

D、焼成温度

重油バーナー炉中で 300~700°C の範囲で焼成試験を行った処 500°C、一時間30分の条件の場合が最高の脱色力を示した。600~700°C では却って脱色力が減じ嵩比重も減少し、又500°C 以下でも脱色力減退し、嵩比重が増加した。300°C では炭化不十分であった。

E、ZnCl₂仕込時のHCl添加

鋅屑の水分が非常に多い時は、ZnCl₂液の浸透は良いが、水分の為、ZnCl₂が稀釈されて製品の脱色力を減ずる。水分を少くすると液の滲透が悪く、之も亦脱色力減退の原因となる。そこでZnCl₂液にConc. HClを2%程度添加した処、製品の脱色力が向上し常に一定した製品を得る様になった。

F、焼成物よりZnCl₂の回収

ZnCl₂の回収は、バッテリー抽出式に行う訳であるが、抽出に常水(水道水)を用いて居るので、Zn(OH)₂沈澱を生じ、完全回収が出来ない。1% HCl液で洗滌する様指導した処、回収率及び所要時間の短縮が出来た。

G、回収液の濃縮

回収液は Be° 40~50 であるが、之を濃縮するのに鋅屑gammaを使用して居た。之を廃して、焼成炉の煙道に移したところ、鋅屑の節減と時間の短縮が出来た。

H、酸洗い及びZnCl₂蒸気の回収

酸洗い及び水洗の能率を向上する為、堅型洗滌塔を設備し、又ZnCl₂蒸気回収の為、洗滌塔を設け、洗滌水は焼成物の水洗液の中濃度の低いものを使用する様に計画、現在その基礎試験中である。

(成 果)

- 1、塩化亜鉛濃度、液比、鋅屑水分、焼成温度、HCl添加等に就いて研究指導した結果、製品の脱色力98% (以前は92%に向上し、且つ常に一定した脱色力のものを得る様になった。
- 2、鋅屑乾燥、回収液濃縮等に要する熱源を煙道ガスより取り、廃熱利用を行い、燃料代を節約し得た。

3.2.7 題目 クエン酸結晶中の砒素について

〔第一報〕

鮫 島 昭

(概 要)

澱粉粕からクエン酸を製造して居る某工場の製品中に砒素が混入している事が鹿児島大学で発見され、新聞紙上に掲載された。森永粉乳事件以来食品中の砒素が最近再び問題化して来て居り、一般家庭に対する影響が大きいので、早速、製品、中間製品、原料中の砒素の含量を

定量分析した。

〔成 果〕

(1) 砒素定量方法

試料を濃硫酸(特級)及過酸化水素で分解し、臭化第二水銀紙法(JIS法)によつて定量した。

(2) 分析結果(試料中の砒素量)

原料	硫 酸	4.5 P.P.m
	消石灰	0.1 %
中 間 製 品	分解液	1.1 P.P.m
	粗結晶一次母液	2.7 %
	製品一次母液	2.8 %
	二 次 母 液	2.8 %
	製品活性炭炭前	2.8 %
製 品	クエン酸カルシウム	0.1 P.P.m
	製品 (クエン酸結晶)	3.2 P.P.m

(3) 分析結果の検討

分析結果から判定すると、

- I) 澱粉粕から醗酵によつて出来たモロミの中には砒素は認められない。砒素の混入は精製工程中にある
- II) 砒素混入の主な原因は硫酸であり、消石灰中にも微かながら含まれている。
- III) クエン酸石灰中に砒素が 0.1 P.P.m 含まれているのは原料消石灰の影響と考へられる。
- IV) 分解液→クエン酸結晶迄の間、砒素含量が1.1→3.2 P.P.m迄変化しているが、之はクエン酸濃度が製造工程中変化して行く為であつて、液中に溶存するクエン酸に対する比率を出すと、殆んど常に一定である。之から見ると、製品になる迄の間、二回の再結晶を行つて居るにも拘らず、砒素はクエン酸と同一行動を取り、分離されていない事がわかる。従つて製品の砒素を除く為には現在使用している、硫酸を無砒素硫酸に切替へるか、又は工程中で脱砒素を行ふ様にしなければならない。

