

3.2.8 題目 育苗布の漂白及糸切れに対する處置について

鮫 島 昭

1 糸切れに対する処置

漂白→水洗→稀硫酸処理→水洗を行つて、いたのを改めて、漂白→水洗→チオ硫酸ソーダ処理→水洗の工程に切替えて糸切れの問題を解決した。

又、漂白粉の溶解後、静置して上澄液のみを使用する様にしたので漂白が一様に行はれる様になった。

2、次亜塩素酸ソーダによる漂白

漂白粉液に炭酸ソーダ液を加え沈澱を浮去して作った次亜塩素酸ソーダ液を使用して原糸及び精練糸の漂白試験を行つた。

漂白温度は常温(23°C)時間は3時間(工場と同一条件)行つたが原糸、精練糸共に良く漂白され、有効塩素量は漂白粉の時の2/3で充分である事がわかつた。コストの面でも漂白粉法と変わらない(漂白粉の外に炭酸ソーダを使用するが有効塩素が2/3で済む)本法の場合特記すべき事は糸に対する浸透力が強く、内部迄良く漂白され、漂白ムラを生じない事である。

3、螢光染料による処理

原糸及精練糸に対して使用範囲0.1~0.5%の間で試験した結果、そ使用量は原糸、精練糸共に0.2%で工場で現在生産されている精練漂白した製品と同程度の白さのものが得られる事がわかつた。

原糸の場合は予め浸透剤(ミケソープを使用した)で前処理する必要がある。

染色に要した時間は約10分であつた。

尚本品を梅雨期間中、1ヶ月間野外に放置したが変色は見られなかつた。

4、シルブライトによる漂白

原糸、精練糸共に良く漂白されたが、コストが幾分高くつく。漂白が酸性側で行はれるので容器材料の問題が重大である。

猶、原糸の場合、直接漂白(精練せずに)した場合2週間後に黄変した。

3.2.9 題目 光電比色計による砂鉄のチタン定量について

鮫 島 昭

1 緒言 微量のチタンの過酸化水素による比色は古くから行われて来たが、色が黄色である為肉眼比色では精度悪く、亦硫酸アルカリ、磷酸、鉄、バナジン其他の妨害イオンの為重量分析法に従つて之等妨害物を除いてから比色せねばならぬので操作が煩雑で長時間を要する欠点

があつた。砂鉄の様なチタン含量多く亦妨害物も多い試料の場合は当然妨害物を除去せねばならぬので比色法の重要な特徴の迅速性が失われる。そこで著者はフィルタ

(註1)

一式光電比色計を使用して之等妨害物の影響がどの程度のものであるかを詳細に調べた。

2. 実験の部 A. チタン標準液調製 試薬一級酸化チタン

(1)

ンを重量分析法に従つて精製したもの200mgを取り、白金ルツボ中でピロ硫酸カリ2gと熔融、稀硫酸で溶出、苛性ソーダを加えて煮沸してチタンを沈澱、充分洗滌して

(註2)

アルカリを除いて後硫酸に溶かし蒸留水で1Lに薄め硫酸濃度を1:9とする。この液少量を取りアンモニアでチタンを沈澱し重量分析した処200mg/ccTiO₂であつた。

