

廣島縣工業試驗場報告



N0. 3

1953

REPORTS FROM INDUSTRIAL EXPERIMENT
LABORATORY KURE HIROSHIMA PREFECTURE

目 次 (No. 3, 1953年)

A. 研究報告

1. 鍮に関する研究
(第5-6報) 豊永信夫・脇 一雄 1
2. 電解研削に関する研究
(第4-5報) 下勝伏夫・東正十郎 9
3. クラフトパルプの研究
(第1-3報) 東正十郎・福富 康・笠岡良介 17
4. 紙質油化工の研究
(第4-7報) 村高保太郎・東正十郎 27
5. 活性炭の研究
(第1報) 宗重文夫 40
6. 人造真珠に関する研究
(第2-4報) 戸谷哲雄・金屋敦みよ子 43

B. 発 報

1. 高速変工具鋼の取扱について 小川忠司 51
2. 鍮の選択法と使用法 (訳文) 豊永信夫・脇 一雄 54
3. 柑橘果汁に就て 東正十郎・村高保太郎・金屋敦みよ子 65
4. プレーキ油に就て 戸谷哲雄・金屋敦みよ子 69

鋸に関する研究

第5～6報

豊永信夫
脇一雄

第5報 鋸の切削性能試験について

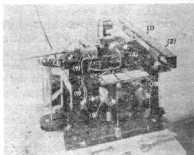
I 緒言

鋸に鋸の目の形状及び条件については報告しておいたのであるが、之と鋸の切味との関係を明らかにすべく実験を遂げた。鋸の切味試験機としては従来 Herbert 氏の鋸試験機が広く使用されているが、之は試験機と被切削材料との接触を常に一定としているためその結果に不合理があると考え、佐々木式鋸切削性能試験機（日本機械学会誌、第60巻、第342号）の製作を進めていたのであるが、最近やつとその完成を見るに至つた。

本実験に於てはこの試験機を使用して鉄工用1号平荒目鋸の切味を測定した。試験機は特別な製法を施したのではなく、市販のものの中から奥市仁方地区製品を五組及び Nicholson 社製鋸とを取り上げてその切味を比較してみた。鋸の目の諸条件が切味に及ぼす影響は頗々あり、一度に好条件をそろえる事は不可能で将来色々の条件をもつた目を特別に切つて試験してみる予定である。

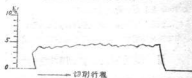
II 試験機及び試験方法

試験機は写真1に示す如き佐々木式鋸切削性能試験機である。従来 Herbert 鋸試験機で行われた鋸切削試験では加えられる直圧力を一定にして、鋸の切削した被切削材料の容積又は重量と切削回数との比で切味を出したもので、この場合最も重要な切削力と云うものは考えられていなかった。鋸を手鋸で使用する場合は被切削材に加わる力は之に垂直に加わる直圧力と切削方向に加わる切削力とがあるが、この二つの力の合成力が鋸の切味に最も関係があるもので、本試験機ではこの力を測定するようにしてあり極めて合理的である。



(写真1)

試験機の構造を説明すると大体次の如きものである。試験機①は切削面を横にして取付部②に固定され動力によつて水平方向に運動を行い、試験片③は重錘④によつて鋸面に直角に一定圧力で押しつけられる。之が鋸に対する直圧力を与える。切削は往復行程のみで行われ、復行程の場合はカム⑤とマグネット⑥により試験片を鋸面より引き離す様な構造になっている。尚記録装置は試験機の切削力を記録するもので、鋸の切削行程をカム⑦を介して切削力は測力計⑧とブルド管⑨を通じてグラフ紙上に自動的に記録されるようになっている。記録された切削力は第1圖に示す如きもので、水平方向は切削行程を示し垂直方向は切削力を示す。切削力の目盛は予め標準荷重を試験片に



第1圖

加えて記録しておく。切削量即ち切粉の重量は500行程毎に秤量して求めた。

切味は開口博士等の定義に依り毎500行程毎の切削量 Q を切削合力 R で割った無名数の値によつて示す。この場合切削合力とは記録に表われた切削力と重直力による直直力との合成力である。

即ち

$$C = \frac{Q}{R}$$

$$R = \sqrt{F^2 + P^2}$$

C……切味

Q……500行程における切削量 (gr)

R……切削合力 (kg)

F……切削力 (kg)

P……直直力 (kg)

直直力 P は、ブツクスバウム氏に依れば一平方厘当たり2.5kgをとつており、亦開口博士等の実験にては1平方厘当たり1kgをとつてゐるが、直直力の値は被切削試験片の被切削面積、材質、硬度及び鑄の目の大きさ等によつて種々異なるものと思われる。尚、佐々木博士は κ 鑄の切削性能について κ に於て各種鑄、各種被切削材料についてその直直力の実験値を出しているが之等を参考として本実験に於ては10mm直径の被切削材料(炭素鋼)に対して2.5kgとした。第1表は佐々木博士の直直力の実験値を示すものである。尚この測定値は工具に手鋸で鑄を使用させ測力歯及びブルドン管を使用して測定したものである。

第1表 佐々木博士による直直力

被切削試験片	Hn	直直力 Kg		
		荒目	中目	油目
種 軟 鋼	115.0	3.5	4.3	3.9
砲 金	79.0	9.4	6.3	6.5
デュラルミン	98.0	4.9	4.4	4.5
錫 鉄	191.0		4.1	
パピットメタル	31.5		5.1	

(註) 被切削試験片は14mm直径の丸棒
試験用鑄は鉄工用12吋鑄

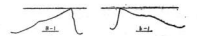
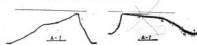
切削行程は種々変え得るようになってゐるが本実験では74mmとした。尚、鑄の直線部のみが切削行程になる様に調整して実験した。亦行程数は毎分15回で大体手鋸で鑄を使用する場合に近したものである。

III 試験鑄及び被切削試験片

試験鑄は市販の鉄工用12吋平荒目鑄で、吳市仁方地区製品五種(A、B、C、D、E)とNicholson社製

鑄(N)とである。同符号の小文字のものは夫々その裏面を表わす。鑄を表面と裏面とに區別した理由は、最初目に切つた面はその裏面を切る場合に当然傷められるわけで、両面の間には必ず切味の差があるものと思ひ、吾々はマツ(商標)を打つた面を一応表面として実験を進めた。

各鑄の目の形状は第2圖-第7圖に示す如きもので、目の諸条件は第2表に示す。



第3圖



第5圖



第7圖

尚、各鑄の硬度は鑄の端面を研磨し10箇所測定した平均値で第2表に示す。目の諸条件の計測位置及び方法は前報告を参照されたい。

被切削試験片は10mm直径の炭素鋼を熱処理したもので、硬度はロツクウェルC21.8のものを用いた。この硬度は硬度試験の結果大略均一であることを認めた。

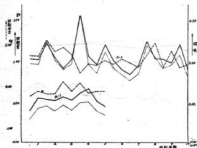
第2表 各鑽の目の条件及び切味

鑽の記号	目の傾き		ピツチ		目の深さ d	切削面斜角 β	間隙角 γ	1吋 ² 当り の目数	切削量 Q gr	切削合力 R kg	切味 C	硬度 Re
	α	β	P1	P2								
B-1	67° 12'	49° 20'	1.25	1.55	0.55	-12° 08'	27°	436	1.50	4.97	0.200	64.9
D-1	66° 15'	49° 54'	1.50	1.59	0.62	-13° 17'	24°	414	1.25	5.09	0.245	65.8
d-1	69° 14'	50° 06'	1.31	1.57	0.58	-9° 36'	25° 30'	414	1.11	4.95	0.224	65.8
A-1	64° 08'	47° 57'	1.56	1.60	0.60	-15° 18'	23°	406	1.01	4.60	0.213	64.1
N-1	64° 42'	44° 02'	1.47	1.50	0.71	-12° 15'	38°	349	1.05	5.12	0.206	65.5
b-1	66° 52'	48° 55'	1.24	1.59	0.48	-9° 15'	23°	425	0.83	4.40	0.187	64.9
n-1	64° 52'	44° 35'	1.48	1.89	0.71	-9° 42'	42°	347	0.57	4.14	0.137	65.5
e-1	71° 14'	50° 27'	1.29	1.66	0.47	-17° 52'	22°	356	0.58	4.39	0.132	65.2
a-1	64° 06'	47° 02'	1.46	1.61	0.50	-13° 06'	6° 50'	394	0.43	3.91	0.111	64.1
C-1	67° 26'	49° 40'	1.32	1.74	0.55	-5° 00'	8° 30'	352	0.44	3.87	0.110	63.9
E-1	71° 16'	50° 09'	1.27	1.66	0.50	-18° 52'	6°	354	0.45	4.39	0.101	62.1
e-1	68° 59'	49° 02'	1.31	1.72	0.57	-3° 17'	3° 45'	356	0.10	3.17	0.030	63.9

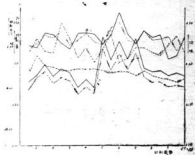
III 實驗結果

実験は各鑽について各々 10×10^3 回宛行つた。実験結果は第2表に示す通りで切味Cの値の大きいものから順に表わした。本表に示す切削合力、切削量及び切味の値は100行程毎に測定計算したものの平均値を出したものである。尚第8図-第13図に示すものは各鑽の 1×10^3 回の間に於ける切味、切削合力及び切削量の変化を示すもので之は鑽の耐久力を示すものである。

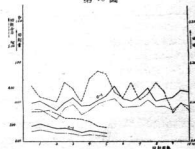
第8図



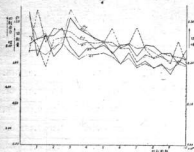
第9図



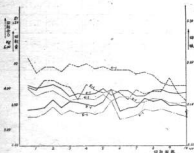
第10図



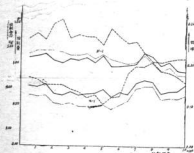
第11圖



第12圖



第13圖



4-1はマグネットの故障のため実験中止したものであり、0-1は切味激減のため中止したものである。切味はB-1の0.200から1-1の0.030と大分ひらきがある。切削合力、切削量共大体切味の良いもの程大きく、悪いもの程低い。この事は各鐘の 10×10^3 回切削中にも云える事である。

切削面傾角 γ については、双物と名付けられるものでこの角度のないものはなく、又その角度も正側にな

くはならぬものであるが、鐘についてはタガネで目を切るため第2表に示される如く全部負側にある。理論的には開口博士の実験にもあるように負よりも正にするに依り且その値の増し程その切味も良くなる筈であるが、本実験に併した鐘は全部切削面傾角が負側であり、又その値も種々雑多で試験鐘の数も少いためこの角度の切味に及ぼす影響については明瞭でなかつた。

同じ間隙角即ち普通の双物の二番に当る γ の値は大きいもの程良好な結果を示し、 27° のものが最高の切味を示した。ただN-1, n-1の γ の値は特に大きく之については後述する。0-1は γ の値が $3^\circ 45'$ で切削に当つて双の背部が被切削面を滑つていたようであり摺動音を出していた。その他4-1, C-1, E-1の如く間隙角の小さいものは皆悪い切味を示している。尚、各鐘についてその一目の面積を測定してみると、この値の小さいもの程切味の値が大きくなっている。即ち単位面積当りの目数の多いもの程切味がよくなっている。これはピッチの大きい割に目の深さが深くなく、即ちタガネの立ち込みが空いた目が充分起きていないため γ の値が少く、切味も従つて悪くなつたものと思われる。

耐久力の点については第8圖-第13圖に示す如く、本実験の条件では 10×10^3 回では大した変化は見られないが大体において次第に低下するものが多い様であった。之は機械によつて均一な切削をなした為であつて、実際手動で鐘を使用した場合には耐久力をもつと低下するものと思う。尚途中に於て切味の値が大きく変化するものは次第に鈍くなつてきた双の先端が折れて鋭い部分が出来た為と思われ、之は長続きはしないで亦すぐに低くなつて来ている。

Nicholson鐘は目は充分に起きており且目の条件も良く切味はもつと良くなければならぬように思うが、第1表で明瞭なようにN-1はその切削量に比し切削合力が余りに大きいため切味の値が小さく出ている。之は γ の値が余りに大きいためその先端が切削材によく喰い込んで切削合力が大きくなつたものと思う。n-1の場合も同様な事が云えるのであるが、第13圖でも分る様に6500回迄は何らかの条件で双は切削面を滑つていたものが、(事実この間摺動音を出していた)6500回以後は先端の条件が變つて良く喰い込む様になり切削合力は急に大きくなつている。

鐘の硬度は各鐘共大差なく、之と切味との関係は認められなかつた。

尚、前述の如く鐘の両面には切味の差が相当にありA社鐘で0.213と0.111, B社鐘で0.200と0.187, C社

寸で目
も正に
管で
負側に
ためこ
はかつ

寸は大
高の切
大きく
た切削
であり
1) の
いる。
ると、
いる。
くなく
深くな
おきて
つたも

寸で0.110と0.030、D社寸で0.245と0.224、E社寸で0.132と0.101、N社寸で0.205と0.137である。

両面の切味で差のないものとしてはD社寸が良い寸と云えよう。最高の切味を示すものはB社寸であるが之は両面の切味の差が大きい。

V 結 言

上記実験結果をまとめてみると大体次の如くである。

- 1) 切味は0.20から0.050と相当のひらきがある。
- 2) 切削量、切削合力共切味に正比例する。
- 3) 切削面斜角との関係は本実験でははつきりしなかつたが、前傾角との関係は明瞭でこの値の大きいものほど切味が良好で27°のものが高最高の切味を示した。
- 4) 同種の寸に於ては単位面積当りの目数が多いもの程切味は良いようである。
- 5) 削入力は本実験の条件では大した変化は認められなかつたが、大体に於て次第に低下しているようである。

第 6 報 鋳用鍛造ロール機について

I 緒 言

鋳の鍛造工程にロール機を使用して、製品の均一化並びに量産を計りしことは前報告に於て述べた通りであるが、当時実験中であつたためその孔型及び製品に關してはくわしく述べなかつた。その後各種形状の寸について種々実験を進めその孔型の完成を見たので報告する。普通の圧延ロール機でもその孔型は長い経験、実験の結果出来ているもので、その理論的算出は困難である。本鋳用鍛造ロール機ではその上に曲線部があり、先端になる程細くると云う事が加わるので一層理論にのりがたく、種々実験を繰返した結果本報告の如きものを得た。尚、ロール機による製品は従来のハンマーによる製品に比べ非常に寸法が均一となり外形も非常に滑かである。平造の製品については前報告に述べた通りであるが、本報告に於ては最も製作に困難な三角寸、半丸寸の製品の比較結果を述べる。

II 孔 型

鉄工寸は全長の $\frac{1}{2}$ ～ $\frac{3}{4}$ が先端になる程細くなつているのであるが、その間は曲線によつて形成されている。規格ではこの曲線部の長さや先端の断面のみしか規定していないので、我々はこの曲線を円弧として形

6) 寸の両面の切味には相当の差が認められる。

本実験は寸の切削性能試験としては第一歩に過ぎないものであるが、今後種々の条件において実験を進めたいと思つている。

使用せる寸切削性能試験機の製作に當つては京大佐々木外喜雄教授、大塚府工業試験所安富茂技師の多大なる御指導御援助を蒙り、ここに深甚なる感謝の意を表するものである。

一 参考文献一

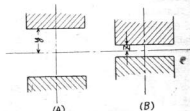
- 日本機械学会誌 34巻 第170号
関口外 2名 寸の切味と新考案の目切法について
- 日本機械学会論文集 6巻第24号第4部
佐々木外 2名 寸の切削性能について
- 日本機械学会誌 10巻第342号
佐々木外 1名 寸の切削性能について
- B. プラッスバウム著 寸寸 (ドイツ工場技術新書)

状を規定した事は前報告に述べた通りである。

次に各孔型について個々に述べる事にする。尚、寸は12°のもので従つて孔型も12°のものである。

A) 平造用孔型

平造の孔型は前設計では前報告にも述べた様に三つの孔型に分けていたのであるが、実験の結果第1図の如き縦孔型(A)と横孔型(B)の如くただ単なる平面をもつた孔型とした。第3報に述べた様に縦孔型及び仕上げ孔型は両方共側面をつけ4%前後の傾斜をつけて圧延したところ、製品の角が充分に出ないで丸味を帯びた為この側面を取つて第1図の如き孔型とした。



第1図

12° 鉄工用平造の曲線部の長さは1寸で第1表に各部

の断面寸法を示す。Yの方は4115R、Zの方は300Rの半径をもつ円弧である。

尚ロールガイドの取付位置は非常に注意を要し孔型

の中心に良く合っていないと製品が曲る。この事は各罐に共通の事である。

X	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85
Y	16,00	14,99	14,98	14,96	14,94	14,91	14,87	14,83	14,78	14,72	14,65	14,58	14,50	14,41	14,31	14,22	14,11	13,99
Z	4,75	4,94	4,23	4,22	4,20	4,17	4,14	4,10	4,05	4,00	3,94	3,88	3,81	3,74	3,66	3,57	3,47	3,37

X	90	95	100	105	110	115	120
Y	13,87	13,74	13,61	13,47	13,37	13,16	13,00
Z	3,36	3,15	3,03	2,91	2,78	2,64	2,50

第 1 表

B) 角罐用孔型

角罐の場合は平罐の場合と全く同様であつて、縦横

両孔型は同寸法である。従つて孔型は一個で済む。尚曲線部の長さは100で100Rの半径をもつ円弧である。

第 2 表

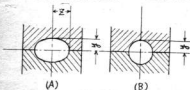
X	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90	95	100
Y	6,25	6,24	6,23	6,19	6,15	6,09	5,99	5,85	5,75	5,62	5,50	5,38	5,18	4,96	4,75	4,55	4,35	4,15	3,85	3,56	3,25

C) 丸罐用孔型

丸罐用孔型は第2圖に示す如き粗型(A)と仕上げ型(B)とより成る。粗型は先端が12.5直径の円で見

端は長径10.1、短径6.5の楕円となつている。仕上げ型は製品と同寸法である。粗型で材料を粗しながら大体円に近くまで圧延し、仕上げ型を通して製品とする。尚ロールライジングは0である。

丸罐の曲線部長さは103で、その各部寸法は第3表に示す通りである。Yは1000R、Zは1000Rの半径をもつ円弧とした。



第 2 図

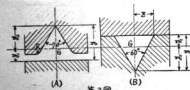
第 3 表

X	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90	95	100
Y	6,39	6,38	6,37	6,14	6,11	6,0	5,83	5,80	5,76	5,6	5,50	5,35	5,15	4,9	4,74	4,56	4,38	4,18	3,85	3,57	3,25
Z	6,25	6,24	6,23	6,22	6,21	6,17	6,11	6,03	6,00	5,98	5,9	5,8	5,80	5,75	5,6	5,55	5,48	5,35	5,2	5,11	5,05

D) 三角罐用孔型

三角罐用孔型は第3圖に示す如き粗型(A)と仕上げ型(B)との二つとした。いずれも三角形の重心位置を上下ロールの中心に合す。粗型は圧延効果を大

にするため頂角を90°より大きくし70°とした。尚、上下ロールの間にはx=0の位置で5mm、x=100の位置で2mm程度のロールライジングをつけている。亦粗型で圧延した場合、はみ出した場合に角が立つと仕上げへもつて行つた場合傷跡がつくので、圖の如く仕上げには角をつつて丸球をつけた。粗型で三度材料を回転して圧延すると大体Yの寸法は出来上り次に仕上げへ通す。仕上げの寸法は完成品の寸法で、(B)圖の如くロールライジングは0とした。尚、仕上げで平面の方を仕上げとし三角形の孔型を下型としたのは、圧延した場合材料は三角形の頂点の側が凹になる



第 3 図

様に彎曲するので三角形の孔型の方を下型として、この曲りをロールガイドにて受けがためである。こうすると製品の重心を貫ける線は完全に一直線となる。但し、ガイドの上下位置は正しく取付けられねばなら

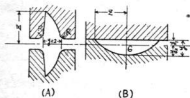
ない。曲線部の長さは10°で、その各部寸法は第4表に示す。Y₁は210R、Y₂は108R、xは125Rの半径をもつた円弧である。

第4表

X	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90	95	100
Y ₁	5.5	5.8	5.8	5.7	7.7	5.6	5.6	5.5	5.4	5.3	5.2	5.1	5.0	4.9	4.7	4.7	4.5	4.1	3.9	3.7	3.5
Y ₂	11.5	11.7	11.7	11.4	11.3	11.2	11.1	11.0	10.8	10.6	10.4	10.1	9.8	9.7	9.5	8.9	8.7	7.4	7.4	6.9	6.9
Z	10.0	10.0	10.0	9.9	9.8	9.7	9.6	9.5	9.4	9.3	9.0	8.8	8.6	8.5	8.0	7.7	7.4	7.1	6.8	6.4	6.0

E) 半丸鑄用孔型

半丸鑄用孔型は第4圖に示す如き粗型(A)と仕上げ型(B)とである。何れも三角鑄の場合と同様弓形の重心を上下ロールの中央にもつて来ている。



第4圖

図の如く粗型は硬とし、先ずxの寸法を任延によつて作る。之も三角の場合と同様に任延効果を上げるため市はyよりも2mm程大きくし、上下ロールの間には

x=0の位置で5mm、x=100の位置で2mm程度のロールライジングをつける。赤傾斜せる側面の間には三角鑄の場合と同様な意味でxをつけた。粗型のxの寸法と同寸法にしておくと、仕上げ型を通過した場合両端に充分角がつかない様な気味があつたので、xは先端になる程漸次的に第5表のxの値よりもx=100の位置で0.5mmだけ深くなる様にした。粗型であつた成形した後仕上げ型へ入れる。この場合も三角鑄の場合と同様に平面の方の孔型を下型とすると真側の方が凹になるように彎曲するので、圖(B)の如く反対に平面側を上型とした。この場合もガイドの取付位置は非常に注意深くやらねばならぬ。半丸鑄の場合も重心を貫ける線は一直線である。曲線部の長さば9°で第5表にその寸法を示す。曲線はY₁は4.00R、Y₂は368R、xは625Rの円弧である。

第5表

X	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90	95	100
Y ₁	3.5	3.5	3.5	3.5	3.4	3.4	3.4	3.4	3.3	3.3	3.2	3.2	3.1	3.1	3.0	2.9	2.8	2.7	2.6	2.6	2.6
Y ₂	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.9	4.9	4.8	4.8	4.7	4.7	4.6	4.5	4.4	4.3	4.2	4.1	4.0	3.9	3.9	3.9
Z	15.0	15.0	14.9	14.8	14.7	14.6	14.5	14.4	14.3	14.0	13.7	13.5	13.0	12.1	11.6	11.1	10.7	9.9	9.9	8.5	8.5

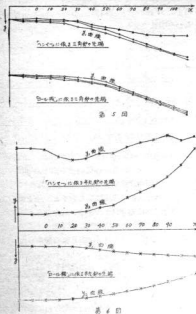
III 製 品

従来ハンマーに依る製品には各部寸法が不整で亦曲り裂れとか云つたものが多かつたのであるが、之をロール機によつてやれば寸法は均一となりしかも曲れ裂れと云つた現象もなくなり良好な製品が製作し得ると云ふ事は第4章に於て平鑄の製造につき述べた通りであるが、其の後角、丸、三角、半丸鑄につき実験を進め製品の測定をしたところ充分満足な結果を見る事が出来た。

角鑄は孔型の項に於て述べた如く形状も全く平鑄に似かよつており、角もよく出ししかも曲り裂れない

良い品物を製造し得た。丸鑄は粗型は楕円形である。製品は「はみ出し」もなく亦任延効果も充分で殆んど真円断面を有し曲りもなく且円滑な表面を有する。

三角及び半丸鑄はその断面形の重心に上下ロールの中心を合わせると、鑄の上下端面の任延速度が夫々異りたる値を取るようになり鑄軸は上下に彎曲せしめられるような力を受ける。之を防ぐためそのガイドの取付は注意深く高さを調整しなければならぬが、その結果製品は殆んど真直なものが得られた。第9圖及び第9圖は従来ハンマーに依る製品とロール機に依る製品との比較を示したものである。圖で良くわかるようにハンマーに依るものには曲りや裂れがあり、亦長



面には焼打の跡が著然と透つておつて凸凹な表面をしている。ロール機に依る製品にはこう云つた現象は殆んど見られず寸法も予期したものが得られた。即ち我々が予期した後工程の研削、最終工程に残す多大の負担を軽減し寸法均一なものを製作すると云う初期の目的を充分達し得たものと思ふ。

一般的にロール機に依る製品の分子はナーバー部の初めでは圧延効果が低いため、亦工作時間の短いため

工作後に於てもまだ品物は充分に熱いために焼分大きくなつているが、これは後工程に於て問題となる程のものではなく、加熱の際気をつけて余り元まで焼かないようにすれば云つた事もなくする事が出来る。

ロール機の鍛造能力は鉄工用12°平鋸に於て、従来のハンマーに依るものは日産 $10^3 \sim 700$ 本に対し約2000本で約3倍近い能力を發揮する事は前に第4報に於て述べたのであるが、角、丸、三角、半丸鋸についても大抵之に近い數値を示している。第6表は鍛造能力比較表である。

第6表

使用機	種別	平鋸	角鋸	丸鋸	三角鋸	半丸鋸
ハンマー		600	600	600	500	500
ロール機		2100	2300	2100	1900	1900

* 但し実労働時間は1日7時間とす。

IV 結 言

本鍛造ロール機は試作品であつた為、孔型の試作、鍛造方法殊にガイドの取付方法等に意外の時間を費し、本来なれば前に第4報を発表し時実験は完了せしめる予定であつたが、今まで発表のおくれた事をここに深くお詫びするものである。

今回の実験は單に12°鉄工用鋸りに止つたのであるが、その他各サイズ、粗鋸等ナーバー部を有する鋸には全部応用出来るものである。之等各種鋸に全部応用すれば鋸の鍛造工程は大いに改良せられ生産量も倍加するものと思ふ。

終りに本実験に多大の援助を費つた関係各位に深い感謝の意を表するものである。

炭素
告に於
を行つ
研削法
の黒皮
鈍化を
て来た
鋸に要
白色の
称すべ

鋸の焼
するも
等のため
して、酸
1. 酸
2 min.
残存量を

P—

P—

P—

P—

電解研磨に関する研究

第4-5報

下 勝 秋 夫
東 正 十 郎

第4報 直流による鍍の電解研磨に就て

I 緒 言

炭素鋼の電解研磨に就ての基本的研究は前回の報告に於てなして来たが、筆者は従来砂吹法により研磨を行つている本県特産の鍍に就て之の研磨行程を電解研磨法により代替することにより、焼入時に於て生ずる黒皮の除脱のため砂吹法によるときは切断面の一部鈍化を来す節れ等欠点を改善せんと試み実験を進めて来た。

鍍に關しては従来電解研磨の陽極光輝とは異り灰白色の梨地生成が目的にして、寧ろ特殊電解酸洗とも稱すべきものと思われる。

II 事前処理(酸洗)

鍍の焼入冷却方式は水によるため脱脂の工程は省略するも、電解時間の短縮並に黒皮による液の老化抑制等のため研磨の事前処理は尠ることの出来ない工程にして、酸洗について二、三の検討をなす。

1. 酸洗液下記四種液により4時間両鍍を酸洗時間2min.、温度50°Cにて黒皮の除脱をなし、スケール残存量を測定比較す。

P-1	$\left\{ \begin{array}{l} \text{硫酸} \\ \text{水} \end{array} \right.$	酸 (d=1.84)	20c.c.
		酸 (d=1.38)	5c.c.
			80c.c.
P-2	$\left\{ \begin{array}{l} \text{硫酸} \\ \text{水} \end{array} \right.$	酸 (d=1.84)	50c.c.
			10c.c.
P-3	$\left\{ \begin{array}{l} \text{硫酸} \\ \text{食水} \end{array} \right.$	酸 (d=1.84)	20c.c.
		塩	1gr. 80c.c.
P-4	$\left\{ \begin{array}{l} \text{硫酸} \\ \text{水} \end{array} \right.$	酸 (d=1.84)	20c.c.
		酸 (d=1.20)	5c.c. 83c.c.

