000cc とする、アルコール 50cc を加へて、ハイドロキノ ンの溶解を助ける。

f) 最大コントラスト現像液 コントラストの小さな被寫體、古文書の複寫、司法寫眞等に用ひる。A 液ハイドロキノ ン 25g, 重亞硫酸ナトリウム 25g, 臭化カリウム 25g, 水を加へて全量を 1000cc とする、B 液は水酸化ナトリウム 50g, 水を加へて全量を 1000cc とする。使用の際 A, B 液の同量を混合する。

g) 調整現像液 コントラスト大なるもので光輝部と陰影部の兩方を共に完全に現す爲に K. Jacobsohn 氏の呈出した處方は水 1000cc, ビロガロール 2.5g, 異性重亞硫酸カリウム 2.5g, 結晶亞硫酸ナトリウム 20g, 結晶炭酸ナトリウム 13g 現像時間は 18°C で 5~15 分がよい。

h) 高温現像液 高温で現像する必要がある場合水 1000cc に無水亞硫酸ナ

トリウム 30~50g, クローム明礬 20g を溶解濾過したものにアミドール 5g を加へ、臭化カリウム少量を添加したもの。

1) 微粒子現像液 小型カメラの隆昌に伴つて、引伸しをする事が多くなつたので、還元力の弱い現像液で銀粒子をなるべく細かくしようとする様になつた。メトール 2.5g, 無水亞硫酸ナトリウム 25g, ハイドロキノ ン 1.25g, 重炭酸ナトリウム 15g, チオ硫酸ナトリウム 0.5g, 水 1000cc 現像は 18°C で 0~15 分續ける。

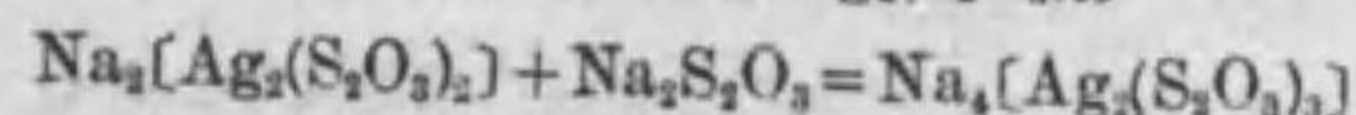
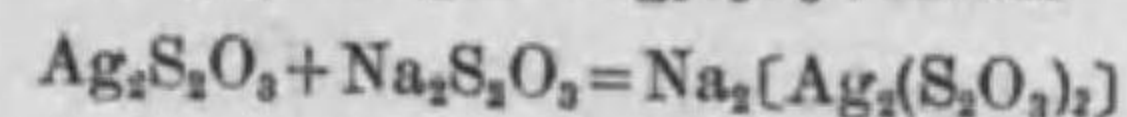
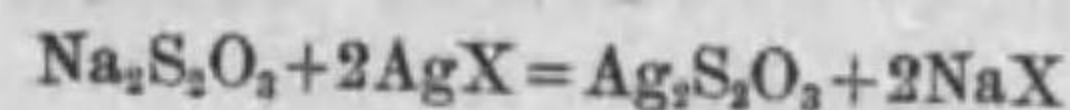
j) 微粒子 D-76 メトール 2g, 無水亞硫酸ナトリウム 100g, ハイドロキノ ン 5g, 硼砂 2g, 水 1000cc これは前者よりは還元力大である。

k) 物理現像法 畫像銀を感光主體であるハロゲン化銀より得ること無く添加した銀鹽類より得る現像法であるが、一般に時間かゝり色調悪く、理論的興味はあつても實際的利益はない。これは然し既に現像定着した乾板の濃度を増すにはよい。その處方の 1 例は A 液水 150cc, 亞硫酸ナトリウム 18g, 10%硝酸銀 7.5cc, B 液水 100cc, 亞硫酸ナトリウム 2g, パラフェニレンジアミン 2g, A/B=5/1 の割合にする。

係數現像法 Watkins 氏の始めた方法であつて光輝部の現はれ始めた時間に掛けて現像終結の時間を算定する係數でこれが現像液に依つて異なる。グリシン 8, ハイドロキノ ン 5, メトール 30, パラアミドフェノール 16, パイロ 7, メトールハイドロキノ ン 13, アミドール 20

現像停止液 現像終了後定着前原板をこの中に浸すと現像の進行が止まり且定着液を長く保たせる。水 1000cc 氷醋酸 15cc

2. 定着 銀像を犯さずして未露光のハロゲン化銀を溶解し去る操作で専らチオ硫酸ナトリウム濃溶液を使ふ。その反應は



チオ硫酸ナトリウムの量に依つて $\text{Na}_{2m}[\text{Ag}_2(\text{S}_2\text{O}_3)_{m+1}]$ の錯鹽が出来これが水に溶ける。

定着液の處方の 1 例を挙げると水 1000cc, チオ硫酸ナトリウム 250g, 異性重亞硫酸カリウム 25g

硬膜定着液 夏期水温が昇るとゼラチン膜が剥げるのでこれを硬化する目

的で用ひる。水 1000cc, チオ硫酸ナトリウム 250g のハイポの液と硬膜液無水亜硫酸ナトリウム 10g, 氷醋酸 15cc 明礬 10g 温水 100cc を使用する。硬膜液を作るには半量の水に亜硫酸ナトリウムを溶かし、醋酸を加へ、他の半量の水に溶かした明礬を混じり攪拌しながらチオ硫酸ナトリウム溶液に加へる。

3 水洗と乾燥 定着を終つたものは可溶性チオ硫酸銀複鹽及びチオ硫酸ナトリウムを溶かし去る爲に水洗する。之等が残つてゐると變色する危険があるから充分に水洗する必要がある。30 分～1 時間もすればよい。

乾燥は塵埃の少い所で行ふ、膜面を互に外向きにし、膜面同志向き合ふ所は少し間を置く。迅速を要する時はメタノールに浸して乾燥する。

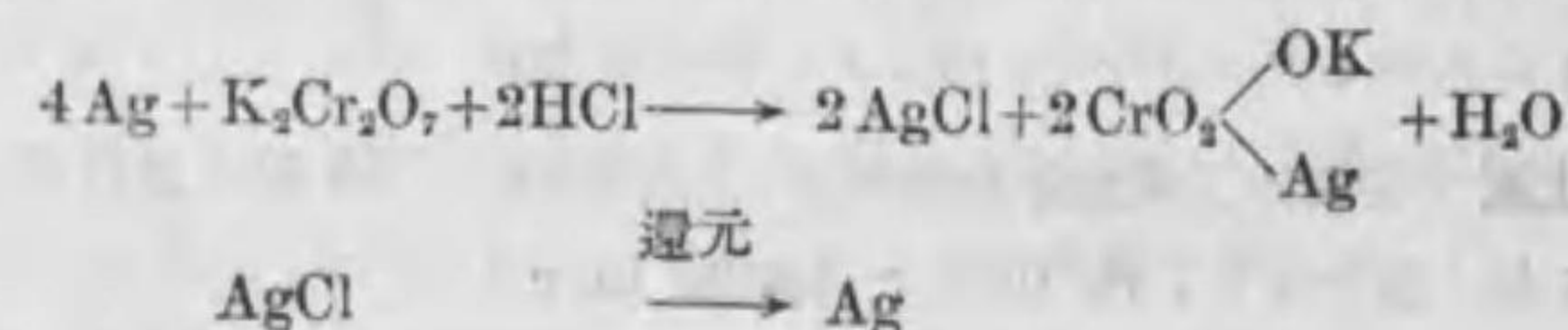
参考文献 Nietz: Theory of Development.

6. 補力, 減力及び調色

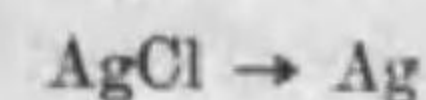
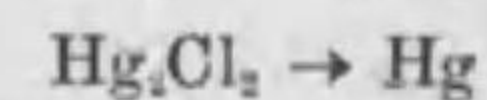
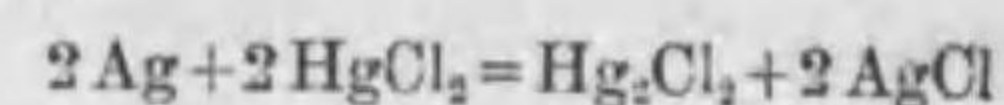
現像定着を経た陰面が焼付に不適當な程薄い濃度を持つて居る時は之に補力を施す。反対に餘りに濃過ぎる時は減力を施す。

1. 補力法

a) **重クローム酸補力法** 水 1000cc, 鹽酸 (30%) 5cc, 重クローム酸カリウム 2g の水溶液で漂白し、漂白畫像は水洗後 MQ 又はアミドール現像液 (水 1000cc, 無水亜硫酸ナトリウム 3g, アミドール 0.5g) で現像する。

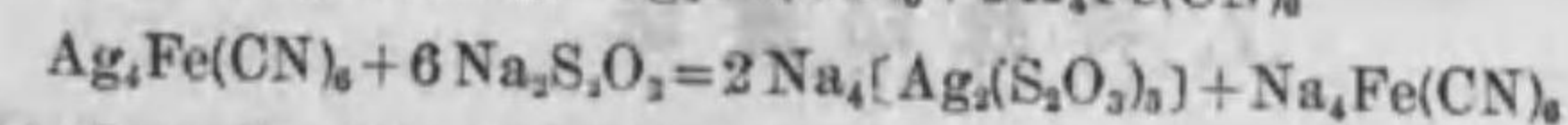
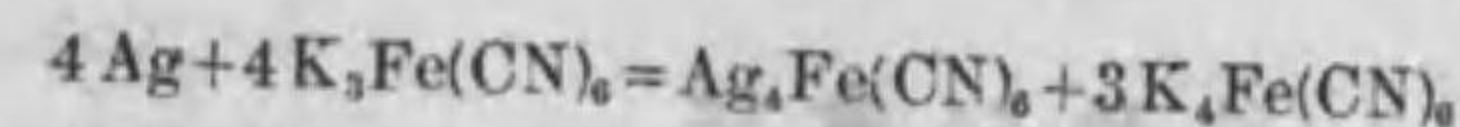


b) **水銀補力法** 水 1000cc, 臭化カリウム 20g, 昇汞 20g の溶液で漂白し、水洗後アムモニア水 (30%), 亜硫酸ナトリウム (10%), 又は現像液にて黒化する。

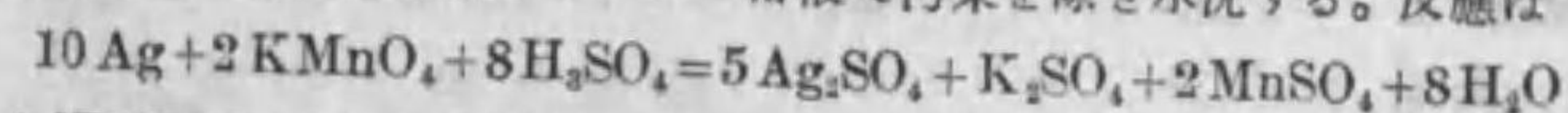


2. 減力法

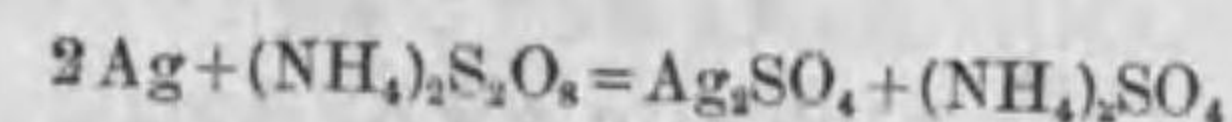
a) **ファーマーの減力液** A. 水 200cc チオ硫酸ナトリウム 20g B 水 100cc 赤血鹽 10g A:B:水=100:5:100 の割合に混合した溶液に原板を浸漬して、適當に減力せられた時水洗する。



b) **過マンガン酸カリウム減力液** 過マンガン酸カリウム 0.5% 溶液 1 部, 濃硫酸 1% 溶液 1 部, 水 5 部を混合して減力し、適度に減力した後に新鮮な酸性定着液か酸性亜硫酸ナトリウム溶液で汚染を除き水洗する。反應は



