



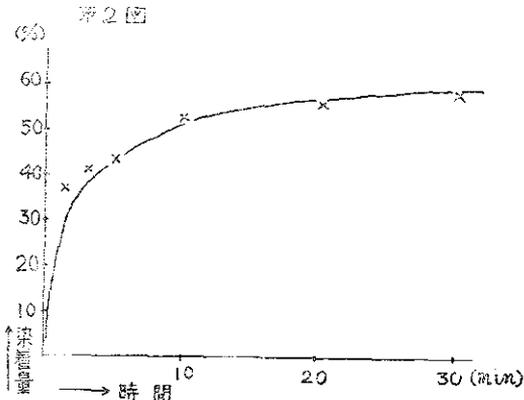
1 染色条件

カーボノールブルー LB 25% (o.w.f)  
 カーボンD 10%  
 炭酸ソーダ 40%  
 苛性ソーダ38°Be 30%  
 水あめ 50%  
 ハイドロ、サルファイトコンク50%

浴比 1:30  
 温度時間 60°C×30min

染色開始後 1min, 2, 3, 5, 10, 20, 30, について染液1cc  
 を取り1ℓに稀释し 5% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>10cc を加へ完全に発色  
 させ安定剤に C.M.C を加へ比色し染着率を測定した  
 結果は次の通りであつた。

| 時間  | 1 min | 3   | 5   | 10  | 20  | 30  |
|-----|-------|-----|-----|-----|-----|-----|
| 吸着率 | 38%   | 41% | 43% | 53% | 56% | 58% |



II 染色糸の強伸度

アルカリを使用のため糸の強伸度が下る可能性があるため測定した。継続率 1.4:1 とし染色した場合の強伸度は次の通りであつた。

|            |    | 1     | 2    | 3    | 4    | 5    | 平均   |
|------------|----|-------|------|------|------|------|------|
| 絹織糸        | 伸強 | 20.0% | 20.1 | 21.4 | 20.5 | 20.0 | 19.5 |
|            |    | 4309  | 390  | 440  | 410  | 400  | 414  |
| 第一回<br>継続浴 | 伸強 | 18.0  | 19.1 | 20.0 | 17.5 | 21.0 | 19.1 |
|            |    | 380   | 450  | 330  | 375  | 375  | 395  |
| 第二         | 伸強 | 17.0  | 19.2 | 17.5 | 15.8 | 19.2 | 18.6 |
|            |    | 460   | 410  | 450  | 370  | 370  | 434  |
| 第三         | 伸強 | 17.5  | 18.0 | 18.0 | 17.0 | 18.0 | 18.8 |
|            |    | 410   | 440  | 470  | 470  | 410  | 434  |
| 第四         | 伸強 | 18.0  | 18.0 | 19.0 | 17.0 | 17.0 | 17.5 |
|            |    | 430   | 340  | 430  | 430  | 440  | 414  |

III 各PHに於ける還元状態及び染色濃度

カーボノール、ブルー IDM 30%に於ける染色濃度  
 pHは次の通りである。

|   | 染色糸<br>No. 1      | No. 2 | No. 3 | No. 4 | No. 5 | No. 6 | No. 7 |
|---|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| N <sub>2</sub> O <sub>4</sub><br>40° Be | 1倍                | *     | *     | *     | *     | *     | *     |
| ハイドロ<br>サルファ<br>イト                      | 0.6倍              | *     | *     | *     | *     | *     | *     |
| 重曹                                      | 苛性ソー<br>ダに対し<br>て | 0.5倍  | 1倍    | 1.5倍  | 2倍    | 2.5倍  | 3倍    |
| PH                                      | 12.2              | 12.1  | 11.5  | 10.5  | 10.3  | 10    | 9.8   |
| 染色濃度                                    | 100               | 95    | 95    | 100   | 90    | 85    | 80    |

VI 各PHに依る強力強力試験並びに経年脆化度

III項で染色した染色糸について蒸気圧7.5Lbs/in<sup>2</sup>の  
 生蒸気に依り 16時間 (A.A.T.C.G.) 蒸熱前後蒸  
 熱を行ひの張伸度を測定した結果は次の如し、但し原  
 糸を 100 とする。

| 試料名          | 蒸熱前   |       | 蒸熱後  |      |
|--------------|-------|-------|------|------|
|              | 強度%   | 伸度%   | 強度   | 伸度   |
| 原糸           | 100   | 100   | 87.9 | 74.0 |
| 染色糸<br>No. 1 | 96.9  | 100   | 77.9 | 62.9 |
| No. 2        | 100.8 | 118.5 | 77.2 | 59.2 |
| No. 3        | 95.5  | 100   | 80.3 | 62.9 |
| No. 4        | 103.8 | 122.2 | 85.2 | 70.3 |
| No. 5        | 101.7 | 122.2 | 82.8 | 66.6 |
| No. 6        | 96.8  | 111.1 | 81.5 | 74.0 |
| No. 7        | 104.0 | 114.8 | 89.6 | 88.4 |