第1表

液	P-1	P-2	P-3	P-4
スケール 残存量 (%)	6	22	41	10

P-4液は除去能力を相当有するも黒色被膜の生成顯著にして煖度の除去清淨を必要とする。故に第1表の結果によりP-1液の使用が最も適當である。

2. 酸洗温度

上記P-1液により酸洗温度の差異によるスケール残存量を比較すると第2表の結果を得た。

第2表

Temp.	20°C	40°C	60°C	80°C
スケール 残存量 (%)	35-45	25-35	25-30	35-40

温度の差異によるスケール除去量の差異は余りみられないが、温度が余り上昇し過ぎた場合には面全体が黒色を呈す。第2表の80°Cに於ける測定値35-40%のスケール残存量は表面が黒色化せるため黒皮との色別困難を来し過大なる残存量を示したが、之の実際値よりも可成り低下することは明らかである。故に高温になる程除去量は大となるが、高温になれば黒色被膜の生成甚しきため50°C (45-50°C) が適當であろう。

3. 酸洗時間

酸洗温度0°Cとし6時間両鍍の浸漬時間の長短によるスケール残存量を比較するに第3表の通り。

第3表

Time.	30sec.	1min.	2min.	7min.
スケール 残存量 (%)	25-25	8-10	5	完全脱除

之の酸洗時間は焼入状況が大きく影響し、1-2min.程度で充分な場合もあり、7min.以上を必要とする場

合もある。大約して2~3min. 程度の浸漬にて充分の様である。

III 電解研磨法

電解研磨液成分を大別すると研磨性能の主体をなす

主成分と之を補助する副成分並に Throwing Power (均一溶解性) の増大及び Inhibitor (抑制剤) としての作用を目的とする添加剤の三成分に分類される。

錳ノ梨地燐光沢生成のための電解液と、その結果を第4表に示す。

第4表

	FP-1	FP-2	FP-3	FP-4	FP-7	FP-6	FP-7	FP-8	FP-9	FP-10	FP-11	FP-12	FP-13	FP-14
H ₂ PO ₄	100		20	10	50	25								
H ₂ SO ₄	10	60	50	20	100	60	50	20	100	80	40	60	30	50
HCl								40						
HAc	20			5			50		15					
NaCl										5		3		
Na ₂ SO ₄													10	5
NH ₄ Cl											2			
H ₂ O	140	140	100		150	150	150	150	100	40	40	30	50	
遊天							3							
ゼラチン								1~2	4	2			2	1
チオ尿素		1	1											
結果	良	稍良	稍良	不良 (黒色)	稍良	稍良	稍良	稍良	稍良 (研)	良 (黒膜)	稍良	良 (黒膜)	稍良	良

1. 電解液三種の比較

電解液選定実験により得られた第4表の結果よりFP-6、FP-10、FP-14の三種の液につき各電解条件を同一にして電流密度、反射率の比較測定をなすに次表の如き結果を得た。尚反射率測定に際してはブルツワツヒ光度計を使用せるものである。

第5表

電解液	FP-6	FP-10	FP-14
電流密度 (Amp./dm ²)	37	28	30
反射率 (%)	20	32	25

(註) 反射率 (%) は一定試料に対する比較値

FP-10液は酸蝕甚しく仕上表面に黒色被膜の生成をみ、反射率の良好なる梨地光沢より稍鏡面光沢に近き傾向のあるためである。

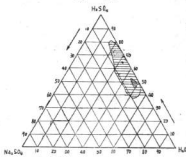
2. 電解液組成

第4表並に第5表の結果のFP-14液に於て、錳の如き高炭素鋼の梨地燐光沢生成の性能を有することを認めためたのであるが、之に添加されたゼラチンの影響は田嶋氏⁽¹⁾の試に唱へる如く Throwing Power並に粘度の向上剤として極めて有効にして、呂氏⁽²⁾の試の如く梨地面生成機構の本質なるピット集合体の形状並に分布状態の均一化を助長するもので、今之を実験的にみると第6表の如くである。尚第1圖はゼラチン添加をなす原液としての硫酸、芒硝、水の比率を表したものである。

茲に原液は硫酸50g、芒硝5g、水50g、c.)割合の混液にして反射率は原液にて電研せる仕上品のと比

較測定をなせるものである。

第1圖



第6表

ゼラチン添加量	0	0.2 gr.	0.5 gr.	1.0 gr.	1.5 gr.	2.0 gr.	3.0 gr.
電流 (Amp.)	2.43	2.55	2.35	2.21	1.95	2.06	1.50
反射率 (%)	25	28	38	21	12	14	

ゼラチン添加により溶解面の平滑化はなされ反射率に与える影響も判然とみられるも、添加量には限度があり添加量の過多は反射率を著しく低下させることとなる。故に原液にゼラチン1gr.添加せるものをFP-14となす。

3. (電流-電圧) 曲線、梨地光沢範囲

電圧、電流密度は編極試料の前処理、形状、極間距離並に電解液老化状況等により自と異なるものにして炭

密に之が、錳於て4時鐘の遊天に極間距離をみ、1.6過大等

面積の前後に三圧を大と様にするが、すべきも

電流密度 (Amp./dm²)

第3圖に際し梨地

Power (としての結果を

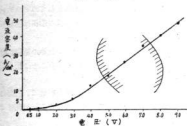
FP-14
50
5
50
1
良

密に之を指定することは要を得ないこともあり得るが、鍍材に於ては第2圖の(V-I)曲線の斜線内に於て梨地光沢の生成がみられた。因に高極共に両方4時鐘を使用し、槽電圧を6V一定として極間距離の差異による電流の変化をみると第7表の如くにして、極間距離3.0~2.0cm間に於て良好梨地光沢の生成をみ、1.5cm以下の場合には陽極生成物の攪乱、温度上昇過大等のため精光の現象がみられた。

第7表

極間距離 cm	3.5	3.0	2.5	2.0	1.5	1.0
電流 (Amp.)	7.3	7.6	8.0	8.9	9.7	10.5

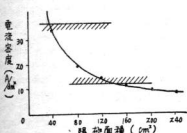
第2圖



4. 面積効果

面積の増大に伴い所要電流密度の減少することは既に前報に於て報告せる通りであるが、処理面積が大となれば三好氏²⁾の唱える如く $D \cdot t = \text{const.}$ より所要電圧を大とし、小面積の場合の電流密度を維持させる様にするか又は小電流密度にて長時間電解する二方法があるが、処理面積が大となれば幾分電解時間を延長すべきものと思われる。

第3圖



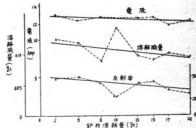
第3圖は処理面積の増大による電流の変化並に之の際の梨地光沢範圍を示せるものにして、面積の増大密

しき場合には密に斜線内に電流密度を保つべき注意の要がある。

5 電解液老化現象

圖は原液¹⁾を使用し鍍材を電解液析出せる場合の老化現象であるが、鍍材²⁾を溶解せる場合に相当の沈澱(硫酸鉄)をみるも、溶液自体は尚研磨能力を有し之に更に鍍材を溶解し³⁾を析出せるに研磨能力の甚しき低下をみた。

第4圖



III 后處理

電解研磨終了後は直ちに水洗してアルカリ中和と浸漬をなす必要がある。之に用いられる弱アルカリとしては通常NaOH、Na₂CO₃等があるが、CaOによる中和と浸漬も極めて有効である。

同一条件により電研せる鍍材を直に水洗しNaOH (5%)、Na₂CO₃ (8%)、CaO (飽和水) に浸漬し20時間放置後の表面色相はNaOH処理は部分的に赤色化し、Na₂CO₃は稍赤色化する程度なるもCaOにありては殆んど変化は認められなかつた。

最後の乾燥は乾燥時間の短縮並に斑点防止のため湯洗法によるのが有効であるが、(水洗—冷アルカリ水—熱水)の方法による場合は仕上げ表面の稍赤味を帯びる難があり、(水洗—熱アルカリ水)によるべきものと思われる。Na₂CO₃にて中和をなせるものは長時間放置する場合は有効なるも浸漬直後より赤色薄膜を生じ、逆電研の場合は寧ろ⁴⁾の使用が適當の様である。

尚、鉄鋼品の防錆剤として硼沙を使用した場合の影響を同一条件電研品について水洗後にみると、発錆状況は次の如くである。

(1日放) (4日放)

- | | | |
|----------------|------|-----|
| (1) 水洗—熱水 | 稍赤味帯 | 顕著 |
| (2) 水洗—熱硼沙水 | 稍黒変 | 稍少量 |
| (3) 水洗—熱水—熱硼沙水 | 稍黒変 | 極少量 |
| (4) 水洗—熱硼沙水—熱水 | 稍赤味帯 | 少量 |
- 茲に硼沙水は硼沙2%溶液を使用せるものにして何



2.9 3.0
RT. RT.
2.05 1.50
12 14
され反射率には限度がせることとのをFP-

状、極間距離にして厳

れも乾燥後空气中に設置せるものなり。研砂の影響としては電研防止は可能なるも仕上げ表面の色相変化に難がみられる。

故に電研研磨後の後処理としては次の如き方法が適當と考えられる。

(可急的迅速)

電研研磨—水洗—熱アルカリ水—乾燥—油
(刷毛洗滌) (80°C位) (自然)

V 考察と中規模試験結果

筆者は更に中規模的装置に於て実験を行い、液の酸蝕により電流切断後の水洗中に稍黒変の傾向が認められた。因つて inhibitor として少量のチオ尿素を更に添加すると后処理の期間中に於ても全然仕上げ表面の色相の変化は認められなかつた。故に PP-14 液は次の組成となせば更に有効である。

硫酸	(d=1.84)	50s.c.
芒硝 (結晶)		5 gr.
ゼラチン		1 gr.
チオ尿素		0.5 gr.
水		50c.c.

更に電研に際しては面積の増減等、条件の変動に當り電研条件は電圧よりは寧ろ電流密度の調整を本位とすべきであり、電研中に電流の増大 (電圧低下) の現象の生ずるは陽極生成物が剥離され、陽極近傍のイオンが液中に攪散するためと考えられ、之の期間中は陽極よりの O₂ の発生はなく試料は黒色化している。之は液の攪拌、粘度の低下、回路接点の不良等が主な原因と考えられ、注意を怠つてはならない。

尚温度は常温処理 (最高許容温度 35~40°C) にして、連続電研の場合には必然的に温度の上昇するは逸れず、化学的侵蝕の防止のためにも液温の上昇は防止し浴槽の冷却を考える必要がある。

次に同一試料を使用し電研研磨前、電研研磨後並に電研後にサンドブラストをなせるもの三種の樹形を拡大鏡にて観察すると電研研磨後に於ては研磨前の歯尖に比し、歯尖鈍化するも、電研後に之を更に砂吹研磨 (試料の関係上電研後のものを使用) をなせるものは歯尖の損耗鈍化が顕々見られた (次圖参照)。之より



砂吹法では歯尖の一部鈍化が当然考えられ、切削前歯下の原因をなすものであろう。

VI 結 言

1. 事前処理の酸洗では酸洗時間短縮のためにも高温が置かれるも 50°C を適當とし、酸洗時間は焼入状況により左右され当事者により適時決定せらるべきであらう。

2. 均一研磨並に粘度の向上剤としてのゼラチンの添加及び酸蝕防止のためのチオ尿素の添加は極めて有効なるものである。

3. 梨地様光沢範囲内に保たんがための極小距離の変動に於て至近 (1.5cm 以下) とすることは仕上げ面に悪影響を及ぼす。

4. 陰極としては鉛板使用が最も有効で、研磨効果は陽極面積に比して出来る限り大なることが良好である。

5. 電研影響により水洗中に表面が黒色化する現象が認められ、電研液にチオ尿素を補充添加することにより能力の回復がなされる。

6. 後処理のアルカリ中和は熱石灰水にて行い、空气中で自然乾燥をなすを良とす。

終りに臨み各種識の提供を給つた東鐵工業協同組合、仁方建設研究所並に在仁方町鐵業内行に対し深甚なる謝意を表す。

文 献

- 1) 田嶋榮: 電研研磨と化学研磨
 - 2) 呂成辰: Metals 21, 477 (1951)
 - 3) 三好泉: 電気化学 18, 41 (1950)
- (以上)

第5報 鍍電研磨の工業的実験に就て

I 緒 言

鍍電研磨の基本的研究については既に第4報に於て報告したが、之の基本的研究に於て試みられた電研

液組成は何れも安価なるものにして、実際の工業的規模への应用到に際しては未だ充分なる白色梨地光沢は得られなかつた。

然し従来の上昇するは之の優る工業的実験せる。

第4報の酸の使用を生成をみただ充分なる液主成分とを進め、調整をなし

	N
調 酸	20
硫 酸	50
塩 酸	0
ゼラチン	0
芒 硝	0
澱 粉	0
水	30

上表より光澤を帯び量の過多はラチン添加研磨時の泡立の調整をあたつたが、泡立た。d. No. 5 感あり。白色度は最も添加量が少量を大と尚、No. 5 第1層の加一般に低密度の場合の上昇は先

然し従来用いられている砂吹法仕上げに比し切削力の向上することは第4報の如く明らかにして、筆者等は之の優秀なる事実を有為ならしめんがため更にその工業的実験を試みた。以下その成績の概要について述べる。

II 電解液及び電解条件

第4報の基本的研究に於て試みた電解液は高価な磷酸の使用を極力回避し、硫酸を主成分として梨地面の生成をみたのであるが、之が工業的応用に際しては未だ充分なる結果は得られなかつた。故に筆者等は電解液主成分として磷酸を添加する場合について更に実験を進め、実生産と併行して第1表に示す5種の電解液調整をなし各々その特質を検討した。

第1表

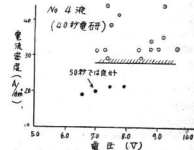
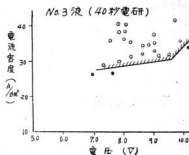
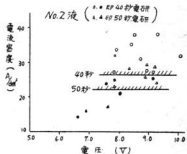
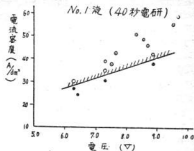
	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5
磷酸	30c.c.	20c.c.		25c.c.	35c.c.
硫酸	50c.c.	50c.c.	50c.c.	45c.c.	45c.c.
塩酸	0.5c.c.	0.2gr.		0.2c.c.	0.5c.c.
ゼラチン	0.8gr.		0.2c.c.		0.2gr.
芒硝			5gr.		
澱粉				0.8gr.	
水	30c.c.	30c.c.	30c.c.	30c.c.	30c.c.

上表よりみられる特質としては、a. 塩酸の添加は光輝を帯びた白色度の向上には寄与するが、その添加量の過多は先端部の鏡面光沢様の輝きを伴う。b. ゼラチン添加量の過度なる場合は電解液表面に於ける電解時の泡立ちを成とし、電解液の流出の因をなす。c. 電解時の泡立ちを消し、液の流出防止と鋸柄の電研磨を鮮明にすため No. 2 液（ゼラチンの添加無）の調整を行うも、新液調合後に於ては鈍磨は鮮明であつたが、特定本数処理後は液の流出はみられなかつたが、泡立ちは甚大となり柄磨の鮮明効果は失われた。d. No. 5 液に於ては全般的に暗黒色を帯びている感あり。e. ゼラチン代用としての澱粉の使用では白色度は良好なるも電解時の泡立ち現象が甚しい。即ち添加量が多量に失したものであろう。f. 磷酸の添加量を大とせば白色度の著しい向上がみられる。

尚、No. 1-4 液の（電圧—電流密度）特性を示せば第1圖の如くである。

一般に低電流密度に於ては研磨不良にして、高電流密度の場合に良好結果がみられた。然し過度の電流密度の上昇は先端部の光輝を増す様であり、低電圧の場合

第1圖



でも電流密度を大に保てば結果は良にして、逆に可成り高電圧でも電流密度の低い場合は結果は不良であった。故に電圧は7~9v (広範囲には6~10v)、電流密度は30~35AmP./dm² (広範囲には25~40AmP./dm²)程度にて良好の様である。而して電研時間の増大は之の電流密度範囲の低下を可能となすものである(圖中No.3液並にNo.4液参照)。

以上の結果より電解液として次の組成のものが適当に思われる。

磷酸	35c.c.
硫酸	50c.c.
塩酸	0.3c.c.
ゼラチン	0.2gr.
水	30c.c.

之の液の割合に應じては陶器製カマを準備し、先ず所定量の水を入れ、後硫酸を徐々に添加する。之の際温度の上昇大なる故常に攪拌を必要とする。硫酸添加後は相當の温度の上昇をみる故、ゼラチンを入れ攪拌をし乍ら之が凝固を促す。ゼラチン添加後は水槽中之之を入れ攪拌し乍ら冷却をなし、後に磷酸、塩酸を添加する。而して液量完全に常温となりたる後に電解槽中之之を移入する様にする。

尚、電解液温度としては常温が適当にして、液温40°C以上となれば集沫性光沢の生成は不可能である。又電研時間は上記の電圧、電流密度の範囲内なれば、両両鍍は40秒にて充分と思われる。之の電研時間は後表に示せる如く大なる程白化度は良好となり、美麗なる仕上げ面を得ることが出来るが、逆に切削力の低下は避れない故、切削力本位に考慮すれば出来る限り短時間処理が望ましい。

III 電解装置並に工程

直流電源としてはセレン整流器の使用をなし、その容量は処理する鍍の形状並に本数により異なる。大約して12V、200Aの容量を持つ整流器は両両鍍6"で4本、4"なればは本程度を処理する性能を有する。

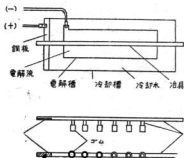
電解槽としては浴液を使用し容器自体を鉄製となせるものにして、肉厚は3~5mm程度が適当と思われる。前処理としての脱洗は筆者等は先に硫酸、硝酸系のものに適当と認めたが、之は硫酸単液(10~15%)のもので充分である。而して脱洗時間は60秒程度にて電研前処理の能力を充分に有するものとみられ、後の刷毛洗滌は電解液の保守管理上望ましいが、工数削減の観点より之を省略することも可能である。

又後処理としての中和剤は従来砂吹法後処理に使用されている石灰水が最も適当で、酸蝕防止の目的で之

の中和工程を少くとも二度以上とする必要がある。

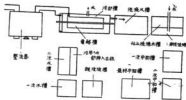
電解槽附近の略圖を示すと第2圖の如くなり、冷却水は温度上昇防止の目的より必ず循環方式をとる必要がある。

第2圖



第3圖にみられる如く陽極導入線は固定せる銅板に接続し、陰極側のそれは浴槽に直付けとする。而して鍍自体は治具を銅板上に置くことにより陽極溶解を始めるものである。又治具足(圖示6本)は鉄丸棒を縦方向に切断し、その片方を支持鉄に固定し、他方は遊びの状態となせるものにして、之の両者を弾力性大なるゴム輪にて締め付けたものである。而して之の中間に鍍羽先を挿入し、陽極側接点を形成するものである。前処理一電解一後処理の一連の装置並に配置圖を示すと第3圖の通りである。

第3圖



第3圖の工程は脱洗液槽にて脱洗後、一次水槽で次の鍍挿入迄放置し、治具への鍍挿入後は二次水槽にて電研順序の来る迄待つ。之の際治具としては連続作業なる故少くとも三本以上を必要とする。電研終了後は洗滌水槽にて予め水洗し、後に仕上げ洗滌水槽で流水下に刷毛洗滌をなす。而して仕上げ水洗の完了せるものは直に一次中和槽、二次中和槽を通り最終中和槽に至り次の湯上げ乾燥を待つ工程にして、電研終了後の洗滌水槽より最終中和槽への動作は敏速なる程防錆効果の大なることは明白である。

尚、鍍液の濃度は液の濃度例として電研時間の経過と共に3~10%に減少する。Iにて述べている装置により、5"両両鍍試験(平均値)として電研時間は30~40分程度に短縮し、電研中に用いる電流は約30Amp/

圖より明瞭に明白に薄れている場合は第3表の()は相當の電研時間を下をみる故

砂吹	
電解液	
研磨	
白化度 (%)	

がある。
なり、冷却
をとる必要



定せる銅板
する。而し
器内溶液を
は鉄丸棒を
し、他方は
を弾力性大
して之の中
るものであ
に配置圖を



水槽で次
水槽にて
は連続作業
終了後は
槽で排水下
ざるものは
槽に歪り
した後の洗滌
効果結果の

尚、鉛槽作製に際しては電解時の液の流出並に底部沈殿物の厚さを考慮し予め深くするを良とす。又器具も液の流出防止のため長くするのが適当である。一例として電解槽幅 10cm、長さ 40cm とし深さは（処理槽の寸数+3寸）となせば良好にして、器具足の長さは 8~10cm を適当とする。

IV 結果の考察

I に記せる最終決定電解液を使用し、上記の電解装置により電研せるものの切削力試験（品津試験機、5°両刃鋸片二面平均値）並に双型盤大圓、白色度試験（ブルリアツヒ光度計、0°両刃鋸片各二面処測定平均値）を示すと夫々第4圖、第3表並に第3表の如し。

茲に用いた電圧並に電流密度は夫々 7.5~7.8V、33~35amp/dm² である。



圖より明らかなる如く砂吹法によるときは双先のダレが明白にみられ、之が第2表の如く切削力の低下を導いているものと思われる。尚、電研時間の過度に大なる場合は相当の切削力の低下をみた。

第3表の白色度試験に於ては長時間電研をなせるものは相当の白色度の向上をみるが、既に述べたる如く（電研時間=白色度/切削力）の関係より切削力の低下をみる故特に留意する必要がある。

第2表

		切粉量 (gr.)
砂吹法		0.6142
電解研磨	40秒	0.7983
	8秒	0.6718
	60秒	0.6603

第3表

	電解研磨			砂吹法
	60秒	50秒	40秒	
白色度 (%)	18.0	14.1	12.4	9.4

尚、以上の三種の実験成績は何れも一業者の製品のみを対照として求められたる値であることを附記する。

次に電研槽中の電解液組成の変化は第4表の如く硝酸、硫酸、遊離酸共相当の低下がみられるも、10日間作業後の之等の成分に於ても研磨効力を失っていない。

第4表

	H ₃ PO ₄ %	全H ₂ SO ₄	遊離酸 (H ₂ SO ₄)
1日作業	32.5	40.4	58.4
10日作業	27.9	27.0	42.6

V 観察並に見

鉛電研槽の工業的実験に際して筆者等がピーカーテストに於て感知出来なかつた諸箇の点に就て述べる大約して次の通りとなる。

1. 立地条件としては採光充分なる所に接し、電源が近く給水、排水の便なる場所を選ぶ。
2. 液温の上昇を抑制するための冷却水槽の水循環を高効率とすること。通電量 300amp、に於て排水量/冷却水全内容 = 2.8% 循環/分の場合は、液温の上昇は極めて急速であるが、16% 循環/分の場合は液温は 40°C を保っている。故に水循環能力を少くとも 15% 以上となす必要がある。之がためには排水口徑を大とするか或は（冷却水槽容積 - 電解液槽容積 - 冷却水容積）を小とすれば良い。
3. 電解液の粘度大なるため電解終了時に鍍目に附着して汲み出される量は連続作業の場合は毎ることの出来ないものにして、その試験の一例を示すと次の通りとなる。両刃 4 吋鋸を研磨後 5 秒間液の滴下切量をみると 0.43cc./本となり、1 日処理本数 3000 本とすると 1290cc. の液量の損失を生ずる。故に電研後は液槽上に少くとも 5 秒以上は附着液の滴下切落動作をなすを良とする。
4. 鉛板内面の腐蝕により極間抵抗の増大をみるため、適時之を洗滌する必要がある。
5. 液槽底部の沈殿物は作業終了時には取り除く様にする。而して取除きし沈殿物は捨てずに完全洗滌を待ち、成る可く上澄液を回収する様にする。
6. 電解液量の不足せる場合は液没置上部（鍍柄根柢部附近）に腐りを生ずる故、液量の不足に留意する必要がある。
7. 器具は鍍の種類（柄の形状）により異にし、同種のもの少くとも三本を準備す。

8. 直流大電流なる故、回路各部の接触を良好にする必要がある。特に電源と鉛板、銅板との接触及び冷具と銅板、冷具と鉛板との接触面積は出来得る限り大とし、適時磨り合せ研磨をする。

Ⅴ 経 費

電解槽容量 12V、200Lのものにて5^分 両電極を1日1人時間稼働、40秒/個として1日約500本研磨可能である。之の基準のもとに電研作業を継続し、12日間稼働に対する単価計算をすると次の通りとなる（但し電解液は12日間稼働後もその効力を失わなかつたが今之を仮に棄却するものとして計算する）。

単価計算

薬品費	14L	2,025—
電解液補充費	2.2L/日 26.4L/12日	3,350—
		計5,375—
人件費	男1人、女2人	23錢/本
電力費	2.4KW/本故に0.34KW/本	
	40秒=1/90時間、1KWH=400錢とし	
	$0.34 \times 1/90 \times 400 = 1.5$	1.5錢/本

雑費（脱洗、中和、塗油経費等）4.5錢/本
 合計 54錢/本
 現行の砂吹法に於ける5^分6^分錢の単価に比し10錢以上安価となる。

Ⅵ 結 言

電解研磨法の工業的応用については種々各方面より注目せられていたが、之が連工業に対し特殊電解研磨法として応用せられ、従来砂吹法に比し切削力の著しき向上がみられた事実より、之が本邦特産の鋳製品の品質の向上に寄与する事が出来得れば幸である。而して爾後の応用実生産に際し各鋳業者の協力を得て更に大なる技術の改善進歩を望むものである。

終りに臨み本実験に終始御熱心に御協力を賜わつた愛宕鋳製作所並に早稲合技術委員会に深謝し、試料の提供を願つた在仁方町鋳業者の各位と、種々協力を賜わつた試験場各位に感謝の意を表する。

(以上)

I

近時タイヤ
 のレーヨンパ
 としては亜
 硝尾、福田
 ト蒸解によつ
 ントザン量少
 製造法が考案
 場の新設運
 即ち面就
 ゼンの除去は
 アルカリ処理
 にクラフトパ
 し可成り多く
 特に樹材の
 量高く単なる
 トザンが溶出
 高温に於け
 分が溶出しそ
 種々の成分に
 硝尾²、中尾
 リグニンの不
 現在与關地
 用いてS-P...
 来を考慮して
 併せてクラフ
 審の考察をな

4.5機/本
54機/本
110機以上

クラフトパルプの研究

第1-3報

各方面より
殊電解研
切削力の著
産の副産品
である。而
力を得て更
。
を越わつた
し、試料の
4倍力を要

東 正十郎
福 富 康
笠 岡 良 介

第1報 栲及赤松の水前蒸解効果に就て

東 正十郎 笠 岡 良 介

I 緒 言

近時タイヤーコード用の高重合度、高繊維素含有のレーヨンパルプ製造の関心が高い。従来人絹パルプとしては亜硫酸パルプが専ら用いられていたが、京大細尾、福田海博士等による水前蒸解処理を行うクラフト蒸解によつてビスコース化時の溶解性を妨害するペントゼン量少く高繊維素含有高重合度の優良パルプ製造法が考案され近く中国地方にもその方法による工場の新設運転開始が行われようとしている。

即ち亜硫酸蒸解に於ける酸性処理によつてはペントゼンの除去は比較的容易であるが、クラフト法の如きアルカリ処理ではペントゼンの加水分解が弱、故一般にクラフトパルプ中のペントゼンは亜硫酸パルプに比し可成り多く残存している。

特に栲材の如き瀾葉樹材に就てはそのペントゼン含量高く単なるクラフト法に依つては尙相当多量のペントゼンが溶出せずパルプ中に残留する。

高温に於ける水単独蒸解によつてチップ中の酸性成分が溶出しその有機酸成分による酸加水分解が行われ各種の成分に変化が認められることは既にAronor sky¹⁾、堀尾²⁾、中尾氏³⁾等の研究がありペントゼンの減少、リグニンの不溶出等が報ぜられている。

現在山陽地方に於けるパルプ工場は主として赤松を用いてS.P., K.P.を製造しているが、パルプ資源の将来を考慮して栲材を用い水前蒸解の効果を追試実施し併せてクラフト蒸解を行い、パルプの品質に及ぼす影響の考察をなした。

II 実験方法

1) 実験試料

本県産の白、赤松の $30 \times 20 \times 15$ mmチップ及び東洋パルプ工場使用のチップをそのまま用いた。

2) 蒸解加圧釜

内容1.5立の鉄製オートクレーブを用いガスで直火加熱した。

3) 水蒸解条件

絶乾試料100gに4倍量の水を加え所定温度迄に1時間、最高温度2時間保持して水蒸解した。

4) 蒸解終了後その蒸液(釜出し直後の分離濾液は茶褐色透明であるが、直ちに空気接触部より黒色化し酸化を受け易い)及び蒸解残渣チップの一部を以て分析定量を行い、160°C水蒸解物についてクラフト蒸解(条件後記)を行った。

5) 木材分析はチップの水工鋪による木粉(20メッシュ通過分)に就き標準木材分析法⁴⁾に基き実施した。又パルプは西田、木材化学工業下巻945頁に依つて行つた。

III 栲材の水前蒸解

本県産の白、赤2種栲材を試料にとり130-160°C間に於て10°C毎に一定温度下に水前蒸解を行い、これが成分に及ぼす影響に就て次の諸実験を行い温度上昇と共にペントゼン溶出が増大すること等を確認した。

1. 白栲材の水前蒸解

蒸液のPH、チップ成分の溶出量、蒸液中の固形物、ペルトランド法による還元糖等の測定結果を第

(以上)

1表及び第1圖に示す。

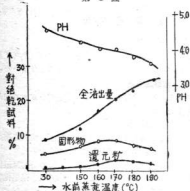
酸液のPH、は明らかに酸性を示しチップ中の酸性成分の溶出を表している。蒸解釜が鉄製の為鉄の有機酸による溶解腐蝕が著しく固形物中の灰分を測定して腐蝕物量の補正を行った。

PHが他の文献(13)に比し高きは装置の浸蝕に生成酸の幾分か消費された為と考えられる。

第1表 白樹の水前蒸解収率、酸液分析値

No.	最高温度	PH	収率	溶出量	固形物	還元糖	揮発性物
W-1	130°C	4.6	91.0%	9.0	6.10	6.63	3.9
2	150	4.2	88.0	12.0	7.11	1.30	4.9
3	180	4.0	82.5	17.5	8.51	1.78	9.0
4	170	3.8	79.5	20.5	9.03	0.09	11.0
5	180	3.8	76.8	23.2	7.52	0.06	15.7
6	190	3.6	74.0	26.0	6.62	0.60	19.4

第1圖



又酸液中の生成還元糖値の低く、収率の高く従つて溶出量の少きは中尾(14)氏が木粉に就き試験せるに対し筆者はチップを用いた為溶出分が少なかった為だらうと考えられる。

各蒸解温度毎に水蒸気チップの粉末に就てその成分測定を行つた結果を第2表に示す。

第2表に基づきペントザン及びリグニン残存量を対原木%に換算した数値は第3表の如くであつて、その残存率を圖示した第2圖からも明らかな如く温度の上昇と共に著しくペントザンの溶出せることが認められ、特に150~160°Cの10°Cの温度差に於て溶出量に相當量の差異があることが分る。

一方リグニンは温度の上昇に従い、その残存量はペントザンに逆比例的に漸次増加し、水蒸気によつては全然溶出せずチップ中にそのまま残ることが認めら

れる。

第2表 白樹水蒸気チップ成分

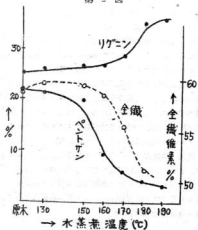
No.	最高温度	水分	灰分	1% NaOH	ALGN	全鐵	ペントザン	リグニン
原 木	9.76	0.67	13.56	1.44	08.66	21.32	24.79	
W-1	130	5.73	0.48	17.87	4.29	59.73	21.18	25.03
2	150	6.59	0.58	20.87	5.92	50.43	20.01	29.57
3	180	7.44	0.62	26.65	6.25	58.51	9.08	26.72
4	170	5.59	—	28.67	11.28	55.27	6.09	28.59
5	180	4.43	—	30.39	12.79	51.08	4.65	35.20
6	190	0.56	—	—	17.40	—	3.92	35.88

第3表 白樹水蒸気チップ中ペントザン及びリグニン量

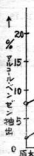
最高温度	原 木	130°C	150	180	170	180	190
収率%	100.0	91.0	88.0	82.5	79.5	76.8	74.0
ペントザン	21.32	21.18	20.01	9.08	6.09	4.65	3.92
対原木%	—	19.24	17.61	7.48	4.86	3.66	2.90
リグニン	24.79	25.03	26.27	26.57	28.59	35.20	35.88
対原木%	—	23.60	23.30	22.01	22.76	27.01	26.59
灰 分	0.57	0.48	0.58	0.52	—	—	—

然し第3圖に示す如く蒸気チップの1%濃糖酸性ソード及びアルコール・ベンゼン(2:1)抽出量は温度

第2圖



の上昇と共にニンは水蒸気アルコール、ベンゼンに抽出される。



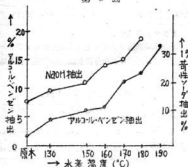
No.	最高温度
W-1	130
2	150
3	180
4	170
5	180
6	190

蒸 時間が増加するに従い抽出量は減少する。2時間の作業時間による抽出量の減少は認められ、これは水蒸気による抽出量の減少によるものと考えられる。

No.	最高温度
P-1	130
2	150
3	180
4	170
5	180
6	190

の上昇と共に増加の傾向がある如く、中尾氏等はリグニンは水蒸着によって一部重合し化学変化を起しアルコール、アルカリ等に対し活性化せることを明らかにしているが、第3図のアルカリ、アルコール・ベンゼン抽出量の増加からもその様相の一部が推察せられる。

第3図



第4表 赤松水蒸解試験

No.	最高温度 保持時間	収率	P H	固形分	水分	灰分	1%苛性	ALON	全 織	ペントゼン	リグニン
		原	木		9.01	0.56	14.80	1.61	55.90	23.07	23.02
R-1	1.0	81.2	4.0	6.5	7.19	0.87	26.48	6.87	55.23	14.43	23.62
2	1.0	85.5	4.0	7.0	9.34	0.85	28.02	6.03	55.20	—	—
3	2.0	83.0	4.0	8.0	5.76	0.50	28.65	6.70	57.60	11.48	24.45
4	3.0	81.0	3.8	8.8	6.05	0.39	30.35	9.15	—	8.43	25.00

※ ソープレス・ソープ0.5%添加

時間の増加に従って抽出量も増加しペントゼン残存量は減少することが明らかで、100°C 3時間では170°C 2時間の作業に幾分近きことが分る。

故に最高温度保持時間にも限度があり2時間位が適当の様に考えられる。

R-2には材料チップの0.5%に相当するソープレス・ソープ（その70%は透過圧増大に影響を及ぼすとされている芒硝分）を添加し蒸解を行ったが顕著な効果は認められなかつた。