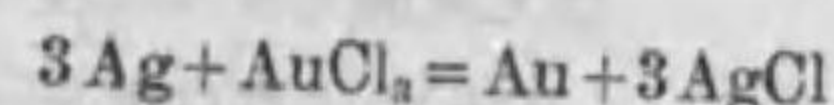
c) **過硫酸アムモニア減力液** 過硫酸アムモニア 2g, 1% 硫酸 200cc, 水 800cc の溶液にて減力し、10% 亜硫酸ナトリウム溶液にて停止し水洗する。



3 調色 銀粒子のみより成る黑白の畫像を他の色調に變ぜしむる事を調色と言ふ。銀を他の金屬にて置換せしめる方法。銀を媒染體に化してこれに染料を吸着せしめる方法等がある。

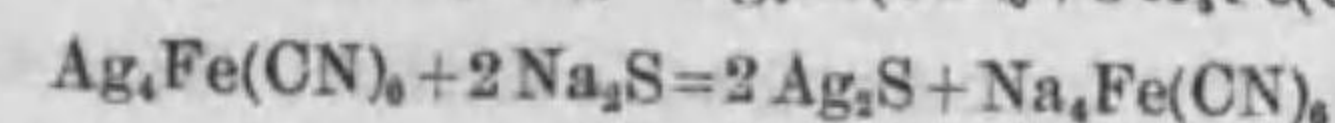
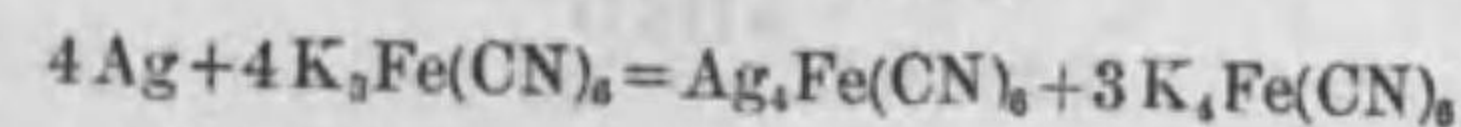
a) **金調色法** ガスライト印畫に褐赤色調を與へ、セピア印畫には淡黄色より米赤色調に至る各色調を與へる。

A, 水 200cc 鹽化金溶液 (1:100) 50cc B. 水 20cc チオシアン酸アンモニア 3g, A 液に B 液を加へる時は赤色沈澱を生成すこの沈澱の溶解する迄更に B 液を加へる。



b) **セピア調色** (漂白調色法)

最初水 100cc 臭化カリウム 7g, 赤血鹽 5g の漂白液に 3~10 分, 水洗後 (水 100cc 硫化ナトリウム 1g より成る調色液に 1~3 分浸漬しよく水洗する。その反應は次の如く硫化銀にするのである。



c) **ウラニウム調色** 硝酸ウラニウム (1:10) 5cc, 赤血鹽 (1:5) 5cc, 氷醋酸 40cc, 水 80cc の液中に浸すと黒色畫像が赤褐色に變ずる。赤色畫像は $\text{K}_4(\text{UO}_2)_4 \cdot (\text{Fe}(\text{CN})_6)_4$, 褐色畫像は $(\text{UO}_2)_3\text{K}(\text{Fe}(\text{CN})_6)_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ であると言はれる。

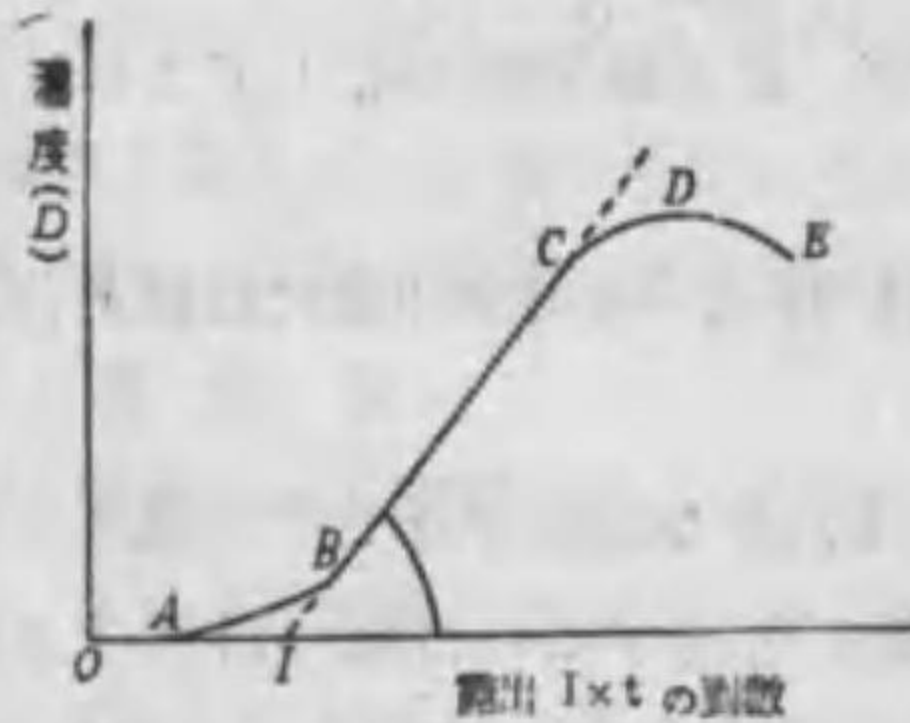
此外水銀鹽褐色, 銅鹽褐色より赤紫色。鐵鹽青, ニッケル鹽綠, ヲアナヂウム鹽綠等である。

7. 特殊印畫法

特殊印畫法は現像紙印畫以外の印畫法を總括したものであつて銀印畫法(食鹽紙、鶏卵紙法)。鐵印畫法(青寫眞法、カリタイプ、白金タイプ)。クローム印畫法(カーボン法、オゾブロン法、プロモイル法)等があるが之等は此處には省略する。

8. 感光度測定法

濃度曲線 寫眞感光材料の感光度を測定する基礎になるものは光の強さ(I)と作用時間(t)の積 I×t に対し濃度(D)を求める濃度曲線で次の圖の如きものである。



圖に於て A はそれだけの光の強さで始めて感光する點。AB 部分は露出不足部分、BC は直線部分で正確露出部分、CD は露出過度部分、DE は反轉部分。直線部分を延長して横軸と交る點を I とし IO に相當する露出をイナーシアと言ふ。

感光度測定法には種々あるが

a) **H&D 法**(ハーダー、ドリフィールド法) これは從來一番よく用ひられた。露出が次々に 2 倍になる様な窓を 9 個あけた圓板を蝸蠟製英國標準蠟燭と乾板との間で回轉して、40~80 秒米燭光に相當する露出を乾板に與へ、濃度曲線を描き 34 なる數字をイナーシアで割つた數を H&D の數とする。

$$\frac{34}{\text{イナーシア}} = \text{H\&D}$$

b) **シャイナー法** 獨逸ではこれが最もよく使はれた。露出が次々に 27% 増す様な 23 個の窓をあけた圓板をベンチンランプ (0.076 燭光) より 1 米の所、乾板の前で回轉して露出を與へる。そして黒變の起る段の番號で感光度をあらはす。即ち A 點を見る譯である。

c) **DIN 法** これは 1933 年獨逸が正式に制定した方法であつて今後盛に用ひられるものと思ふ。眞空タングステン電球色温度 2360°K のものを用ひ、前記デビスギブソン畫色光フィルターと組合せたものを光源とする。

露出は自然落下式フォーカルプレーンシャッターを用ひ $\frac{1}{10}$ 秒光、楔は濃度比 0.1 で濃度 0.1 より 3.0 に至る 30 段を有する。メトールハイドロキノン現像液で最適現像を行ふ。濃度曲線上カブリを除いて濃度 0.1 を有する點の楔の番號を以て表はす $\frac{D^{\circ}}{10}$ DIN この表示法は當分の間シャイナーとの關係を示すもので $\frac{14^{\circ}}{10}$ DIN はシャイナー度で 24° に近いからである。

諸感光度比較表

ハーダー、 ドリフィールド (H&D)	エダー、 ヘヒト (E. H)	シャイ ナー (Sch)	DIN 感光度	NSG 感光度
—	—	—	31	1024
—	—	—	28	512
—	—	—	25	256
11600	122	32	22	128
5600	115	29	19	64
2700	107	26	16	32
1300	100	23	13	16
600	92	20	10	8
300	84	17	6~7	4
150	76	14	3~4	2
72	68	11	1	1
34	60	8	—	0.5
17	53	5	—	0.25
8	46	2	—	0.115
4	39	—	—	0.063

d) **N. S. G 式 1935**

年日本寫眞學會に於て制定したる感光度測定法であつて前記諸法に比して幾多の長所を持つ故將來日本の寫眞材料の感光度を之にて統一したい。

光源はタングステン眞空電球色温度 2360°K を用ひ、デビス、ギブソン畫色光フィルターと組合せる事 DIN に同じ。落下式シャッターの代りに振り式シャッターを用ひ露出は $\frac{1}{10}$ 秒、光楔は階段比 0.1 で 0 より 3.0 までのものと 0.3 の階段で 0 より 5.1 までのものとを兩

方持つ。又縦に色フィルターの縞がある。メトール、ハイドロキノンを主藥とする現像液を用ひて最適現像を行ふ。

感光度表示法はカブリを除き濃度 0.1 の段を求め光楔の其段の黒さの數を對數に持つ眞數を求めると之が其 N. S. G 感光度數である。一般に光量 E 燭米秒を受ける段がカブリを除いて黒さ 0.1 なるとき其材料の感光度は $\frac{0.2}{E}$ N. S. G である。

参考文献 昭和 13 年 7 現在のものより選ぶ。

J. M. Eder: Ausführliches Handbuch der Photographie 全 16 卷よ

り成り、百科辭典的の最浩翰なもの。

A. Hay: Handbuch der wissenschaftlichen und angewandten Photographie. 前者に比して簡單ではあるが内容充實してゐる。

E. von Angerer: Wissenschaftliche Photographie, eine Einführung in Theorie und Praxis (1931) 科學的寫眞を簡單に要領良く書いたもの。次の譯書がある。大島幹義: 科學寫眞の理論と實際。