B. 分光吸収曲線 TiO₂として60mg/cc 硫酸1:9, 3% H₂O₂ 3cc, 試験槽10mm, 液温18°C (第一表)

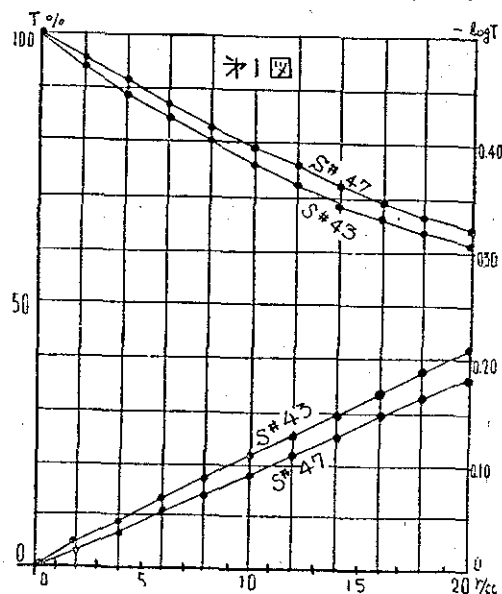
フィルター	透過率%	フィルター	透過率 %
S# 72	95.8	S# 53	90.0
66	99.8	50	77.5
61	99.0	47	69.0
57	97.0	43	62.0

S#43フィルターが吸収が最も大きい。この液を1ヶ月

(2)

後比色したが変化なかつた。文献によれば2年後も何等変化は認められない。

C. S. #43, 47による吸収曲線、精度を上げる為35mm 試験槽を使用した。硫酸1:9、液温18°C。(第一図)



(註1) 東京光電研究所製作: 光源50燭、100V交流電源安定装置、及6V端子付き、計器感度1目=2×10⁻⁷A、目盛長125mm半光色フィルターS#43, 47, 50, 53, 57, 61, 66, 72, 試験槽、有機ガラス10mmキューベット及丸型試験槽18, 28, 35mm

(1) 日本標準規格分析法、原田宗次郎著: 詳解鉍物分析法P45~52

(註2) 使用した濃硫酸は98%、和光純薬特級

(2) G.H. Ayres & E.M. Vienneau: Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 12 96 (1940)

S # 47の方が直線に近いが後に述べるバナジンの影響が
(註3)
大きくなるので比色はS#43で行う方がよい。

D. 硫酸と硫酸アルカリ濃度の影響。TiO₂として20 δ/cc
液温20°C、フィルターS#43、液槽35mm

(i) 硫酸ソーダの影響 (第2表)

H ₂ SO ₄ Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O	1cc/dl	5cc/dl	10cc/dl	20cc/dl
0 mg/dl	61.0	61.0	61.0	61.6
1	61.7	61.2	61.0	61.0
10	62.5	61.4	61.0	61.0
100	62.4	61.7	61.0	61.0
1000	62.5	62.4	61.0	61.0

(ii) 硫酸カリの影響 (第3表)

H ₂ SO ₄ K ₂ SO ₄	1cc/dl	5cc/dl	10cc/dl	20cc/dl
0 mg/dl	61.0	61.0	61.0	61.6
1	61.7	61.2	61.0	61.0
10	62.5	61.4	61.0	61.0
100	62.4	61.7	61.0	61.0
1000	62.5	62.4	61.0	61.0

硫酸濃度1~10cc/dl迄は変化はないが、20cc/dlになると
発色は減退する。硫酸ソーダが共存する時は硫酸濃度を
10cc/dlにすればその影響を防ぎ得る。K₂SO₄は1 g/dl
迄影響ない。

E. 硫酸アルカリが共存する時の温度の影響。K₂SO₄100
mg/dl、Na₂SO₄·10H₂O100mg/dl、硫酸濃度1:9、TiO₂
として20 δ/cc、

(第4表)

温 度	硫酸アルカリ なし	硫酸ソーダ 共存	硫酸カリ共 存
0°C	61.1	61.1	61.0
5	61.0	60.9	61.0
10	61.0	61.1	60.9
20	61.0	61.1	61.0
25	60.9	60.8	60.9
30	61.0	60.8	60.9
35	60.9	60.9	60.9

0~35°C の範囲内では温度による影響は殆どない。又硫
酸アルカリがあつても硫酸濃度を1:9にすれば温度の影
響を防止し得る。

F. Fe⁺⁺⁺及H₃PO₄の影響 TiO₂として20 δ/cc、H₂SO₄
1:9Fe⁺⁺⁺として硫酸第二鉄を使用した。温度20°C

(第5表)