これは水蒸解に於てはチップ中より有機物が分解

即ち1%アルカリに依る溶解分はリグニンとヘミセルローズと考えられ、アルコール溶解物はリグニンの一部であろう。

第2圖に於て見られる如くリグニン分は100°C以上に於て増加し、反対にペントゼン、全織の残量は減少する割合が大である。

170°C以上に於ては特に全織分の溶出が著しい。後記のチップ蒸解の結果からも認められる如く中尾、中尾氏らの指摘し居る100°Cが水蒸解温度として適当であろうと考えられる。

2. 赤松の水前蒸解

種の一様たる赤松チップに就て前記白樺同様水前蒸解試験を行った。

赤松の場合予には同様に1時間とし100°C蒸解保持時間を1-3時間に変更し最高温度持続時間の影響を調べ第4表の結果を得た。

出す作用をする為でS.P.蒸解時の如き活性化賦与の効果は無いためであろうと考えられる。

III 赤松の水前蒸解

次に東洋パルプ工場使用の赤松チップ（25×20×3-4mm）を用い、最高温度150-170°Cの間に於て2時間水蒸解を行い、その一部には赤松の場合と同様ソープレス・ソープ0.5%を加え蒸解を行った。その結果を第5表に示す。

赤松の場合木材に比しペントゼンの溶出量少く総抽出量も少なかつた。

第5表 赤松水蒸解

No.	最高温度	P H	固形物	収率	還元糖	水分	灰分	1%苛性	ALON	ペントゼン	全織	リグニン
			原	木		11.40	0.40	11.10	3.89	11.02	59.48	26.31
P-1	150°C	4.2	9.5	85.0	1.64	6.08	0.31	17.72	5.34	8.18	59.01	—
2	160	4.0	8.1	81.0	—	6.02	0.54	20.34	7.06	7.86	58.50	—
※3	190	4.0	8.0	84.5	3.60	5.68	0.50	—	7.01	8.10	56.68	29.25
4	170	3.8	8.5	82.0	4.35	6.00	0.31	22.14	10.67	7.52	54.82	31.09

※ ソープレス・ソープ添加

170°Cに於ては全繊維素の減少が大で、繊維素収率向上の間隔からは柗材同様160°C蒸解が適当の様に考えられる。

堀尾氏は赤松と柗材の混蒸を行い興味ある結果を得ているが、その成分及びクラフト蒸解条件の異なる柗材を同一釜にて同時に水蒸蒸し処理してクラフト蒸解に移ることは一考を要する所で単独蒸解を行うのが良いと考えられる。

柗材水前蒸解時に見られたと同様1%苛性及びアルコール・ベンゼン抽出量は温度の上昇に伴い増加している。即ちヘミセルロース、リグニン分は水前蒸解処理により極めて薬液に対する反応溶出量を増加して居ることが認められる。

V 水前蒸解チツブのクラフト蒸解

一般に木材は水前蒸解に依つて、そのペントゼンの一部を溶出し爾後のクラフト・アルカリ蒸解で容易に低ペントゼンのパルプを得られると云われているが、筆者は前掲の白、赤松及び赤松の160°C水前蒸解によつて得たチツブを用い、通常のクラフト蒸解を行い未前処理原木からのパルプと比較し、その成分相異の観点から水前蒸解の効果を確認した。

1) 硫酸塩蒸解条件

試料チツブ 160°C 1時間、160°C 持続3時間、

6倍水量水前蒸解チツブ

全薬品量 (Na₂O/原木) 25%

硫化度 50%

液 比 (L/kg) 6.0

第8表 白松及赤水蒸解チツブ・クラフト蒸解

材種	No.	チツブ	パルプ 収率	対原木 収率	水分	灰分	1%苛性	AL/N	全 繊	α 繊	ペント ゼン	リグニン
白松	K-3	原 木	44.0	44.0	2.64	1.05	1.78	0.98	88.01	90.52	17.22	6.80
	4	水蒸解	41.2	34.4	4.92	1.39	—	1.10	94.18	94.90	5.41	4.71
赤松	5	原 木	50.0	50.0	4.07	0.95	2.45	1.19	90.70	—	8.34	4.65
	6	水蒸解	41.8	35.1	1.20	0.88	0.39	1.03	96.32	—	3.36	3.10

原木に対し34~35%の収率を以て3~5%の低ペントゼンクラフトパルプが得られた。

リグニンも水前蒸解によつて化学反応性を増して居る為かそのクラフト蒸解による溶出除去が容易で未処理チツブのそれに比し低い含有率を与えている。

IV 結 言

1) 水前蒸解によつて木材成分の分解生成有機酸による酸加水分解作用の効果が相当顯著で酸液のPHは4.0以下に達し160°C前後で成分の約30%前後が溶出す

最高温度 °C	100
同上到達及持続時間	到達1時間、持続3時間

2) 薬液分析試験

第6表 蒸解液分析

単 位	NaOH	Na ₂ CO ₃	Na ₂ S
gr/L	32.64	15.90	13.18

3) クラフト蒸解結果

先ず赤水水前蒸解チツブを上記諸条件にてクラフト蒸解に附して得たパルプの分析数値及び収量関係を第7表に示す。

第7表 赤水クラフト蒸解

No.	原 チツブ	科 材	収 率	対原木 収率	灰分	AL/N	全 繊	α 繊	ペント ゼン	リグ ニン
K-1	原木	ク	—	45.40	93.14	294.3	20.96	6.00		
2	水蒸解	ク	40.0	33.20	81.12	296.3	4.28	2.04		

水蒸解チツブを用いてクラフト蒸解をしたK2がK1に比してパルプ中のペントゼン量著しく低く、通常のクラフト蒸解のみに依つたものでは柗材に於けるが如き高きペントゼン含有量のものはそのごく僅かしか蒸解せずその殆どがパルプ中に残存することが分る。

又リグニン量も低く、全繊維素量は96.3%と可成り高い良質の未蒸パルプが得られた。

次に白松、赤松材の160°C水前蒸解チツブに就ても同様の結果が得られた。即ち第8表にその実験結果を示す。

ることを認めた。

2) 水前蒸解温度の上昇に伴い、溶出量は増加しペントゼンは著しく溶解溶出されることを確認した。

3) リグニンは反対に水蒸解温度の上昇に伴い次第に残存量を増すが、ペントゼンと同様その反応性を増加することが1%苛性及びアルコール・ベンゼン抽出量等の増大傾向に依つて認められた。

4) 160°C水前蒸解チツブから得たクラフトパルプは無処理原木からのパルプ中のペントゼン、リグニン量に比して低く、特にペントゼン量が著しく低く可成

り良いクラフトパルプが得られた。

終りに当り、本工場の大塚博士及謝の意を表す。

第

1.

一般にクラフト紙に用いられて居るパルプは、蒸解して得たパルプを漂白し得る業者等は未

水分	灰
8.97	

2. 実 験

試料パルプ量の蒸留水300ccのフラスコに、塩基添加量を攪拌し乍ら一定時間毎に塩基量を30ccのバルブには紙紙し、ルターに依

3.

1) 有効パルプ濃度を組合せて重量を測定した。結果

(A) パル

り良いクラフトパルプが対原木34~35%の收率を以て得られた。

終りに当り本実験の為に試料の提供を戴いた東洋パルプ興工場及び丸二木工両社、並びに御指導を得た京大福田博士及び山陽パルプ顧問内田博士に深甚なる感謝の意を表する。

文 献

- 1) S.I. Aronovsky coworker. Ind. Eng. Chem. 22 264 (1930)
- 2) 堀尾、福田等 工化 47 126 (1944)
- 3) 中尾、辰巳 工化 54 639 (1951)
- 4) 西田乾二 木材化学工業上巻 468 朝倉
- 5) 右田伸彦 パルプ及製紙工業試験法 169 共立

第 2 報 赤松易漂白クラフトパルプの晒粉漂白に就て

福 富 康 東 正 十 郎

白化度の諸条件検討の爲以下の諸実験を行い若干の成果を得たので次に報告する。

1. 緒 言

一般にクラフトパルプは漂白困難の爲未晒のまま包製紙に用いられているが、温度、薬液使用を高めて蒸解して得たパルプは晒粉一段処理に依つても可成り容易に漂白し得られる。

筆者等は赤松の易漂白クラフトパルプの晒粉一段

2. 実験方法

1. 供試クラフトパルプ

本実験に用いたパルプは第1表に示す性状成分の赤松易漂白クラフトパルプである。

第 1 表

水分	灰分	1%酸性	ALN	全 繊	ペンタザン	リグニン	過マンガン酸カリ価	白 度	銅 価
8.97	0.66	1.61	0.77	92.51	10.34	2.35	10.7	25.0	0.51

2. 実験法

試料パルプシートを可及的に細片にした後、適量の蒸留水に浸漬し攪拌機にて充分繊維を離解し300ccのフラスコに採り、パルプ濃度、晒粉の有効塩素添加量、作業液温を夫々変更した各条件下で時々攪拌し乍ら連続 2~3 時間漂白を実施した。一定時間毎に漂白液の一部を採つてその液中の残存塩素量を Baensen 法に依り測定した。又漂白終了後のパルプは濾過、水洗、脱塩素、水洗、乾燥、一部は抄紙し、各々に就き銅価、プルフラジヒ K6 フィルターに依る白度測定を行った。

3. 実験結果とその考察

1) 有効塩素消費曲線

パルプ濃度、有効塩素添加率、液温を適宜に変更組合せて作業時間の経過と共に液中の残存有効塩素量を測定し、添加塩素量に対する塩素残存率を算出した。結果を第2~4表及び、第1~4圖に示す。

(A) パルプ濃度 3% の場合

第 2 表

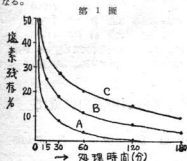
有効塩素対 絶乾パルプ	5%		7%		10%		
	35°C	45°C	35°C	45°C	35°C	45°C	
作業温度	35°C	45°C	35°C	45°C	35°C	45°C	
実験符号	A	G	B	H	C	I	
作業 時間 毎に 残存 塩素 %	15分	14.05	11.21	25.10	23.0	34.4	30.92
	30分	8.45	5.62	18.15	17.0	27.2	22.46
	60分	3.80	0.80	11.83	10.0	20.4	15.46
	120分	0.29	0.21	6.98	2.0	14.3	6.68
	180分	0.01	0.14	3.17	0.1	9.62	2.52

第2表及び第1~4圖に明らかな如く同一パルプ濃度に於ては処理温度10°Cの上昇は漂白速度を約2倍となすこと、及び使用有効塩素の60%以上は最初の15分間に於て急激に消費されること認められる。

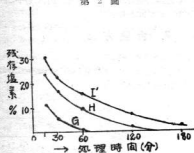
Nussbaum及びEbertの温度7°C上昇毎に漂白速度が2倍になるとの報告と概ね良く一致する。

1分を過ぎると消費曲線の下降傾斜は小となり、本パルプの塩素所要量値に殆ど近き有効塩素7%添加

45°C処理の場合は添加有効塩素分の75%が最初の15分間に消費され、180分に至り初めて残存有効塩素は零となる。



第 1 圖



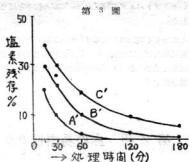
(B) パルプ濃度5%の場合

近時ホランダー製漂白槽等を用いパルプ濃度を比較的高くとつて行う高濃度漂白方法が広く用いられる様になつたが筆者らは従来3%以下のパルプ濃度を幾分高めた5%濃度に於て基漂白タラフトパルプの酒粉一脱漂白処理を行い第3表及び第1~4圖に示す結果を得た。

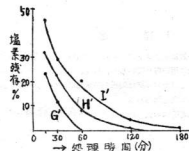
此の場合にもパルプ濃度3%の場合と同様な漂白速度、有効塩素消費の傾向が認められる。

第 3 表

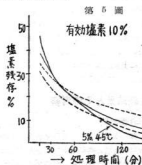
有効塩素対 絶乾パルプ	5%		7%		10%	
作業温度	35°C	45°C	35°C	45°C	35°C	45°C
実験符号	A'	G'	B'	H'	C'	I'
~15分	20.40	23.92	30.00	34.00	38.30	45.00
30	9.83	11.96	22.10	22.84	29.50	20.16
60	2.11	0.42	11.35	7.00	18.40	10.54
120	0.20	0.14	2.92	1.43	9.56	4.02
180	0.01	0.14	1.00	1.31	5.76	1.50



第 4 圖



パルプ濃度3%と5%に就き有効塩素消費曲線を比較するに、同一温度に於てはパルプ濃度大なる方が消費速度、残存が幾分大である。2~4時間処理後に於ける有効塩素量は10°Cの温度並により各濃度共に35°Cのそれは45°Cの場合の約4.6倍に相当している。今これらの関係を有効塩素0%使用の場合に就き比較せば第5圖の如くなる。



2. 漂白条件が繊維に及ぼす影響
前述の諸実験の結果漂白速度は温度に比例し、漂白の迅速化が期待されるが、反面繊維強度の減少、←

繊維素の減少は各条件に就いて、その果を得た。白及び作業温度の異なる程大

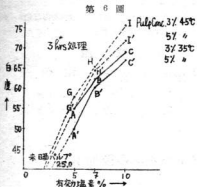
75
70
65
60
55
50
45
0

又漂白処理に依る反射率K₁、F₂、白の初期に於

90
70
60
50
40
30
20
0

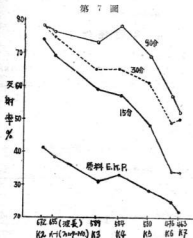
B. 銅
前項によつて何の程度の標準測定結果を得た。

繊維素の減少、銅価の増加³⁾が起る例が多い。筆者らは各条件による漂白処理によつて得た漂白パルプに就いて、その白度及び銅価を測定し第5-9圖に示す結果を得た。白度は第6圖に示す如く、有効塩素量の増加及び作業温度の上昇に伴つて増し反対にパルプ濃度が小なる程大なる傾向を認めた。



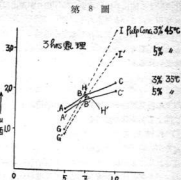
又漂白処理時間毎のプルフラツシ光度計各フィルタに依る反射率を求めた結果を第7圖に示す。

K₁, F₂, F₃ に依る反射率から明らかな如く漂白の初期に於て相当漂白脱色されることが見られる。



B. 銅 価

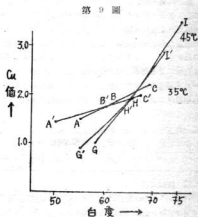
前項によつて得た漂白パルプが漂白処理の条件により何の程度の酸化分解が繊維に作用したかを知るため標準銅価測定法³⁾に従い銅価の測定を行い第8圖の結果を得た。



圖に見られる如く3時間後のパルプに就き35°Cに於ては10%有効塩素添加の如き過剰塩素分の存在に於ても銅価は原料未調パルプのそれの2倍にとどまつたが45°Cの場合は3-4倍に銅価が上昇し、45°Cの如き比較的高温に於ては過剰塩素の存在は繊維の酸化を可成り強く促すことを認めた。

又パルプ濃度の小なる方が銅価を増加せしめる傾向がある程である。

白度と銅価との関係を圖示せば第9圖の如く35°C有効塩素10%添加3時間処理品が銅価、白度の関係から最も良好な結果を予えた。



45°C有効塩素10%添加パルプ濃度3%3時間漂白パルプは最高の白度を与えたが銅価の増加が著しかつた。

Schwalbe は 次亜塩素酸塩によるパルプの最濃漂白温度を30-35°Cと指摘しているが、クラフトパルプの漂白に於てもその特性の繊維強度を減少せず、繊維を

酸化消耗する値の比較的小さい35°C辺りが漂白温度として採用されるべきであろう。

40°C処理の場合は過剰有効塩素の添加は考慮を要すると共に作業時間の過大にならぬ注意をせねばならぬと考えられる。

4. 結 言

以上赤松易漂白クラフトパルプの晒粉による一段漂白に関する諸実験の結果を要約すれば、

- 1) 作業温度 0°Cの上升により漂白速度は約2倍となるが、45°Cの如き比較的高温に於ては繊維が相当酸化されることが測定の増加により認められた。
- 2) パルプ濃度は繊維酸化防止の見地からも5%濃度の方が3%濃度に勝ると考えられる。
- 3) 易漂白パルプに於ても晒粉の一段処理にのみ依

つたのでは白度75 (プルブリックK6)以上の向上は期待出来ず、塩素化—アルカリ処理—晒粉漂白の如き三段漂白をなす要がある。

4) 晒粉一段処理による本供試、易漂白パルプの漂白条件としてはパルプ濃度5%有効塩素対乾木屑パルプ7%、作業温度35—40度、2時間処理が適当と認められる。

終りに当り本実験の爲に試料の提供を得た東洋パルプ工場に深謝の意を表す。

文 献

- 1) Nussband Ebert, Papier Fabr, 1342 1556 (1917)
- 2) 厚 木 パルプ及紙 240 丸善
- 3) 西 田 木材化学工業(下) 900 朝倉

第 3 報 赤松易漂白クラフトパルプの後加水分解に就て

東 正十郎 福 富 康

I 緒 言

筆者は第1報¹⁾に於て樹皮及び赤松材の水前蒸解効果に就て若干の結果を報告し、水前蒸解がペントザン除去に又高品位の人絹用パルプ製造に有効であることを確認したが、岡田氏²⁾は最近比較的高解程度の若い赤松クラフトパルプの製造工程中に、塩素処理時の副生塩酸による加水分解を行い、高濃度の人絹用クラフトパルプ製造の可能を指摘して居るが、筆者らは赤松の易漂白クラフトパルプを用いて同法の追試実験を行い

過剰な塩素、塩酸処理により繊維素が相当消耗酸化され、ペントザンの除去は大きくない事等を認めたので以下にその結果を報告する。

II 実験条件

1) 供試パルプ
東洋パルプ工場製の赤松易漂白パルプ (Easy Kraft Pulp) を用いた。その分析試験の結果を第1表に示す。白度はプルブリック K6 フィルターによる測定値。

第 1 表

水分	灰分	1% 苛性	ALON	全 繊	ペントザン	リグニン	過マンガン酸カリ価	白 度
8.97	0.66	1.51	0.77	92.51	10.94	2.35	10.70	37

第 2 表

処理区分	パルプ使用濃度%	塩素所用量	温度°C	時間(分)
1.塩素処理	2.5	100—300%	20	60
2.塩酸処理	〃	—	93	60
3.苛性ソーダ処理	5.0	5%	90	60
4.晒粉処理	〃	2%	40	60

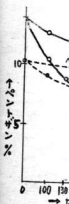
2) 実験方法

パルプ5—10grを三角フラスコに採り、塩素消費量(過マンガン酸カリ価より計算)に対し10—30%の塩素を使用して第1段階の塩素処理をなした後、副生塩酸処理を行う岡田法と、直ちに水洗、苛性処理に移る2法に区分して実験を行い、塩酸処理により如何にペントザンが除去され繊維素が引傷するか等を比較試験した。精製処理の諸条件を第2表に示す。

第1段より第他はいずれも水洗乾燥して絶乾求めた。
尚、精製パルプ銅面、白度等の一部の実験に

実験番号	地 点
A	1
B	1
C	1
D	1
E	1
F	1
G	2
H	2
I	2
J	2
K	3
L	3

塩酸処理を行収率が低下してルローズ分が別塩酸処理によるものが、ペントザンな除去は認められ消失が多かつた。



上の向上は
新漂白の如き

白パルプの漂白
付乾燥木屑パ
ルプが適当と認

得た東洋パル

42

改善
原倉

康

当消耗酸化さ
を認めたので

ブ (EasyKra
果を第1表に示
による測定

白度	57
----	----

時間(分)	60
60	60
60	60
60	60

第1段より第2段に引続き作業を行う場合を除き、他はいずれも充分なる濃度水洗を行い最初工程の晒粉処理のものは亜硫酸ソーダ液を以て脱塩素し、充分水洗乾燥して乾燥原料パルプに対する精製パルプ収率を求めた。

尚、精製パルプに就きその布分、全繊、メントゼン銅価、白度等を測定した。

一帯の実験に於ては第1段処理後の残存塩素量及び

生成塩素量を試験した。

III 實驗結果とその考察

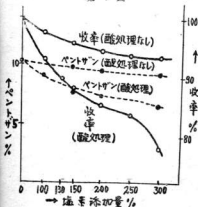
1) 収率成分に及ぼす塩素添加率、塩酸処理の影響
添加塩素量を対塩素消費量の100~300%用い、第2段の塩酸処理の有無に依るそれぞれの精製パルプの収率、成分等相異を比較測定した結果を第3表に示す。

第3表

実験番号	塩素添加量	酸処理	収率 対未晒	灰分	全繊	α繊	メントゼン	リグニン
A	100%	○	93.2	0.42	97.63	—	9.61	—
B		×	98.0	—	—	—	—	—
C	130%	○	91.0	0.344	97.68	—	9.35	—
D		×	97.5	—	—	—	—	—
E	140%	○	88.0	0.38	98.72	—	7.69	—
F		×	96.0	0.43	97.35	—	10.08	—
G	200%	○	83.0	0.20	95.91	84.17	7.47	1.77
H		×	97.0	0.13	96.78	76.85	9.65	2.21
I	250%	○	84.0	0.32	—	—	7.09	—
J		×	94.4	0.349	—	—	—	—
K	300%	○	78.0	0.180	94.45	—	6.45	—
L		×	94.0	0.240	94.23	—	9.44	—

塩酸処理を行ったものは未処理のものに比し可成り収率が低下している。即ち酸処理により相当量のセルロースが剥離消失される様である。灰分は幾分酸処理によるものは高く、全繊はやや優る傾向にあるが、メントゼンは本法の如き塩酸処理によつても顕著な除去は認められずかえつて肝心の繊維素の酸化分解消失が多かつた。

第1圖



塩素の添加率が増すに従つて精製パルプの全繊は低下し特にα繊の低下は著しい。

20%を越えての塩素の添加は不可の様に考えられる。第3表の結果より酸処理の有無、塩素添加率の増加による収率、メントゼン量の関係を圖示すれば第1圖の如し。

2) 白度、銅価に及ぼす酸処理の影響

前述の如く塩素処理時に副生する塩酸処理に於ては塩素量過剰の場合可成り繊維が剥離される事を認めたが、筆者はこれが銅価の測定を行い第4表に示す様に酸処理工程によつて銅価の増加が著しいことを認めた。第4表には白度の測定結果を併せ示す。

第4表

実験番号	塩素添加量	酸処理	白度	銅価
C	130%	○	85.0	1.14
D		×	73.0	—
E	150%	○	82.5	2.85
F		×	81.5	1.00
G	200%	○	84.0	2.21
H		×	81.5	0.44
I	250%	○	86.0	—
J		×	83.0	—
K	300%	○	88.0	2.11
L		×	84.0	0.35

白度は酸処理を行ったものが幾分良好な傾向にある。

3) 酸処理後のPH等の変化

塩素処理を終った液中には尙相当量の過剰塩素が残存し、それが次の高温の酸処理に於て悪影響を与えることが考えられる。

各添加塩素率毎の塩素処理後に於ける残存塩素量を測定した結果を第5表に示す。

第5表

塩素添加率	作業前有効塩素量/1.000g	作業後	有効塩素残存率
100%	0.182gr	0.0007	0.39
150	0.237	0.0015	0.63
150	0.273	0.0330	11.3)
250	0.457	0.0650	14.3)

塩素添加率が15%)を越えたと相当量の有効塩素が液中に残存することが認められる。

次に塩酸処理の初期、終点に於けるPHをPH試験紙により、塩酸量をアルカリ滴定により求めた結果は第6表の如くPH及び塩酸量増加の傾向がある。

第6表

塩素添加率	処理前塩酸gr/100cc	処理後
150%	0.95	0.170
250%	0.12)	0.238
300%	PH 1.6	PH 1.4

添加塩素量の増加に従い塩酸量も増し繊維の酸化分

解を促すものと考えられる。約1時間の作業に於て塩酸量は70~80%増加して膠り、可成り強い酸性液による劣化なる加熱酸処理状態になることが認められる。

IV 結 言

1) 比較的蒸解程度の若いクラフトパルプを用いて塩素処理時の副生成物による酸加水分解処理を行い、塩素添加率の過剰は繊維の分解酸化を進めることを認め15%)以下程度が適当であろうと考えられる。

2) 酸加水分解の有無による収率は可成り相異を示す。酸処理作業中に相当量の過剰塩素が失われ、銅箔の上昇は繊維が酸化を受けて居ることを示している。

3) 酸処理によりベントゼンの除去は顕著でなく、水前蒸解による未熟パルプよりもその残存量は多かつた。

白度に於ては酸処理品の方が幾分勝る傾向にある。

4) 塩素添加率の過剰は残存有効塩素及び副生成物を増加し繊維に対しては良い結果を与えない。

終りに当り試料の提供を得た東洋パルプ製工場に深謝の意を表す。

文 献

1) 本場報告(東、笠岡)クラフトパルプの研究 第1報 12月(1951)

2) 岡田、大門等 パルプ紙工業雑誌

6 39 (1952)

I 緒

本邦産松脂(脂)に関する研究は少ない。

筆者は本邦産松脂の作業効率、性状を分析を行った。その

II 質

松脂チップを取出用試料として、(毎分100回)後抽出量を測定し、又ソツタスレー、反復抽出による反復抽出し抽出率松根分析は標準

III 質

1. 松根常温試料は前記小片300ccプラスチックに浸過、15ccの溶剤で乾燥して対照第1表に示す。

第1

時間	抽出量
1	1.5728
2	—
3	1.810
4	—
5	1.9000

松脂油化工の研究

第4-7報

村 高 保 太 郎
東 正 十 郎

第4報 松根溶剤抽出に就て

I 緒 言

本邦産松脂に関する研究は生松脂及び幹部抽出松脂¹⁾に関する研究が一般にして、松根抽出に関する文献は少い。

筆者は本邦産松根チップより各種溶剤別抽出を行い作業効率、性状を明らかにすると共に、松根の成分分析を行った。その結果の若干を次に報告する。

II 実験方法

松根チップを更に1×5×5mm大の小片にして抽出用試料として、三角フラスコ中にて常温一定時間(毎分10回)後、濾過 溶剤抽出機²⁾にてその溶剤別抽出量を測定した。

又ソツタスレー抽出器により各時間別の抽出量を求め、反復抽出によるものは3倍量の溶剤にて新材料を反復抽出し抽出力低下の傾向を測定した。

松根分析は標準水分分析法³⁾に準じて実施した。

III 実験結果とその考察

1. 松根常温溶剤別抽出試験

試料は前記小片10grを用いた。その水分は8.20%、300cc フラスコに50ccの溶剤を加え毎分100回振盪し、濾過、150ccの溶剤にて洗滌後、溶剤を回収し、110°Cで乾燥して対乾試料松脂効率を求めた。その結果を第1表に示す。

第1表 常温松根抽出

時間	ベンゼン		トリクロロエチレン	
	抽出量	抽出効率	抽出量	抽出効率
1	1,5728	19.01%	1,0615	20.90%
2	—	—	1,9100	25.21%
3	1,8113	22.65%	—	—
4	—	—	2,0300	25.10%
5	1,0000	25.15%	—	—

使用したトリクロロエチレンの沸点は87°Cでベンゼンに比しやや抽出力が大であることが窺われるもその色調は赤味濃く又層状抽出測定に於てもベンゼンのそれよりも低かつた。

トリクレンはその不燃性と抽出能の優良なる為近時各種の抽出用剤に広く用いられているが、その酸化性とそれによる装置の腐蝕性並びに価格不廉の為に尙研究考慮の余地が多い。

2. 松根ソツタスレー抽出試験

松根チップ10gr(水分10.5%、ロジン分34.7%)をソツタスレー抽出器にて8分毎に1回循環の速度(約30分に4回)でベンゼン抽出を行い、その時間毎にコルベンより一定量の溶剤を採り出し、その松脂含量より抽出量を測定し第2表及び第4圖の結果を得た。

第2表 松根ベンゼン(ソツタスレー使用)抽出

時間	総溶剤中ロジン量	対乾乾収率	対乾ロジン収率
0.5	1.42gr	15.89'	47.2
1.0	1.88	21.02	62.4
1.5	2.43	27.18	80.6
2.0	2.65	29.61	87.9
2.5	2.69	30.03	89.4
5.0	2.88	32.19	95.6

圖表より明らかな如く、最初の半即時に於て、含有ロジンの半量を抽出し5時間で95%に達する。上記松根ロジン含有量34.7%の数値は10時間抽出のものである。松根チップの形状を本実験の場合より更に微細化せば5時間に於ける抽出率は尙向上するものと考えられる。

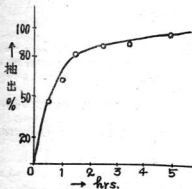
次に溶剤(容量50cc)を異にし、未乾(水分10.2%)試料10gr(5×5×5mm大)をソツタスレー抽出器に

て10時間抽出を行った結果を第3表に示す。

第3表 溶剤別松根抽出

溶 劑	抽出量	対総抽出量	色 調	酸 価
エチルアルコール	2.9758	33.05	帯濁茶色	142.0
ベンゾール	2.9165	32.79	黄色透明	143.7
アセトン	3.2012	35.80	帯茶黄色	143.9

第1圖 松根ベンゾール抽出



エチルアルコール抽出物が他の溶剤よりも常に濃色のロヂンを与えた。これはエチルアルコールが松根中の色素タンニン質を他よりも多く溶解抽出する為である。又その酸価も幾分低かつた。アセトンが最も高い抽出率を示したが、これは松根中に於けるアセトン-ロヂン分としての特殊フェノール性成分を溶解抽出せしめた為であらうと考えられる。

3. 松根ベンゾール反覆抽出試験

新松根チップ50grを3倍量(150cc)のベンゾールにて湯浴上2時間定反覆抽出し、抽出回数毎に溶剤中のロヂン濃度を測定し、濃度の増大と共に漸次抽出溶解能の飽和に近づく為の抽出率の低下を認めた。

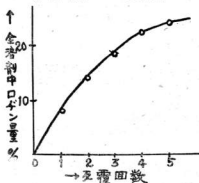
溶剤の節約のため、本実験に於ては分液した溶剤(125cc)中より一定量(10cc)をとり溶剤を蒸発しそのロヂン量を求め原液中の溶解ロヂン量を測定した。分液溶剤に新溶剤を10cc追加し新試料の抽出を行い、漸次斯くの如く操作して5回同一溶剤による抽出量を求め第4表第2圖の結果を得た。

第4表 松根ベンゾール反覆抽出試験

反覆抽出回数	1	2	3	4	5
10cc中ロヂン量gr	0.705	1.163	1.485	1.774	1.910
全溶剤中ロヂン量	8.82	14.19	18.68	22.42	24.10
増加ロヂン量	—	5.37	4.37	3.89	1.65

単なる識別によつては150ccの溶剤中25ccが常に50grの試料中に残存される。

第2圖 松根ベンゾール反覆抽出



圖表より明らかな如く5回の反覆抽出により溶剤中ロヂン量が19.2%になつた場合その新試料に対するロヂン抽出率は著しく低下し殆ど飽和に近きことを知り得る。

筒井氏¹⁾は松根テレピン油を用いて反覆抽出を行いロヂン22%に於て飽和に達することを認めている。

4. 松根抽出ロヂンの性状

ベンゾール、アルコール、アセトン抽出による松根ロヂンの性状を第5表に示す。

第5表 溶剤別抽出ロヂン性状

溶 劑	鹼化価	酸 価	樹脂分	融 点
エチルアルコール	162.1	143.7	86.1%	50°C
ベンゾール	178.4	142.0	—	56°C
アセトン	—	143.9	—	—

尚供試抽出ロヂンは溶剤蒸発後105°C乾燥品である。クレマ-サル法による融点はベンゾール抽出物の方が高かつた。樹脂分の定量はWolf and Scholze法によつた。