L. P. Clerc: La technique photographique 佛蘭西語で書かれた唯一の良書。

J. M. Eder: Rezepte, Tabellen und Arbeitsvorschriften (1933) 寫眞操作と處方其他あらゆる必要なデータを網羅してある。

Photography as a scientific implement (1924) 科學寫眞の各部に互り相當詳細に書かれた良參考書。

Monographs on the theory of photography 特殊問題を詳細に取扱つたもので今迄 6 冊出版されてゐる。

E. Stenger: Fortschritte der Photographie (1938) 寫眞の理論並びに實際についてよく書かれてゐる。

藤澤 信: 寫眞(昭和 10 年), 寫眞全般の知識に就いて遺憾なく記述した最良の書。

龜山直人: 寫眞感光の原理(最新科學大系第 10 回, 昭和 11 年), 寫眞感光理論について一貫して書かれた書。

宮田道雄: 感光材料(昭和 8 年), 感光材料製造に関する指針。

長口宮吉: 寫眞化學・特殊印畫法に就いて特に詳しい。

福島信之助: 寫眞化學及び寫眞用藥品(昭和 10 年)。

中戸川秀一: 寫眞百科大辭典(昭和 8 年), 寫眞に関するあらゆる語彙が英佛獨和にて網羅され更に寫眞に関する内外の文献が詳説してある。

鎌田彌壽治: 天然色寫眞(昭和 13 年)。

第 21 編 皮 革

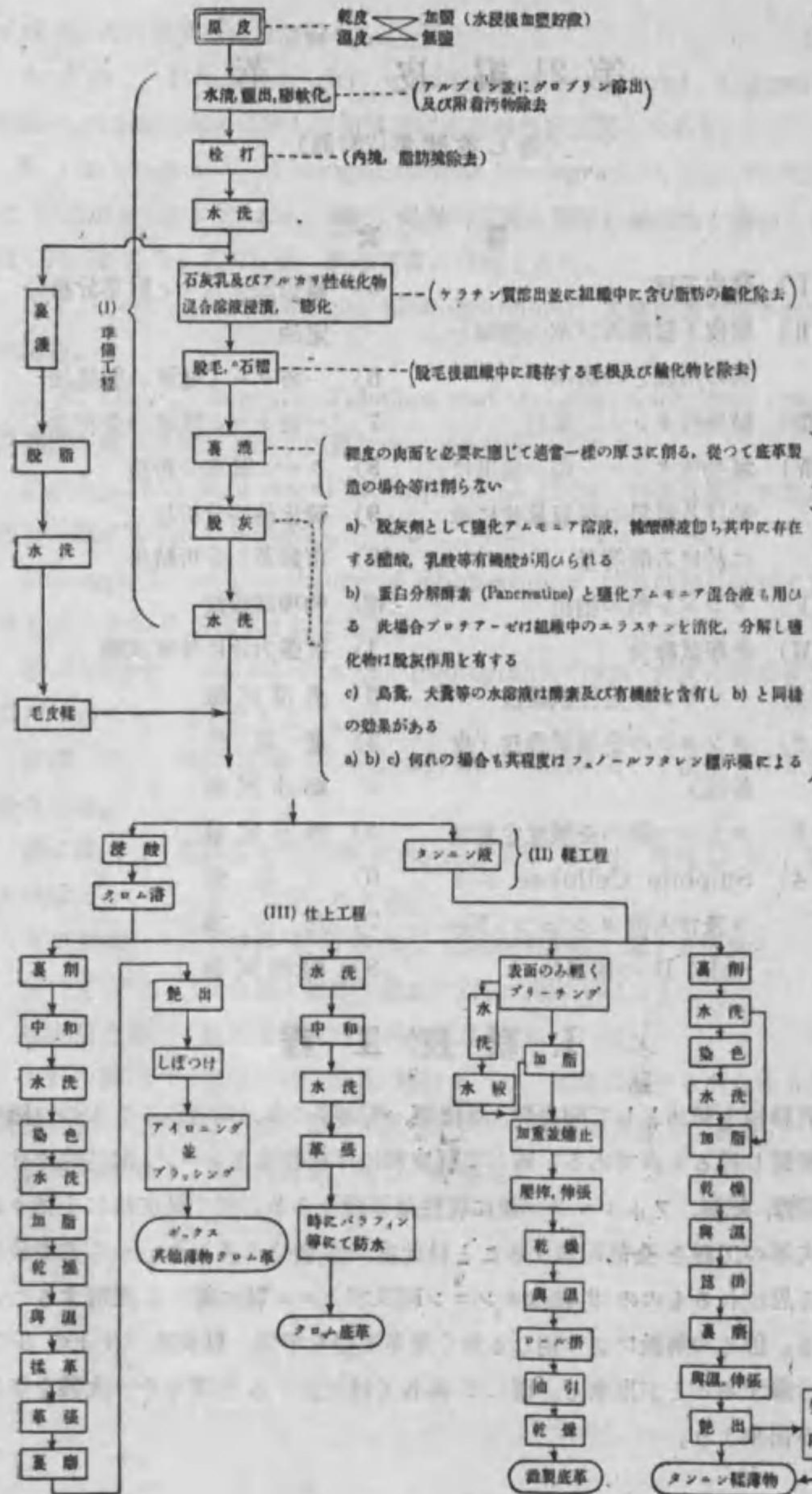
(通し番號第[78]節)

目 次

- | | |
|---|--|
| (I) 鞣皮工程 | 5) 植物性タンニン鞣革分析公
定法 |
| (II) 原皮と鞣法及び革の種類と
其の用途との關係 | 6) 一浴クロム鞣液の製造法 |
| (III) 植物性タンニン原料 | 7) 一浴クロム鞣液の分析法 |
| (IV) 植物性タンニン剤の抽出に
於ける試料の採取量並に水
に於ける溶解量 | 8) クロム鞣革分析法
9) 硫化油の分析法 |
| (V) タンニン剤の抽出 | 10) 市販革の分析結果 |
| (VI) 化學試験法 | (VII) 物理試験法 |
| 1) タンニンの定性試験法 | 1) 抗張力並に伸度試験 |
| 2) タンニンの定量試験法(皮
粉法) | 2) 煮沸試験 |
| 3) タンニン液の全酸度定量法 | 3) 通氣性 |
| 4) Sulphite Cellulose エキ
ス及び人造タンニン Ne-
radol D の検出法 | 4) 耐水試験
5) 吸水試験
6) 有孔性
7) 比重
8) 耐寒試験 |

I. 鞣皮工程

哺乳動物を初めとして爬虫類、兩棲類、魚類等の皮と稱せらるるものは總て革に變質し得るものである。而して鞣皮剤には植物性タンニン、鹽基性クロム鹽、明礬、鐵鹽、フォルマリン並に乾性油等種々ある。従て鞣皮法にも種々あるが夫等の工程を全部記載することは此處では許されてゐないから其中最代表的と思はれるものの 2 法即タンニン鞣及びクロム鞣に就いて圖解することにする。即この解説により明なる如く製革工程を準備、鞣皮及び仕上の 3 工程に分類することが出来る。而して其各工程に於ける作業もその大體を知ることが出来よう。



注意：△……濃鞣底革のときは石摺をやらない。
 ＊……濃鞣底革のときは単に皮の表面のみ脱灰又は全々脱灰しないこともある。従てプロテアーゼは作用させない。

原皮 工程 製品

II. 原皮と鞣法及び革の種類と用途との関係

之は極めて廣範にわたる問題で今之を大別する時は 脱毛せずして利用する

皮革の種類	原皮											
	太三齒	ロビカ	マラロ	カカ	カカ	バセグ	ベキエ	服袋	ボ多	調底	靴	靴
牛馬	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
羊												
豚鹿犬猫鯨鰐												
蛇												
エラブウナギ												
鞣法	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
用途	太三齒	紡	紡	紡	紡	紡	紡	紡	紡	紡	紡	紡

注意：鯨革は底革，調帶革，多脂革，甲革，袋物用，服地用，セーム革代用及びパッキング用等用途が極めて廣い。

もの(その代表的のものは毛皮)と脱毛して利用するものとの2つとなる。以下一般市場に於ける代表的の商品に就きその原料皮、鞣法、製品の商品名及びその用途を表示するに止める。近頃鮫、エラブ鰻、鮭、鯛、鰻、カメレオン、蛇、駝鳥並びに野猪(Wasserschwein)等特殊の皮が袋物、靴甲革、履物等に稱用せらるるに至つたこと及び兔毛皮加工品の流行は一般の知るところである。

III. 植物性タンニン原料

今代表的原料に就きタンニンの植物体内に分布する状態より、夫々を分類すると次の如くなる。

タンニン含有部分	植 物 俗 稱
樹皮(バーク)	榲, ヘムロック, ミモサ, マングローブ, 落葉松, エゾ松, 柳, 白樺
木 質	榲, 栗, ケブラチョ
根	ハマナス
葉	スマック, ガムビヤ, 没食子
果 殻	パロニヤ, ミロバラン, デビデビ

IV. 植物性タンニン剤の抽出に於ける試料の採取量並に水に於ける溶解量

以下記する量は各タンニン剤の分析上必要な採取量である。尙此處に掲げた以外の試料に就ては次項「タンニンを抽出すべき試料の適量」を参考とすべきである。

a) 木質, 樹皮, スベント(澱靱革層よりの再抽出液), *葉, *果殻等を試料とする場合。

タンニン剤	試料(g)	水溶液(cc)
Myrabolans*	20	2000
Valoniacups*	20	2000
Divi-divi*	20	2000
Sumac*	20	2000

タンニン剤	試料(g)	水溶液(cc)
Oak bark*	30	1000
Hemlock	30	1000
Chestnutwood	50	1000
Spent tans	50	1000

b) 抽出物(エキス)を試料とする場合

タンニン剤	試料(g)	水溶液(cc)
Chestnut Ex 35~45° Bé	14	1000
" " 40~60 Bé	12	1000
Myrabolans 0~50 Bé	14	1000
" 50~100 Bé	13	1000
Mangrove 0~50 Bé	14	1000
" 50~100 Bé	13	1000
Quebracho (Solid)	12	1000
Myrabolaus (")	14~15	1000
Maugrove (")	14~15	1000
Cutch (")	14~15	1000

c) タンニンゾルを試料とする場合

濃度計即ベーコメーター (barkometer) 度	試料(cc)	水溶液(cc)
0~15	200	1000
15~25	100	1000
25~40	50	1000
40~60	25	1000

注意: 濃度 60°Brk 以上は其濃度に應じて 15~20g を採り之を 1000cc

ベーコメーター (度)	比重計	ベーコメーター (度)	比重計
100	1.100	5	1.005
50	1.050	0	1.000
34	1.034		

に溶解する。而して、此處で云ふ温度即ち Barko-meter degree と比重計 Westphal balance at 15½°C とは前表の関係にある。

V. タンニン劑の抽出

a) 試料の調製

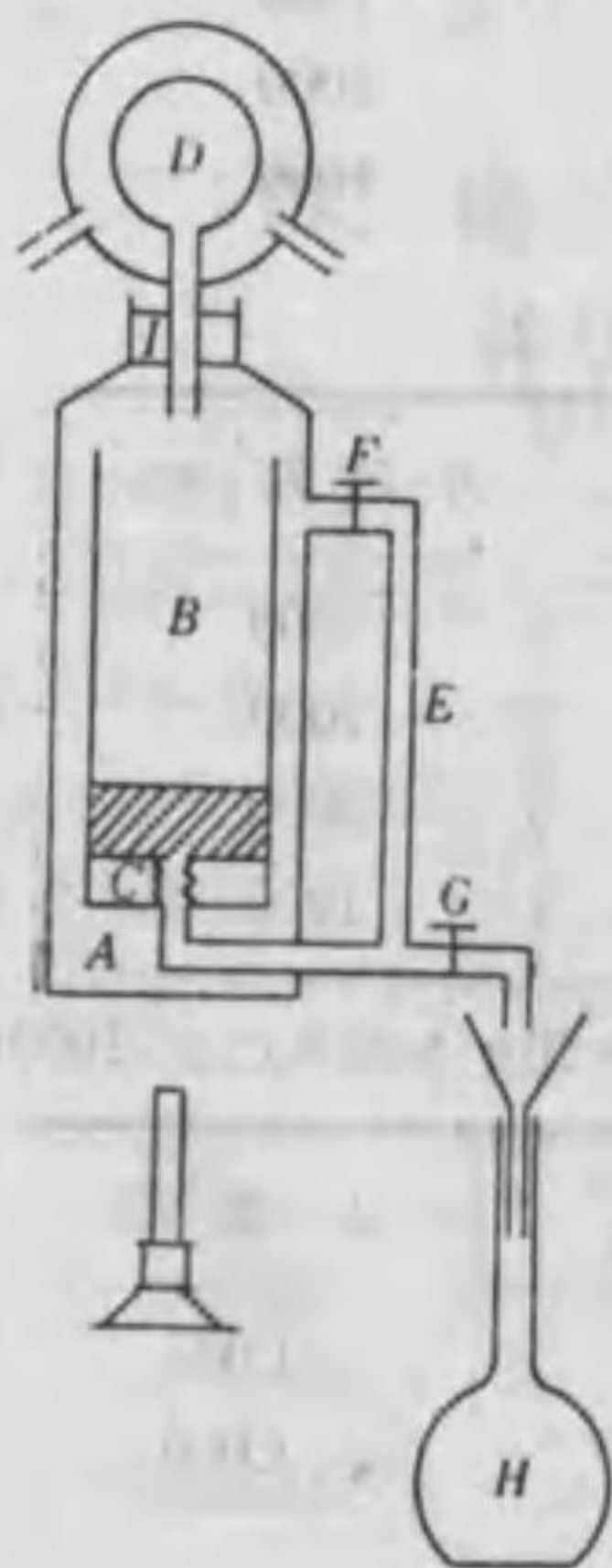
試料は最初その一定量を採り一般法に準じその水分を定量し次に 60°C 以下に於て乾燥し然る後に 20 Meshes/Inch の篩を通る可き様粉碎する。之の目的の爲に筆者は Arther Meisner の Mühl を推稱する。