(4) 他社製品との比較

	砒素	鉄	鉛
富 士	0.1 P.P.m	2.2 P.P.m	検出せず
三 栄	0.2 %	5.8	0.2 P.P.m
某 社	3.2	9.2	3.0

富士、三栄と比べ、砒素、鉄、鉛共に最高(最悪)の含量である。

○結 論

- I) 製品中の砒素含有量は 3.2 P.P.mで一応問題になる。日本薬局法には砒素の含量の規定はないが、米国の規格と比べると不合格である。
- II) 製品を清料飲料水(0.3%)に加工した場合は砒

素 0.01 P P m 程度となり一日当り 10 l 以上飲まない限り問題はない。

3.2.8 題目 クエン酸結晶中の砒素について (第二報)

クエン酸の脱砒素及脱鉛

鮫 島 昭

〔概 要〕

某工場製造の結晶クエン酸中に 3.2 P P m の砒素を検出した事は、先に述べた通りであるが、この砒素（及鉛）を除く為に試験を行つた。脱砒素法としては、色々の方法が考へられるが製品が薬局法品であるので、単に砒素、鉛を除くだけでなく、製品に不純物や、悪臭を残さない様な方法が必要とされる。

脱砒素法として、硫化水素法が適当と考へられるが、取扱に不便であるので、硫化ソーダ法を採用して実験する事にした。

〔成 果〕

I 実験の部

(I) 分 解 液	100CC
黄 血 塩	0.4CC (5%)
赤 血 塩	4.0CC (1%)
硫化ソーダ	10mg
活 性 炭	0.5g

先づ分解液に赤血塩を加へ、第一鉄を沈澱（クエン酸の脱鉄については別に詳細に報告する）次に黄血塩を加へて、第二鉄を沈澱させ、完全に脱鉄する。次に硫化ソーダ液を加へて、砒素及鉛を沈澱、最後に活性炭を加へて脱色した以後は工場の製造工程と同様にして結晶を得た。

硫化ソーダを加へた場合、分解液の酸性の為硫化水素が游離し硫黄臭を放つたが、活性炭を加へて一夜放置したものは硫黄臭を僅かに感ずる程度で、以後の濃縮、結晶分離、活性炭処理によつて、硫黄臭は全然感じなかつた。製品結晶の味覚試験の結果も異常を認められなかつた。製品結晶中に砒素、鉛は検出し得なかつた。

II 分 解 液	1 l
黄 血 塩	4CC (5%)
赤 血 塩	40CC (1%)
硫化ソーダ	100mg
活 性 炭	5 g

前と同様に処理した。濃縮は Water Bath 上で減圧濃縮して製品結晶 195g を得た。

臭覚、味覚試験の結果は前と同様で、異状を認めず

又砒素、鉛等も検出し得なかつた。

III) 分 解 液	5 l
黄 血 塩 液	20CC (5%)
赤 血 塩 液	20CC (1%)
硫化ソーダ	500kg
活 性 炭	25g

前同様処理して製品結晶 968g を得た。

臭覚、味覚試験の結果は何ら異状を認められず、又砒素、鉛等も検出し得なかつた。

II 結 論

I クエン酸中に混入して来る砒素及鉛を硫化ソーダによつて除去し、製品結晶の脱砒素、脱鉛を行ひ得た。

II 製品中には硫黄臭、其他不快臭及味を残さない。

III 硫化ソーダ処理を加へるによつて、製造に要する時間が長くなる様な事は無い。

3.2.9 題目 クエン酸分解液の脱色用活性炭について

鮫 島 昭

〔概 要〕

現在某工場が使用している活性炭及び其他の活性炭の脱色力の比較を行つた。

〔成 果〕

I 実験の部

分解液 100CC を取り、之に乾燥した活性炭 0.1g を加えて 60°C で脱色し、脱色力を比電比色計で測定した。

丸 菱 (蒸気炭)	57.5/100
富 士 (塩化亜鉛法)	59.6/100
鹿児島炭素 A-12 (蒸気炭)	66.0/100
〃 M-2 (蒸気炭)	71.3/100
〃 (塩化亜鉛法)	60.0/100
武長白鷺 (蒸気炭)	73.5/100

II 結 論

I 脱色力は、白鷺 鹿児島炭素 富士 丸菱の順になる。

II) 一般にクエン酸脱色用としては蒸気炭の方が塩化亜鉛炭より脱色力が大き。

III) 鹿児島炭素 M-2 は白鷺に殆ど匹敵する。而も価格は白鷺よりも遙かに安い。

IV) 富士、丸菱製品は鹿児島炭素製品に比べて 2 割高である。

以上の結果から鹿児島炭素 M-2 を使用する様指導した。