5. 松根抽出一般に松根法によつて得濃厚なる欠点(前野氏等²⁾ト)を用い紙はアルキッドタル酸の少量果あるのでは6表の結果を

第6表 松根抽出

溶 劑	抽出量
ベンゾール	0.5%無水ス
—	1.5%無水ス
ベンゾール	に0.5及び1.5%ス中にて三者た。
—	無水フタル酸あることを認
6. 原料松	標準木材分銅屑試料を以た。

第7表

水分	灰分	1% 溶解
7.2%	0.21	—
10.5	0.2	—

ベンゾール抽出を行い、その抽出率を測定した結果

溶 劑	抽出量
エチルアルコール	35.1
ベンゼン	35.1

試験

4	5
1.774	1.9-0
22.43	24.10
5.89	1.68

中 26cc が常に

出

5

により溶解中
料に対するロ
キことを知り抽出を行い
とを認めてい

図による松根

融 点

1%	50°C
—	56°C
—	—

製品である。
抽出物の方が
holze 法によ

5. 松根抽出ロゼンの融点向上試験

一般に松根抽出ワッドロゼンは生松脂の水蒸気蒸溜法によつて得たガムロゼンに比し、その融点低く色調濃厚なる欠点がある。

前野氏等⁵⁾は還元剤として Superite C (コンガリット) を用い低級褐色ロゼンの脱色を行つている。筆者はアルキッド樹脂製造の場合によく用いられる無水フタル酸の少量添加が欠点の一つである融点の向上に効果あるのではないかと考え、その予備的試験を行い第7表の結果を得た。

第6表 松根抽出ロゼンに無水フタル酸添加試験

供 試 品	融点 (タレマーサル法)
ベンゾール抽出ロゼン	56.0°C
0.5%無水フタル酸添加	64.0
1.5%無水フタル酸添加	68.5

ベンゾール抽出ロゼンは脱アレピンせぬものでそれに0.5及び1.5%重量の無水フタル酸を加え、オイルバス中に三者共140-150°Cに30分加熱攪拌反応せしめた。

無水フタル酸の少量添加が加成り融点向上に有効であることを認めた。

6. 原料松根の成分と抽出残材の成分

標準木材分析法に依り本実験に用いた松根チップの銅屑試料を以て、その成分を試験し第7表の結果を得た。

第7表 供試松根成分

水分	灰分	1%苛性ソーダ溶解量	アルコール可溶性抽出物	全繊維素	ペントーゲン	リグニン
7.2%	0.21	43.45	36.8	43.98	6.8	15.87
10.5	0.2	46.40	35.0	41.10	7.53	15.10

ベンゾール及びアルコール単一溶剤を用いて抽出を行い、その抽出残材に就き灰分、1% NaOH 溶解量を測定した結果を第8表に示す。

第8表 松根抽出残材

溶 剤	抽出量	灰分	1%苛性ソーダ溶解量	ペントーゲン	全繊維素
エチルアルコール	35.04	0.43	1.57	10.15	55.8
ベンゼン	35.57	0.40	1.61	10.4	54.2

抽出残材の灰分は可成り高く、1% NaOH 溶解量が極めて少くことは注目し得る。即ち第7表原料の1% NaOH 溶解量は溶解抽出量よりも7-9%も高く一部リグニン、ペントーゲンの抽出も考えられるも、抽出残材に於ては僅か1.6%前後にして、リグニン質が NaOH 不溶の形に抽出中変化せるものではあるまいかと考えられる。

IV 結 論

- 1) トリタールエチレンの抽出物はベンゾールに優るもその酸化腐蝕性の欠点に注意せねばならぬ。
- 2) 常圧蒸溜法によるベンゾール抽出に於ては5時間でロゼン抽出率95%に到達する。
- 3) 反覆抽出法に於ける松根のベンゾール抽出は第4-5回目より溶解のロゼン飽和点(約30%)に達し、その抽出量を著しく低下する。
- 4) エチルアルコール抽出物はベンゾール抽出物に比し、融点低く色調濃厚且つ抽出量が幾分低い様である。
- 5) 松根抽出ロゼンに0.5-1.5%の無水フタル酸添加加熱溶解によつて融点の向上を期待し得る。
- 6) 松根は約35%のロゼン緑質を含み、1% NaOH 溶解量は45%前後、全繊維素は平均13%、リグニンが比較的幹部に比し少い。

終りに当り、本実験の爲に松根チップ及び溶解の一部の提供を得た東洋油脂工業所土宏氏に厚く感謝の意を表すると共に、実験に協力された笠岡具介君に深謝する次第である。

文 献

- 1) 筒井 稔 工化 52 (昭34) 60
- 2) 西田純二 木材化学工業 (上) 468
- 3) 筒井 稔 工化 52 61
- 4) 中江 大郎 石鹼製造化学 375
- 5) 前野 佐野 バルブ及紙協定会誌5巻 (昭30) 201

第5報 クラフトパルプ廢油(トール油)に就て(其の一)

村 高 保太郎 東 正十郎

I 緒 言

赤松のクラフト法蒸解の廢液を放置せば表面に樹脂石鹼が分離される。これをトール油 (Toll oil) 或は松油 (Biefernol, Pine oil) 等と称し、内外の文献によればドイツ赤松材、内地赤松及び米松からのそれらの主成分は次の如くである。

実験者	Dittmer 1)	米 沢	—
木 材	ドイツ赤松	赤 松	米 松
石油エーテル可溶分 %	2.2	—	—
樹脂酸 %	30.4	42.8	38-58
脂肪酸 %	51.9	30.2	51-36
不純化物 %	12.1	27.3	8.1-6.5

クラフトパルプ1屯あたりトール油約51.5kgを得ると云われ、これを蒸留、溶解抽出、酸添加等の諸法により精製したものは米油では Indus oil と呼ばれ燃料原料、潤滑、塗料、防錆の各種として広範な用途を有している。

近時樹脂類である内地赤松を原料とするクラフトパルプ工場の中国地方への進出稼働を見、これが福生のトール油の研究は油類原に乏しい我が国にとって急務と考えられる。筆者等は赤松クラフト法蒸解廢液よりのトール油につきその成分組成の探究と共にこれが実用利用の道を開拓せんとすの意を以て吳市広町東洋パルプ株式会社の粗トール油を試料として先ずその成分探察併に真空分留試験を行った。その結果を以下に報告する。

II 実験科試

昭和5年4月吳市広町東洋パルプ株式会社より得た帯黒褐色粘潤な汚濁油状物にして下層部に黒液土砂、塵埃等の夾雜物を可成り含んだ稍強き特有の臭気有するものにしてその分析結果は第1表の如くである。

第1表 赤松原料粗トール油の組成

外 観	黒液を含む汚濁色汚濁油状物
酸分解生成油状物 %	57.0 ³⁾
全アルカリ(NaOHとして) %	6.41
黒液 その 他 %	36.56

III トール油の性状と組成

1. トール油成分の分離

供試品を約10倍量の温水で稀釈した後も早や白濁を生じない点まで塩酸(1:1)を除々に添加しよくかき混ぜて白濁油状物を充分に凝固せしめ次にこれを濾別し濾液が中性となるまで冷水にて洗滌し最後に平底容器に移して風乾した。

2. トール油の性状並に組成

上法によりて得たるトール油をアールに溶解し、微量に残る可溶性酸分を水にて抽出除去した後芒硝にて脱水した。此の試料につき比重等を測定して第2表の結果を得た。

第2表

比 重 (20°/20°)	酸 価	鹼 化 価	樹 脂 酸 %	脂 肪 酸 %	不 純 化 物 %
0.991	145.2	155.6	53.8 (30.6)	28.3 (16.8)	17.9 (10.2)

註 カッコ内の数字は原料粗トール油中の成分%を示す。

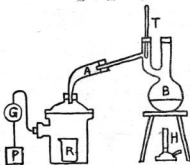
これによれば樹脂酸がトール油の半量以上を占めることがわかる。尚、樹脂酸の定量はアルコール溶液によるエステル化法により、不純化物は酸化後石油エーテル抽出により定量した。

III トール油の分離

1. 分留試験

前記トール油を第1圖の如き装置を用い減圧下に蒸溜試験を行い第3表のような結果を得た。

第1圖



T. 温度計

B.
A.
B.
G.
P.
H.
第3
分留
(15mmHg)
I. <210°
II. 210-230°
III. 230-250°
IV. >250°
各留物は
つて分解し
降下と共に半
示し、Ⅲの蒸
2. 分留油
第3表の各
如き結果を得
分留
項目
比重(20°/20°)
屈折率(20°)
特 I V
A V
S V
数 E V
組 樹 脂 酸
成 脂 肪 酸
% 不 純 化 物
トール油中脂
減圧(15mmHg)
等の分別は不
混在し幾分そ
上昇と共に樹
肪酸は第2留
いる。尙中性
3. 不純化
石油エーテ

B. 蒸留箱 (25, c.c.)

A. アダプタ

B. 受器

G. 水銀圧力計

F. 真空ポンプ

H. ガスパナー

第3表 トール油分留試験結果

部分	分留温度 (15mmHg)	抽出量 %			抽出物の外観
		第1回	第2回	第3回	
I.	<210°C	17.2	18.1	17.4	淡黄色油状0°Cにて凝固
II.	210~230	19.1	18.1	18.6	同上
III.	230~250	55.5	—	55.5	暗褐色粘稠結晶粒多量
IV.	>250°C	8.2	—	8.5	黒褐色半透明固体

各部分はいずれも樹脂質の反応あり。250°Cに至つて分解しはじめ白いガスを発生する。部分IIは温度降下と共に半透明に固結し樹脂質の含量の多きことを示し、IIIの蒸留残渣はビツタ状を呈した。

2. 分留油の性状

第3表の各部分につきその性状を試験して第4表の如き結果を得た。

第4表 分留油の性状

項目	部分			
	I (~210)	II 210~230	III 230~250	
比重 (30°/20°C)	0.949	0.963	1.007	
屈折率 (30°C)	1.4975	1.4970	1.4990	
特	I V	123.0	124.0	135.1
	A V	137.0	176.5	176.2
	S V	137.3	177.2	179.5
	E V	0.3	0.7	3.3
組	樹脂酸	27.9	41.8	73.5
	脂肪酸	32.3	43.9	15.9
%	不純物	39.8	14.3	10.6
トール油中脂肪酸	5.6	8.2	8.8	

減圧 (15mm/Hg)、蒸留法によつたのでは脂肪酸等の分別は不充分で上表に示した如く各部分に三者が混在し幾分その組成比が異つてゐる。即ち抽出温度の上昇と共に樹脂酸量は増加し不純物は減少する。脂肪酸は第2部分 (210~230) 中に比較的多く含まれてゐる。尚中性油は試験の結果殆ど認められなかつた。

3. 不純物の性状

石油ニール抽出精製法によつて得たトール油中の

不純物は一般にステアロール、高級アルコールから成ると報告されているが筆者等はこれが特徴を缺して第5表の如き結果を得た。表より明らかな如く不飽和度高きステアロールを主成分とするものと考えらる。

第5表 不純物の性状

外観	性状
S V	淡黄色流動性液体で無臭
I V	4.6
I V	154.1
凝固点	-0°C

尚、この試料を少量とリ減圧 (15mm/Hg) 下に蒸留すれば約130°Cより210°Cに亘つて抽出し一定の抽出温度を示さず蒸留残渣は赤褐色樹脂状を呈した。

4. 脂肪酸の性状

トール油中の不純物を除去し次でメチルエステル化法によつて樹脂酸を除去する操作を2回反復して後酸化及び酸分解を行ひかくして得た脂肪酸につき再び分留を行つた。此の場合得た各部分の性状試験結果は第6表に示す如くである。

第6表 脂肪酸の性状

区分	分留温度 (15mm/Hg)	外観	I V	A V	分留率 %	摘要
I	~210	淡黄色油状	124.5	132.4	25.5	} 01.3
II	210~230	同	124.0	137.8	}	
III	230~250	淡黄色油状	132.0	138.0		
IV	230~250	淡褐色粘稠油状	134.3	170.3	13.2	A V測定時溶解不溶物生成

附表 各種脂肪酸沸点 (15mm/Hg)°C

メルミチン	ステアリン酸	パルミチン酸	オレイン酸	エライジン酸	エルカ酸	リノール酸	リノレン酸
215	232	232~235	232	234	234	230	230

第6表の結果と附表と共に考察するにステアリン、メルミチン、オレイン、リノール、リノレン各酸の沸点が概して近似するため脂肪酸成分を分留試験結果から結論することは出来ない。尚酸価は各部分共にこれらの脂肪酸に相当するものよりも最少の値を示した。

この原因は目下のところ不明なるも過熱分解による中性炭化水素の生成に基づくものかと考えられる。

5. 脂肪酸メチルエステルの性状

各部分の脂肪酸をそれぞれメタノールと硫酸とで処理して得たメチルエステルはいずれも淡黄色流動性の油でその A V は1.5~2.5を示した。以下の分留試験は全て15mm/Hg減圧下で行つたものである。

部分I (21°C以下)の脂肪酸エステル
 分留、初温温度約14°C、20°C迄に全部溜出する。
 此の間特異な溜出速度なく順次温度上昇のため分割し
 得ず。大部分は19.0°-23.0°Cにて溜出した。

凝固点……-6°C以下

部分IIの脂肪酸エステル

分留……第7表に示す結果を得た。

第7表

溜出温度	~200 ²⁰⁰ ~210	203~205	205~210	210~213	
溜出量%	10.0	6.7	36.6	40.0	16.7

凝固点……各部分共-6°C以下

部分IIIの脂肪酸エステル

分留……約140~210°Cにて全部溜出しその大部分は
 230°-210°Cであつた。

凝固点……17°C

外観……淡褐色粘濁油

附表 脂肪酸メチルエステルの沸点 (15 mm/Hg)

ステア リ ン 酸	ド デ セ ン 酸	エ ル カ 酸	リ ノ ール 酸	リ ノ レ イ ン 酸
215	142	221	211	207

以上の各脂肪酸エステルの分留結果を附表と共に考
 察するに確定的の測定は下し得ないが比較的低温で溜
 出する部分はオレイン酸、リノール酸、或はリノレ
 イン酸と推定せられ又23°C以上で溜出する部分は凝固
 点の高い他つ不飽和酸かと考えられる。

V 市販トールの分析試験

最近赤松タラフトバルブ製造の副生粗トール油を工
 業的規模で硫酸分解し、これを水洗せるものと及びそれ
 を更に揮発油抽出精製せる市販品を得たのでこれらの
 性状及び成分を檢したのでその結果を第8表にかかづ
 る。

第8表 市販トール油分析結果

項目	試料		
	硫酸分解油	分解後揮発油 抽出物	
色	黒褐色濁状	茶褐色透明	
比重(20°C)	0.993	0.984	
屈折率(24°C)	—	1.506	
A	V	166.7	139.8
S	V	166.0	166.4
I	V	147.3	95.3
樹脂酸%		54.0	47.7
不飽和物%		12.1	—
残存硫酸 gr/100cc		0.36	—

硫酸分解油の樹脂酸の高きは残存する硫酸の共存のため
 と考えられる。揮発油抽出油は前者に比し淡色なるも
 常温に於て著量の固形物の析出が認められた。溶剤精
 製によりトール油の性状に差異を来たすものと思われ
 る。

尚、従来ゴム軟化劑として用いられていたステアリ
 ン酸、大豆油脂肪酸、分解トール油、パインターム、
 スピンドル油等の代用として硫酸分解油を使用するこ
 とが出来るとはならないかと考えられ既に広島県内のゴ
 ム工場でこれが使用のための中間試験を行った結果ス
 ピンドル油に次で優秀で、パインターム、大豆油より
 も遙に良好であつたとのことである。

IV 結 論

1. タラフト蒸解時溜生の一部黒液を含む樹脂石鹼
 の組織は不飽和物約1%脂肪酸及び樹脂酸は全てソー
 ダ石鹼の形に於て約93%、遊離アルカリはNaOHとし
 て約0.5%その他水と砂等は約30%であつた。
2. 樹脂石鹼と脂肪酸石鹼との比は約2:1で樹脂分
 が従来の文献よりも多い。
3. トール油中の脂肪酸は大部分が液状脂肪酸(オ
 レイン酸、リノール酸)でステアリン酸又はパルミチ
 ン酸は極めて少量と推定せらる。
4. 15 mm/Hg減圧分留法によつては樹脂酸、脂肪
 酸及び不飽和物の分離精製は不完全である。
5. 不飽和物は不飽和度高きアルコール類と推定さ
 れる。
6. 市販トール油の硫酸分解物とその溶剤精製による
 もとの性状を異にし後者は常温で固形物(ロ
 チン質と考える)の著量析出が認められた。

参 考 文 献

- 1) M. Dittner, Ztschr, angew. chem.

39 202 (1925)

I
 前報(第5
 分離し得たる
 一液性状に關
 に脂肪酸及び
 果を述べる。

II
 実験試料は
 で前報のもの
 トール油の粗

不飽和物%	
	17.6

粗トール油
 ンの何れにも
 た。蒸留の変
 抽出は四回
 (第1表参照)

III
 1. 脂肪酸
 脂肪酸は0°C
 ても全体凝結し
 その性状を第

飽和酸	
固体酸	
液体酸(遊)	
不飽和酸(遊)	

固体酸は白色
 推定せられ、飽
 が凝固点よりみ
 うである。
 飽和酸と固体

第6報 クラフトパルプ廢油(トール油)に就て(其の二)

村高 保太郎 東 正十郎

I 緒 言

前報(第5報)に於て原料粗トール油及びこれより分離し得たる脂肪酸及び不飽和物の含有量並びにその一変性状に関し報告したが、本報では前報の追試と共に脂肪酸及び不飽和物の組成等に就て試験を行つた結果を述べる。

II 實驗試驗

実験試料は東洋パルプ会社製工場より入手したもので前報のものと同様のものと認められる。原料粗トール油の組成を第1表に示す。

第1表

不飽和物%	脂肪酸%	樹脂%	損失%
17.6	23.4	49.7	9.3

粗トール油分解物の溶解抽出中アルコール、ベンゼンの何れにも不溶性の茶褐色粉末状のものを生成した。樹脂の変質物かと考えられる。

抽出は四回反覆し抽出物の収率は約10%であつた。(第1表参照)

III 實驗結果とその考察

1. 脂肪酸の融点の分離とその性状
脂肪酸は0°Cにて白色固体を一部生成し-3°Cにても全体凝固しなかつた。
その性状を第2表に示す。

第2表

	含有量%	融点°C	IV	外 観
飽 和 酸	15.40	41	25.5	25°Cで結晶性固体
固 体 酸	2.81	56	0.9	同上
液体酸(益)	97.19	—	—	—
不飽和酸(益)	84.6	—	—	—

固体酸は白色で融点とヨード価よりステアリン酸と推定せられ、飽和酸は少量の不飽和酸を混入して来たが融点よりみれば固体酸と半固体酸より成るものようである。

飽和酸と固体酸の定量方法はBertran氏飽和酸定量

法¹⁾及びTwitchell氏固体酸定量法によつた。

次に脂肪酸の六臭化物とヨード価の測定値を第3表に示す。

第3表	第3表の結果により脂肪酸の主成分は半乾性脂肪酸と認められ六臭化物の値からは少量のリノレン酸の存在が認められる。
六臭化物	ヨード価
3.86%	126.4

2. 脂肪酸のメチルエステルと不飽和物の性状
脂肪酸のメチルエステル及び不飽和物の性状並びにそれが分留試験の結果を第4表及び第5表に示す。

第4表

	メチルエステル	不 飽 和 物
外 観	15°Cにて暗褐色油状	左に同
比重(20°C)	0.902	0.979
I V	126.2	183.2
A V	3.6	4.2
S V	166.9	16.5
アセチル値	—	43.1

第5表 分留試験 (15mm/Hg)

溜出温度	メチルエステル%	溜出温度	不飽和物%
160°Cまで	3.5	180°Cまで	13.4
190~200	5.2	180~190	1.8
200~210	44.0	190~200	9.6
210~215	26.3	200~210	11.6
215~220	3.5	210~220	11.6
220~230	1.8	220~230	5.4
230~232	5.2	230~240	3.7
残 液	10.6 { 不飽和物 2.3 エステル 8.3 }	240~243	5.8
備 考	リノール酸メチル 216°16mm/Hg オレイン酸メチル 213°15mm/Hg	残 渣	37.1
		—	—

脂肪酸メチルエステルは脂肪酸の場合と同様のヨード価を示し半乾性油性であつた。又200°~210°間に最多量の溜出量を示したので本品の主成分はリノ-

ル酸及びオレイン酸と推定し得られる。

メチルエステルの蒸留残渣は15°Cにて暗黒色柔軟固形体をなし相当多量の不飽和物を含有する。加熱により分解生成した炭化水素ではないかと考えられる。

不飽和物は稍々多量の高沸点不飽和物の存在並びにアセチル値により高級アルコールが認められる。

尚190°~230°に於て稍々多量の溜出をみるも高級アルコールと炭化水素の混合物と考えられるがその成分の推定はこの試験の結果では困難である。

酸価16.5を示したがこれは加熱中酸化して酸を生成したものと考えられる。

次に脂肪酸メチルエステルと不飽和物の各組成の性状を測定した結果を第6表に示す。

第6表

	メチルエステル		不飽和物			
	210°以下	210°以上	残渣	200°以下	200°以上	
AV	1.5	3.2	12.9	1.1	2.6	2.7
EV	181.9	175.5	122.3	10.9	14.1	29.5
IV	54.9	11.9	10.5	198.5	178.4	138.0
凝固点	-7.0°以下	-10°にてワセリン状	20°Cにて柔軟固体	-2°Cにてワセリン状	左同	25°Cにて柔軟固体

附記……メチルエステルの残渣中不飽和物は20°Cにてワセリン状を呈しこれを除いたエステルのEVは158.8を示した。

メチルエステルの各部分のヨード値は分溜前値に比し著しく低下した。これは恐らく半乾性脂肪酸からなるため加熱中酸化を起したことに基くものと考えられる。これに反し不飽和物は変化は認められず比較的安定成分と考えられるも相当高沸点の不飽和物と認められる。

尚、凝固点に見られるようにメチルエステル中には固形物は僅少の量である。又不飽和物中には高沸点のものが比較的僅量で従つてセチルアルコール等の如きものは含有せぬものと推定し得る。

3. 脂肪酸のハズラ氏法による分離定量

粗トル油より採取した脂肪酸の性状の一部は既述の如くであるがこれを3度反復精製したものをハズラ氏酸化法⁹⁾により主要成分の分離を試みた。その結果を第7表に示す。

第7表

分離脂肪酸	収率%	融点°C
デオキシステアリン酸 (オレイン酸の酸化産物)	17.5	134

サチビン酸(リノール酸のケ)	37.6	170
リヌシン酸(リノレン酸のケ)	13.1	197
イソリヌシン酸(ケケ)	微量	—
デカルボン酸、ケトン酸等	11.8	—
未反応酸(飽和酸等)	18.1	—

未反応酸はTwitshell氏固体酸の定量法に従い固体酸の分離を行った。固体酸の試験結果は第8表に示す。

第8表

得率%	A V	融点
2.8	25.5	47°C

この結果より固体酸はステアリン、パルミチン及びラウリン等の混合物と推定し得る。第7表の結果からトル油中脂肪酸の組成は大体オレイン酸が57%リノール酸が37%リノレン酸が4%固体酸が3%で前述のヨード値等による不飽和度高き脂肪酸との推定と略合致する。尚ハズラ氏酸化法による測定経過を次に示す。

脂肪酸10gをKOH(30gを水100ccに溶かしたもの)30ccにて中和し、これに水2gを加えKMnO₄(1.5%)2gを加える。10分後SO₂ガスを通じてMn酸化物を溶解する。デオキシステアリン酸とサチビン酸とは白色絮状となつて分離する。リヌシン酸とイソリヌシン酸とは水層に移る。不溶性酸化産物は濾別し乾燥し次に未反応酸を除くため石油エーテルにて抽出する。不溶残渣はエーテルにて抽出すればデオキシステアリン酸は溶解しサチビン酸は不溶物となつて残存する。

リヌシン酸を含む酸性の濾液はKOHにて中和し全容量の約1/2となるまで蒸発濃縮し次に硫酸にて酸性とすれば褐色絮状の沈澱を生成する。これを濾別し乾燥後デカルボン酸、ケトン酸をエーテルにて抽出除去しエーテル不溶部分は無水アルコール次に水から再結晶せしめてリヌシン酸とする。

イソリヌシン酸は水に易溶であるから母液から得られる。

各秤量物は融点等の測定により確認する。

4. 不飽和物の組成

不飽和物の組成を炭化水素とアルコール類とみなし酸化性物質をアルカリ処理して除去した後その分離を油脂化学及試験法(喜多氏著)記載の分離定量法⁹⁾により分離を試みた。その結果は第9表に示す。

炭化水素

アルコール類

炭化水素と
塩酸混合物
を煮沸して可
塊(炭化水素)

アルコール類を
アミルアルコール

にて稀釈し下層
は蒸留除去し

a) 炭化水素
外層

S V

アセチル
I V

炭化水素

b) アルコ
外層

S V

アセチル
I V

炭化水素は不
たいが高度不飽
但しステアレン

第

I

前報に於ては
ここにトル油

の試験を試み

トル油の種

のアルコール類

脂肪酸は主成分

イン酸でありこ
有量より考察し
た。よつてこれ
エステル化する
資材ともなるか

第 9 表

炭化水素 %	28.01
アルコール類 (註) %	71.99

炭化水素とアルコールの分離はアミルアルコール、塩酸混合液 (1:1) 約 100cc 中に不飽和物少しづつを加え煮沸して可及的速かに溶解し徐々に冷却した。凝固塊 (炭化水素) は取り出し前のように再び処理してアルコール類を完全に除き水洗、乾燥後秤量を行った。アミルアルコールと塩酸を含む液はベンゾールと水とにて稀釈し下層を除きアミルアルコールとベンゾールは蒸留除去してアルコール類を採取秤量した。

a) 炭化水素の性状

外 観	暗褐色清澄油状
S V	12.2
アセチル値	0
I V	128.8
塩化水素添加物	生成せず

b) アルコール類の性状

外 観	暗褐色清澄油状
S V	12.2
アセチル値	28.9
スタリン反応	認めず
I V	140.0

炭化水素は不飽和度高き油にして成分の確認は得がたいが高度不飽和炭化水素から成るものと考えられる。但しスタレンは認められなかつた。

アルコール類も不飽和度高きアセチル値によりアルコールの存在は認められてもその数値過小なるため尚相当多くの他物質を含むものと推定し得る。

III 結 論

以上の結果よりパルプ廃液より得た粗トール油中脂肪酸及び不飽和物の組成は大体次の様であることが認められた。

1) 脂肪酸

脂肪酸はオレイン酸約 17% リノール酸は約 37% リノレン酸は約 12% 固体酸 (ペルミチン酸等) 約 3% その他約 10% でこの 30% 中約 15% は上記オレイン酸等 3 種の酸の異性体とみなし得る。従つて残り 15% が他の脂肪酸と考えられる。

脂肪酸は概ね乾性及び半乾性酸の混合物と推定し得た。

2) 不飽和物

成分の確認は不十分ではあるが炭化水素約 30% アルコール類約 70% の混合物で相当高度の不飽和化合物なることを推定し得た。

参 考 文 献

- 1) 実用油脂便覧 土屋知太郎著 193
- 2) 同上 192
- 3) 同上 (ヘズ法)
- 4) 油脂化学及試験法 喜多源逸著
- 5) 工業化学雑誌 昭和 14 年

第 7 報 クラフトパルプ廃油(トール油)に就て (其の三)

村高 保太郎 東 正十郎

I 緒 言

前報に於てはトール油の組成について報告したが、ここにトール油の応用化材にペイント用として乾性油の試験を試み次の結果を得た。

トール油の組成は概ね如く樹脂酸、高度不飽和のアルコール類と炭化水素及び脂肪酸とから成りその脂肪酸は主成分はオレイン酸、リノール酸及びリノレン酸でありこれら脂肪酸はいづれも不飽和でその含有量より考察して半乾性油の脂肪酸なることがわかつた。よつてこれら脂肪酸をエステル化し又樹脂酸をもエステル化することによつてペイント用ベヒクルの一資材ともなるかと考え、エステル化とその製品の乾燥

性試験を行った。

II 実験条件

1. 供試油

試料は前報と同一のものより採取し 300°C/15mmHg 以下にて蒸留し得た淡褐色澄明油で日数の経過と共に漸時着色となり低温 (約 5°C) に数日間放置すると樹脂酸の一部を析出する。

組成は第 1 表に示す。

エステル化用のグリセリンは日本薬局方適合のもの、その純度は 85% で残部は水よりなる。

第 1 表

A - V	140.8
樹 脂 酸 %	22.08
脂 肪 酸 %	61.64
不 飽 化 物 %	16.28

2. 装 置

三口フラスコ (300°C) を用い中央に空冷凝縮管を両端に温度計と炭酸ガス導入管を挿入し金網上にて直火にて加熱した。最初は多量の水を逆流し突沸するも漸時消失し所定温度にては分解ガス (主としてアクリレンガス) を生成し凝縮管より気化する。

III 実験結果とその考察

1. 実 験 1

グリセリンとのエステル化状況試験のため先ず次の条件にて実験を行った。

トール油	33g
グリセリン	3.0g (純グリセリン2.54g)
pbo	0.15g

加熱温度250°Cにて毎秒100の割合にてCO₂ガスを導入し常温より250°Cに至るまで3時間を要した。

エステル化油の分析結果は第2表の通り

第 2 表

加 熱 時 間	常温~250°C×3	250°C×1
酸 価	58.69	18.12
未反応脂肪酸%	12.88	6.61
未反応樹脂酸%	20.66	3.42

上記結果により最初の3時間にては樹脂酸は殆ど化合せずこれに反し脂肪酸は約5%化合し、次の1時間にて樹脂酸は約96%、脂肪酸は約10%化合した。即ち脂肪酸は樹脂酸に先きだつてエステル化するものようである。その結果を示せば第3表の通り

第 3 表

		常温~250°C×3	250°C×1
脂肪酸	エステル化%	79.1	89.3
	未 反 応%	20.9	10.7
樹脂酸	エステル化%	6.6	83.6
	未 反 応%	93.4	16.4

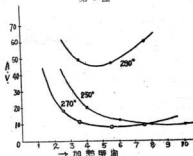
2. 実 験 2

上記実験1の混合量及び条件にて加熱温度及び加熱時間によるエステル化状況の実験を行い第4表及び第1圖に示す様な結果を得た。

第 4 表

実験番号	1		2		3	
	250°C		270°C		290°C	
加熱温度	加熱時間	AV	加熱時間	AV	加熱時間	AV
常温~ 所定温度	2	—	2.5	18.4	2	—
所定温度	2	20.0	1	11.7	1.5	49.3
クク	4	12.6	3	8.2	3.5	46.9
クク	6	9.2	5	10.0	5.5	47.0
クク	8	9.4			7.5	72.9
クク					10.5	74.9