b) 水分の定量

上記の試料 10g を採り常法により 98°~100°C に於て 16 時間以内に恒量に達せしめる。

c) タンニンを抽出すべき試料の採取適量

上記粗試料よりタンニンを抽出せんとせばその抽出液 100cc 中に實用的タンニン即ち鞣皮性タンニン 0.4g (0.375 より少くても 0.425g より多くても不可) を含有する様に試料を採るべきである。



d) タンニンの抽出

圖に示すが如き抽出器を用ふる。即ち内容 1500 cc の銅製錫鍍金圓筒 A 部と C 部に於て嵌込みを結合せる同質 B 部と同質 D 部冷却器とより成り、初め A 部に約 1000 cc の蒸溜水を入れ、別に B 部にその底部には脱脂綿を置き次に試料を入れその上部にも脱脂綿を置きその上に銅板又はガラス板を重りに用ふ、此際鐵類は一切避けるべきである。斯くして A 部の水は蒸發して D 部に於て冷却され B 部に滴下して試料を抽出し E, F を通じて A 部に溜り漸次その濃度を増す。G 栓は一定時間後抽出液の一部を取出す口である爲最初は之を閉じて置く。尙 F は最初は之を閉し G 部より抽出液の前半を採取後 G 部閉鎖と同時に之を開き抽出液の循環を便にする。而して最後に A 部に溜まる抽出液を I 部より結局受器

H に全部集めるのであるが抽出末期に於ける B 部内の液 1 滴を鹽化鐵の 1% 溶液上に落し呈色反應を検し、同時に 1% ゼラチンゾル上に落して凝固試験を行ひ抽出の完結を認めて抽出を終るのである。

而して木質、樹皮、スベント等を試料とする場合は 2 時間抽出後 H 部に抽出液 500cc を採集し残り約 500cc を以て更に 14 時間抽出を續行する。尙其他果殼、葉等は室温に於て 1 時間浸水し後約 7 時間で抽出を終り此際は全量 2000cc に受集することに規定されてゐる。

注意：若し抽出液が受器の定量を超過する時は之を 80°C に加熱後冷却して容量に到らしめる。

VI. 化學試験法

1. タンニンの定性試験法

a) グリセリン加熱反應……之は Thorpe によるものである。

タンニン 1g を採り之をグリセリン 3cc と 200°C に於て 20 分加熱する。次に之を冷却し少許の水を以て稀釋しエーテルを以て抽出する。斯くてその抽出液を蒸發乾固し、その殘渣を少許の水を以て溶解し次の反應によりカテコール系又はピロガロール系に屬するかを觀る。

試 薬	カテコール (Catechol)	ピロガロール (Pyrogallol)
鐵明礬溶液	綠 色	青 褐 色
臭素水	沈 澱 する	沈 澱 しない
石灰水	反 應 しない	藍 色

尙之等の反應につき試験方法を附言すれば次の如くである。

イ) 鐵明礬反應……タンニンの稀釋液 5~10cc を試験管に採り鐵明礬 (1~2% 溶液) 2~3 滴を加へる時は上記の呈色をなすが兩者時間の経過に従ひ暗色を呈し區別し難くなる。

ロ) 臭素水反應……試験管に 5~10cc の上記タンニン液を採り之に 1~2 滴醋酸を加へ酸性とする。次に臭素水を多少過剰に入れる。カテコール系タンニンの存在する時は直に沈澱する。

ハ) 石灰水反應……消石灰の水溶液を一度濾過してその清澄液を加用する。

b) 醋酸鉛反應……之の試薬は總てのタンニンと沈澱を生ずるが醋酸の存在に於てカテコール系タンニンの沈澱を防げる。即ち 5cc のタンニン稀釋溶液を採り之に醋酸 2cc と醋酸鉛 4~5cc とを加へる。此際ピロガロール系タンニンのみ沈澱する。

c) ゼラチン食鹽溶液反應……食鹽の 10% 溶液 100cc 中にゼラチン 1g を溶解して試液を造る。而してタンニン溶液 5~10cc 中に之の試液を滴下する時は總てタンニンの存在に於ては沈澱する。(Sulphite cellulose extract も之の反應を呈する)

d) フォルムアルデヒド反應 (Stiasny 法)……フォルムアルデヒドは鹽酸の存在に於てタンニンと縮合物を造りカテコール系タンニンは完全に沈澱する。Stiasny, Wilkinson 兩氏によればタンニン液 50cc (3% タンニン含有) をレフラッタスコンデンサーを付け之に鹽酸 5cc と 40% のフォルマリン溶液 10cc とを混和して ½ hr 煮沸する。而してその濾液 10cc に 1% の鐵明礬溶液 1cc と固形醋酸ナトリウム 5g とを加へ前表鐵反應を觀る。

其他種々なる試験法があるが此處には夫等の記載を省略する。

2. タンニンの定量試験法 (皮粉法)

分析用抽出液の濃度は前記の如く室溫に於てその 100cc 中約 0.4g タンニンを含有すべきである。尙エキスを溶解するには 85°C の蒸溜水 900cc を以て處理する。而して上記の如く準備されたタンニン液は水を以て迅速に 20°C に冷却するか又は徐々に放冷し (19°C 以下に冷却しては不可) 正確に 20°C に於て 1000cc の補正目盛に保ち直に分析に供する。[附記: 尙固形又は粉狀エキスは試料をビーカー内に秤量し之に 85°C の蒸溜水 100cc を注ぎ之を湯煎上に移して均一に溶解せしめる。次に直に内容 1000cc のフラスコに 85°C の蒸溜水 800cc を以て洗ひ移し前文の如く冷却して 20°C に於て 1000cc の補正目盛に保ち以下之に準ずる]

如斯分析用稀釋溶液が準備されてから、次の項目に涉り分析される。

a) 全固形分 (Total Solids)

前記稀釋溶液を徐々に均一に混合して、硬質硝子製又は銀製平底皿 (直径 2¾~3 inches) に 100cc をピペットで正確に採り學會規定の Combined Evaporator and Dryer を用ひ 98°~100°C に於て 16 時間以内に恆量に達せしめる。

b) 水分

100%—全固形分%より得られる。

c) 溶性固形分 (Soluble Solids)

この分析には S. & S. No. 590, 或は Munktells No. 1F, 15 cm の濾紙を使用する。先づカオリンを 2g ビーカーに採り, 20°C の蒸溜水 200cc を以て 1 時間浸漬し其の結果フェノールフタレインに對して中性で其の 100cc 中に溶解する溶性固形分は 1mg 以下である様にする。斯くて其の水を除去し, 次に 100~200cc の前記タンニン液を注ぎ硝子棒を以て, 十分攪拌して其の儘濾紙上に注ぐ, 而して 25cc 位濾液が集積出来たらば再び濾紙上に其の濾液を注ぎ結局 1 時間此の事を繰返す時は濾紙の表面は完全にカオリンを以て被覆されることになり, 其の所を通過する液は透明となる。斯くて若し濾紙上に液が残留する時は靜かに注意してそれを除去する。斯くて更に新液を濾紙上に注ぎ濾液 100cc を前記の皿に採り前記 (a) 同様乾燥秤量する。而して原液及び濾液の溫度は正確に 20°C に保つべきである。從て恆溫室に於て實驗を行ふか又は便宜な方法を適用すべきである。而して濾斗及び受器は共にカバーして蒸發による實驗誤差を防止すべきである。

d) 不溶性分 (Insolubles)

(全形固分)—(溶性固形分)より得られる。

e) 非タンニン分 (Non-tannins)

此際用ふる皮粉は Woollytexture を有し十分脱灰せられ, 其の絶対乾物 10g を中和するには N/10 NaOH 12~13cc を要する如き酸度にピッケルせるものを使用する。

先づ皮粉をその重量の 10 倍量の蒸溜水中に徐々に軟化する迄浸漬する。別に $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ の 3% 溶液を用意して置き, 空乾皮粉の重量に對して 3% になる様にクロム明礬を添加する。そして數時間攪拌して, 1 夜間放置する。

次に皮粉を約 30cm 位のリンネン製布で包み手で絞つてから直ちにその儘内容 1000cc の磁製蒸發皿又は硬質ビーカーに入れる。包を開いて布の縁を夫等容器の縁に掛けて皮粉の上に該皮粉の重量の 15 倍の蒸溜水を注いで十分浸水する。而して 15 分間浸水後手で水を押し再び前と同量の水に浸す。斯る操作を 1 時間即ち 4 回繰返すのである。かくて皮粉は水分 73% を含有すべきで

ある。熟練すれば上記の方法により可成正確に73%の水分を含有する Wet hide powder を得られるのであるが必要に応じては press を用ひても良い。この状態の皮粉は丁度生皮の含水状態に近似的関係にあるためこの皮粉にタンニンを吸着結合せしめてそのタンニン剤の有効成分を決定し、それより間接に非タンニン分を決定するのである。されば皮粉法によるタンニン分析用湿皮粉の水分は出来得る限り73%を保ち71%より少きも74%より多きも不可である。別にこの状態に於ける湿皮粉を約20gを秤量し、常法によりその水分を定量する。其の温度は98°~100°Cで16時間以内に恆量に達す。而して前記各濃度に於けるタンニン液200cc分析用としては絶対乾燥皮粉12½gを適量となし12.2gより少くとも12.8gより多くとも不可である。即ち同上の乾皮粉量に相當する湿皮粉を秤り之にタンニン液200ccを注ぎ直ちに10分間攪拌器に懸ける。次に直ちにそれを麻の上布を通じて搾りその濾液即ち非タンニン液にカオリン2gを加へて、十分攪拌し濾紙を通じて濾液の清澄を待つ(前記溶性固形分の分析参照)かくて平底皿に100ccを採り前記全固形分同様に乾燥恆量とする。

非タンニン分の重量の決定には湿皮粉中に含有する水分を考慮して補正算出する必要がある。筆者は此の際受器に細口200cc入り試薬瓶を使用し細口に濾斗を接続し濾斗を時計皿で覆ひ蒸發を防ぐことをすゝめる。

尙タンニン分析に際しその濃度と乾皮粉必要量との好條件の割合は次の如くである。

100cc 中タンニン含量 (g)	該タンニン液200ccに對する乾皮粉の必要量 (g)
0.35~0.45	9.0~11.0
0.25~0.35	6.5~9.0
0.15~0.25	4.0~6.5
0.00~0.15	0.0~4.0

f) タンニン分

溶性固形分 (Soluble Solids) — 補正非タンニン分 (Corrected non-tannin) よりその有効タンニン量を知ることが出来る。

3) タンニン液の全酸度定量法

タンニン液 cc 栓附シリンダーに入れゼラチン液 50cc を注ぎ更に水を加へ

てその全量を250ccにする。次にそれにカオリン15gを加へ強く振盪する。斯くて少くとも15分静置しその上澄液30ccを採り之に水50ccを加へ、ヘマチン溶液を指示薬としてN/10 NaOHで滴定する。N/10 NaOH 1ccは醋酸として0.2%に相當する。尙pH價を適當なる方法で測定すべきである。

附記：(a) ゼラチンの1%液はヘマチンに對して中性を示しそのゼラチンゾル1000cc毎に95%の酒精25ccを添加すればその泡立つことを防止する。若し市販ゼラチンより造つた上記濃度のゼラチンゾルがアルカリ性を呈する時はN/10 CH₃COOHで、酸性を呈すればN/10 NaOHで中和すべきである。