〔結果〕

- 1 蒸熱染浴の染料濃度を増せば染色回数は著るしく減らせるが、摩擦堅牢度は低下することが認められた。
- 2 摩擦堅牢度は染色回数と共に増加するがその割合は一定でない。
- 3 染色濃度と摩擦堅牢度より、<sup>○</sup>あい染、がいかに表面染着であるか々推定される。
- 4 <sup>○</sup>大島紬あい染糸、の摩擦堅牢度が極端に悪いのは、インデゴ自身の性質にも依るが、著るしく、高濃度(絹織維に対し)に染色されている為一層悪い結果を生じている。
- 5 直接、酸性染料に依る染色は、色調上より、必然的に黒色系のものを使用するため、地糸はともかくとして紺糸は、全然風味の変つたものとなる。

- 6 カーボノール染は『あい染』よりも各種堅牢度が良好であった。
- 7 カーボノール、ブルー IDM 35%染色に依り良好な緋染色をなし得た。
- 8 硫化染料に依る染色系は経年と共に脆化するといわれる。之は、水洗に依つても硫化ソーダが完全には除かれず、又繊維上で分解し、酸化して硫酸となる為とされている。カーボノール系染料はポリサルファイドの硫黄を含まぬ為、ハイドロサルファイト建すれば脆化防止出来るるとされているが、本試験並びに、自然の環境から考へて、経年脆化はないものと思はれる。
- 9 あい染に於けるPHは 11.5~12.2 であるが(温度 39°C) カーボノールは其れよりも低い PH でなし得る(温度60°C)

以上の試験に当り ⅢⅥ項については日本化薬K.K試験課の諸氏の御協力をいただいたのでここに感謝の意を表します。

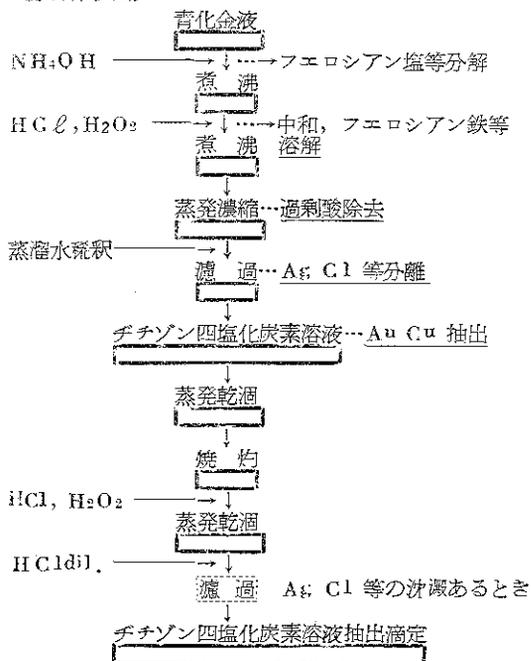
### 3.2.8 [題目] 青化製錬所青化金液中の金の迅速分析

村山 広 道

[要旨]

青化製錬所における操業青化金液中の金の分析法は従来乾式試金術によつて行はれているが試料採取より分析完了まで7時間を要するのでこれが簡易迅速化をはかるため、下記分析法を検討した。

[分析系統図]



[試薬]

- アンモニア水 1級
- 塩酸 1級
- 過酸化水素水 1級30%
- 四塩化炭素溶液 特級品を再蒸溜
- チチゾン四塩化炭素抽出液(濃)
- チチゾン四塩化炭素抽出滴定液(淡)
- 塩化金標準液を用いて金相当量を決める
- 塩化金標準液

Au 1000 r 1cc の金液を作り使用時稀釈して Au10 r 1ccとする。

[分析操作]

青化金法50~100cc (2g~10g) をコニカルビーカーに正確にとり、28% NH<sub>4</sub>OH 5cc を加え加熱煮沸し、シアン塩等を分解する。次に35% HCl を徐々に加え中和後過剰10cc 注加30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 5cc を徐々に滴下する。引続き加熱しフェロシアン塩を完全に分解約30cc になまで蒸発濃縮し、冷却後蒸溜水20cc 注加し No. 4 グラスフィルターで Ag, Cl 等を吸引濾過して除く。溶液を100cc 分液ろーとに移しチチゾン四塩化炭素抽出液(濃)を1回につき 0.2cc づつビュレットから滴下して8回抽出を行い5cc 蒸発皿に入れ、蒸気浴上で蒸発乾涸後電気炉で有機物を焼灼分解後冷却35% HCl 2cc 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3 滴滴下して金を溶解再び蒸気浴上で蒸発乾涸 0.1N HCl 2cc に溶解し、この際 Ag, Cl の沈澱物生じたら再び No. 4 グラスフィルターを用いて濾過後よく洗滌し主洗合液を30cc 分液ろーとに注意深く移し洗滌し液量を15cc ならしめ、これに既知濃度チチゾン四塩化炭素抽出滴定液を1回につき 0.2cc づつ滴下抽出滴定を行う。終点の判定を判り易くするため試料中に、銅含有なき場合①金の数倍量の銅イオンを加えると抽出滴定にあたつて、金とチチゾンとの黄色錯塩の生成完了後銅とチチゾンと結合し、銅チチゾン塩の紫赤色の呈色が生ずるので銅の紫赤色呈色開始前までの抽出液の所要量をもつて金の相当量とする。分析所要時間約3時間である。

第I表 塩化金液

| Au 添加量 r | Au 測定値 r | 誤差 r |
|----------|----------|------|
|          | 5.0      | 0    |
| 5.0      | 5.0      | 0    |
|          | 5.0      | 0    |