第 1 圖



250°Cにて順調に酸価は低下するも270°Cにては時間の経過と共に少く上昇の傾向がある。290°Cにてはエステル化の進行と共に逆に分解反応を起すもの様である。

3. 実 験 3

グリセリンの使用量を10%過剰 (3.3g)に加えて実験1と同様に250°Cにて加熱しエステル化状況を実験し第5表に示す結果を得た。

第 5 表

実験番号	4	
	250°C	
加熱温度	加熱時間	AV
常温~250°C	2.5	—
250°C	1	11.9
クク	3	6.9
クク	5	4.6

実験番号1と4を比較するにグリセリンの過剰はエス

アル化が少く等

4. 実 験

実験3にてグリセリンの量であつたのとしてpboの外樹脂酸操作してエステル化結果を得た。

実験番号

加熱温度

常温~所定温度

所定温度

次に樹脂酸マン様操作してエステル化結果を得た。

実験番号

加熱温度

常温~所定温度

所定温度

次に樹脂酸マン様操作してエステル化結果を得た。

実験番号

加熱温度

常温~250°C

250°C

以上第5~8表エステル化に好く見受けられ

温度及び加熱
第4表及び第1

3
200°C
加熱時間 AV
2 一
1.5 49.3
3.5 46.9
5.5 49.0
7.5 72.9
10.5 74.9

アル化が少しく容易の様である。

4. 実験 4

実験3にてグリセリンの過剰はエステル化が稍々容易の様であつたのでグリセリンの大過剰と共に触媒としてpboの外樹脂酸マンガン0.3gを加え実験1と同様に操作してエステル化状況の実験をなし第6表のような結果を得た。

第 6 表

実験番号	5		6	
	250°		270°	
加熱温度	加熱時間	AV	加熱時間	AV
室温～所定温度	2.5	54.2	2.5	—
	1	37.5	1	6.0
	2	36.3	3	5.0
所定温度	3	33.8		

次に樹脂酸マンガン量を0.6gに増加して実験3と同様に操作してエステル化状況の実験をなし第7表のような結果を得た。

第 7 表

実験番号	7		8	
	250°		270°	
加熱温度	加熱時間	AV	加熱時間	AV
室温～所定温度	2.5	51.4	2.5	62.0
	1	37.9	1	28.0
	3	29.6	3	25.6
所定温度	5	28.3	5	29.2
			7	17.7

次に樹脂酸マンガン量を1gに増加し実験3と同様に操作してエステル化状況の実験をなし第8表のような結果を得た。

第 8 表

実験番号	9	
	250°	
加熱温度	加熱時間	AV
室温～250°	2.5	—
	1	37.7
	3	33.8
250°	5	32.6

以上第6～8表より考察するにグリセリンの大過剰はエステル化に好結果を与えず反対に妨害があるかの様に見受けられエステル化の促進には250°C以上の高温

が必要の様である。尚樹脂酸マンガンの添加も250°Cでは特に効果は認めない様である。

尚余のため実験番号7の5時間加熱のもの及び実験番号8の7時間加熱のものをエーテルに溶解し水洗して水可溶性物を除去したものの酸価を測定したところ、夫々酸価28.3のものも27.4に17.7のものは17.3に低下した。此の結果から見て加熱中過剰のグリセリンは殆ど分解して揮散するもの様である。

5. 実験 5

実験3～4によつて得た各エステル化物のペイント用乾性油としての応用につき次の様にして乾燥試験を試みた。即ちエステル化物をそのまま及びエステル化物10、亜鉛華10、テレピン油1の割合にてり合せ白色ペイントを造つたもの。これらを室温(10°～17°C)にてブリキ板上に塗布しその乾燥時間と塗膜の状態との試験を行った。その結果は乾燥時間及び塗膜の状態は大同小異で、そのままのものは実験番号1～9共指触乾燥法にて約3日間を要し8日経過するも完全乾燥に至らず粘着性が残つた。一方亜鉛華等添加の白色ペイントも2～3日間にて表面乾燥して皮膜も生成したが内部は未乾燥で圧すると翹を生じ僅かに皮膜は破損した。

要するに概して皮膜は脆弱であり加熱温度、加熱時間、触媒及びグリセリンの多少に対して特異の変化は示されなかつた。

Ind. Eng. Chemi 42, 1950 記載のE. P. Muller, and P. L. Eness によるトル油の製造法によると第9表に示す様に5～20時間にて乾燥するもの様であるが筆者等の実験では之に反している。

第 9 表

実験番号	A	B	C	D	E	F
室温～273°C時間	2.5	2.75	2.75	2.25	2.5	2.75
273°C時間	1	1.25	3.25	3.5	3.25	0.75
A V	7	9	9	9	10.5	10
乾燥時間(指触法)	5.0	6.75	5.75	5.7	15.5	19

註. 番号A～Dはpboを含まず。

この実験に使用したトル油の組成は樹脂酸45.5% 脂肪酸17.5%、不飽和物7.0%で酸価は102、グリセリンは化学用のものである。

pboは0.1%を添加し0.05ガスは1立フラスコにて毎秒18ccを導入したものである。

6. 実験 6

織布試験に於てその乾燥に長時間を要した原因は供試油中不飽和物が10%もあり、これが妨げをするため

0°Cにては時間
200°Cにては
を戻すもの様

に加えて実験
状況を実験し第

AV
—
11.9
6.9
4.6

の過剰はエス

かと考え供試油を先ずソーダ塩となし石油エーテルにて抽出して不純物を除去し再び酸分解して酸価188.6のものとしこれを供試品として次の実験を試みた。

供試油 15g グリセリン 3.7g (10%過剰) PbO₂ 15g 加熱温度 250°C、CO₂ ガスを毎秒300にてエステル化せしめ第10表に示す様なエステル化油を得た。

第10表 (実験番号10)

	常温~250°×2.5	250°×1	250°×3	250°×5
酸価	8.4	3.3	3.1	4.0

此の表に示すエステル化油を試料となし実験5の様に従布試験を行ったが、乾燥時間、皮膜の状況共に前述の結果と殆ど変わらず塗料油としての価値は少ないものと認めた。

7. 実験 7

以上の諸実験ではいずれも原料油として樹脂酸23%の比較的樹脂分にとほしいものを用いて行ったが更に筆者等はD. H. Emerson¹⁾がエステル用基油として用いたトル油の分析値(第11表)に見られる如く樹脂酸量の多い原料を用いたならば乾燥性が改善されるのではないかと考え原料粗トルの硫酸分解、水洗によるままの粗トル油(第12表組成)を用いてエステル化を行い次に示す様な結果を得た。

第11表

	半精製油	精製油
樹脂酸	47.4	48.2
脂肪酸	46.4	47.7
不純化物	6.2	4.1

第12表

樹脂酸	脂肪酸	不純化物	A V
55.0	35.9	10.1	170.1

配合量、触媒量及びエステル化条件を第13表に示す括弧内数字は粗トル油に対する添加率を示す。

第13表

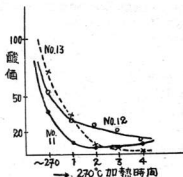
No.	粗トル油	グリセリン	SnCl ₄ g	PbO ₂ g	樹脂酸
11	50	5.5(11%)	0.06 (0.1%)		
12	50	3.3	0.03		0.6(Coとして0.1)
13	50	3.3			0.6

エステル化条件 三頸フラスコ(300cc)にCO₂ガスを導入 最高温度270°C

SnCl₄添加の場合エステル化の進行に伴う酸価の減

少は樹脂酸コバルトを添加したものが反応の初期に於ては低かつたが生成油の乾燥性性状可成り良好であつた。それらの結果を第14表及び第2圖に示す。

第2圖



第14表

実験番号	11	12	13
~270°×1.5hr.	30.8	54.1	73.7
270°×1	11.1	31.4	34.8
270°×2	7.6	25.1	9.1
270°×3	—	21.6	6.5
270°×4	9.2	12.6	2.6
色相	淡褐色	淡褐色	暗褐色
指触乾燥(10°C)	4hr. 加熱品	3.4hr. 品	4hr. 品
	3時間	27時間	2時間

触媒としてPbO₂を添加してエステル化したものはshCl₄添加油に比し色相暗色であつたがその乾燥性は良い結果を得た。

実験番号11の4時間270°C加熱によるエステル化油の酸価の増加は液量が一時間90°Cを越えたための酸化重合によるのであらうと考えられるがそのものに0.1%Coを添加溶解し、テレピン油にて2倍に稀釈塗布したものは15時間で指触乾燥した。

8. 実験 8

粗トル油の精製、トル油の精製法として米国で行われている諸方法は

- 1) 溶解(低沸点炭化水素)による方法
- 2) 抽出(アルコール、フラフラル等)による方法
- 3) 酸精製(濃硫酸2~8%)

4) 蒸留
5) シクロ
分離(厚
等があるが
酸価範囲によ
なき精油を得
精製条件及び
ール油を硫酸
硫酸を充分な
黒褐色粘稠な
合物を分離し
粗油
トル油
硫酸(90%)
生成酸ス
水洗1000
精油 18
不純化物

IV

酸価140の
ガンの添加及
の製品の乾燥
1) 脂肪酸

応の初期に於
り良好であつ
す。

- 4) 蒸留(減圧)による方法
- 5) シクロヘキシルアミンによる樹脂成分の完全分離(Harris氏法)²⁾

等があるが筆者等は硫酸 $90\%^{2)}$ による精製を行い、硫酸処理によつて不純化物の一部は除去され淡色不快臭なき精油を得た。

精製条件及び結果は次の如くで先ず粗油(原料粗トール油を硫酸分解し水洗したもの)を溶劑に溶解し濃硫酸を充分なる攪拌下に冷却しつつ常温以下で添加し黒褐色粘稠な不純化物及び一部樹脂質様の重合物の混合物を分離し、溶劑を溜去し精製油を収得した。

{	粗油	2g
	トルオール	40cc
	硫酸(90%)	0.6cc 対油5%(重酸)
	生成酸スラツダ	2.5g (黒褐色粘稠)
	水度	400×2回
	精油	18.0g (淡色、不快臭減少)
	不純化物	8.8% (粗油10.1%)

IV 結 論

酸値40のトール油を試料として PbO 、樹脂質マンガンの添加及び SO_2 ガスの導入に於てエステル化とその製品の乾燥試験を行い次の様な結論を得た。

- 1) 脂肪酸は樹脂質よりも早くエステル化した。

- 2) 加熱温度が $20^{\circ}C$ の場合はエステル化と共に酸化分解も回り酸価が充分に低下しない。
- 3) 加熱温度は $270^{\circ}C$ を適当とし加熱時間は合計3~4時間に於て酸価を約10に低下させることが出来た。
- 4) グリセリンの過剰(30%)又は樹脂酸マンガンの添加は酸価の低下に良い結果を与えない。
- 5) エステル化油及び不純化物を除去しエステル化したものの乾燥性は不良にして塗料油としてはそのままでは使用出来ぬものと考えられる。
- 6) 然し乍ら原料油として樹脂酸含量50%以上のものを用いれば同様なエステル化によつて冬季20~30時間にて指触乾燥するグリセリンエステルを収得出来た。
- 7) 粗トール油の濃硫酸精製に於ては不純化物の一部除去と共に樹脂質が可成り変性重合する様である。

参 考 文 献

- 1) Paint, Oil & Chem. Review, Nov, 23, 15. (1941)
- 2) Harris, Ge, U.S. Pat. 2,411, 211 (Apr. 22, 1947)

15
73.7
34.8
9.1
6.5
2.6
暗褐色
4hr.品
2時間

たものは
乾燥性は
エステル化油
ための酸化
ものに0.1
増製後市し

して米国で
による方

活性炭の研究

第 1 報

活性炭のPHについて

宗 重 文 夫

I 結 言

活性炭のPHは規格に於て規定されてある如く脱色効果に及ぼす一つの因子と思われる。カラム溶液のPHの変化による脱色率の影響については Honig の研究があるも活性炭自身の PH は溶液のそれに比して殆ど影響ないといわれている。然るに実際には槽液の脱色に於て酸性の活性炭がアルカリ性のそれよりも脱色能を幾分上げている様であるが、吸着の本質が明らかにされていないので活性炭の PH が脱色能と如何なる関係にあるか見出されていない。

活性炭製剤中には中性又はアルカリ性のものもあるが、筆者は之等の活性炭による吸着の基礎的実験を行い、且つアルカリ性活性炭を硫酸などの有機酸処理した場合その多孔表面附着によつて酸性側に移行することが考えられるが此の PH の変化による夫々の脱色能の影響について調べてみた。

II 活性炭のPHによる吸着の基礎的研究

1. 活性炭のPHの吸着に及ぼす影響

被吸着溶液として塩酸-塩化カリ溶液を選び使用活性炭としてアルカリ性PH7.4、酸性PH5.5なるものを用いた。

実験方法としては一定量の溶液 (N/2HCl10.5c.c. - 1N KCl5 c.c.) を三角フラスコに採り夫々異つた量の乾燥活性炭 (105°C, 3hrs.) を加え攪盪機にて15分間処理し静置後上澄液25c.c. とりN/100 苛性ソーダ規定液で滴定して溶液中に残留する塩酸量を求めそれより吸着された塩酸のモル数を求めた。その結果は第1表第1圖の如しである。

単位量の活性炭による吸着量を吸着能 (Adsorption Faculty) と名付ければ次の関係式が成立つ。

第 1 表

活性炭量 (Gr.)	アルカリ性炭		酸性炭	
	HCl-KCl よりの吸着量		HCl よりの吸着量	
	$\times 10^4$ mol	$\times 10^4$ mol	$\times 10^4$ mol	$\times 10^4$ mol
0.1	19.0 (2.78)	2.63	2.40	2.40
0.2	16.9 (3.3)	4.76	4.70	4.70
0.3	23.0 (4.27)	7.46	6.31	6.31
0.5	24.75 (6.02)	11.96	10.5	10.5
0.7	24.85 (6.49)	15.96	13.61	13.61
1.0	25.0 (6.97)	20.66	18.2	18.2
1.5	— (7.22)	23.42	22.3	22.3
2.0	— (7.38)	24.10	24.1	24.1

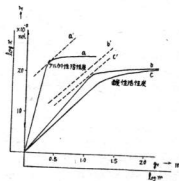
(註) () 内の値はPHを示す

$$\text{吸着能 } F = \frac{x \text{ (吸着された溶質の量)}}{m \text{ (使用活性炭量)}} \dots \dots (1)$$

これは第1圖の実験により表わされている。今1式

$$\log x = \log m + \log F \dots \dots (2)$$

第 1 圖



(2) 式に明らかなる分を除いては差し、之等は大体 $\log F$ は大である。

溶液よりの考えられるがアルカリ性の明らかである。ために影響するリアニオン又は考えられるので量を調べてみた。
2. 活性炭の試験方法は前50 c.c. に夫々活性炭又は苛性ソーダを加へておく。

使用活性炭量	PH
0.1 gr.	7.4
0.3	7.4
0.5	7.4
0.7	7.4
1.0	7.4
1.2	7.4
1.5	7.4

(註) 使用した溶液の消費する

表に明らかなるもアルカリ性は無関係にOH-が塩化カリがえられ、活性炭は認め得ない一方活性炭のは両イオンが同数によるイオン塩化溶液にれない塩化物を

図 式に明らかになる如く使用活性炭の過多少の部分を除いては第1圖の点線に示す如く直線的關係を示し、之等は大体平行線をなしているのど上位にある程 kg^2 は大であり即ち吸着能の大なる事を示すのである。

溶液よりの吸着にはその吸着能に及ぼす因子は種々考えられるが炭性溶液の吸着には酸性の活性炭よりもアルカリ性のその方が吸着能大なることは第1圖に明らかである。之は活性炭のアルカリが酸を中和するために起因するか、又は之とは別に活性炭の PH によりアニオン又はカチオンを選択的に吸着するためかと考えられるので両活性炭による中性塩溶液からの吸着量を調べてみた。

2. 活性炭の PH とイオンの選択的吸着

実験方法は前項と同様で、即ち塩化カリ 1 規定溶液 50c.c. に夫々活性炭を加えて調整処理しその 25c.c. を規定塩酸又は苛性ソーダ液にて測定した結果は第2表の如くである。

第 2 表

使用活性炭量	N/1000 規定液消費量/25c.c.	
	酸性炭	アルカリ性炭
0.1 gr. (NaOH) 0.5c.c.	(HCl) 1.4c.c.	
0.3	(HCl) 0.2	↓ 2.9
0.5	↓ 0.3	3.4
0.7	0.4	3.7
1.0	1.3	4.6
1.2	1.0	5.0
1.5	1.3	5.4

(註) 使用した蒸留水は $\text{PH} 6.5$ にて N/1000 NaOH 液の消費量 1.3c.c., 1N HCl 25c.c. に対して消費する NaOH は 3.7c.c.

表に明らかなる如く活性炭による吸着後の溶液は何れもアルカリ性に移行している。之は活性炭の PH とは無関係に OH イオンより H イオンを著しく吸着し、為に塩化カリが加水分解を起して塩基性を呈すると考えられ²⁾、活性炭の酸性又はアルカリ性による選択的吸着は認め得なかつた。

一方活性炭の PH とは無関係ではあるが Michaelis 等³⁾ は両イオンが同量だけ吸着されることを確め選択的な吸着によるイオンの分離は殆ど起らないとしている。即ち塩酸溶液に塩化カリの如きカチオンの余り吸着されない塩化物を添加することによつて塩酸の吸着量が

増すというのである。第1表、第1圖の如き筆者の実験の結果も同じ傾向を示している。

III 有機酸による活性炭の PH 移行とその脱色能に及ぼす効果

1. 調整処理による PH と脱色能に及ぼす影響
 炭酸の各種濃度溶液にて活性炭を煮沸、濾過、乾燥後 PH を測定し且つ夫々の活性炭を用いてカラメル溶液の脱色試験を行つてみた。

実験方法としては $\text{PH} 7.4$ なる活性炭 5g. に炭酸溶液 50c.c. 又は 100c.c. を加えて 5 分間煮沸、攪拌、濾過後 105°C で乾燥した。被脱色溶液としてはカラメル溶液を用い 15 分間調整処理後 Dubosque の比色計にて測定し脱色率を求めた⁴⁾

上記試験に於て活性炭の PH 測定法、カラメル溶液の調整、脱色試験方法は悉く日本規格に準據せるものである。

第 3 表

番号	炭酸濃度	炭酸使用量	活性炭の PH	カラメル溶液脱色率
1	— 20c.c.	— c.c.	7.4	86.7%
2	0.001	50	7.4	—
3	0.01	50	7.3	87.8
3'	50	100	7.1	—
4	0.05	50	7.1	88.2
4'	50	100	7.0	—
5	0.1	50	6.8	88.4
5'	50	100	6.8	—
6	0.2	50	6.6	88.4
7	0.3	50	6.5	—

表に示される如き活性炭の PH の変化は多孔質の表面に附着した炭酸が再溶解することに起因すると考えれば、活性炭の PH よりも液の PH が大なる影響を及ぼすと思われる。然し余りにも炭酸処理濃度の大なるに比し活性炭の PH の変化割合が少い様に見える。これらを極めんとして以下の実験を試みた。

2. 活性炭による炭酸の吸着

$\text{PH} 7.4$ なる活性炭 10g. の一定量に対して炭酸溶液 50 c.c. 中の炭酸の吸着量を測定せんとして過マンガン酸カリ規定液で処理前後の炭酸量を測定して算出した。

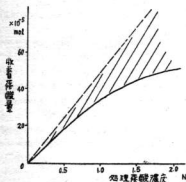
圖に明らかなる如く処理濃度小なる時は活性炭による炭酸の吸着割合が非常に大で且つ吸着された炭は活性炭の PH には殆ど影響なく点線と実線の間を占める炭

酸の一部が表面に附着、残留して僅かのPH変化を
与えたと考えられる。且つ一旦脱着された重炭酸は煮沸
処理作用にては容易に脱着しない事も確めてみた。

第 4 表

処理重 酸濃度	0.1NKNaO ₃ 消費量/100.c.		活性炭1gr ×10 ⁻⁴ mol
	処理前	処理後	
0.1	10.24	0.81	4.72
0.2	20.55	2.25	9.12
0.4	40.05	5.15	17.45
1.0	98.00	26.00	35.5
2.0	197.00	97.50	49.8

第 2 圖



故に活性炭のPHを変化させるには比較的高濃度の重
酸溶液を必要とするが、その大部分の重炭酸は脱着され
るため再度使用は殆ど不可能であり且つ多量の重炭酸の
脱着のためにカラメル溶液の脱色度を低下させる事も考
えられる。即ち0.1N重炭酸処理の活性炭で脱色率85%
のものが1N重炭酸処理をなすことによつて70%まで脱
色率が下るのは重炭酸脱着量の大きな結果と思われる。

3. カラメル溶液のPH変化による脱色率

脱色作業に於けるPHの効果は活性炭自身のPHより
も被脱色溶液のPHが比較的影響大と思われるので
溶液のPH変化による脱色率試験の結果、第5表の如
く(大体Honig¹⁾)と同じ結果を得た。

カラメル溶液の脱色性になるに従つて脱色率は良好に
なるが、被脱色液自体が同一濃度溶液と雖も液のPH
によつて脱色度の差があることは上記の脱色率そのま
まが適用されることは出来ないことを示している。

第 5 表

番号	活性炭PH	カラメル溶液		脱色率
		脱色度	pH	
1	7.4	70%	5.0	90.7%
5	6.8	?	?	97.8%
6	6.6	?	?	97.8%
1	7.4	95%	6.0	86.2%
5	6.8	?	?	88.5
6	6.6	?	?	89.7
1	7.4	100%	7.0	85.8%
5	6.8	?	?	88.1
6	6.6	?	?	88.6

IV 結 言

- 1) 吸着の基礎的実験により水素イオンの選択的吸着
は活性炭のPHとは無関係なることを見出した。
- 2) 活性炭のPHによるカラメル液脱色効果は微酸性
側に於て中性又はアルカリ性のそれよりも良好と認
められるも大體なく、又被脱色カラメル溶液のPH
についても同じことがいえる。
- 3) アルカリ性、中性の活性炭を規格通り微酸性にな
すことは有機酸処理によつて不可能ではないが急に
顕著なる効果は認め得なかつた。
終りに臨み活性炭の試料を呈供して戴いた某工場に
感謝致すと共に、御指導賜つた場内の各位に御禮の謝
意を表する。

参 考 文 献

- 1) Honig; Koll. Beih., 22. (1926) 346, 401
- 2) Bartell & Miller; J. Am. Chem. Soc., 44. (1922) 1896
- 3) Michaelis & Lachs; Koll., 2, 9 (1911) 275

人造眞珠に関する研究

第2—第4報

戸谷 哲雄

金屋 敷みよ子

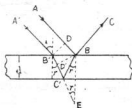
第2報 オキシ塩化若鉛による特種処理について

I 緒言

戦後、わが國に於て、とみにその価値を認められた雜貨製品中、人造眞珠がある。この人造眞珠を大別すれば、ガラス球の上に魚鱗等の眞珠消滲料を塗布した普通人造眞珠と、眞珠光沢の上に美麗な虹彩を付与した虹彩人造眞珠がある。現在主として行われている虹彩現出法は、化学的方法による金属性鍍面膜、又は虹彩膜の形成であるが、筆者らは、三塩化若鉛を加水分解して、オキシ塩化物を作り、珠面上のゼラチン膜又は下地膜を削離、被覆して鍍面を生ぜしめた後、干渉膜を塗布して虹彩を作る機械的方法を試みた。

II 原理

白色光が石鹼膜、又は水面上に拡がる薄膜等にあたると、麗々とした虹彩色が見られる。同様の現象は磨いた鉄の表面が空気に触れて薄い酸化鉄の膜を生じた場合にも見られる。これらの現象は何れも薄膜の表面から反射する光と、薄膜に入つてその後面から反射する光との干渉によるものである。この現象を圖によつて説明すると次の如くなる。



「或る厚さDを持つ薄膜に、B'Dの波面を持つ光波が当たつた場合、これはその屈折率 μ を有する薄膜による屈折と、その薄膜の上面及び下面に於ける反射によ

り、ABCとA'B'C'の二つの光線が互に干渉し、その結果、D及び μ 、 λ 等の関係によつて明暗（白色光の場合は帯色）の差を生じ、光線が白色光でその投射方向が一定でなく、膜の厚さも不定な場合には種々の異なつた色調を呈する。」これが虹彩色として現出するのである。良好なる虹彩効果を得るためには、屈折光を反射し得るに必要な光輝ある鍍面と、その鍍面により反射された光線が干渉を起し得る程度の薄さの干渉膜と、干渉膜中の微細な粒子の懸濁分配による格子の干渉を生ずることが前提条件である。故に虹彩人造眞珠の製造にあつては、普通人造眞珠製法に比し、全く異つた分野、物理的考察と薄膜中の化学反応、或は化学的作用の総合的な応用を必要とするのである。

III 實驗方法

三塩化若鉛を水に溶解すると、白色粉末のオキシ塩化若鉛を生ずる。これは金属ハロゲン化物中のハロゲン一つ以上を残して、他のハロゲンが酸素と置換された場合である。



反応緩和劑として塩酸（比重1.19）を用い、濃度変化により生ずるオキシ塩化物を遠心分離器にかけて濾過し、減圧乾燥か又は 40°C — 50°C で乾燥させ、細紗等につけて穏やかに下地膜を研磨して生じた鍍面の光沢の良否と、更にその上に下層を溶解しない溶劑を使用した干渉膜を作り、虹彩を生ぜしめその良否を検討した。三塩化若鉛は、関東化学製で、最純にして潮解せぬものを採用し、塩酸をうすめるに当つては蒸留水を使用した。

IV 實驗結果及び考察

1) 鏡面を作る迄の工程

紅彩人造真珠の製造にあつては、前もつて、魚鱗等の真珠塗料による塗装が行われるのが普通であるが、この真珠塗装があまりに濃すぎる場合には、その内部の反射光線遮断のため、その上層にかけられた紅彩層による干渉色が妨害をうけることがある。故にうすい精製された魚鱗塗料を2~3回塗布するに過ぎない。同様のことが、原珠ガラス生地にも言われ、白色味の強い不透明性のものは、乳濁半透明性のものに比し、紅彩効果が劣るものである。これらの注意の上に出来た膜と鏡面膜とを分離するための中間層として、ゼラチン、ポリビニールアルコール、メラミン、樹脂硬化ナトリウム等の溶液を用いた。

(1) ゼラチン水溶液の濃度は、ゼラチンの品質によつて8~20%にあたり、精製ゼラチンの場合は8~15%のものが良い。ゼラチンを溶解するに當つては、あらかじめ蒸留水に浸漬し、充分吸収させた後、60°C以下の温度で溶解させる。この場合、あまりに温度を上げると、着色したり、焦げたりする恐れがある。又調整後あまり時間のたつたものは、密着力が低下する故、棄却せねばならない。ゼラチンは、なるべく精製した無色透明なものを用い、又蒸留水を用いる理由は、三塩化亜鉛による鏡面が黒変するので、その原因として紫外線による場合と、ゼラチン中の硫黄、水の中に含まれたハロゲン化合物に起因するからである。

(2) ポリビニールアルコール（ポバール）の製造は、衆知の如く、醋酸ビニールを重合させ、ポリ醋酸ビニールを作り、これより醋酸を除去する。



近時、このビニール系合成樹脂は、樹脂加工に大なる役目をなして居り、ポバール水溶液が水性塗料に使用される上の利点としては、かびを生ぜず、水性塗料の缺點たる剝離にかなり耐え、熱処理により簡単に耐水性をもたせることが出来る等色々ある。従つて、ポバール水溶液、ポバールをアルブヒド化して作られた、ポリビニールアセタールをメタノールにとかした溶液、及びポバールは重合度(230~2500)、完全鹼化物を採用した。ゼラチン膜に比し、すべすべした丈夫な膜

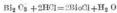
を作り、且つ強度も大であり、液自体に気泡も生ぜず、四季を通じて使用するに困難を感じなかつた。

(3) メラミン樹脂は、日本油脂製、メラミ No.51の無色透明の液を用いた。樹脂と溶解との比は、1:1位が良く、光沢、硬度の点も充分満足出来た（メラミン樹脂含有率54.4%）

2) 塩酸の濃度変化による金属鏡面の光沢の良否。先ず、三塩化亜鉛を適量計り、これを0.5~30%の種々の濃度の塩酸に溶解し、大量の蒸留水(約10倍)に投入すれば、オキシ塩化亜鉛が生ずる。以下塩酸濃度により異なるオキシ塩化亜鉛の状態をあげれば次の如し。

塩酸濃度	オキシ塩化亜鉛の粒子の大きさ(×400)	研磨後の光沢の良否
0.5%	4~2 μ	良
1.0	〃	〃
3.0	〃	〃
5.0	〃	〃
10.0	2 μ程度	非常に良い
20.0	〃	〃
30.0	〃	〃

上表に示す如く、塩酸の濃度が、10~30%のものが研磨後の光沢もよく、出来たオキシ塩化亜鉛の粒子も小さい。均一の粒子を得るために、三塩化亜鉛を溶かした塩酸溶液を、約10倍の水に投入、濾過し、濾液を約10倍の水に入れ、濾過、この工程を2~3回繰返すと真珠光沢の變形の結晶性微粒子が得られたが、研磨後の光沢は余り良くない。加熱すると、白色の結晶性粉末が次第に黄色に又部分的には褐色になり、この色は冷却しても再び完全に消失しなかつた。さらに別の方法として酸化亜鉛を、約10倍の稀塩酸(10%濃度)にとかし、更に蒸留水を大量加え、加熱し、沈殿をとかしてから放冷すると、オキシ塩化亜鉛が結晶状に析出して来る。²⁾



粒子の大きさは、2~3 μで、かなり純粋なものが出来光沢も前表に比し濃色がなかつた。

3) 干渉膜

鏡面を付与しただけでは紅彩色を表わさないが、この上に干渉膜をかけることにより美麗な紅彩色を現す。干渉膜とは要するに光の干渉を認し得る程度の薄さをもつ透明膜で、原理から云えば何の膜であつても、その屈折率と厚さとの関係を満足すればよいのであるが実際にはかなりの制約がある。例えば、干渉膜

を形成
面膜を
もつて
挙げを
離散用
の溶液
溶解を
も良い
り、そ
とは不
見え、
造に於
及び適
当の熱
の格子
る。奥
素、又
る。干
気、又
必要と
る融解
た。

膜後
として
要する
精密工
用さを
かか
いと
脱せず
て製造
業奨励
渡、機
が加え
筆者ら
ささか
次第で
を越つ

を形成させるべき塗膜基劑を含む溶液が、下の鏡面膜を溶解、又はその他の作用を及ぼす場合には、前もつて作られたる反射面を損傷して充分な虹彩効果を挙げることが出来ない。そのためには、鏡面膜として醋酸纖維素の乳酸エステル溶液（ブタノール10%）を採用した場合は、醋酸ブチル、醋酸アミルの醋酸纖維素の溶液を使用すべきであり、ゼラチン膜の場合は有機溶劑を用いた纖維素塗料が必要である。この場合、最も良い条件の厚さを算出することは、非常に困難であり、その厚さは、 λ° の単位であるため正確を求むことは不可能である。しかし余りに薄きに過ぎれば黒く見え、厚すぎると全く虹彩色を現わさない。この製造に於て最も困難な点は、干渉膜の一定波長の保持、及び浸漬動作による膜の厚さに対する注意もあり、相当の熟練を要する。又干渉膜と同時に附与すれば、その格子干渉も併せ行い、虹彩化は一層と進められている。実験の結果によれば、三塩化蓋浴3%、硝酸纖維素、又は醋酸纖維素3%の溶液が一番よい様である。干渉膜の附与により初めて虹彩を現出したが、外気、又は摩擦等により損傷をうけやすいため保護膜を必要とする。保護膜として虹彩膜を侵さぬ溶劑とける醋酸纖維素、ビニール樹脂、メタミン樹脂を用いた。