(b) ヘマチン溶液は冷、中性95%酒精100cc中にヘマチン½gを溶解して造る。

注意：

タンニン液分析に當り連続實驗が不可能なる時は氷室を使用するよりも試料にthymol 0.03%亦は他の適當なる醗酵防止剤を滴加して置くべきである。

4) Sulphite-cellulose エキス及び人造タンニン Neradol D の檢出法

鞣皮溶液中にSulphite-cellulose エキスが存在するや否やは之を試験管に採りアニン 2.05ccを加へ十分振盪し更に濃HCl 2ccを添加して振盪する。此の際若し沈澱を生ずれば其の存在を示す。Sulphite-cellulose エキス及びNeradol Dは同一の反應を呈す。

5) 植物性タンニン鞣草の分析公定法

a) 試料の調製……分析用革は細切するか又は粉碎器により細粉にする。

b) 水分……試料10gを採り95°~100°Cに於て16時間乾燥し恆量に至らしめる。

c) 脂肪……空乾試料5~10gを採りソックスレー脂肪抽出器により溶剤石油エーテルを用ひ80°C以下に於て完全に抽出する。抽出後は受器中の溶剤を蒸發除去し恆量にする。

d) 灰分……試料10~15gをクルシブル中で、最初は徐々に後刻強烈に常法により燒却する。而して若し炭素の全量を燃焼し難い時は灰分に温水を注ぎ無灰分の濾紙を以つて濾過し更に燃焼を續行し、夫等の全灰分を集める。此際小許の強硝酸を滴加して酸化を助けることもある。

e) 水溶性成分……試料30gをパーコレーター内に一晝夜間浸漬してから50

°C の水を以て 3 時間抽出しその全量を 2000cc にする。この抽出液より前述の方法により全固形分と非タンニン分とを定量する。

f) グルコース定量法……先づ順序として豫め次の如くフェーリング液を用意する。

イ) 硫酸銅溶液: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 34.639g を蒸留水に溶かし其の全量を 500 cc としアスベストを通じて濾過する。

ロ) アルカリ性タートレート溶液: ロッチエレー鹽 173g 及び苛性ソーダ 50g を水で溶かし全量を 500cc に薄める、而して 2 日間静置してからアスベストで濾過する。

かくて a), b) が用意されてから分析をする。

革の抽出液 200cc を内容 500cc のフラスコに採り之に醋酸鉛の飽和溶液 25cc を加へ 5~10 分間時々振盪し濾過する (濾斗及びビーカーは蒸發を防ぐために覆ひを施すべきだ) 濾液に過剰の固形醋酸加里を加へ 15 分間時々振盪してから濾過する。濾液が不透明の間は濾過を繰返す。次にその濾液 150cc を内容 600cc のエルレンマイヤーフラスコに採りそれに濃鹽酸 5cc を注加し、2 時間逆流冷却器を附して處理する。次に之を冷却しフラスコ内にリトマス試験紙の小片を入れ、無水炭酸ナトリウムを以て中和し 200cc の目盛附フラスコに移しその容量迄水を加へる。次に二重濾紙を以て濾過する。濾液は透明であるべきで、この濾液は dextrose (即ち d-glucose) の定量に供される。即ち内容 400cc のビーカーに前記硫酸銅溶液 25cc とアルカリ性タートレート液 25cc とを採り良く混合し次にその中に上記の含糖液 50cc を注入し正確に 4 分にて沸騰せしめ更に 2 分間煮沸する。(この實驗の正確を期するためには豫め硫酸銅及びアルカリタートレート各 25cc に水 50cc を 400cc のビーカーに採り正確に 4 分で 100°C に達する様、ベンゼン、其の他の熱源を調整すべきである。) 次にアスベストを通じて濾過し徐々に熱湯、次に酒精、最後にエーテルを以て洗淨する。斯くてそれを ½ 時間 Water Oven で乾燥し Cu_2O (Cuprous Oxide) とし秤量しその結果より Munson & Walkers Table により dextrose の含量を算出し百分率で表はすのである。而して此處に用ふるアスベストは良質のものを使用し、豫め HNO_3 中に浸漬、洗淨し次に NaOH 溶液中に浸漬中和し後十分水洗する。斯くてそのアスベストをグーテタルシブルに注意して詰めてから初め熱湯で、次に酒精、最後にエーテルを以

て洗淨し ½ 時間 Water Oven で乾燥秤量し置く、而してアスピレーターの真空度も均一に保つべきである。

尙一般にピロガロール系タンニン液の含糖量も此の方法によつて定量されるのである。

g) 窒素……キエールダール法の別法ガンニング法によることに成つてゐる。而して試料として革 0.7g¹ を分解フラスコに採り之に粉末状硫酸加里 10g 及び濃硫酸 15~25cc (平均 20cc) を加へそのフラスコを幾分傾斜し最初 5~15 分間は硫酸の沸騰點以下で加熱する。此際少許のパラフィンを添加し置く時は泡立を防止することが出来る。次に熱を高め遂に其の液が全く透明になり殆ど無色に至る迄煮沸する。此際分解所要時間は 4~5 時間である。冷却後その分解産物即ち硫酸アンモニウムを水約 200cc を以て稀釋し次に NaOH 溶液を以つて中和し更に強アルカリ性となす時は硫酸アンモニウムは分解せられ、アンモニアはコンデンサーを通じて、標準酸液の規定量を充す受器に到り中和される。その所要時間は大體 40 分乃至 1½ 時間である。斯くて蒸溜後標準アルカリ液を以て受器中に残留する酸度を檢し逆算して分解せられた NH_3 量を知りそれより革中に含有する N を換算する。尙本實驗をなすに當り、最初装置を組立て水を煮沸して各接合部の完全なるや否やを檢することは必要である。尙此處に用ふる規定液は一般には N/10 を使用し、指示薬にはコチニールを用ふる規定であるが、筆者の考としては pH 範圍 6.0~7.6 の Bromthymol blue を用ふべきである。尙分解並に蒸溜装置もマイクロ型又はマクロ及びマイクロの中間型を用ふべきで之等に関しては將來種々改良の餘地が多い。

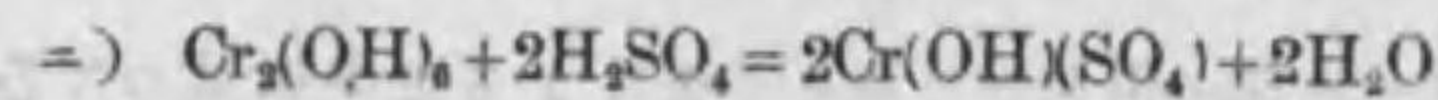
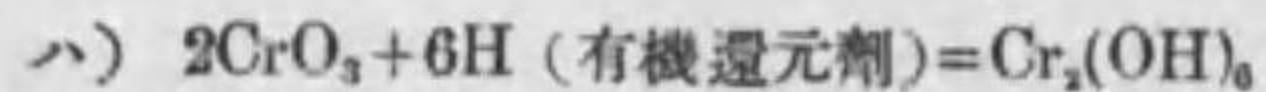
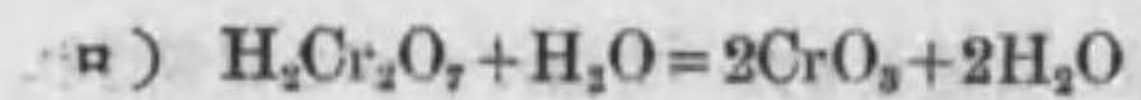
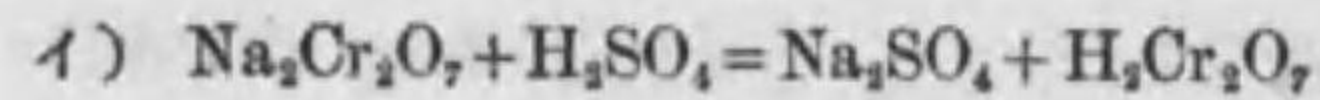
6) 一浴クロム鞣法の製造法

a) $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液にアルカリ例へば Na_2CO_3 又は NaOH の溶液を加へて所謂鹽基性クロム鹽の溶液を造り之を鞣液とする場合、 $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{CO}_2 + 2\text{CrOHSO}_4$

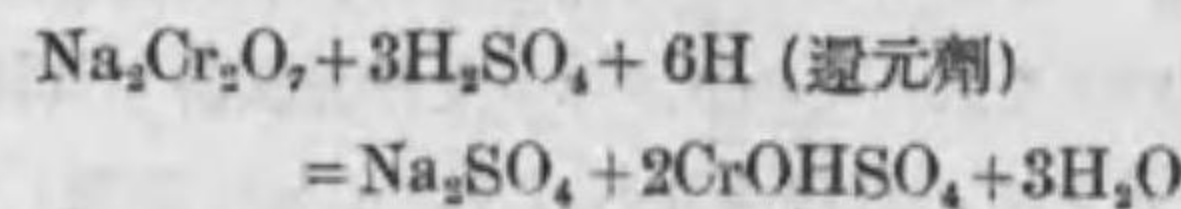
b) $\text{K}_2\text{SO}_4\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ 溶液に適度のアルカリを添加して鞣液を得る場合

c) 重クロム酸鹽(カリウム又はナトリウム)に硫酸を加へて CrO_3 を生ぜしめ還元剤を以て $\text{Cr}_2(\text{OH})_2$ とし水酸基の一部を酸根にて置換し適度の鹽基度を有する鞣液を得る。還元剤には有機、無機種々あるが其代表的のものは前者に於ては glucose、後者に於ては Hypo である。今其の反應を考察するに

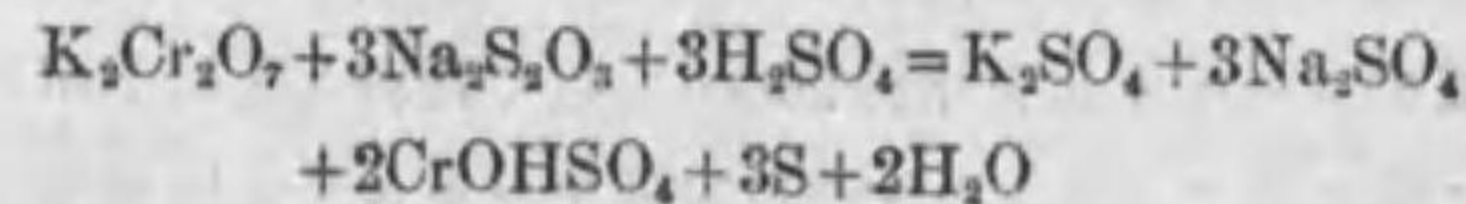
次の如く考へられる。



従て各上式を總括して次の如くなる。

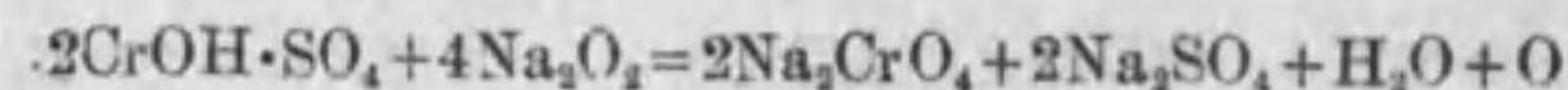


尙同様にして無機還元剤次亜硫酸ナトリウムの場合も次の反応式が成立する。

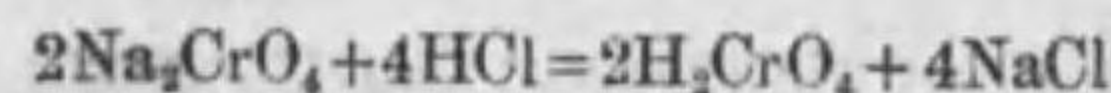


7) 一浴クロム鞣液の分析法

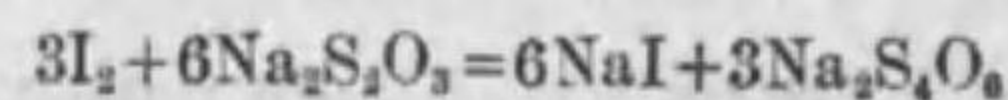
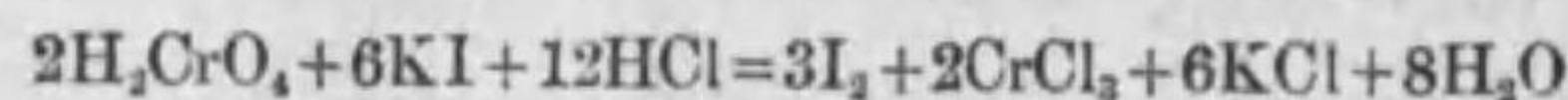
a) クロムの定量……之は沃度滴定法による。即ち先づ分析せんとする鞣液を 0.15~0.25% Cr_2O_3 を含有する様に稀釋し正確に一定容量にする。次にその稀釋溶液 10cc を 300cc のエレンマイヤーフラスコに採り水を約 50cc と Na_2O_2 2g とを加へる。かくて 30 分間徐々に煮沸し其間蒸發により内容 15 cc 以下に成つた時は水を注加する。(筆者はフラスコの首にクルシブルの蓋を上下して用ひ水分の蒸發を防ぐやうにした) 此間の反應は次の如くである。