H ₃ PO ₄ Fe	0mg/dl	10mg/dl	100mg/dl	1000mg/dl
0mg/dl	61.0	61.0	61.0	60.4
10	61.0	61.0	61.0	60.4
100	61.0	61.0	61.0	60.4
1000	61.0	61.0	61.0	60.4
2000	61.0	61.0	61.0	60.4

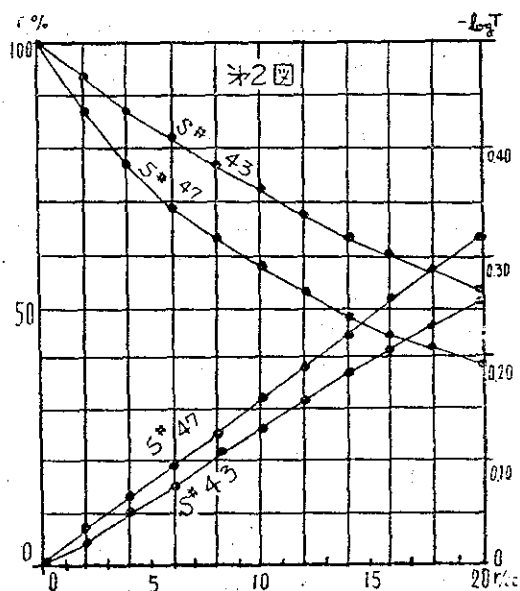
Fe⁺⁺⁺の影響はブランクの方へ同量の Fe を加える事によ
って防止し得る。磷酸は100mg/dl迄は影響ない。磷酸と
結合する量以上の鉄を加えてもチタンに対する磷酸の影
響は防ぎ得ない。TiO₂20 δ/ccに対し磷酸 100mg/dlの
場合Ti O₂:P=1:15.8となる。

G. バナジンの影響 バナジン酸ソーダを使用して分光吸
収を測定した。硫酸1:9、温度18°C、液槽10mm、V100δ/cc

(第6表)

フィルター	透過率(%)	フィルター	透過率(%)
S# 43	46.0	S# 57	75.0
47	37.0	61	85.0
50	41.0	66	94.5
53	54.0	72	87.0

次に吸収曲線を35mm 試験槽で行った。 (第2図)



Tiと異り VのH₂O₂による発色は過剰のH₂O₂が多量にあ
(3)
るとその影響を受けるので液100cc中に 3% H₂O₂1ccを含

(註3) Ti 吸収極大 410mμ, Vの吸収極大 460mμ。

(3) E. B. Sandell: Colorimetric Determination of traces of metals

む様にした。第1図のTiの吸収曲線と比較するとバナチンの吸収の方が大である。対数で表した場合何れも直線になるからバナチンが試料中に相当量含まれている時はS#43, 47のメーターの振れの差によつて間接的にチタンと共存するバナチンを定量出来る。又バナチンの量が少くないと思われても之を行うことによつてバナチンによる不慮の誤差を未然に防止し得る。

H. モリブデンの影響 モリブデン酸アンモンを使用、硫酸1:9, 温度20°C, TiO_2 として20 ml/cc。モリブデンと H_2O_2 の黄色はS#43で比色する場合、その影響を無視出来ないが若し砂鉄中にモリブデンが存在する場合は予めアカリ熔融する事によつてその影響を除去出来る。

(第7表)

Mo	S# 43	S# 47
0 ml/cc	61.0	64.2
25	59.5	64.0
50	53.1	63.7

I クロムの影響 硫酸1:9, 液温20°C液槽35mm, この硫酸濃度に於てクロム酸イオンは H_2O_2 を加えてから1分間以内に完全にクロムイオンに還元されるので、クロム酸イオンを含んだ液をブランクとして比色した。フィルターはS#43

(第8表)

Cr ⁺⁺⁺ としての濃度	H_2O_2 を加えたもの	H_2O_2 を加えないもの
0mg/dl	100	100
0.1	〃	〃
1	〃	89
10	〃	44.5