IV 結 論

以上本実験を要約すれば次の通りである。

- 1) 良好なる虹彩人造真珠を作るに大切な要素は、真珠液膜、鏡面膜、干渉膜、保護膜の各層の完全なる分離と、光の干渉に寄与するに充分な鏡面の光沢、及び干渉膜の厚膜の附与とである。
- 2) 曇りの少い人造真珠を作るために、鏡面より乾燥室に入れる迄の大気中に露出する時間をなるべく少なくすること。特に湿度の多い日はこの点に注意すること。
- 3) 塗膜の技術的問題であるが、「たれ」をなるべく少くするため、枠を充分に回転させ、低沸点溶劑を蒸発させた後、乾燥室に入れる。
- 4) 液の作製の時、低沸点溶劑を多量に使用する場合、吸湿性を示し、塗膜に曇りを生じするため、高沸点中沸点溶劑を適当に混合して使用する。又逆に、余り高沸点溶劑を用いると、乾燥に時間を浪費する。
- 5) 三塩化蓋浴よりオキシ塩化蓋浴を作る場合塗液を反応緩和剤として用いるが、この濃度は、10-30%のものが、出来たオキシ塩化蓋浴の粒子も小さく、且つ研磨後の光沢もよい。

文 献

- 1) 吉田邦三郎：物理學 下巻：三省堂
- 2) 千谷利三：無機化学中巻：産業圖書

第3報 普通人造真珠について

I 緒 言

戦後の日本にとつて、何はさておいても輸出を振興して外貨を獲得しなければならぬ。又本邦の如く重要資源たる石炭、水共に恵まれない所に於ては、当然精密工業、又は軽工業に重点を置いて日本人特有の器用を生かさなければならぬ。

かかる意味あいにて、人造真珠工業は確に通じていると言える。而して、その製造方法は、尙日套を脱せず、全く業者永年にわたる経験と、熟練とによつて製造せられていたに過ぎないが、近時、大阪府立工業奨励館、貴志地治氏、機械試験所名古屋支所、船橋、磯村光義理氏の研究報告が発表され、科学的検討が加えられつつあることは誠に慶ぶべきことである。筆者らは、過去二年有半に渉る研究報告をまとめ、いささかでも業界のために貢献したいと思ひ筆をとつた次第である。なお本研究のため、常に熱心なる御援助を賜つた場長、日下和治氏、金岡第二科長、東正十郎

氏、種々協力を得た金岡第二科科員諸氏、及び資材の提供を戴いた地元業者の各位に対し、深甚なる謝意を表するものである。

II 普通人造真珠とは

普通人造真珠とは、魚鱗液を種々の溶劑に溶解した塗膜基劑に混入して作られた真珠液液を硝子珠の上に塗布したものである。この配合方法は、業者の経験によつて各々異なり且つ秘密にして居るが、製品の品質を左右する要素としては、

- 1) 魚鱗液液の濃度
- 2) 溶液中の魚鱗量
- 3) 溶液中の塗膜基劑量
- 4) 溶劑の揮発度、粘度、沸点
- 5) 乾燥室中の湿度、温度
- 6) 室内の湿度、温度
- 7) 塗膜技術の良否

8) 使用する資材の良否

等が挙げられる。加えて輸出品である以上、相手方バイヤーの所望により、光沢、深み、色等種々研究して行かなければならぬ。この普通人造真珠の製造順に大切な点を列挙し、その一端を紹介して見たいと思う。

III 実験結果とその考察

1) ゼラチン膜

「人造真珠に関する研究」の第2報でも触れたが、殻膜が弱かつたり、はげたり、密着が悪かつたりする原因は、主として液中の殻膜基質(例えば硝酸纖維素、醋酸纖維素)の量、又はその材質の良否に関係があるが、真珠溶液を塗布する前にゼラチン膜を附与しておく、かなりこの点を満足してくれる。使用するゼラチンは、なるべく着色していない、精製された透明なものが良く、溶解する際は、水に浸漬して充分吸收させた後、50°C以下の温度で処理する。この場合、ゼラチン水溶液は必要量のみ調整しないと時間がたつにつれて密着力が低下する。乾燥は40~50°Cが適当で、温度を上げるたゼラチンが着色する恐れがあり、殻膜形成後、曇った製品が得られることがある。又水の中に含まれたハロゲン化物が入る恐れがあるので、なるべく、蒸留水を用いた方がよい。ゼラチン水溶液の缺点是、夏は腐敗し易く、冬は硬化するので、四季を通じ使用する上に困難を感じ、加えてよく気泡が立つのでかなりの熟練を要する。使用濃度は、そのゼラチンの品質によつて、8~25%にわたるが、純良の精製ゼラチンの時は、約8~15%のものが使用される。ゼラチン膜の硬化剤として3%のフォルマリン水を用いたが、工場で使用の場合は、予めフォルマリン水蒸気を完全に除去する設備を必要とする。ゼラチンに代るべきものとして、ポリビニールアルコール、硫酸ナトリウムが考えられる。ポリビニールアルコール(ポバール)は、重合度の高い、完全融解物を用いた。ゼラチンに比し、使用上の困難もなく、密着もよく、すべすべとした殻膜を作った。

2) 真珠溶液

(1) 魚鱗箔の精製法

除去すべき物質としては、水溶性成分、油脂分、類脂体等が挙げられる。現在迄行われた精製法は、殆ど大部分が水洗法に依られていたが、貴志氏はゼラチン、カゼイン水溶液による水洗法・醋酸エチル、樟油の混合溶液による洗滌法・或はアルコール・樟油混合液による洗滌法等の併用によりよい結果を得られて居る。²⁾ 又船橋漢、磯村光義両氏は石油ベ

ンゼンを用いて精製を行つている。³⁾ 筆者らは魚鱗箔の基体をなすグアニン、コラゼンの膠質物に作用してその反射組織を傷けない程度に約1~2%のアンモニヤ水とソープレソープを用いた。これらは水洗の場合、魚鱗中に残留した揮発油、或は油脂分の乳化剤としての作用が主な役目を果している。魚鱗箔の質によつても、その適量に制限があるが着色又は不溶性夾雑物の除去剤として、過酸化水素又は過酸化ソーダ水が挙げられる。勿論これを多量に用うれば、他の酸化剤同様魚鱗箔に悪影響を及ぼすものであるが適量(0.15%水溶液)を用いれば魚鱗光沢を増大せしめることが出来、又現在迄容易に除き得なかつた魚鱗光沢の臭味を消し得た。

(2) 真珠溶液の調合

人造真珠に於て魚鱗箔の精製の良否はその光沢に大きな影響を及ぼすものであるが、この精製魚鱗箔を種々な溶剤に溶解した硝酸纖維素又は、醋酸纖維素溶液中に混合して作られた真珠溶液の性質として基本となるものは前述した如く

- 1) 溶液の粘度
- 2) 溶液中の魚鱗量
- 3) 溶液中の殻膜基質量

の三つの間の関係と、使用溶剤の沸点と粘度に要約される、貴志氏は一つの層の光沢を現出せしめるに要する魚鱗量、4%のものを含む殻膜基質層を形成せしめるには最小限度、殻膜基質5%を要すると説明されて居るが、相手方の意向で厚く濃いものを要求された場合は困る点があると思う。要するに粘度が余りに大き過ぎれば一様な殻膜面を作ることが困難であり、一方粘度の小なる低沸点溶剤を多量に用いば乾燥の場合、凹凸或は糸痕等の危りのむらを生じ、且つ低沸点溶剤は吸湿性の為曇った製品や光沢の悪いものが出来る故に、高沸点、中沸点、低沸点の溶剤を適当に混合して使用するべきである。現在専ら使用されている溶剤を挙げれば次の如し³⁾

品名	比重	沸点	分子量	粘度		備考
				温度	粘度	
醋酸イソアミル	0.8074 (20/4°C) (12.2/4)	139.5~140.0°C	130.11	19.9°C	0.872 C.P.	高沸点溶劑
チクロヘキサノン	0.9523 (20/4)	C153~160	98.08	15	1.056	〃
メチルオキシド	0.8578 (15)	128~131	98.08	—	—	〃
ベンジルアルコール	1.046~1.050 (15/4)	200~210	108.03	20	5.582	〃
安息香酸エチル	1.0509 (20/20)	213	160.08	—	—	〃
醋酸正ブチル	0.8817 (15/4)	124~126	116.10	25	0.671	中沸点溶劑
正ブタノール	0.81337 (20)	114~118	74.08	15	3.379	〃
ベンゾール	0.878~0.882 (20)	80.1	78.05	15	0.690	低沸点溶劑
アセトン	0.790~0.7913 (20/4)	56~57	58.05	15	0.337	〃
醋酸エチル	0.90053	74~77	88.06	20	0.451	〃

現在専ら醋酸アミル、醋酸ブチルを主溶劑とし、粘度低下劑として醋酸エチル、アセトン、ベンゾール等が用いられている。

次に良好な結果を得た配合率を示すと次の如し、

(1) 大阪府立工業奨励館、貴志氏によれば

メチルオキシド	38%
醋酸アミル	28%
醋酸ブチル	28%
セルロイド	6%
魚鱗箔	4%

(2) 機械試験所名古屋支所の船橋渡、磯村光義氏によれば

A 液	
粗の魚鱗	8g
セルロイド	1.5g
醋酸アミル	100cc
醋酸ブチル	25cc

偶数トリグレチール	1cc
ベンジルアルコール	20cc
アセトン又はベンゾール	20cc

B 液	
微細な魚鱗	8g
セルロイド	1.5g
醋酸アミル	100cc
醋酸ブチル	25cc
偶数トリグレチール	1cc
ベンジルアルコール	20cc
アセトン又はベンゾール	20cc

(3) 筆者等は下塗りには粗なる魚鱗箔を中沸点、低沸点溶劑に混じ、上塗りには密なる魚鱗箔を高沸点溶劑に混入し、セルロイドは低沸点のなるべく

色の著かない透明品を又溶劑は協和糊解株式会社の商品を採用した。

下塗り液

醋酸ブチル	54%
醋酸エチル	28%
アセトン	18%
セルロイド	8.4%
和清(1級、2級品混合)	5.6%

上塗り液

醋酸アミル	50%
醋酸ブチル	30%
醋酸エチル	20%
セルロイド	7%
洋箔	5%

液を調合後、使用する迄はなるべく長い方がよく充分ゴミ、粗な粒子、夾雜物等を沈澱させた後上澄みを用いた。

なお液の粘度の維持は一番大切なことで、特に人造真珠の如く、一挙に大量塗装をするのであるから、その製品の均一化はかくべからざるものであり、この点にかなりの技術を要する。液の調整を手の感覚で行っている様だが、落球式粘度計、毛管粘度計等を用いればよい。

3. 乾燥方法

人造真珠塗装の乾燥には現在蒸気による熱風乾燥が主として用いられている。亦電熱による所も少ない。

大量生産を行う上にもつとも隘路となつている工程である故なるべく時間の浪費を少くする為赤外線乾燥を採用した。筆者等は、広島県工業試験場報告 No. 1でこの点をとりあげ説明した故、本報告より省略す

る。⁴⁾

又、製地をなした塗つた製品を見ることがあるがこの理由として塗布してより乾燥室に入れる迄の空气中に露出せる時間を出来る限り少くし、その間に枠を充分回転させて低沸点溶を蒸発させ、湿気の多い時期や夏分の室温の高、時はなるべく低沸点溶を用いない様にすることが大切であり、理想的に云えば塗装する室を恒温恒湿(温度約25°C、湿度1%以下)に保てば品質の一定な良品が出る。乾燥温度は50°C(6.0)が適当で、特に洋溶液(マール、アゼンター)は低温で長時間乾燥させる程光沢がよく、逆に下塗り液の塗布の場合は少し温度をあげ、「タレ」を少くする必要がある。「タレ」を減ら、皮膜を少くするため、枠を回転させて乾燥する方法等考えられる。

4) 塗膜形成後の塗出し工程

品質によつては光沢のみを云々される場合がある。筆者等は、メラミン樹脂、ビニール樹脂、ダンマー、シラツク等の天然樹脂、ゼラチン、ポリビニールアルコール、特種ワニス、セルロイド溶剤液等の塗膜を塗布して光沢を出す方法や化学的方法でゼラチン膜の上に三塩化亜鉛のセルロイド溶剤液を附着して、オキソ塩化亜鉛の鏡面膜を得る方法⁵⁾等を塗膜上に試み、その良否を検討して見た。

1) メラミン樹脂溶剤液

日本油脂株式会社製、メラミン No.51(常温塗膜)を酢酸エチルと1:1、1.5:1位の割合で塗布し、乾燥は赤外線乾燥で50°C~60°Cで10分で充分であり、光沢、硬度、密着力共に良い結果を得た。

2) ビニール樹脂

関東化学株式会社製、酢酸ビニール、酢酸エチル液を採用、光沢、硬度、密着共にメラミン樹脂に見おとりがしなかつたが乾燥にかかりの時間がかつた。

3) 漂白ゼラチンのメチルアルコール溶液を用いたが、黄色に着色しているので着色塗膜には良いが

銀白色膜には不向きで、前者に比し、光沢の点等ややおとる。

4) ゼラチンの水溶液を塗布、フォルマリン水で硬化させた。この場合なるべく清濁無色のゼラチンを用いないと着色する危険がある。やや臭味がかつた深みのあるものが得られた。

5) ポリビニールアルコール水溶液(會友レーヨン株式会社製)の塗膜を芒消で硬化させて見たが光沢、密着、硬度の点で1)、2)、に比し問題にならない。

6) 川上染料株式会社製の特殊油性ワニスを用いたが光沢の点は非常によかつたが、着色するし、乾燥時間が、かなりかかる缺點あり。

7) 櫻林試験所名古屋支所の船橋藤、磯村光義両氏も報告されているが⁶⁾先ず酢酸ビニールの混合液に浸漬、塗膜を形成した面を滑らかにし、後セルロイド溶剤液で処理する。

8) 化学的に金属ハロゲン化合物を水と反応して加水分解させ、塩基性化合物を作り、その金属鏡面を附着する方法もあるが、詳細は虹彩人造真珠の項で述べる。

5) 着色劑

銀白色の人造真珠が普通であるが、着色せる塗膜を作る場合もある。この方法には直接溶剤液の中に染料を入れる場合と、塗膜形成後の珠を同時着色のアルコール溶液に浸漬し、後塗出し工程をする場合とがある。

染料を溶かす場合は予め、アルコール溶液で充分溶かし、濾過して用いる。

染料をあげると次の如し。

茶色	ビスマーク、ブラウン
紫色	メチル、ヴァイオレット
緑色	マカイト、グリーン
青色	ビクトリア、ブルー
黄色	オーラミン
赤色	ローダミン

第4報 虹彩人造真珠について

I 緒 言

種々処理による虹彩現出法として筆者らの人造真珠に関する研究の第3報でとりあげたので、その原理は省略するが、現在主として行われている金属ハロゲン化合物による虹彩化の三塩化亜鉛によるものについて述

べる。

II 虹彩人造真珠とは

種々の金属塩の中、特にそのハロゲン化合物の中には水と反応して加水分解をうけ塩基性化合物となるものが少ない。而もそこに生じた塩基性化合物には種々

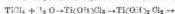
子にして適当な厚さに沈積せられた場合、透明性の鏡面を生ずるものがある。紅彩化の方法の内、度々利用されるのは、この様な性質を有する金属ハロゲン化物である。これらの反応形態を分けると

- 1) 金属ハロゲン化物中のハロゲン一つ以上を残して他のハロゲンが酸素と置換される場合
- 2) 金属ハロゲン化物中のハロゲン一つ以上を残して他のハロゲンが水酸基と置換される場合
- 3) 塩基性ハロゲン化物を直接用いる場合

1)に属するものとして亜鉛、アンチモンの塩化物がある。



2)には貴志氏が報告された錫、チタン等の塩化物が含まれる。



3)の例としては塩基性塩化鉄が挙げられる。

III 実験結果と考察

1) 硝子生地と下地の真珠塗装について

紅彩人造真珠の製造にあたっては、前記で魚鱗等の真珠塗原料による塗装が行われるのが普通であるが、この真珠塗装があまりに濃すぎる場合は、その内部の反射光線遮断によりその上層にかけられた紅彩層による干渉色が妨害されることがある。故に紅彩人造真珠を作る場合は、その下地となる真珠塗装はうすい精製魚鱗塗液を3-4回塗布するに過ぎない。又真珠塗装によるこの様な注意と同様に原珠生地の選択にあつても、白色味の強い不透明性のものは乳白半透明性のものに比し紅彩効果がある。

2) ゼラチン膜

ゼラチン膜は、1)の膜(通常精製纖維素の溶液液)と鏡面膜とを分離するための中間層として用いられる。この濃度はゼラチンの品質により、8-25%にわたるが精製ゼラチンの場合には8-15%のものが良い。塗布したゼラチン膜は出来るだけ平滑な面を得る様に注意して乾燥させねばならない。通常は塗装後、暫時常温放置した後、約50°C以下で成程乾燥したものを選び常温中に設置する。このゼラチン膜中の含水量によつて上にかける鏡面の良否を左右する場合が多く、鏡面生成に於いて是る加水分解に際して、ゼラチン中に残存する水分が溶解することは殆ど明らかである。又使用するゼラチンの品質、ゼラチンを溶解する水の純度等にも留意せねばならない。現在塩化亜鉛

による鏡面が黒変する原因として炭酸塩、ゼラチン中の硫黄、水の中に含まれたハロゲン化物等挙げられているが詳細は明らかではない。ゼラチンに代るべきものとして建築ナトリウム、ポリビニールアルコール等も用いた。

3) 鏡面膜

この鏡面は光の干渉効果に大きな影響があり、その良否は直接紅彩の良否に關係する。三塩化亜鉛の約2-3%アルコール溶液に水蒸気をあてれば、ゼラチン膜上に塗着した三塩化亜鉛膜は水分と反応してオキシ塩化亜鉛になり、鏡面として現われる。三塩化亜鉛はその反応機構が複雑のため外部より強い水蒸気の添加が必要で常温浸漬の後80°C以上の温度で2-3分で速に反応させる。而も一応反応して鏡面を生じた後も完全に不溶性の膜を作るには常温で長時間を要する。尚鏡面生成には金属塩化物の単なる有機溶剤液のみを使用する他に酸基の付加される場合が多い。即ち約3%を含む纖維素溶液中に三塩化亜鉛約2%を溶解した精製アミル又は脂肪アプル溶液に珠を浸漬後洗剤と同じく処理する。前記に比し鏡面の附着力が強く又乾燥速度が遅いため操作が比較的容易である。ここで非常に大切なことは未知の如く三塩化亜鉛は潮解性物質のため希望する%だけ溶液中に含まれているかを知っておかなければならない。念のため液中の金属亜鉛三塩化亜鉛の分析方法を挙げる。即ちサンプル200ccを蒸発皿にビレットでとり蒸発し残渣に注意して点火、燃焼後、軽く熱して灰化させる。このものを塩化鉍約50ccを入れて溶解し、過剰の塩化鉍を蒸発させて濃縮させる。約1.5cc位になつたとき蒸留水を入れ約200ccとする。この際オキシ塩化亜鉛の白色沈澱を生ずる。数時間静置して濾過紙沈澱を数回水洗しペーパーに洗い、濾過紙を少しずつ加えて沈澱を溶解する迄入れる。その溶液を秤量したメスコに分解して入れて蒸発させ、次に軽く焼けば黄色の酸化亜鉛となる。これを秤量しその増量に0.897を乗ずれば亜鉛の重量となり、又その増量に1.3535を乗ずれば三塩化亜鉛の重量となる。

$$\frac{231}{174 \text{ O}_2} = 0.897 \quad \frac{2\text{BiCl}_3}{\text{Bi}_2\text{O}_3} = 1.3535$$

$$(\text{増量}) \times 0.897 \times \frac{100}{20} = \text{Bi} \text{ gr}/100\text{cc}$$

$$(\text{増量}) \times 1.3535 \times \frac{100}{20} = \text{BiCl}_3 \text{ gr}/100\text{cc}$$

※の濃度中には亜鉛以外の金属を含む。

4) 紅彩膜と保護膜

鏡面を附与しても多くの場合、未だ紅彩色を現わさないが、この上に紅彩膜をかけることにより美麗な七

色を出す。紅砂膜とは要するに光の干渉起し得る程度の厚さをもつた透明膜であるが、下の顔面膜の反射面を損傷したり、その他の作用を及ぼしてはならない。そのため顔面膜を硝化纖維素を用いた場合は、これを溶解しない硝化エステルを用いた硝化纖維素を採用すべきであり、硝化基質を含まない顔面膜に於てはその基礎膜となるゼラチン膜に作用しない有機溶剤を用いた硝化纖維素を必要とする。ここで、この紅砂膜の厚さによる外観の変化と云う点がこの装置に於けるむづかしい点で実際の産品に当つてはその紅砂液の一定濃度の保持及び浸漬動作による膜の厚さに対する影響、「たれ」に対する精密なる注意等経験と熟練を要する。尙紅砂膜の形式には単に膜の厚さによる干渉膜を作るのみにとどまらず、その下面にある反射面と同様の反射面を附与せしめ、又干渉膜中に金属化合物等の微粒子を分散せしめてその格子干渉も併せて行えば紅砂化は一層と進められる。三酸化亜鉛約2%の硝化纖維素約4%の溶解液を用い、顔面の場合と同様に水蒸気乾燥する。これで紅砂化の目的は達成せられたが、外気又は摩擦等により膜の損傷があるため保護膜を一層又は数層かける。保護膜をかかると紅砂は幾分引けてくるが変色を何分か防止してくれる。筆者らはグイニール樹脂、硝化纖維素、メタコン樹脂を用いた。

IV 結言及び今後研究すべき点

以上第3報、第4報の研究結果を大要すれば次の通りである。

- 1) 普通人造真珠は、光沢を云々される場合と、厚み、厚みを云われる場合とがあるが、なるべく直径、条直等の盛りむらを少くするため、上塗りの液には高沸点溶剤と微細なる精製魚鱗液を用いなければならぬ。
- 2) 魚鱗液をかけた洋活は、高価なため洋活の持ち味を生かせ意味に於ても、なるべく下塗りを濃くつけ、洋活は一層塗りでも低湿度で乾燥させる。
- 3) 現在は主として硝化基質としてセルロイドが用いられているがなるべく膜を強くし、光沢をもたせるため、メタコン樹脂、ビニール樹脂等の合成樹脂液を

併用する。

- 4) 乾燥温度を高くして、セルロイド膜をこがした製品を見ることもあるが、時間がかかっても90°C以上になるべく上げない様にする。
- 5) 真珠光沢のもととなる魚鱗液の精製を研究し加えて魚鱗に代るべき代用品の優秀なものを作る研究
- 6) 近時紙面におさえられているので、下地液に精製された微細なアルミニウム粉(純度99.9%)を併用する研究。
- 7) 「たれ」染りむらのないものを作るため、乾燥方法を従来の静置法をやめ、回転式にし、加えて浸漬法を静電塗装にし、流れ作業にして多量生産を計る研究。
- 8) 紅砂人造真珠の場合は、人造真珠に関する研究の第3報に述べた以外に、紅砂の出来具合には非常な技巧を要し、真に美しい製品の作製は容易でないため技術を磨き、経験をえること。
- 9) 出来得れば、アドソール、乾燥用塩化カルシウム、乾燥用芒硝等を用いた乾燥室を作り、湿度を90%以下にすれば、四季を通じて均一な製品が出来、従来あつた不良品を防ぐことも出来る。

以上。

文 献

- 1) 貴志純治 魚鱗液の研究 大阪府総合科学技術委員会発行
- 2) 船橋敏、磯村光義 人造真珠について 機械試験所名古屋支所特第号、昭和27年3月第2号
- 3) 桑田信 溶剤：丸善出版株式会社
- 4) 戸谷曾雄 人造真珠産膜の赤外線乾燥について 広島県農工試験報告、No.1、1951
- 5) 戸谷曾雄 人造真珠に関する研究、第2報オキシ塩化亜鉛による特徴処理について
- 6) 船橋敏、磯村光義 人造真珠について 機械試験所名古屋支所特第号、昭和27年3月第2号
- 7) 貴志純治、高岡齊 タスター、紅砂の研究 大阪府総合科学技術委員会発行



1.

時代の
の傾向に
より高
高工具に
は、機
関では
工具調
でない
い様
研究で
度工具
増進で

2.

高
きは
高
高
鋼より
が直に
ならぬ
呼ば
熱され
要な
切屑に
部分が

3.

旋
場
炭素工
刃が冷
甚しく
耗して
にも拘
度工具
は、切
三回

高速度工具鋼の取扱について

小 川 逸 司

1. 緒 言

時代の要求に伴い工作機械が現在何れも高速度自動化の傾向にあり、使用工具も炭素工具鋼又は特殊工具鋼より高速度工具鋼に移つた以上に高速度工具鋼より超高工具に移りつつある。然し超高工具の使用のためには、機械その他に相当の改造を伴うので、中小企業者間では特殊な工事以外には、依然として大幅に高速度工具鋼が使用されているが、その取扱方が一般に充分でないために、高速度工具鋼の真価が発揮されていない様である。既に古い研究報告ではあるが、切削法の研究で有名なF.W.テューターの報告を主体として高速度工具鋼の性質並に取扱方について述べ、若干の生産増進でも期待する次第である。

2. 高速度工具鋼の性質

高速度工具鋼を旋盤用荒削用工具として使用するときには磨削点に近い温度による熱入により得られる所謂高温硬変の性質によつて、その優劣さが認められる。高速度工具鋼はその硬変の最高のもので、炭素工具鋼より幾分高いと云う程度に過ぎず、硬変の高いことが直に極めて高速度で切削を可能ならしめる性質とはならない。高速度工具鋼の優劣さは前述の高温硬変と呼ばれる性質によるものであつて、工具はその硬変が赤熱されても、切刃の鋭さを十分保ち、鋼の切削に必要な硬変を維持するからである。多くの場合、工具は切削により摩損を受け、工具の摩損を受けている切削部分が赤熱されるまで切削を加断するものである。

3. 炭素工具鋼と高速度工具鋼とを旋盤用荒削用工具として使用した場合の磨耗現象

炭素工具鋼を標準切削速度で使用する場合には、切刃が冷んで工具が切削を初めるや直に損傷を受け始め甚しく丸くなり過ぎて工具がへたる前に既に完全に磨耗して了うが、工具は切刃がかくの如く損われているにも拘らず十分に切削に耐えるものである。然し高速度工具鋼を標準切削速度で使用する場合には、普通では、切刃の一点にはんの少しの損傷があつても、二、三回転で工具が破壊するに拘らず、工具は破壊する直

前まで切刃が冷んで完全な状態を保持する。即ち炭素工具鋼の場合には、最後の破断点に近づくに従つて次の様な特長ある状態を経過する。然しa, d, e, の現象は個々に記述されるが、同時に起きるものである。

- 切刃が丸くなる
- 切刃附近の上の面の変色
- 切刃下面の変色
- 工具上面に鋼の堆積
- 切刃下面の磨り減り
- 工具の空送り
- ざらざらな仕上面の残留
- 引張の多い仕上面の残留

かくして工具は如何なる圧力をもつても切刃を加工作品に押込むことの出来る程度に切刃の下の逃げ面が磨り減らされ、遂に完全にへたる。このへたり状態に達した場合には、工具は直に加工作品から引離すことが必要で、さもないと、工具を折るか、或は機械又は加工作品を損傷する。

高速度工具鋼に於ては、切削作用によつて工具に生じた損傷は殆んどすべてが工具の上面に移られ、工具の刃先は一般に切刃が非常に損傷を受けて切削の開始によつて素材の加工面に残つた荒い突起を全然平滑に磨削することが出来なくなつた直後、僅く短時間でへたる。即ち破断点まで経済的速度で切削している間切刃が實際上完全状態を保ち、切刃が丸くなつたり、或は毀損して、加工品の仕上面を害し、作業者が終始注意を注ぐことなしに、良い仕上面が確實に得られ、切削中加工品の正確な寸法を確保し得られる。又破断点に近づきつある時に切刃に極めて僅かの切目、或は割れの出来ることは、素材の加工された面に非常に小さいが、然し継続された引張、突出している鱗、或は明瞭な積を作るから、工具のへたり初めの現象は容易に知る事が出来る。

4. 高速度工具鋼使用による標準切削速度

- 炭素工具鋼使用の場合の約倍
- 送り
3/16 \times より1/4 \times に低下することにより3.5倍

e. 冷却水の使用

十分に使用することにより1.4倍

d. 切込

1/4より1/2に低下することにより1.3倍

e. 切削耐久時間

30分より20分に短縮すれば1.2倍

f. 双先角

88°より61°にすれば1.02倍

5. 工具の火造

a. 工具の形状設計に当つては、火造作業は研磨作業よりも遙に多くの費用を必要とするから一回の火造りで最大回数の研直しが出来、且つ研磨一回当りの費用を最小ならしめる様に考える。

b. 素材

工具の取柄を避けるため柄素材は巾×高を1×1.5とするがよい。[英式式 1×1 米式式 1×2]

c. 焼切り

工具鋼の焼材の生切りは殆んど目に見えない割れが入つて、工具の使用後は相当深くまで割れが波及することが多いため焼切を行う。

d. 加熱

均一な加熱を行い、同形状の数本の工具を成形する場合には一度に4〜6本同時に加熱するがよい。工具の加熱すべき箇所は、徐々に温度上昇するに従い炉内の高温部分に近づけ、一方次に直に火造すべき工具を最高温度の所に置き加熱する。この際空気を直接受けない様に注意する。

6. 工具の焼割れの主要原因

a. 工具鋼素材の割れ又は内部亀裂は主として鋼塊の不純物、素材の焼付速度の過大、或は加熱の不均一による。

b. 工具亀裂の殆んど全ては火造工の扱い方の不良に基く

c. 冷間加工中の焼材破損

d. 加熱中、火中で焼材を同じ位置に置いたままにするためによる焼材各部分の不均一加熱

e. 強烈な火の急速加熱

f. 焼材の中心に及ばない軽打

7. 焼鈍、焼入、焼戻作業

標準品の作業標準による作業が望ましいけれども、これ等の施設のない中小企業者に於ては止むを得ず次の様な便法による。但しこれはあくまで便法にして標準施設の設置を希望して止まない。

a. コークス炉を使用する場合にも工具を度々回転

して均一な加熱を行う。

b. 焼入の際800°〜910°の予熱は30〜30分/25 耗に保ち炭包内に焼入温度迄上昇せしむ。

c. 焼入温度には形状寸法により異なるも1〜3分保持後切削速度低下温度800°それ以下に急冷することが必要である。

d. 焼入の場合焼入温度は400〜600°とし品物の内外温度一様になつた後油中又は空冷する。

e. 型取りは400〜600°Cに冷却した後行いその後油冷する。

f. コークス炉を使用する場合は最初より双先部の加熱を行わず、最後の温度上昇の時に初めて双先部を最高温度の火に当てる。

8. 研磨作業

a. 工場に於ては他のすべての原因よりも研磨に於ける過熱により多くの工具を損傷する。又研磨による磨減が最も大である。

b. 過熱を避けるためには多量の水を砥石車と接触している工具の双先に直接にしかも低速で注がなければならない。

c. 工具の双先面は決して砥石車の表面に固く当たたまま研磨してはならない。即ち工具は研磨作業中絶えず動かし又は動揺する様にしなければならぬ。

d. 研磨による過熱の危険を少くし、且つ研磨を迅速に行うためには工具は切削上は僅か^{90°}の間隙角を必要とするに過ぎないが、火造りでは約50°になる様に成形するがよい。

e. 工具の平坦な表面は曲面よりも尚一層研磨に於て工具を過熱する傾向となる。

f. 双先角の小さい工具は大なる場合よりも多くの研磨費を必要とする。

g. 小工場に於ても自動研磨盤の設置は経済的である。

h. 工具の火造、熱処理による酸化損失を考慮し研磨代は1/10%と考える。最小の場合でも1/10%は研磨しなければならぬ。

i. 切削による加熱の影響は1/10% 研磨すればよい。

j. 砥石の速度及砥石の損傷

9. 附双工具

初度調律費の関係以外に附双工具の利点は考えられず、又結局に於て附双工具の場合が不経済である。附双工具の熱処理法としては次の二法があるも何れによるも標準熱処理は極めて困難な為に高速工具鋼の附

双工具

a.

b.