次にそれを冷却し強鹽酸で中和し更に HCl を 5cc 過剰に添加し再び冷却する。其反應は次の如くなる。



かくて沃化カリウムの 10% 溶液 10cc を加へよく振盪し 1 分間後 0.1N の次亜硫酸ナトリウムで沃度の色が殆消える迄滴定する。次に 0.1% の澱粉溶液 2~3cc を添加し青色が消える迄滴定を續ける。即ち次の反應が起る。

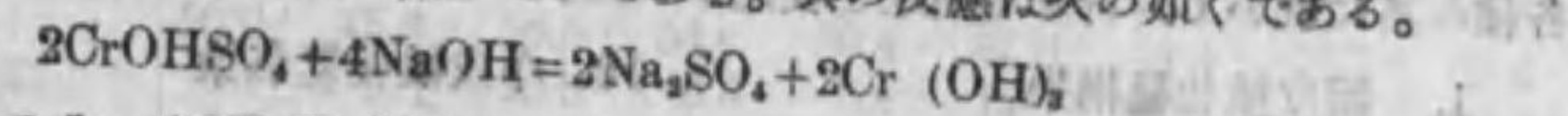


而して $6\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 2\text{Cr}$

故に 1cc 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0.00173\text{g Cr} = 0.00253\text{g Cr}_2\text{O}_3$

より Cr 又は Cr_2O_3 を算出することが出来る。

b) 酸の定量……上記稀釋溶液 50cc を直徑約 18cm の磁製蒸發皿に採りそれに水 400cc 及びフェノールフタレンの 5% 溶液 1cc を加へ煮沸する。而して其間ピンク色を呈する迄 0.5N NaOH で滴定する。而して更に 1 分間煮沸して中和の程度を検するのである。其の反應は次の如くである。



而して 1cc 0.5N NaOH = 0.02002g $\text{SO}_3 = 0.02452\text{g H}_2\text{SO}_4$

或は 0.01773g Cl 又は 0.01823g HCl に相當する。

c) 鹽基度……種々なる表はし方があるが何れも上記 a), b) が定量されてから算出される。今記載上好都合なる Schorlemmer 氏法に従へば $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ に於て Cr_2 と結合する $(\text{SO}_4)_3$ がアルカリ (OH) による中和量より算出するものであつて $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ に於てはその鹽基度 0%, 酸度 100% であり、 $\text{Cr}_2(\text{OH})_6$ に於てはその鹽基度 100%, 酸度 0% を示してゐる。従つて 2CrOHSO_4 に於てはその鹽基度 33%, 酸度 66% となる。尙詳細は「清水誠、クロム浴鞣液の鹽基度に就いて」東京工業大學々報第 5 卷第 8 號を参照してほしい。

8) クロム鞣革の分析法

a) クロムの定量……試料 3g を燃焼する。得たる灰分に炭酸ナトリウム、炭酸カリウム及び硼砂末の各等量宛の混合物 4g を加へ充分混ぜ合せ 30 分間溶解する。次にその冷却を待ち温水中に灰分を溶解し HCl を添加してその溶液を酸性にし濾過する。此際若し灰分が幾分残留すれば更に上記溶解剤 1g を加へ操作を繰返し次回得たる濾液を前回のそれに加へる。かくて其全量を 500 cc とする。而して此の溶液 100cc を内容 600cc のエレンマイヤーフラスコに採り前記一浴鞣液と同様 Cr_2O_3 を滴定する。尙此際クルシブルは白金又は磁製を用ひるが若し灰分中の Fe, Al を考慮に入れない時は革 3g を鐵製クルシブルに採り Na_2O_2 3g を混ぜ 10 分間燃焼する。次にカッセルロール中に水 300cc を入れ冷却せる上記灰分をクルシブルの儘投入し 20 分間煮沸する。而して 500cc のフラスコに水で洗ひ移す。次にそれを濾過し、その 100cc に就き前同様 Cr_2O_3 を定量する。

b) 酸の定量……は前記同様に行ふ。

9) 硫化油の分析法

水分、灰分、不飽和化分、 SO_3 結合量及び全脂肪酸油を定量とすることは一般

油脂工業試験法に準ずる。

10) 市販革の分析結果

John Arthur, Wilson 及 George O. Linee によれば以下内容に示す如き各種の革に就いて分析せる結果を表記すれば次の如くである。

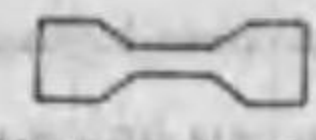
- | | |
|-------------------|-------------------|
| 1. 犢皮植物鞣褐染 | 10. 羊皮植物鞣無染 |
| 2. 犢皮クロム鞣褐染 | 11. 鯨皮植物鞣黒染 |
| 3. 山羊皮クロム鞣黒染 | 12. 牝牛縁床皮クロムパテント革 |
| 4. カンガルー皮クロム鞣黒染 | 13. 山羊皮クロム鞣パテント革 |
| 5. 馬皮臀部植物鞣黒染 | 14. 仔馬皮クロム鞣パテント革 |
| 6. 牝牛床(銀剥皮)クロム鞣褐染 | 15. 牝牛皮クロム鞣厚物黒染 |
| 7. 牝牛(縁床皮)クロム鞣褐染 | 16. 牝牛皮クロム複合鞣軍用甲革 |
| 8. 犢皮(スエード)クロム鞣黒染 | 17. 去勢牝牛皮植物鞣靴底革 |
| 9. 犢皮靴植物鞣無染 | 18. 同上クロム鞣靴底革 |

革の種類	革の種類								
分析物	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
水分	13.6%	16.3%	13.7%	12.0%	10.0%	14.1%	16.3%	12.7%	11.9%
皮蛋白	41.0	62.6	65.3	62.7	40.1	69.6	66.8	55.1	46.0
脂肪	12.0	4.6	6.6	11.3	18.6	2.1	5.8	7.1	7.6
H ₂ SO ₄	0.3	3.4	1.0	1.8	0.6	3.2	3.6	0.8	0.1
Al ₂ O ₃	0.4	1.2	0.2	0.1	—	1.0	0.2	1.0	0.1
Cr ₂ O ₃	—	5.4	4.5	6.0	—	5.3	3.6	5.4	—
Fe ₂ O ₃	0.1	0.3	0.3	0.1	0.1	0.6	0.2	1.3	—
Na ₂ SO ₄	—	0.4	0.9	0.2	—	0.3	1.0	0.4	—
HCl	—	0.5	0.5	0.3	—	—	—	0.2	—
NaCl	—	0.3	0.2	0.1	—	—	0.3	0.1	—
タンニン	23.5	—	—	—	21.8	—	—	—	21.8
其他有機物	—	5.0	6.6	5.1	8.7	3.6	2.1	15.8	12.3
有機溶剤に可溶性有機物	9.1	—	—	—	—	—	—	—	—
CaO	—	—	0.2	0.3	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2
MgSO ₄	—	—	—	—	—	—	—	—	—
CaSO ₄	—	—	—	—	—	—	—	—	—

革の種類	革の種類								
分析物	10.	11.	12.	13.	14.	15.	16.	17.	18.
水分	10.0%	12.2%	10.1%	11.8%	12.0%	14.4%	15.1%	14.6%	16.3%
皮蛋白	50.0	45.4	50.5	54.0	60.4	57.0	44.6	29.7	29.4
脂肪	6.1	6.9	10.0	6.6	5.1	14.2	20.4	3.2	25.4
H ₂ SO ₄	1.7	1.5	1.8	2.1	2.3	4.4	1.1	0.8	5.9
Al ₂ O ₃	0.1	—	0.1	0.2	0.1	—	0.3	—	2.6
Cr ₂ O ₃	—	—	2.9	3.6	3.6	5.5	2.4	—	1.7
Fe ₂ O ₃	0.1	0.1	0.4	0.6	0.3	0.7	0.2	0.7	0.5
Na ₂ SO ₄	—	—	0.6	0.3	0.5	0.4	0.3	—	12.3
HCl	0.6	—	0.1	—	—	—	—	—	0.8
NaCl	—	—	—	—	1.1	0.1	—	—	0.9
タンニン	17.4	28.4	—	—	—	—	—	14.6	—
其他有機物	13.0	5.4	14.4	12.2	9.1	2.9	15.2	35.6	1.4
有機溶剤に可溶性有機物	—	—	9.0	8.4	6.1	—	—	—	—
CaO	0.1	0.1	0.1	0.2	0.3	—	—	—	—
MgSO ₄	—	—	—	—	—	—	—	—	—
CaSO ₄	—	—	—	—	—	—	—	0.8	0.5
	—	—	—	—	—	—	—	—	2.3

VII. 物理試験

1. 抗張力並びに伸度試験 之が測定には一定の長さ及び幅に正確に試験すべき革を切断し出来るだけ正密に其の試験片の厚さを出来るだけ細かく測定して其の平均値を出しその結果より試験片の断面積 d を算出し次にその試験片の一方を固定して他方を引き切断時に於ける破壊抗力を kg にて読みその結果単位面積に於ける抗張力 kg/cm^2 又は kg/mm^2 を以て示す。尙同時に伸度は試験片の初めの長さ l に對する伸びを $\%$ にて表はす。革は組織的に均一性の富む織線又はセルロイド板の如く其の組織が一様でないから測定に際して多くの場合試験片の中央部が合理的に破壊さるる事は少く中央よりも上部即ち固定部に接近せる所より切断することが多い。以下記する数字は多數の試験結果の平均値が必ずしも革の正確なる抗張力を示すもので無いが、近い数字を示すものである。尙之に關する重要な係数は革の含有する水分、鞣法の相異、部位、動物原料皮の種類、牝牡等であるから試験に際しては之等に關する記載を忘れてはならぬ。尙試験室の湿度、温度等を一定に保つ事が出来れば尙更結構であるが若し不可能なる場合は測定時の湿度温度氣壓を正確に記載


すべきである。尙本測定にはショッパー試験機又は同じ理論に依り造られたるものが便利である今實驗例を示せば次の如くである。鮫革、溢鞣、腹部（如圖）、水分 16%、試料は  型にして其の長さ l=5cm、幅 1.5cm、厚さ平均 0.104cm、破壊時の力 28kg 之より $d=(1.5 \times 0.104) \text{cm}^2$ 故に $\frac{28 \text{ kg}}{(1.5 \times 0.104) \text{cm}^2} = 179.5 \text{ kg/cm}^2$ の如く抗張力を算出す。今生皮と鞣との抗張力及伸度の關係を示せば次の如くであつて之に依り鞣法により抗張力に大差あることが判る。