クロムの影響も大きいがCr⁺⁺⁺として0.1mg/dl以内ならば影響を無視し得る。

J. 其他のイオンの影響 硫酸濃度は何れも1:9とし、チタンは TiO_2 として20 ml/cc, 液温19°C, 液槽35mm, フィルター-S#43

(第9表)

各イオン濃度	透過率(%)	各イオン濃度	透過率(%)
Al 1 g/dl	61.0	Cu 0.1 g/dl	61.0
Ca 飽和	〃	Zn 1 g/dl	〃
Mg 1 g/dl	〃	As 飽和	〃
Mn 〃	〃	SiO_2 〃	〃

(註4) Fe=54.2% TiO_2 =19.9% (チタン含有量の多いもの)

(註5) アルカリ熔融及苛性カリ沈澱を行う場合2.5時間, ピロ硫酸カリ熔融後苛性カリ沈澱を行う場合2時間, ピロ硫酸カリ熔融のみの場合1.5時間充間, 磁選した砂鉄ならばピロ硫酸カリ熔融のみで充分である。

(註6) Cr⁺⁺⁺ならばその影響はない。

何れも影響ないがCuは1g/dlになると透過率55%となり明かに影響が認められる。

(註4)

K. 分析操作の為の予備試験 砂鉄をメノウ乳鉢でよく磨り200mgを取り白金ルツボでピロ硫酸カリ2gと熔融した処、熔融時20分でTiは完全に溶出する事がわかつた次に予めアルカリ熔融する時の為の予備試験とし砂鉄粉末200mgを $K_2CO_3 + Na_2CO_3$ (1:1) 2gと白金ルツボ中で熔融、20分で熔融は完全であつた。

L. 分析方法 常法通り行う。即ち試料をメノウ乳鉢でよく磨り200mgをピロ硫酸カリ2gと白金ルツボ(又は石英ルツボ)中で20分間溶融し、冷後硫酸(1:9)で溶出、不溶物を除き若し必要があれば苛性カリを加えて煮沸してチタン鉄と共に沈澱して良く洗滌後硫酸(1:9)に溶かしその中一定量を取り過酸化水素(3%)を加えて一定容に薄め、ブランクは過酸化水素を加えない液を発色液と同一稀釈率で薄めて比色する。アルカリ溶融の必要がある時はピロ硫酸カリ溶融の前に行う。所要時間は1.5~2.5時間である。

M. 分析結果 日本標準規格分析法(重量法)によつて定量した結果と、本法によつて比色した結果を比較した。(何れも TiO_2 として)

(第10表)

産 地	日本標準規格法	本 法
鹿児島県熊毛郡十島村口之島	6.30%	6.39%
〃 種子島石寺	12.80%	12.95%
〃 肝付郡佐多海岸	8.57%	8.56%
〃 垂水町海岸	7.33%	7.40%
〃 指宿郡喜入村中名	9.03%	8.92%

試料数が少いが重量法の結果とよく一致している。

3. 結 論

(I) 硫酸濃度を1:9にすれば硫酸アルカリの影響は防げる。

(II) 温度の影響は0~35°Cの間では無視し得る。

(註6)

(III) 磷酸は100mg/dl, クロム0.1mg/dl, 銅0.1g/dl迄は影響ない。バナチン、モリブデンは予めアルカリ溶融して除去出来るがフィルター-S#43, 47のメーターの振れの差によつてバナチンによる不測の誤差を未然に防止し得る。

(IV) Fe, Al, Ca, Mg, Mn, Zn, As, SiO_2 等は影響ない。

(V) 妨害物もアルカリ熔融苛性カリによる分離を行えば(Cu含有量の多い時はアンモニアによる分離)その影響を無視し得る程度迄除去出来る。

(VI) 所要時間は1.5~2.5時間普通1.5時間で定量し得る。

(昭和28年度業務報告書に要旨記載)
日本化学会九州支部常会にて発表済