5

10

工具

ては使

も大切

双工具はその真価発揮は考えられない。

- a. 附互作業と同時に熱処理（焼入）作業を行う。
- b. 附互作業後改めて焼入のための加熱作業を行う。

10. 結 言

工具の加工製品精度を加味した経済的使用条件としては使用機械、工作法、切削速度、工具の形状等何れも大切なものであるが、高速度工具鋼に関してはア

イスカツター等特殊の形状のもの以外は中小企業者自体に於て調整使用しているので、その作業の可否が以上の使用条件決定に及ぼす影響は決して軽いものではない。超高工具の使用に先立つて高速度工具鋼の真価を発揮して使用することが現在の中小企業者のとる可き態度と思考する。

（昭和7年1月広島県科学技術協会主催金属の切削技術講習会の草稿）

鑷の選擇法と使用法

グラント・ローダー著

豊永信夫 共訳
臨 一 雄

I 緒 言

本文は表題の如く、鑷の良い選擇法と使用法について述べたものであるが、之は鑷の使用者のためのみならず鑷メーカーに取つても色々な点で有益な面があるものと思ひ、翻譯して見たものである。將來鑷の輸出も盛んとなり、各種の鑷を製作するようになれば、本文中の鑷の種類、形状等は良い參考になるものと思ふ。尙本文は Grant Loader の著になるもので American Machinist, May 5, 1949 (P101~108) より取りたるものである。

鑷を有効に使用し得る能力を持つていと云ふことは、昔から熟練工であるという証明のようなものであつた。極上の嵌合を得ようと思へば實明に適當な鑷をえらんで軽く仕上げる以外に方法はない。

鑷を選擇する場合は鑷がけされる素材の形状、材質及び工作前の形状によつて慎重にやらねばならぬ。良い仕事をやろうと思へば良い鑷を必要とし、品質の悪い道具を使う事は生産する場合結局利益とはならない。

金属切削用鑷は大体において三つの主要種類に別けられる。各々獨特の目的に適合するように工夫されているが、鑷としての本来の使命は皆共通である。

鑷の長さとは實際に使用される鑷身の長さを云ひ、「コマ」(tang)の長さは加えない。「コマ」とは焼入されていない部分のことで此處には例が差し込まれる。鑷の中には「コマ」のないものもあり亦作り出しの「コマ」を有するものもある。

鑷の名称はその形状によつて決められ、目(out)は刃(teeth)の特性と粗さから決まる。ヒール(heel)とは「コマ」に接近した目の部分で、ポイント(point)とは「コマ」と反対側の先端のことをいふ。

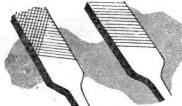
鑷は寸間(blant)即ちヒールからポイントまで、巾厚み共同一寸法であるが亦巾、厚み先細(taper)になつてゐるからである。

(イ 圖)



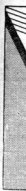
鑷の標準目には一度切(single-out)と二度切(double-out)とがある。しかし波目(wavy-out)とか曲目(entrud-out)と云つたような特殊の或は特許の目のものも用いられ、之等は鑷の寿命を増し、早く切削が出来亦仕上面も引張き跡のない良好な仕上面が得られる利点がある。一度切鑷は目が一重だけ斜に平行にたてられる。二度切鑷は目は二重に斜におこされている。最初にたてられた目を下目(over-out)と呼び、この上上目(up-out)と呼ばれる二度目の目が鑷輪に対して反対角度(訳者註: 本文に於ける上目の角、下目の角は所謂「ナベエ」の角度とは違ふ。「ナベエ」の角度は鑷輪と上目又は下目のなす角度を云ふ)でたてられる。上目の方が下目よりもピンチが細かくて深い。

(ロ 圖)



一度切鑷は斜に一列並びになつた目をもつている(左)。二度切鑷(右)が最も普通に使用される。

1吋当りの刃の放で決る一刃の占める面積は鑷の種類によつても僅かにちがひ、亦鑷の寸法が大きくなる程大きくなる。例えば1吋刃素材用細目鑷は同じ鑷の6吋のものより目は粗い。



二度切鑷の目

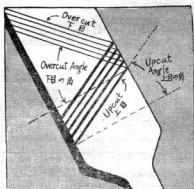
粗目(bast-out)とは目の粗さ、粗目は本報告



粗目鑷の目の粗さ

粗目、巾厚みを比較する時比べなければ

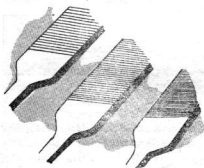
(八 圖)



二度切歯で最初に切られた刃の並びを下目と呼ぶ。二度目に切られた刃の並びはピッチがよく細く深く、上目と呼ばれる。これらの目の切られる角変は上に示すように異なる。

粗目 (bastard) とは目の粗いもので、中目 (second-cut) とはその次に粗いもの、細目 (smooth-cut) とは目の細いものを云う。この他に粗目より粗いものや、細目よりも一そう細い鏝もあるが、之等については本報告においては言及しないことにする。

(九 圖)



粗目鏝は(上)重切削に適するように比較的目の間隔は粗い。中目鏝(中)は目の間隔は中位で、細目鏝は上仕上に適するように細い。

粗目、中目、細目とか云つたような目の粗さの度合を比較する場合は、同じ長さ、同じ形状の鏝について比べなければならない。

II 金属切削用鏝

鉄工用 (鉄 Machinists' Files)

名前がその意味を表わすように、鉄工鏝は普通機械工場に於てよく見られる鏝で、各種の製鉄工場、組立工場、格納庫及び各方面の修繕工場に於て数え切れぬ程の用途がある。金属を急速に切削し得る鏝で、普通仕上げが目的ではないような所に用いられる。そして如何なる所に使う場合でも九種の形状のものがあれば間に合う。長さは形と用途に応じて4"から18"まであり、普通4"から8"までは1"とびに、8"から18"までは2"とびである。そして目は普通二度切である。但し小さい丸鏝や細目の半丸鏝の背側は一度切である。

先細平鏝 (Flat file) は矩形断面で巾、厚み共に先細となつている。平鏝 (Hand file) は先細平鏝に比べて巾に対し厚みが厚く、厚みは先細になっているが巾は同一寸法である。寸同平角鏝 (Pillar file) は断面が殆んど正方形に近く、之も亦巾は同一寸法で厚みは先細になっている。薄平鏝 (Warding file) はうすく、巾は急激に先細になっているが厚みは均一である。角鏝 (Square file) は正方形で先細が同一寸法である。三角鏝 (Three-Square file) は正三角形の断面を有し先細が同一寸法である。丸鏝 (Round file) は断面が円形で同一寸法か又は先細になっている。先細のものは普通ネズミのしっぽ (rat-tail) と云う名前がついている。半丸鏝 (Half-round file) は片面が平面で他面は曲面である。その円弧は大体三分の一円である。普通は先細であるが同一寸法のものもある。刀双鏝 (Knife file) は刀双形——片端がうすくなつている——で先細になつており先端は尖つている。その他製材用鏝はそれが単目の場合、機械工によつて注々横かけ (draw filing) に使用される事がある。これらの鏝は大体平鏝と同形で巾、厚み共に先細になっている。

スイス型用鏝 (Swiss Pattern Files)

スイス型用鏝は鉄工鏝に比べてずつと精密に作られている。之は特に仕上げに適するような型に作られている。そしてこの鏝は精密工具、器具メーカー、航空機製作所、ダイメーカー、銃器製造メーカー、銀細工師、宝石師、時計メーカー、模写木型メーカーによつて使用されるものである。この鏝は普通鏝やアメリカ型用鏝——これらは同様の断面形状を有するが——よりも目は細くなつており、はつきり区別出来る。スイス型はずつと華奢で巾、厚み共狭く先は小さく尖つており、テーパー部も長い。そして重さも軽く、極端に尖つた目を持つている。

(イ類)

鉄工鉋分類表

FILE FINDER FOR MACHINISTS' FILES

断面 CROSS-SECTION	名称 NAME	断面形状 SHAPE	刃の性質 CHARACTER OF TEETH	形状 TAPER	一般用途 GENERAL USES
	先細子 Flat	矩形 Rectangular	普通粗目、中目、細目 Usually bastard. Also second-cut and smooth	中央厚のテーパ Tapered both in width and thickness	一般の鉋 A general-purpose file
	手 Hand	厚い矩形 Thick Rectangular	一面粗目、粗目中目、細目 One edge safe, Bastard second-cut and smooth	中国寸、厚テーパ Uniform in width tapered in thickness	平面の仕上げ Finishing flat surfaces
	寸回平 Pillar	殆ど正方形 Almost Square	一面粗目、粗目中目、細目 One edge safe, Bastard second-cut and smooth	中国寸、厚テーパ Uniform in width tapered in thickness	キー溝、溝、狭い鉋 Keys, slots, narrow work
	唐平 Warding	薄形 Thin	普通粗目、中目、細目 Usually bastard. Also second-cut and smooth	中国寸、厚テーパ Width sharply tapered Distinct uniform	キー溝、狭い鉋 Filing ward notches in keys, narrow work
	角 Square	正方形 Square	粗目、中目、細目 Bastard, second-cut and smooth	テーパ、両面テーパ Either tapered or blunt	丸凹部、溝、溝、スリット Enlarging holes or recesses, flats, grooves and splines.
	三角 Three Square	三角形 Triangular	鋭い尖鋭、粗目中目 Sharp edges, Bastard second-cut and smooth	テーパ、両面テーパ Either tapered or blunt	鋭角、溝、溝、溝 Filing acute angles, corners, grooves, notches
	丸 Round	円形 Circular	普通粗目、中目、細目 Usually bastard. Also second-cut and smooth	テーパ、両面テーパ Either tapered (Flat Top) or blunt	丸、凹面 Enlarging holes, shaping curved surfaces
	半丸 Half Round	半円形 Third Circular	普通粗目、中目、細目 Usually bastard. Also second-cut and smooth	普通テーパ、鈍角 Usually tapered sometime blunt	凹溝、凹目、丸孔 Concave corners, notches, round holes
	刃 Knife	刃形 Knife Shaped	普通粗目、中目、細目 Usually bastard. Also second-cut and smooth	テーパ、先端鋭 Tapered, curving to a point at one end	鋭角、溝 Cleaning out acute angles, corners, slots.

大多数の普通型は標準鉄工鉋の型と同じであるが、特殊の仕事に対しては多くの形状大きさのものがある。その中にはダイス、工具、宝石、時計メーカーによって使用される刻目のは入った丸い柄をもつ針鉋 (needle file) がある。これは非常に精密で、すなわち金属に孔を明けるといった精密仕事に用いられる。

時計鉋 (Wescapement or watch file) は角形の柄をもっており、僅は針鉋よりも小さい。

型はりや鍛冶工師の要求する鉋は凹面と両端に於て上向きにあり、こみ入った型やその他精密な仕事の場合、角や割目、孔等に鉋がけするために用いられる。

特殊鉋 (Special-Purpose file)

鉄工用鉋のような普通鉋以外に特殊鉋と呼ばれるものがある。これらは炭鋼で鉋がけするよう特殊仕事で、アルミニウム、ステンレススチール、プラス

チックのような特殊なものに鉋がけするために特別に作られているものである。特殊鉋と云うものが必要になつてくるのは、近代機械工業に絶えず専門化と云うことが増えて来るからである。

鉋も他の切削工具と同様に、鉋がけされる材料によって科学的に選択されなければならない。亦その刃も正しい「すくい角」(rake) 「逃げ角」(clearance) 「尖鋭度」(sharpness) 形状 (form) を持つていなくてはならない。之等や亦その他の大切な要素は削られる材料によって色々と変らなければならない。

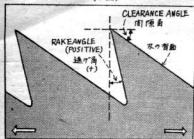
鋼材に対しては之等の値は炭鋼に対するものとは異なり、亦ステンレススチールに対しては亦違つた性質のものが必要である。与えられた仕事に対して適当な鉋が選ばれた場合にのみ良い仕事が可能である。

(10 表). スイス型用鈷分類表

FILE FINDER FOR SWISS PATTERN FILES

断面 CROSS-SECTION	名称 NAME	断面形状 SHAPE	刃の性質 CHARACTOR OF TEETH	形状 TAPER	一般用途 GENERAL USES
	平 Hand	矩形 Rectangular	二平面一端二重切 他一端切 Double-cut on two flat faces one edge safe	巾同寸厚一様 Uniform in width tapered in thickness	平面 Flat surfaces
	寸同平 Pillar	平部より中小 with narrower than Hand File	二平面二重切両端切 Double-cut on two flat faces Both edges safe	巾同寸厚一様 Uniform in width tapered in thickness	平面溝 Flat surfaces, slots
	薄平 Warding	薄一矩形 Thin Rectangular	二平面二重切両端切 Double-cut on two flat faces Single-cut on two edges	巾一様厚同寸 Uniform in thickness	溝 Slots
	角 Square	正方形 Square	二重切 Double-cut	一様一様 Tapered	隅孔 Corners, holes
	三角 Three-Square	正三角形 Triangular (Equilateral)	三平面二重切一様一様 Double-cut on three faces Single-cut on edges	一様一様 Tapered	隅孔 Corners, holes
	丸 Round	円 Circular	二重切 Double-cut	一様一様同寸 Either tapered or uniform (straight)	隅孔 Corners, holes
	半丸 Half Round	半円 Third-Circular	二重切 Double-cut	一様一様 Tapered	隅孔 Corners, holes
	燕尾 Crossing	半径の異なる楕円 Oval with unequal radii	二重切 Double-cut	一様一様 Tapered	隅孔 Corners, holes
	刀 Knife	刀状形 Knife-shaped	平面二重切、端面一重切 Double-cut on flat faces Single-cut on edges	一様一様 Tapered	溝 Slots
	直平 Egualing	矩形 Rectangular	二平面二重切、端面一重切 Double-cut on flat faces Single-cut on edges	同寸 Uniform throughout length	溝、隅 Slots, corners
	桶 Barrel	桶形 Trapezoidal	端面のみ切 Cut only on one flat face. Other face safe.	一様一様 Tapered	端面のみの取、隅、溝 Corners, flat surfaces, lapping gear teeth.
	平(両端丸) Crochet	二平面両端丸味 Flat, with round edges	二重切 Double-cut	一様一様 Tapered	溝、平面、端面 Slots, flat surfaces, round corners
	カント Cant	二等辺三角形 Triangular (Isosceles)	三平面二重切 鋭角側二重一重切 Double-cut on three faces, Single-cut on two sharp edges	一様一様 Tapered	隅 Corners
	両刃 Slitting	菱形 Flat Diamond	四平面二重切 鋭角側二重一重切 Double-cut on four faces, Single-cut on two sharp edges	同寸 Blunt	溝、隅 Slots, corners
	刀(半丸) Pippin	桃核の形 Apple Seed	二重切 Double-cut	一様一様 Tapered	丸面、孔 Round corners, holes

(水圖)



鉋が最大の切味を示すためには、正しい送り角、間隙角を持たねばならない。

鋼鉋 (brass file) は堅固さと尖鋭さとを合わせ持つような刃をもっている。この鉋は目つまりを起さず亦鋼鉋を早く切削し得る鉋で、而も切削の場合音を出したり、材料をむしり取つたり、品物に条溝をつけたり、工作物の上を滑つたりする事なく平滑な仕上げ面を得る事が出来る。

アルミニウムは可塑性及び可鍛性の良い金属である。鋼鉋よりも柔らかいため、アルミニウム鉋 (aluminum file) は下目は細かく浅く、上目は粗く深く広くつた特殊の目をしており、音を出したり、切削溝がつかたりしない。そして普通の切削能力で良く切れ、同時に切削きずのない良好な仕上げ面を得る。

(ハ表) 特殊釘分類表

FILE FINDER FOR SPECIAL-PURPOSE FILE

断面 CROSS-SECTION	名称 NAME	断面形状 SHAPE	刃の性質 CHARACTOR OF TEETH	形状 TAPER	一般用途 GENERAL USES
	銅鉋 BRASS	矩形 Flat Rectangular	目は一種類 鉋を 90°の角度大 Made in one cut only. Sharp teeth with open cut.	テーパ- Tapered	鋼鉋、銅、鉄、黄銅、アルミニウム Filing brass, bronze, copper, aluminum.
	銅鉋 BRASS	半丸 Half Round	目は一種類 鉋を 90°の角度大 Sharp teeth with open cut.	軽くテーパ- Slightly tapered	鋼鉋、銅、鉄、黄銅、アルミニウム Filing brass, bronze, copper, aluminum.
	アルミニウム ALUMINIUM	矩形 Flat Rectangular	目は一種類 急速切削に適す Made in one cut only. Fast-cutting teeth.	テーパ- Tapered	アルミニウム合金、鉛、亜鉛、銅 Filing aluminum alloys and other soft metals.
	アルミニウム ALUMINIUM	半丸 Half-Round	目は一種類 急速切削に適す Made in one cut only. Fast-cutting teeth.	軽くテーパ- Slightly tapered	アルミニウム合金、鉛、亜鉛、銅 Filing aluminum alloys and other soft metals.
	鉛 LEAD FILE	矩形 Flat Rectangular	一度切 目は粗い	ほとんど平 Almost blunt	鉛、銅、アルミニウム、鋼、亜鉛、黄銅 Filing lead, aluminum, brass and other soft metals.
	鉛 LEAD FILE	半丸 Half-Round	一度切 目は粗い	軽くテーパ- Slightly tapered	鉛、銅、アルミニウム、鋼、亜鉛、黄銅 Filing lead, aluminum, brass and other soft metals.
	鋳物 FOUNDRY	矩形 Flat-Rectangular	90°の角度大で、平たい 刃の目 Short, stubby, standy teeth.	テーパ- Tapered	鋳物の粗削、鋼、亜鉛、銅、鉄 Filing foundry castings, harder metals generally.
	鋳物 FOUNDRY	半丸 Half-Round	90°の角度大で、平たい 刃の目 Short, stubby, standy teeth.	軽くテーパ- Slightly tapered	鋳物の粗削、鋼、亜鉛、銅、鉄 Filing foundry castings, harder metals generally.
	長角鉋 LONG ANGLE LATHE	矩形 Flat Rectangular	目は一種類 両端の目は Made in one cut only. Both edges safe.	軽くテーパ- Slightly tapered	円筒状の鋳物、鋼、鉄、亜鉛、銅、鉛 Lathe work where convex finish is desired, also soft metals.
	プラスチック PLASTIC FILE	矩形 Flat Rectangular	プラスチックの表面に切削歯 を刻く Teeth leave no serrations on plastic surface.	軽くテーパ- Slightly tapered	プラスチック Plastics.
	不銹鋼鉋 STAINLESS STEEL FILE	矩形 Flat Rectangular	特別に尖鋭 Exceptionally sharp	軽くテーパ- Slightly tapered	不銹鋼、高クロム鋼 Stainless steels and high-chrome steels.

鉛は真鍮やアルミニウムより一層柔かい金属である。このため普通の切削圧力で早く円滑に金属を細い切削片に削り取るような鋸が必要となつて来る。特殊用途の鉛鋸 (lead float file) は「ナベエ」の角度が大きく (訳者註 short angle: 即ち目の角度 over cut angle or up cut angle は小さい事になる。従つて上目又は下目の長さは短い。) 粗目で一度切りの筋のようになつた刃をもつており、鉛の鋸がけに大変都合がよい。

鋳物鋸 (foundry file) は鋳鉄を粗鋸がけする場合に使用される。こういう仕事は標準鋸ではすぐに切れなくなるので、鋳物鋸は鋳物砂、とがつか角、鋳漿り、湯口、鋭い突起亦は鋼華と云つたような歯となるべきものに対して丈夫であるような目を持つている。

特殊用途の長絲鋸 (Long-angle lathefile) は標準製材用鋸よりも「ナベエ」の角度はずつと小さい。(訳者註、即ち目の角度は大きいことになる。従つて上目又は下目の長さは長い。) この鋸は引張いたり、音を出したりしないで本当の剪断切削をなし、気持よく切削し得る。即ち早く円滑に切削し、極上の仕上をなし得る。亦大きな切削速度を持つので目つまりが少くなる。亦ナツタヤや附近の品物や加工品目身の段になつた部分に鋸があたつて傷つけることのないように、刃は平面のみにあり鋸の側面の部分には刃が切つてない。この鋸は切削量が大きいので、精密な良い仕上表面を得ようと思えば軽い切削圧力にしなければならない。

III 鋸の正しい選擇法

如何なる仕事に拘らず、品質の良い鋸を使用する事が利益である。品質の良い鋸は結局経済的である。それは少い時間で骨を折らずに仕事が余計に出来るのみならず仕事の出来栄も良くなる。良い鋸は良好な切れ味、均一な切れ味及び耐久力を有する。之等三つの言葉の意味をはつきり理解することは非常に大切な事である。

切削効率 (Cutting efficiency) は刃の設計、構造及び形状に左右される。それは特に次の六つの要素に依る。即ち尖鋭度 (Sharpness)、刃の前面の傾斜即ち逃げ角 (rake)、刃の背面の傾斜即ち Clearance、鋸の輪に対する目の角度即ち「ナベエ」の角度、ピッチ (pitch) 即ち目の粗さ、上目と下目のピッチの割合 (1°につき刃の数) である。尖鋭度は目が如何に良く切れているかに依つて示され、鋸の切れる度合を表す。鋸の両面の切れ味及び耐久力が同等である場合、その鋸は均一性を有すると云われる。耐久力は鋸が動力を消費するストロークの総合回数によつて示される。良質の材料で出来た良い鋸は此の数が容易に数十万ストロークに達するものである。之に対し

悪い鋸はその十分の一又はそれ以下に落ちる。耐久力は主要な要素でそれは鋸のなし得る全仕事を決定する。

如何なる鋸を使用すべきか?

この質問に対する正しい回答はその仕事の種類、鋸がけされる金属の性質及び鋸がけの方法によつて決まるものである。仕事の種類には (a) 平面の鋸がけ、(b) 凸面又は凹面と云つたような曲面の鋸仕上、(c) 縁の鋸仕上、(d) 溝や切欠ぎのような長方形の孔の鋸がけ、(e) 角や丸の孔の鋸がけと云つたものがある。

考慮されねばならぬ仕事の性質とは鋸がけされる面の大きさ、形状、位置、鋸がけされる金属の性質及び硬度である。

同様に次の如き要素が鋸がけの方法を決定する。

それは、(a) 切削量、(b) 切削の軽重、(c) 切削の深さ、(d) 切削速度、(e) 精度及び平滑度、(f) 粗仕上か上仕上かと云つたものである。

普通一般に使用される鋸に対する推奨すべき標準の使用法を表として別に掲げておいた。

而し次に述べる事柄は亦心の中にしっかりと止めておく必要がある。

鋳鉄、軟鋼: これらは最も普通に良く鋸がけされることの多い金属で、之等を急速に削るような場合には平粗目鋸を使用しなければならぬ。

もしその品物が薄いゲージのようなものである場合は中目か又は時に細目のものを使用せねばならない。

上仕上の場合には中目が細目の鋸を選ぶようにせよ。薄い金属とか硬い金属のものには細目のもののみを使用せよ。

銅、真鍮、青銅: これ等の金属には鋼や鋳鉄に比べて尖鋭な鋸が要求される。これは次のような事を意味する。即ち同じ鋸で真鍮と鋳鉄との両者に鋸がけする場合には始めに真鍮の方を鋸がけする。そうして真鍮の鋸がけがしにくくなつた後に鋳鉄とか軟鉄とか鋼とかに使用するようになすべきである。多くの場合特殊な真鍮鋸は目つまりや品物に切削きずをつけたり赤滑つたりする事なしに満足な仕事が出来るような充分に丈夫で且尖鋭な目を持つている。

アルミニウム: 粗い深い上目をしたアルミニウム鋸は材料を速く削り取りその仕上表面も平滑である。その特殊な目は「タガネ」の打込角度 (訳者註: 「タガネ」の打込角度とは刃の前面と刃の背面とのなす角度である。) は大きく亦目つまりや切削音を防ぐ。

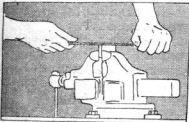
鉛、バビット、その他の柔かい金属: これらの金属は皆治用鋸で充分に鋸がけし得る。鉛やバビットの如き金属は銅、アルミニウム等より柔かいので、尖鋭な

「タガネ」の打込角度の大きい刃をもつた鉛用鋸で速く切削出来、しかも目つまりせずに良好な仕上面が得られる。

鋳造品、鍛造品：普通こう云つた品物の上についているスケールは非常に鋭い。このスケールは鋸を単に数回ストロークさせただけで新しい鋸の刃を鈍くする。故に新しい鋸を鍛造品や鋳造品には使うべきでなく、他の金属に使うて切味の落ちたものを之等に使用するべきである。

薄板作業：鋸は常に数個の刃が品物と接触してゐなくてはならない。もし鋸の目が粗くて目の間に金属がはさまるような場合には目を破断する機会は大い。圧力が大きい場合は尚更である。数個の刃が同時に切削しているような場合が鋸としては良い。故に薄い品物には目の小さい鋸を使用するようにせよ。

(ハ) 圖



薄い品物に鋸が切す場合の正しい鋸の持ち方。数個の刃が絶えず品物に接触してゐなくてはならぬ。

狭小な面：鋸は狭い面の方が広い面よりも喰い込み易い。それはより少い刃がストロークのどの部分でも面に接触するからである。鋸を使用する場合は軽く圧して使わねばならない。ごく狭い面を鋸が切すには細目でそして長い刃の鋸（訳者注：long tooth rigo 刃の鋸とは刃の切刃の部分の事である。）を持つた鋸を使う方が一般に良い。このような鋸はより丈夫で切削も円滑である。——即ち一つの刃が品物から離れ去ろうとするときには他の刃が品物にかかり始めてゐる。普通の二度切の鋸では甚しく切味が落ちたり、刃こぼれがし易い。

広い面：広い面の場合は狭い面の場合よりずつと尖鋭な鋸が必要である。もし同一の鋸で広い面と狭い面との両方に使わねばならぬ時には広い面の方を先にやらねばならぬ。広い面の鋸が切けは尖つた刃を持つた鋸を使う方が有利である。

平面：平面の鋸が切けには角鋸の方が先無平や寸同平鋸より少い切削圧力で済む。角鋸は使い易くそして使

用者の手触りと感覚に鋭敏に応じ得るものである。

曲面：粗仕上の場合普通半丸鋸が良い。しかし角鋸も表面を形成するのに努力がいらないから良いと思う。品物を普通の鋸が切けで希望寸法にもつて来ておいた後、半丸鋸で潰がけ（draw filing）して仕上るか又は曲面の半径よりも小さい半径をした鋸で普通の鋸が切けをして仕上る。

III 正しい鋸の使用法

未熟練者に旋盤やプレーナーやミリングの操作方法を教えて良い品物を作らせる方が、良い鋸が切けを未熟練者に教え込むよりも短期間で済むと云ふは奇妙に思われるかも知れないが、鋸が切けはそんなに難かしいものである。非の打ちどころのない鋸が切けは一つの芸術であり、第一級職人のしるしでもある。未熟練者が鋼片を手えられて職長が引いた線まで平滑に鋸が切けし、亦他のもう一つの鋼片を同様にして作り、二片を一しよにねじつてコハンソンプロッタの方法で磨削するほど平滑に鋸が切けしようとした昔の時代を思い出す。工業技術としての鋸が切けは次の如き事項を判断する基本方針を守らねばならない。それは工作物の保持方法、鋸作業の種類、工作者の構え、鋸のつかみ方、鋸の往復運動、鋸が切けの圧力である。

工作物の保持方法：

鋸が切される工作物は大きいバイスに取付けられる。工作物はしっかりと取付けられていないと音を出したり、振動したりして鋸の刃と工作物が瞬間的に離れたり、切削の深さが受つたりして満足な結果が得られない。

バイスの先端は人が腕を曲げた時肘と同じ高さでなければならぬ。若し作業者が標準身長よりも低い場合は小さい踏合を床の上において正しい作業高さになくなくてはならぬ。しかし重切削の場合は工作物の方を幾分低くする。型や工具を製作する場合、品物の多くは小さくて複雑である。此のような作業では両腕の動きは単純であり又は片手仕事であるので、バイスと工作物の方は高目に保持されねばならぬ。——即ちそうすれば品物はずつと精密に測る事が出来亦鋸の動きもずつと正確にされるのみならず、作業者は彼の仕事を一流にすることが出来る。

長い時間と努力を費して高級仕上をした品物を不注意にバイスに取付けると、しばしば之を害することがある。このような事が起らぬように、研磨された品物や柔かい金属と云つたもの場合には、バイスのアゴと品物との間に銅、真鍮、亜鉛、錫等の板又はその他の柔かい金属片をはさんで保護するようになくてはならぬ。アルミニウムや鉛の品物の場合は木片が一番

良い
れた
鋸作
鋸作
①
物を保
②
て運動
の上を
である。



横が切
く違つ

③ 旋盤
取付け、割
方法である。



旋盤が切け
旋盤を必
ばならず、
い。

作者の構え；
足は適当な距
い。即ち左足は
業者は腕を動か

良い。高級研磨された鉄鋼の品物や、高級ねじを切ら
れたものに対しては皮革をすめる。

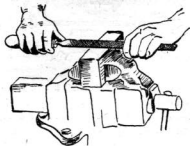
鑢作業：

鑢作業には次の三つの基本がある。

① 直鑢かけ (Straight forward filing) これは品
物を横切つて鑢を真直に前方へ押すやり方である。

② 横かけ (Draw filing) これは鑢の両端を握つ
て運動方向に対し直角に鑢を保ち、一律な圧力で品物
の上を交互に押し引いたりして鑢かけをする方法
である。

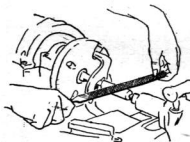
ト 圖



横かけは平滑な平面を作り得る。そして全
く進つた鑢の保持法が必要である。

③ 旋鑢かけ (Lathe filing) これは品物を旋盤に
取付け、割に早く回転せしめて鑢をストロークさせる
方法である。

チ 圖



旋鑢かけでは普通の握り方でよいが、特殊の
旋盤鑢を必要とする。鑢はストロークさせね
ばならず、品物に押しつけたままではいけな
い。

作者の構え：

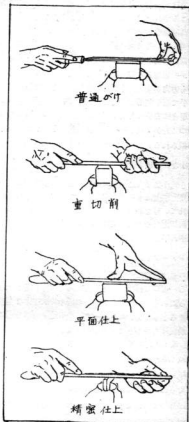
足は適当な距離にはなしておかれなければならない。
即ち左足は右足の前方約 3/4 のところに置く。作
業者は腕を肩から自由に動かす事の出来るようにしな

ければならぬ。出来るだけ手首と肘の運動が少らばら
にならないように動かさねばならぬ。

鑢の握り方：

右手ききの人は次のような指導要領で鑢かけすべき
である。しかし鑢の位置が逆であれば左手ききの人に
も全く同様に応用出来る。鑢の柄は右手に保たれ、先
端は左手に保たれる。左手の位置は仕事によつて色々
と変わるが、右手はいつも同じである。鑢の柄は右手の
掌の中にしつかりと保持され、柄の先に親指を置く。