鮫皮及鮫革抗張力及伸度試験表

試料	抗張力 (kg/cm ²)	伸度 (%)	測定者
生皮	303.37	24.67	清水誠
植物鞣革	93.33	41.53	"
クロム-浴鞣革	152.76	41.97	"

尙一枚の牛革について部位による抗張力及伸度を示せば、其の間に著しき差異あることが判る。

革の部位による抗張力及伸度表

部 位	抗張力 (kg/cm ²)	伸度 (%)	測定者
 □	<170	>60	Wilson
■	170~260	60~26	"
■	260~350	26~20	"
■	>350	<20	"

尙各種革の抗張力及伸度の大概の規格を示せば次の如くである。

原料皮	革の種類	抗張力 (kg/cm ²)	伸度 (%)	測定者	測定数
	ベルト (溢鞣)	333.85	23.91	清水誠	120
	" (クロム-浴鞣)	416.47	48.00	"	50

原料皮	革の種類	抗張力 (kg/cm ²)	伸度 (%)	測定者	測定数
牛	底革 (溢鞣)	352.32	23.35	"	100
	" (クロム-浴鞣)	417.37	46.70	"	100
	甲革 (溢鞣)	280.95	35.93	鈴木京平	150
	" (クロム二浴鞣)	456.50	45.99	"	150
	" (溢鞣)	278.70	37.52	清水誠	100
牛 犢	" (クロム-浴鞣)	416.47	48.00	"	100
	" (クロム-浴鞣)	283.33	56.00	"	50
牛	多脂革 (溢鞣)	255.50	34.25	"	50
	靴 (溢鞣)	245.65	52.35	"	50
水牛	ベルト (溢鞣)	377.02	32.70	"	30
馬	靴 (溢鞣)	164.78	44.00	"	30
	クロム-浴鞣	261.79	58.00	"	30
豚	クロム-浴鞣	172.43	49.34	"	92
羊	クロム-浴鞣	100.98	79.50	清水誠	50
山 羊	クロム-浴鞣	305.73	66.50	"	50
犬	クロム-浴鞣	424.24	60.00	清水誠	50
猫	クロム-浴鞣	400.00	66.00	"	50

2. 煮沸試験 革は鞣皮に當り使用せる鞣劑の種類により即ち鞣法如何によりて煮沸試験に際し夫々その耐熱性に差異がある。今革の 小片を水を充たせるビーカー中に入れ徐々に水温を上昇せしむる時は以下記する温度まで原型を保つものである。原型は試験開始前紙上に記し試験後の試験片をその原型上に當てて比較する。

革の種類	温 度	測定者
生牛皮	50°C	清水誠
明礬鞣牛皮	55°	"
鐵鞣牛革	70	"

革の種類	温度(度)	測定者
溢鞣牛革	75	清水誠
合成タンニン鞣牛革	70~80	"
キノーン鞣牛革	80	"
フォルマリン鞣牛革	95	"
油鞣牛革	100	"
クロム鞣牛革	120 (グリセリン中)	"

3. 通気性 我陸軍被服本廠に於て1時の減壓の下に3.1416cm²の面積より空気1lを通過する時間(分)を測定せる平均値は次の如くである。

タンニン鞣牛革 9.0~10.0分

クロム鞣牛革 6.0~7.0分

4. 耐水試験 革の水中に於ける不溶出部分を知る爲には一定量の革片を一定量の水中に一時間浸漬して其際鞣剤等の溶出量を定量すれば、次の式より耐水溶出量の百分率即ち耐水度を知ることが出来る。底革に於ては特に之の耐水度の高きものを必要とする。

$$W. B. = \frac{100(a-a')}{a}$$

a: 試験前の革の重量

a': 試験後の溶出量

尙、試験に際しては試験時に於ける水温を明記すべきである。

尙 Lloyd Balderston 氏の考案になり筆者が其後改良せる測定装置は乾燥状態にある革は絶縁性を有する故に金属性圓筒内に試料たる革を挿み其の上部に水を充たし電路内にストップ時計を連結し測定開始より或る時間後に水が革を通過せる其の瞬間迄の時間を讀み得るやうに作製してある。

5. 吸水試験 底革には特に必要なる試験であるが一定の方法は無いが筆者が Prof. M. Bergmann 及び Dr. A. Mickleley と考案せる方法は内径19cm、深さ55cmの硝子製シャーレーの内に直径9cm、厚さ9mmの硝子粒子板を置き、その板の表面迄絶えず水を充たしその表面に試験すべき革片を置き硝子粒子及び革組織の毛細管現象を利用して革に吸水せしめ、各1分毎に硝子粒子板に接触せる革の表面に附着せる過剰の水分を濾紙を以て軽く拭き去りて出来得る限りの短時間内に化學用天秤にて秤量し、その結果をgにて

示し、試験片の水との接觸面積を豫め測定して置き1分毎のその單位面積、單位質量に対する吸水量 mg/cm²を知る方法にて革の表面(銀面)及裏面(肉面)の測定に際しては試験片の四方の側面(切断面)にパラフィン(M. P. 58°C)を指頭の体温を利用して附着せしめ切断面よりの水の上昇を防ぐ、尙之と同様の目的の爲に側面よりの吸水量を知る爲には二側面及び表裏両面にパラフィンを附着被覆せしめる。

今一例を示せば次の如くである。

銀面の吸水

試料 溢鞣牛底革; 革片の大きさ(2.8×3.1×0.67)cm³; 接水面積 8.68cm²

吸水時間	革の重量	吸水量		
0 min	5.2 g			
1 min	5.5 g	0.3 g	5.8%	35 mg/cm ²
2 "	6.0 "	0.8 "	15.4 "	92 "
3 "	6.6 "	1.4 "	26.9 "	161 "

同様の試験法を以て底革等の酸、アルカリ、鹽類溶液等の吸収量をも知ることが出来る。尙之の方法を改良せるものに次の装置がある。

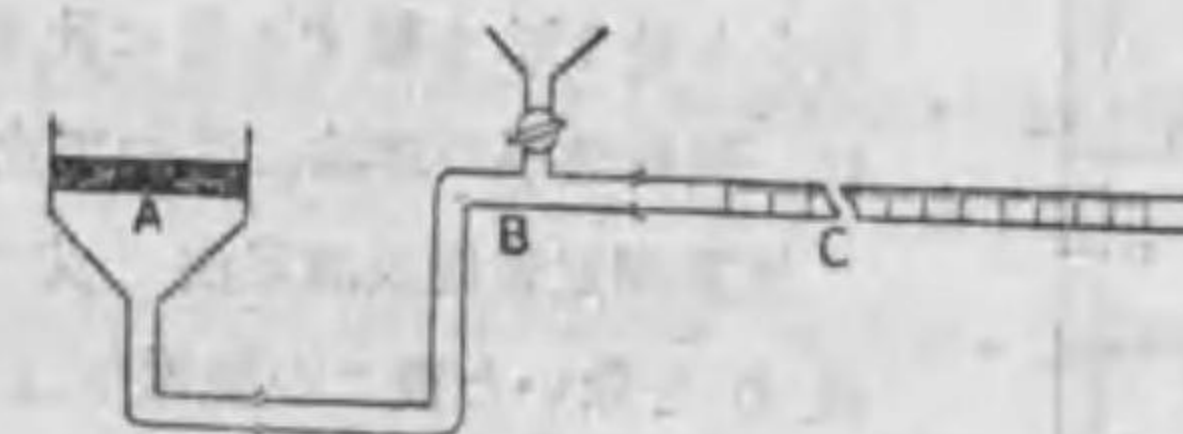
a) 測定装置 A部: G. 3 glass filter plate 直径約8cmを水平に固定せるもので此の上に試験片を置き試料を均一に水に接せしめ吸水せしむる部分。

B部: 活栓付漏斗で此處から所要の試験液を注入しA、B及C部を充す。

C部: 目盛り付長さ100cm、

その内径3mm以下のガラス管にして此の目盛りの相當量を知るために豫めビュレット補正と同様なる方法により之を水平に置いて1cm宛を秤量瓶にて秤量し管内各目盛りに對應する水量を求め表を作製して置く時は直ちに目盛りの讀みより水量を知ることが出来る。

A、B、Cの三部を磨合はせとし、A部の濾板の高さとC部の水高とが常に一致する如く作り、A部の試験片の吸水量をC部の目盛りで讀む。此際



目盛り管の内径 3mm 以上のものを用ひる時は水圧の爲メニスカスが斜と成り測定に困難を伴ふことを筆者は自ら此の装置を作製して認識した。

b) 試験片 試験片は直径約 5cm の圓形又は 5cm 正方形に切断し、吸水面積、厚さ、質量を測定し、測定吸水面を残し他の面を測定温度以上を融點とするパラフィンの極めて薄い層を指頭にて塗り防水して測定面以外よりの吸水を防ぎたるものを測定用試験片とする。尙厳密に云へば試料の水分の測定又は比重の測定、測定室の恒温、恒濕等の準備が必要である。

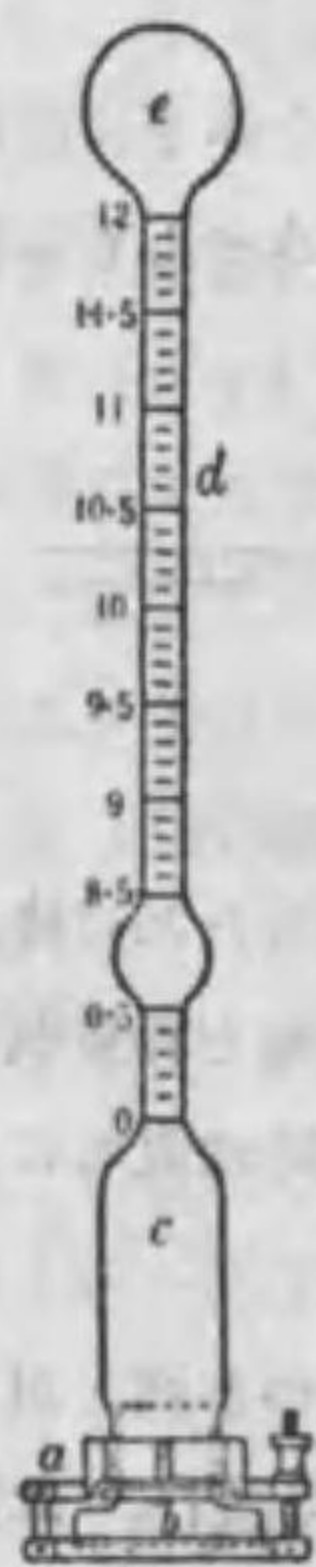
c) 測定法 B 部漏斗より適當なる試験液（此場合は水）を注入し液面を A 部濾板表面に至らしめ右端は目盛り零に一致せしめ濾板上に試験片を置き 1 分毎に目盛りを読み試験液の不動となる時即ち試験片が吸水し終るに要する時間を記録しその時に試片を濾板より取除くときは試片と濾板間に毛管現象により存在する試験液即ち水は C 部に逆行し管内に静止するを以てその時の目盛りの読みより吸水量を求めることが出来る。

6. 有孔性 革組織内に存在する空氣の容量を以て示すものでその數例を示せばタンニン鞣無加重劑底革にありては 20%、加重劑混入底革は 39%、加脂せざるクロム牛革は 51% である。

7. 比重 水分 18% を含有する濃鞣牛革についての測定値は 1.012 であつて鞣法の相異等により其の範圍は 0.700~1.207 である。即ちクロム一浴鞣牛革 0.89~0.93 タンニン鞣加重牛革（底革）1.17~1.19 の如くである。尙加脂革は一般に比重小である。尙含水量 1% を變ずる毎に比重 0.01 を變ずる。其の測定方法は一般物理學の理論に従つて之を行ふ。

比重測定装置及測定法 先づ眞鍮製の較金 a 及び硝子製括栓 b を除いた後この装置を上下して圖に示す球 e を下向けとなし水銀を赤線で示す測量線 d まで満たす。次に測定せんとする革を前以て粉状となし正確に 0.1g 定量して置き、それを圓筒形 c の内に入れた時にその目盛の 8.5 から 12.0 迄有るやうにその硝子管の太さ等を加減する。

次に硝子製括栓 b 及び眞鍮の較金 a を以てその装置を密閉してからその装置を上下して元の位置に復さしめる、然る時はこの装置は a 上に静置することになる。かくて水銀は落下し



て革粉とその位置を置換する。さてそこで目盛を讀んで革の容積を讀みとる、その目盛は 0.1 cc に目盛られてあるがその精密度は尙その % 迄樂に讀み得る様に目盛つてある。即ち 0.05 cc 迄讀み得る、その物質（革）の比重を得るためには吾人は最初天秤で測つた絶対重量を測定した容積で除すれば次式より之を求むることが出来る。

$$d = \frac{g}{v}$$

但 d が比重、g が絶対重量、v は測定せる革粉の容積である。

8. 耐寒試験 試験片を一定時間零下拾度以下の温度に於て暫次温度を降下して其の都度其の恒温水より取出し 20°C の恒温室に放置して革の物理的性質の變化を視る。試験の前後に於て供試片の抗張力及び伸度を測定する以外革を曲げて銀面に裂龜の生ずるや否やを検すること及びハンマーにて破壊試験を行ふも一法である。此際試料を液體空氣中に 10 時間投入せる後破壊試験を行ひ之に耐ゆるものは革として價値がある。

〔附記〕 其他甲革に必要な彎曲試験により龜裂の生ずる迄の時間の測定、底革に於ける減磨試験、調帯革のスリップ試験等も重要な項目であるが餘白の都合上之を省略する。

参考文献：—

- E. Stiasny, Gerbereichemie. 1931
 la Tannerie, MM Dr. P. Chambard, Dr. A. Jamet, Dr. C. Gastellin et. R. Loss. 1937
 G. Grasser, Handbuch für Gerbereichemische Laboratorien. 1929
 G. Grasser, Einführung in die Gerbereiwissenschaft. 1937
 Wilson-Stather-Gierth, Die Chemie der Lederfabrikation. 1930 Collegium
 The Journal of the American Leather Chemists Association
 清水 誠, クロム浴鞣液の鹽基度に就いて (東京工業大學々報, 第 5 卷第 8 號)
 清水 誠, 革の吸水測定装置及其實測値 (東京工業大學學報, 第 5 卷第 8 號) 工業材料便覽 (非金屬) 材料研究會編

第22編 商品名及び俗名表

(通し番號第[79]節)

(五十音順)

- アイロナック (Ironac)。約 13.2% Si, 0.77% Mn, 0.08% C, 0.78% P を含む鐵合金。耐酸鐵の一種。
- アカダッグ (Aquadag)。黒鉛のコロイド水溶液。減摩劑。
- アクチヴィン (Aktivin)。パラトルオールスルホクロラミドのナトリウム鹽, $\text{CH}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{SO}_2 \cdot \text{N}(\text{Na})\text{Cl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 漂白劑, 澱粉碎解劑, 殺菌劑。
- アドロノール (Adronol)。醋酸シクロヘキサノール, $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O} \cdot \text{COCH}_3$, 溶劑。
- 味の素。酸性グルタミン酸ナトリウム, $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{Na}$, 調味料。
- アノン (Anon)。シクロヘキサノン, $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}$, 溶劑。
- 油ガス (Oil gas)。礦油の熱分解に依り得られるガス状炭化水素を主成分とするガス。ガス増熱用。
- アランダム (Alundum)。純粋なアルミナ結晶の一種。金剛砂代用, テルミット(後掲)用, 耐火材料, 鋼の炭素定量用。
- アルマイト (Alumite)。電解酸化により表面に防蝕性アルミナ皮膜を生ぜしめたアルミニウム製品。
- アリット (Alit)。ポルトランドセメントを構成する水硬性を持つた化合物で $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ の組成を有して居る。
- アンチクロール (Antichlor)。鹽素劑漂白後の遊離鹽素を除去する藥品。一例, 結晶チオ硫酸ナトリウム。
- アンバー (Umber)。酸化マンガンにより着色せられた黄土。褐色顔料。
- アンブレット・ムスク (Musk ambrette)。テトラニトロ・第三ブチル・クレジル・メチルエステル。麝香代用品。
- アンブroid (Ambroid)。屑琥珀を壓搾したもの。絶縁材料。
- アンモフォス (Ammophos)。アメリカン・シアナマイド会社の製造にかゝる窒素及び磷酸を含む人造肥料の商品名。主として硫酸アンモニウムと磷酸アンモニウムとより成る人造肥料。
- アンモナール (Ammonal)。72% NH_4NO_3 , 25% C, 3% Al の混合物。爆

- 藥。
- イヒチオール (Ichthyol)。イヒチオール硫酸のアンモニウム鹽, $\text{C}_{25}\text{H}_{35}\text{S}_2\text{O}_8 \cdot (\text{NH}_4)_2$, 皮膚塗布用及び殺菌用藥劑。
- インヴァール (Invar)。36~38%の Ni を含む Fe-Ni 合金。膨脹係數小。時計部分品, 精密機械製作用。
- ウヴィオール硝子 (Uviolglas)。紫外線の吸収の少い硝子。
- ウスプルン (Uspulun)。ゲルミザン(後掲)類似品。
- ウルカチット (Vulkacit)。I. G. 會社製有機加硫促進劑の一群。
- ウルトラヂン (Ultrazine)。フェニルグルコサゾンスルホン酸のナトリウム鹽。紫外線吸収劑。紫外線除けレンズ其他に用ひる。
- V-2A-鋼 (V-2A-steel)。耐酸クロムニッケル鋼の一種。Cr 18~25%, Ni 8~9% を含む。
- ヴァルカナイト (Vulcanite)。エボナイトの一種。又ニトログリセリン爆藥を言ふことがある。
- ヴァルカン・ファイバー (Vulcanized fibre)。鹽化亞鉛の熱濃溶液を以て膨潤させた紙を壓縮したもの。耐水, 耐油性, 厚紙及び種々の器具に加工せられる。
- ヴァルテックス (Vultex)。加硫ラテックス。
- ヴィトレオシル (Vitreosil)。熔融石英, チオキシル(後掲)に同じ。
- ヴィスコース (Viscose)。纖維素キサントゲン酸鹽溶液。人造絹絲, セロファン(後掲)等の原料。
- ヴィニライト (Vinylite)。ヴィニール化合物の重合物。熱可塑性を有する合成樹脂。
- エージライト (Agerite)。アルドール- α -ナフチルアミン。ゴム老化防止劑。
- エクラシット (Ekrasit)。ピクリン酸を主劑とする爆藥の一種。
- Si-鑄鐵 (Si-Guss)。多量の Si を含む耐酸性鑄鐵の一種。
- エチル液 (Ethyl fluid)。約 60% (容積) の四エチル鉛と 30% 餘の二臭化エチレンとを主成分とする揮發油のアンチノック劑。
- エナメル (Enamel)。顔料を加へた油ワニス。
- エボナイト (Ebonite)。多量の硫黄を以て加硫した硬質ゴム。絶縁材料。
- エレクトロン (Elektron)。90% Mg, 3~7% Al, 2~5% Zn 等からなる合金

- の總稱。航空機、自動車等の部分品製作に用ひられる。
- オイルダグ (Oildag)。黒鉛の油懸濁液。減摩剤。
- オキシリキット (Oxyliquit)。酸素の含量の多い液體空氣と木綿及び木炭末との混合物。液體酸素爆薬。
- オキシフル (Oxyful)。3%過酸化水素水溶液。消毒用。
- オキシシ (Oxin)。8-オキシキノリン。種々の金屬と不溶性の錯鹽を作り分析に用ひられる。
- オキソール (Oxol)。チオ・ヂ・グリコール, $(OH \cdot C_2H_4)_2S$, イベリット (毒ガスの項参照) 製造用中間物。
- オゾニール (Ozonil)。ソーダと過硼酸鹽からなる石鹼。
- オルチゾン (Ortizon)。過酸化水素と尿素との混合物。過酸化水素を多量に含む固形物。
- オレオステアリン (Oleostearine)。オレオマーガリンを分けた残り的高融點部。人造ラード、蠟燭、マーガリン (後掲) の原料。
- オレオマーガリン (Oleomargarine)。牛脂を約 35° に加熱して壓搾して分けた低融點部。マーガリン (後掲) の原料。
- カタルポ (Catalpo)。珪酸アルミニウムを主成分とするゴム配合剤。
- カチゲン (Katigen)。硫化染料の商品名。
- カーブューリン (Carburine)。ガス増熱用石油。
- カーボラフィン (Carboraffin)。油脂、砂糖液等の脱色用活性炭の一種。
- カーボラシム (Carborundum)。結晶性炭化珪素, SiC 。研磨剤又はラジオ検波器用の整流器として用ひられる。
- カポリット (Caporit)。純粋な結晶性 $Ca(OCl)_2$ 。消毒剤。
- カルソミン (Kalsomine)。粉末状の水溶性塗料の一種。
- カルボリネウム (Karbolineum)。コールタール製品で木材防腐剤の一種。
- カルボニット (Karbonit)。ニトログリセリン、硝石及び裸麥粉の混合物からなる爆薬。
- カルレア (Calurea)。硝酸カルシウムと尿素との複鹽より成る人造肥料。
- ガラリット (Galalith)。フォルムアルデヒドと乳蛋白質との縮合物。可塑物。
- キャブタックス (Captax)。有機加硫促進剤の一群。

- キシロリット (Xylolith)。鉛屑、アスベスト粉等を混じたソーレルセメント (後掲)。舗床用。
- キシロール・ムスク (Musk xylo)。シン・トリニトロ・第三ブチル・メタ・キシロール。麝香代用品。
- 偽金 (Mosaic gold)。 SnS_2 。黄金色顔料。金箔代用。
- クッペロン (Kupferon)。ニトロシルフェニル・ヒドロキシルアミンのアンモニウム鹽, $C_6H_5N(NO)ONH_4$ 。銅其他の金屬と不溶性の錯鹽を作り定量分析に用ひられる。
- クネロール (Kunerol)。食用精製椰子油。パルミン (後掲) に同じ。
- グアノ (Guano)。南米西海岸に見出される古代動物の排泄物の堆積物。磷及び窒素を含む。肥料又は磷酸肥料の原料。
- グラオコシル (Glaucosil)。生砂から得られる珪酸アンモニウム。脱色剤、フラー土又はシリカゲル等の代用品。
- K-S 磁石鋼 (K-S Magnet steel)。25~40% Co, 6~8% W, 1.5% Cr, 0.8% C を含む特殊鋼。残留磁化、頑磁性甚だ大。
- 珪石煉瓦 (Dinas brick)。珪石と約 1~1.5% の石灰とを混じ水で混捏し、煉瓦に成形し高熱したもの。耐火煉瓦の一種。
- ゲルミザン (Germisan)。クロル石炭酸水銀を有効成分として含む植物種子等の殺菌剤。
- 硬鉛 (Hard lead)。10~30% Sb を含む Pb-Sb 合金。耐酸容器。活字金其他に用ひられる。アンチモン鉛とも云ふ。
- 黒土 (Mineral black)。安價な黑色顔料。頁岩の粉末。
- コブラ (Copra, Coconut butter)。椰子の果肉を乾燥固化したもの。約 60~70% 脂肪を含み石鹼原料となる。
- クラグ (Koliag)。油溶性コロイド黒鉛。減摩剤。
- コラルゴール (Kollargol)。保護コロイドとして或種の蛋白質を含むコロイド銀。凝固剤及び消毒剤。
- コルコタール (Coleothar, Caput mortuum)。安價な赤色顔料。細粉とした硫化鐵燒結又はアルミナ製造の際の副産物赤泥。べんがら (後掲) の一種。
- コルダイト (Cordite)。ニトログリセリンと多量の綿火薬及び粗製ワセリンと