リ 圖



手の位置は重要で仕事によつて種々変わる。主
として左手が変のである

そして他の指は柄の握りにまきつく様な恰好をして
上向きになっている。そして全部の指は自然に握ら
れる。鑢の先端に左手の親指のはらを鑢軸に沿つて押

しつけ、そして他の指は鑢の隅りにおいて握られた時が強い圧力を得る事が出来るので、最大の圧力をかける事が出来且多量の切削が出来る。この握り方は中型、大型の鑢に普通使用される。軽い鑢が必要としそして圧力を少くせねばならぬような時は、左手の親指の方向は漸次鑢の長手方向に直角又はそれに近い迄にする。この時鑢の先端は左手の親指と人差指及び中指の間にはさまれる。

軽いものを鑢がけする場合は右手の親指と他の指との間は出来るだけ抜きはなして鑢に様におしつける。之は均一な圧力を鑢の長手全体にかけるためである。こうすれば鑢は水平に保たれ、そして品物の表面の凸凹を容易に見つけ得る。亦こうすれば左手が品物に当たらないので鑢の長手全体を使い事が出来る。

非常に精密な仕事又は曲面の鑢がけには、鑢の先端は左手の親指と人差指によつて保たれる。この保持法は最も方向が決め易く又制御もし易い方法である。

片手で鑢を使用する場合、例えば精密な型仕事のような場合は右手の人指は柄の先に出て来るだけ鑢の方向に沿つておかなければならない。親指とその他の指は自然に握られる。

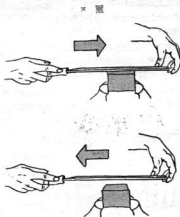
狭小な面の鑢がけ：

こう云う種類の仕事では鑢を品物に対して斜に使うと容易に平面にする事が出来る。鑢を前方に押し出すにつれて、鑢を品物の一端から他の端へ右に移動する。数回之をやつて今度は左へ繰返してやれば絶対的に水平且平滑な仕上面を得ることが出来る。

ストロークと圧力：

鑢の刃は前方に押し出される時のみ切削するものである。従つて鑢は殆んど真直に前方へ押し出されねばならぬ。そしてストロークの始めでは圧力は左手でかけるようにし、ストロークの中央では両手で同等に、最後は右手の方で圧力をかけるようにやらねばならぬ。もし圧力を戻り行程でかけるような事をするとは刃は鈍くされ鑢は忽ち合はなくなる。柔かい金属の場合を除いては戻り行程の場合必ず鑢は品物から離されねばならぬ。亦余りに大きい圧力を往き行程にかけると刃は目つまりしたり、剥ぎ取れたりする。圧力は有効に鑢が切削をなすに適當なように加えられなければならない。

鑢がけの行程の初めは振子作用が右手に起り、品物の自分に近い隅に丸味がつき、行程の終りには振子作用は左手にきくので品物の反対隅に力が強くかかるようになるものであると云う事は記憶しておくことと良い。



もどり行程で鑢から品物をはなす事は目の鋭さを保護し、鑢の寿命を増す。

柔かい金属の場合は別で、この場合、引きずることはかえつて目をきさいにする。

このように鑢を使えば平面にならずに曲面が出来るようになる。之は前に述べた指図に注意深く従つてやれば、この傾向は減少する事が出来る。突端と厚部と不揃不圓の精神を以てすれば絶対に正確で四角な平面を得る事が出来る。

初心者の過失：

初心者が鑢がけに於ておかす主な過失は、鑢を前後又は上下に動揺させて水平面の代りに凸面をこしらえんと云う事である。之を防ぐには体をしっかりと保ち、腕は肩を中心として自由に動かす事が出来るようにしておくことである。亦一度に余り多くの切削をしようとしてはいけない。悠々とやれ。亦鑢は仕事を始める前にきさいにしておかなければならぬ。もしよごれている場合はワイヤーブラシで掃除せよ新しい鑢を使用する場合は目つまりを防ぐためにチョークを塗れ。単にチョークを塗りつける事によつて切粉が目間に押し込まれるのを防ぐ。塗らないと目の間につまつた切粉が品物の表面を傷めるから、仕上の時にはチョークを塗ると良い。鑢は決して柄なしで使つてはならぬ。亦柄はしっかりとめて使え。

横がけ (draw filing)

横がけとは鑢の運動方向に対して鑢の長手方向が直角になるように鑢を使うやり方である。之は品物の平

面や端
る。鑢
体の向
に直角
点の一
である
されな
べ」の
が用い
すじ目
もし
ような
するよ
の粗が
横がけ
果して
したり
除かけ
りに鑢
出来る
除くた
当てよ。
旋盤か
旋盤内
適当で
に円滑
し時には
一を有
寸法が
こうい
方によ
にやら
山や溝
の角度
のべ。又
はもの
を旋盤
鑢は僅
そうし
鑢は余
い。絶
ラツシ
まりした

鑢は切

面や端面に平滑な水平面を作ろうとする時に使われる。鏝は両手で保たれ、親指は体側にあり、他の指は体の向う側になるようにする。鏝は一律な圧力で品物に直角に交互に押し引いたり引いたりされる。横がけの利点の一つは鏝をしつかり保持する事が出来ると云う事である。その結果仕上げは糸がついたり引張かれたりされない。普通横がけには単目製材用鏝や「ナバエ」の角度の小さい旋盤鏝(long lathe angle file)が用いられ、品物は本當の切削作用に依つて削られ、すじ目はなくなる。

もし急速に仕上げたり或は比較的多量の切削をするような場合、例えば金属の板或は薄板の端面を鏝がけするような場合には平又は先細平鏝が使用される。この粗がけの後は製材用鏝で仕上げられる。

横がけでは初心者はその行程の途中で全力をつかいて果してしまふ傾向がある。従つて表面に低い箇所を残したりする。之は鏝がけの後に注意深い検査によつて除かれねばならない。このような低い部分は仕事の終りに鏝を数回ストロークさせる事に依つて除く事が出来る。横がけ後に品物に出来た鋭い「カエリ」を取除くためには、鏝を成る適当な角度に保ち軽く各端へ当てよ。

旋盤がけ (Lathe filing)

旋盤作業で取物が適当に研がれ、切削速度も速りも適当であれば、旋盤で仕上げられた品物は殆んど充分に円滑である。それ以上手を加える必要はない。しかし時には品物に修正しなければならない箇かのアーベを有する事がある。そうしてもう一度旋削すれば、寸法が小さくなり過ぎるおそれのある様な事がある。こういう時の修正は「旋盤がけ」と呼ばれる鏝のかけ方によつて全く容易にやり得る。「旋盤がけ」は適当にやらなければかえつて品物を悪くする。第一に鏝は山や溝を作らないような本當の切削をする「ナバエ」の角度の小さい旋盤鏝(long angle lathe file)を選べ。又は単目製材用鏝を使え。旋盤の速度は同一直径のものを旋削する場合よりも約50%上げる。亦品物の回転は確実に作業の方に向つて回転するようにする。鏝は僅かに傾けて保ち前方へ長く確実に行程させる。そうして各行程毎に鏝の巾の半分位ずつ横へ移動させる。鏝は余り固く握つたり或はじつとしてはいけない。絶えずストロークするようにせよ。亦鏝は度々ブラッシュをかけてきれいになせよ。亦変い込んだり、目つまりたりしないように時々チークを塗りつけよ。

V 鏝に対する注意

鏝は切削工具である。故に鏝もそれと同様に取扱わ

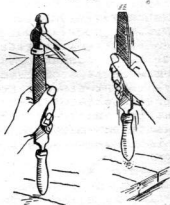
ねばならぬ。適当な注意をし、注意深く取扱われねばその能力を充分に発揮し得ない。鏝を長期間仕事させようと思えば、次の簡単な注意を明瞭に理解しそして注意深く守らねばならぬ。之等の鏝の良い使い方の原則は既に述べたものではあるが、使用者の便利と指導のために要約してここに掲げる。

品物はしつかり取付けよ： 品物がゆるくなつていると音を出したり鏝の反をねじたりする。品物はバイスに取付けねばならない。品物が締め付け圧力で傷つけられるような場合は、品物とバイスのアゴとの間に柔かい金属の保護片を入れよ。普通鏝がけされる品物は弦の高さに取付けよ。品物が重い場合は、下に置け。精密で複雑な仕事の場合は目の高さまで上げよ。

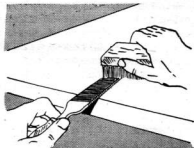
正しい鏝を選べ： 鏝はどれでも手当たり次第に使うと云う事は良くない。悪い鏝は時間と努力とを消費し仕事の出来栄も悪く、鏝の寿命も短い。例えば粗目鏝を上仕上に使つたり、目の小さい鏝を粗仕上に使つたりしてはならない。仕事にはそれに最適な鏝は一種類しかなくそれを選ばなければならぬ。

柄は正しく取付けよ： 「ヨミ」を柄の中につつまむために鏝を楯で打ち込んでならぬ。適当な柄をえらんで柄の中へ「ヨミ」を差入れ、しつかり止るまでメンチの上で柄をかるくたたく。鏝は常に正しい柄に固定されなければならぬ。柄には30°の鏝に使う小さいものから10°の鏝に使用する大きいものまで六種のサイズがある。鏝の柄は良く乾燥した白樺の木で作られ、そうして寿命を長くするために丈夫な鋼板の金環がはまつている。

ル 圖



鏝の柄は「ヨミ」にしつかり取付けられねばならない。しかし楯でたたきこんでならぬ(左)。こんな事をするとう鏝をこぼす。正しい方法(右)は車上でしつかり取付くまで柄の元をたたく。



切粉は時々ブラシで取除かおねばならぬ。
 鏝をバイスの上でたたくことは鏝を駄目にする。

正しい圧力で使用せよ： 余りに大きい圧力は甚しい疲労の原因となり又しばしば鏝目を害す。亦それは鏝を目つまりさす原因ともなり、切るよりも磨るような原因ともなる。亦一方余りに小さい圧力は切削せずに品物の上を滑るようになす。常に各行程に於て鏝が良い切削をするような充分な圧力を加えよ。亦鏝が品物の面を光らせたり滑つたりしないような速度で仕事をしなくてはならぬ。行程一ぱいに使いしつかりして一様でなければならぬ。速く小さきものに行程させることと鏝目をこわす。新しい鏝は古いものに比べて容易に品物に喰いつきやすいので、初めは細く使用するようにする。

水平に仕事をせよ： 何時でも出来るだけ鏝が水平に使用出来るように工作物を据えねばならない。上向や下向に角度をつけて鏝が切けることは手や腕に不自然な姿勢をとらせることになり正確な平面を得る事はむづかしい。

復り行程に気をつけよ： 硬い材料に鏝が切れる場合、良い仕事をし鏝の刃こぼれを守るためには必ず復り行程で鏝をわずかに品物から上げねばならない。鏝目は往行程のみで切削するように作られている。故に鏝にかける圧力は復り行程の場合は鏝をかるく離すことに依つて除かれねばならない。而しながら鉛とかアルミニウムの如き柔らかい金属を切削する場合は、かえつて目をきれいにして目つまりを防ぐので復り行程の場合もかるく引きずつても良い。

鏝をきれいにしよおけ： 数行程毎に鏝の端をベンチの上でたたけば容易に鏝目をきれいに出来る事が出来る。こうすると切粉を目の間からははず事が出来る。鏝は定期的に時々ブラシで充分に掃除をせよ。しかし切粉を取り除かうと思つてバイスや機械の上で決してたたいたりしてはならない。こんな事をするとも必ず鏝の刃をこわし、鏝そのものを駄目にする。汚れた鏝は鈍い鏝と同じことである。多くの鏝はただ単にそれがガラスでおおわれているとか、目つまりしているとかで、もう使えないものにならないものとして捨ててしまわれる。このような鏝はワイヤーブラシで切粉をこじ取るような具合にかけねばならない。粗目鏝には軟鉄のつがった床が便利であり、小さい目の鏝には剛い毛のブラシが良い。

使用しない鏝をよく保護せよ： 鏝は夫々区別しておかれねばならない。前半の中やベンチの上に他の工具と一緒にいたり、投げ上げたりしてはいけない。こう云ふ事をするとも鏝の尖い刃先をこわしてしまふ。良い方法は割合にかけるかして、分けて保管することである。こうしておけば鏝はよく保護され、亦仕

事をする人が容易に手をのぼして取り得る。
 新しい鏝はむしろ包装紙のままか、もしくは鏝のは入つていた包装箱のままで倉庫に入れた方がよい。そして鏝の型によつて一區画毎にかけて保管する。亦区切りされた木の浅い箱に入れておくのも良い保護法である。

鏝は乾燥させておけ： 鏝はじめじめしたような空気中においてはいけない。鏝は容易に錆び、切刃は粉状の錆になつて急速に使えなくなる。

鏝にチヨークをぬれ： 鏝の刃の上に塗りつけたチヨークはその鏝を目つまりから防ぎ、品物を引張いたりすることなしに良好な平滑な切削をさせる事が出来る。

鋸刃の鏝が切： 鋸刃の鏝が切をする場合には鋸刃の倍の巾をもつた鏝を選ばねばならぬ。こうすれば鏝の三面を全部使うことが出来る。

油脂分を取除け： 新しい鏝を使用する時は、薄く塗つてある油脂分は取除かれねばならぬ。そうすると鏝は一そう良く切れるようになる。薄い油の膜はチヨークをぬるかわワイヤーブラシでこするかすれば充分取除くことが出来る。石油やガソリンを使うと不必要な火災の原因となることがある。織物質の材料を鏝が切ける場合には油脂分を除いてはいけない。

傾が切： 「ナベエ」の角度の小さい鏝を用い、品物は直角に鏝を保つて前述の如く品物の上を横に動かす。

鋳鉄： 鋳物の硬い部分や角は鏝を非常に傷める。鏝は鋳鉄のスケールや鋳物砂のために直ちに切れなくされる。このような仕事の場合は最初に古い鏝を使用しやり、次に良い鏝を使うようにせよ。

真鍮、銅： こう云つた金属の鏝が切には、非常に尖鋭な刃をもつた鏝が必須である。こう云つた金属やその他の柔らかい金属で鈍くされた鏝は、鋳鉄、鍛鉄、鋼等にはまだ充分に使える。(終り)

本
 ル、
 びを
 果で
 であ
 筆
 果産
 の含
 汁工
 1.
 本研
 期に〜
)でチ
 ・マッ
 菊附
 に示す。
 第
 区
 全
 皮
 肉
 粗 果
 精 果
 精果汁/全
 精果汁/肉
 肉 部/全果

柑橘果汁に就て

東 正 十 郎
村 高 保 太 郎
金 屋 敷 み よ 子

I 緒 言

本県は瀬戸内海諸島嶼部に於て蜜柑、夏橙、ネーブル、レモン等約300万貫を年産しその産額是全国の10%を占め、和歌山、静岡、愛媛の諸県と共に蜜柑産出県でその加工業就中主たる果汁工業は将来性あり有望であろうと考えられる。

筆者らは本県安芸郡瀬戸島特産の蜜附蜜柑並びに本県産温州蜜柑の成分分析と共に、その高濃度ビタミンC含有濃厚果汁試製を行い、若干の成果を得たので果汁工業の概要を含めて以下報告する。

II 本県産蜜柑の搾汁と果汁成分試験

1. 搾汁実験結果

本研究に用いた蜜柑は瀬戸島特産蜜附蜜柑(採取時期は2~3月)及び本県瀬戸田産温州蜜柑(採取1~4月)でチヨツパー改良エキスペラー式搾汁機及びポテト・マツシユにより果汁を採取した。

蜜附及び温州蜜柑の搾汁平均効率を第1及び第2表に示す。

第1表 蜜附蜜柑搾汁成績(葉部除去品)

No.	単位gr			
	1	2	3	4
機別	チヨツパー		ポテトマツシユ	
区分		(30%)		
全 果 gr	130.4	1,095	590.5	403
皮 部	31.0	274	148.0	293
肉 部	89.4	790	441.5	319
粗 果 汁	65.0	※ 670	—	—
精 果 汁	—	453	233.0	160.5
精果汁/全果%	73.0	42.7	39.6	30.6
精果汁/肉部%	54.0	57.5	52.8	51.6
肉 部/全果%	74.0	74.1	74.9	72.1

※ 粗果汁はパルプ質を多く含む居る為、これを更にガーゼを濾布として濾心分離器にて精汁となした。

第2表 温州蜜柑搾汁成績

No.	5		6	
	ポテト・マツシユ使用			
区別				
全 果 gr	494		388.7	(4%)
皮 部	134		95.7	
肉 部	360		293.0	
果 汁	272		219.0	
果汁 / 全果%	55.07		56.4	
果汁 / 肉部	75.5		74.8	
肉部 / 全果	72.9		75.4	

一般に温州蜜柑の果皮は全果実の約5%を占めるが蜜附蜜柑もほぼ同様な比率をなしている事が分る。ポテト・マツシユを用いての筆者等の実験の結果では果汁が全果効率に蜜附で約40%、温州で55%であつた。尚マツシユ搾汁に際しては蜜柑肉部をガーゼ2枚にて包裏して充分にプレスを行った。

2 果汁成分試験

糖質の定量は N_{10} 蒞性ソーダによる滴定を行い、糖類の定量にはベルトランド氏¹⁾倍分定量法を用いて測定し第3表の結果を得た。

第3表 蜜附及び温州蜜柑果汁成分(果汁100cc中のg数)

分析月	品名	Be(比重)150C	還元糖	非還元糖	全糖
11月	蜜附果汁	9.0	12.61	1.43	—
12月	〃	9.2	—	1.82	2.14
1月	〃	(1.07)	—	—	2.88
3月	温州果汁	—	—	0.89	2.79
4月	〃	(1.051)	9.60	0.62	3.74
					6.88
					10.60

菊附蜜柑は、温州蜜柑に比し幾分酸味強く、特殊な香気を有しているが、分析の結果(第3表)に於てもタネ酸含有量が従より幾分多い事が認められた。

次に両種果汁のビタミンC(還元型)定量をTillmansのゲタロール、フェノール、インドフェノール色素滴定法により、純ビタミンC(アスコルビン酸)はドイツ、メルタ社製の特製品を用いて行つた。

純ビタミンCの3%メタ磷酸液の含む(mg)は KIO_3 により定め色素液力価測定に用い、果汁0.1ccを5倍に稀釈、一定量(5cc)の色素液を加え不足のビタミンCを前記純ビタミンC液により追加測定し、果汁100cc中の還元型ビタミンC mg%を求めた。その結果を第4表に示す。

第4表 温州果汁ビタミンC含量

測定月	品名	還元型ビタミン C mg%
1月	温州果汁	22.12
2月	〃	19.05
3月	〃	26.40

蜜の果汁は搾汁後、脱気処理を直ちに行わず、2日間放置したものであつたので、此の間に酸化分解し、為に含有量の低下を来したものであろう。

数乏しき実験の結果から直ちに推論するの危険はあるが、大体に於て成熟するに従ひ、ビタミンCの含量は増加する傾向にある様である。

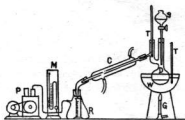
温州果汁中のビタミンCの測定値(色素法)は測定者により可成りの相違はあるが、⁹⁾筆者の実験の結果からも相当量のビタミンCの含量を認められ、該品が保健上効果的な飲料であることが知られる。

衆知の如く、ビタミンCはビタミン中で最も不安定なもので加熱、煮沸、酸化、酵素等により極めて破壊され易い、文献¹⁾によれば微量の銅、鉄イオンの存在は此の酸化分解を促進する故、その搾汁、脱気、濃

縮、パイプ等の装置にはこれら金属の使用を避けて、アルミニウム、ステンレススチール等を用いねばならぬ。又搾汁工程に於て出来る限り空気とを接触せしめぬ様、迅速に操作²⁾し、後直ちに果汁中に含まれる空気を高度真空中に脱気処理せねばならぬ。

3. 濃果汁の試験実験

第1圖 真空脱気濃縮試験装置



- S. 分液漏斗 C. コンデンサー
T. 温度計 R. 受器
W. 湯煎器 M. 真空計
G. ガス P. 真空ポンプ

近時各種方法による濃果汁の製造が次米(イパレスチナ、英領アフリカ、南ローデシア等)で盛んに実施され世界各地に輸出されつつあるが、濃縮による容量の減少に伴う³⁾の利点並びに天然果汁に比して遙かに保存が容易なる長所を有する。⁴⁾

最も能率的な方法としては頂蓋或いは薄蓋として真空中中に果汁を噴出、流出せしめて脱気濃縮する方法であらう。

筆者もクワイゼン蒸留器に細管を付属せしめた分液漏斗を付けて果汁を噴出せしめ可成り良好な結果を得た。尚蒸留器に果汁を入れて脱気せしめる際は突沸的現象を呈する故、その容積容量は果汁量の3倍は必要であらう。果汁真空濃縮試験結果を第5表に示す。

第5表 果汁濃縮試験

品名	原料量	濃縮汁量	濃縮倍數	脱気濃縮条件		タネ酸	ビタミンC	
				真空度	湯出 ^{°C} /外浴 ^{°C}			
菊附果汁	50cc	15cc	×3.3	30mm/Hg	27	50	5.80(1.82)	—
温州果汁	100	25	×4	30	28	50	3.33(0.89)	96.89 mg%
温州果汁	150	20	×7.5	32~38	21.0	20.5~22.5	3.66	148.20(22.42)
温州果汁	200	25	×8	20	24.0	35~40	—	195.40(26.3)

表中括弧内数字は原料果汁成分値等を示す。深褐色透明の粘稠液として得られた試験果汁にその濃縮倍數に増んど等しい酸、ビタミンC量を保有し、操

作中に於ける成分の破壊されざることを認めた。

Braverman⁵⁾に依れば真空度30 mm (29in)の時水は24° (75°F) でジュースは37~40°Cで沸騰すると述

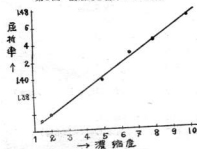
べている。

濃縮倍数決定にはその倍率と屈折率との間に比例的關係があるので、工場操作に於ては試料を取り出しその屈折率を測定して管理し得るものと考えられる。筆者が温州果汁に就いてこの関係を求めた結果を第6表第2圖に示す。

第6表 温州果汁濃縮に伴う屈折率の変化

濃縮度	屈折率(アッペ27°C)	固形分
原 汁	1.3448	—
※ 1.4	1.3625	—
2.0	1.3696	—
3.3	1.3724	—
5.0	1.3980	—
6.6	1.4335	—
8.0	1.4418	—
10.0	1.4745	68.2%

第2圖 濃縮度と屈折率との関係



4. 加熱殺菌によるビタミンCの破壊

1) 既述の如くビタミンCは加熱に対し、抵抗力弱き性質故、その生汁或いは濃厚汁の加熱殺菌には可及的低温で短時間処理により目的を果さねばならぬ。

筆者らの加熱殺菌によるビタミンCの破壊状況試験の結果を第7表に示す。

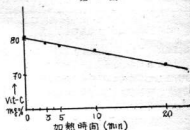
第7表 ビタミンCの加熱による破壊

加熱温度	50°C	60°C	70°C
破壊状況	20分迄破壊なし	5分間不変 20分 $\frac{1}{2}$ 減	10分 約 $\frac{1}{2}$ 減
70°C 加熱時間	0分	3分	5分
供試品3%メ タリン酸 酸高濃度アス コルビン酸液	mg%	81.1	79.278.3
			76.5
			72.0

破壊結果によれば、冬期搾汁した果汁中には病原菌なく繁殖力弱き細菌の存在が認められた。果汁の殺菌には高温瞬間殺菌を施すが、ビタミンC保存上からは有利で、且つ助剤としては、亜硫酸、或は安息香酸ソーダの微量添加が有効であろう。

尚濃縮果汁は糖分65%以上になる如く僅かに加熱し置けば、酸解調整の心配がなく、筆者の試験した濃縮果汁も春季3ヶ月室温放置により何ら酸解調整を起して居らないことを認めた。

第3圖

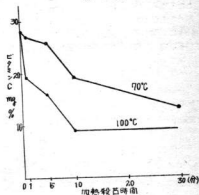


2) 温州蜜柑の果汁濾過液を濾過後、速かに脱気したもののビタミンC含有量は2.85mg%であつた。之を所定温度に一定時間湯浴中に浸漬、加熱殺菌し、殺菌後のビタミンCの含有量を測定した。その結果を第8表及び第4圖に示す。

第8表 ビタミンC mg%

加熱時間	1分	5分	10分	30分
70°C	mg% 27.5	mg% 26.5	mg% 19.5	mg% 13.26
100°C	19.5	16.0	0.88	0.88

第4圖



70°Cの5分殺菌ではビタミンCの損失は少ないが、10分に至る場合は相当破壊され、100°Cにおいては短時間でもビタミンCの破壊は顕著であることが認められた。

5. 市販果汁製品の分析試験
一有名外国製品及び、その濃厚原液、並びに国産濃厚果汁の分析試験値を第9表に示す。

第9表 市販果汁製品の成分%

品名	比重 (150°C)	灰分	クエン酸	還元糖	全糖	固形物	ビタミンC
外国果汁	—	0.047	0.37	1.85	10.63	11.55	{ 1.14 1.92
外国原液	1.192	—	2.72	2.40	32.40	44.20	—
国産濃厚汁	—	0.037	1.69	60.3	61.40	67.10	11.21

(註、国産濃厚汁はこれを7倍に希釈して飲料にそのまま供し得るもの外国果汁ビタミンCの二値は別品に就き測定したものである。)

外国品にビタミンC含有量少きを認めたが、該品の香、色合甘味は優良で国産濃厚汁はペルプ混在し前者と同様濃厚汁としてはビタミンC分が少なかった。

尚青色、芳香剂等の選択添加並びに果糖漿汁の混合等を更に研究せば相償を以て高級飲料として飲取され得る商品生産が可能となるであろう。

III 結 論

- 1) 菊付温州蜜柑の対全果、果汁収率は40%及び55%にして後者は前者に比し幾分酸分少く、糖含量多きも特殊の香氣を前者は保有して居る故混合果汁原料としては適当であろう。
 - 2) 濃厚果汁試験の結果、真空度20~30mm/Hg下に於ける脱気濃縮はビタミンCの破壊を無にして他の成分も原料果汁含量の濃縮倍数に比例して居た。
 - 3) ビタミンCの破壊は高温瞬間殺菌(70°C5分間)に於ては左程進行しない。
 - 4) 市販果汁製品のビタミンC含有量は著しく低きことを認め国産柑橘類の特殊濃縮加工による果汁工業の有價なることを明らかにした。
- 終りに臨み本実験に頂き同心と激励を蒙られた日下場長、向井果蔵、資料、参考文献の提供を御援助を

いただいた下蒲島村、柴村氏、吳市海津通り中本氏並びにビタミンC測定のために御指導御協力を得た広島医大中塚、荒谷両博士に厚き感謝の誠を捧げるものである。

文 献

- 1) 岩田久敏 綜合食品化学(上) 294
- 2) 塩入英次 園芸食品工業 31
- 3) * 34
- 4) 岩田久敏 前 書 63
- 5) 平野 佐 語 14
- 6) 岩崎 農芸化学 16
- 7) 岩田久敏 前 書 61
- 8) 松本 農業及園芸(果実加工の研究)
(17) 95 75 8号
- 9) 山崎 食品加工 (昭26)
- 10) 石松 科学と工業(大阪市研) 5
- 11) Brauserman *Citrus Products, 276 (1949)

ブレーキ油に就て

戸谷 哲雄

金屋敷 みよ子

I 緒言

ブレーキ油とは、精製ヒマシ油に溶剤を加えたもので、これはヒマシ油が脂肪油中比重及び粘度が最も大であり、加えて凝固点は最も低く、普通の脂肪油と異なり水蒸気を有するリシノレイン酸 $C_{18}H_{31}O_2$ （構造式は Monohydroxyoleic acid $C_{17}H_{33}O_2$ — C_1H_2 — $C_{17}H_{33}O_2$ ）

$—C_1H_2—C_1H_2—(C_2H_4)_7—C(OOH)$ に相当する)を主成分としているため、アルコール類に容易に溶ける性質を応用している。筆者らは車内業者の依頼により研究にかかったのであるが、一般に良質ブレーキ油の具備すべき性質としては

- 1) 適当なる粘度を有すること。
- 2) 適当なる色相を有すること。
- 3) 適当なる比重を有すること。
- 4) 適当なる沸点を有すること。
- 5) 反応が中性であること。
- 6) 曇点、凝固点が低いこと。

7) 酸価が低いこと。

等が挙げられ、又一方一定時間試験した場合に於て、安定度、金属腐蝕、ゴム膨潤等の試験に合格しなければならぬ。大型自動車等によつては以上の規格以外に特殊な性質を要求される場合もある。

II 規格

日本標準規格がないため、本邦に於て目下採用されている規格を示せば次の数種がある。

1) 国鉄自動車局規格

ブレーキ油は、精製ヒマシ油及びノルマルブチルアルコールを主原料とし、薄黄透明の液で、水又は沈澱物を含まず、第1表の条項に合格することを要す。

2) 予備隊規格

本品は、淡黄色透明の液体で、自動車ブレーキ油として適当なる品質を有し、水又は沈澱物を混ぜず第2表に合格するを要す。

規 格

	第1表 国鉄自動車局	第2表 予備隊	第3表 東京都交通局	第4表 トヨタ自動車	第5表 日産自動車
比 重	15°C 0.87~0.89	15°C 0.80~0.9	15°C 0.86	15°C 0.86~ ~0.90	15°C 0.89~ ~0.91
反 応	中 性	中 性	中 性	中 性	P.H. 6.8~7.2
粘 度 (レッドウッド秒)	20°C 100~120	20°C 100~120 30°C 70~100 50°C 50~70	20°C 60以上	20°C 80~120	10°C 80~200 30°C 50~80
曇 点	-25°C以下	-25°C以下	-10°C以下	—	—
凝 固 点	-30°C以下	-30°C以下	-30°C以下	-20°C以下	-40°C以下
酸 価	2.0mg以下	1.5mg以下	2.0mg以下	2.0~3.0mg	2.5mg以下
金属腐蝕	銅ど銅片の変化なし	合 格	—	侵さぬこと	—
ゴム膨潤	重さ ±6% 厚さ ±4% 硬さ ±6%	ゴム腐蝕試験 時間 ±N% (15×100)	重さ ±2% 厚さ ± 硬さ	重さ ±2.5% 径 ±1.5%	—
蒸発試験	初沸 85°C以上 3% 100°C以上 10% 110°C以上 30% 115°C以上	初沸 100°C以上 3% 105°C以上 10% 110°C以上	沸点80°C 以上	—	—
色 相	(ユニオン) 2以下	(ユニオン) 1%以下	—	—	—

安定度	油垢汚濁等認めず	合格油・垢濁等認めず	—	—	—
成分	—	精製ヒマシ油15%ノルマルブチルアルコール55%	総油分40%以上	—	—

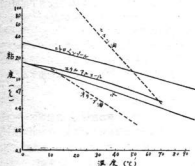
Ⅲ 供試材

某社提供のヒマシ油、ブタノール、メタノール、醋酸アミル、アミルアルコール、エチルアルコール、チクロヘキサノン等を使用した。その性状は次の如し。

1) ヒマシ油 (castor oil)

淡黄色の濃潤な不乾燥油で、比重は20°Cで0.9727、粘度20°Cで3580.7レッドウッド秒、酸価は2.92であった。ヒマシ油は 細菌で述べた如く、比重、粘度、旋光性、アセチル能が大であり、且つアルコール類に

第1圖



2) ブタノール (C₄H₉OH)

昭和醸造株式会社製にて無色透明、比重20°C/20°C、0.8105、不揮発分0.0008%、分留試験の初留は116.4°C、乾点117.8°C、115°C ~ 118°C、98.0°C、硫酸試験合格のもの。

3) メタノール (CH₃OH)

東洋高圧株式会社製にて、沸点64°C、比重20°C、0.795、粘度24°C、24.8レッドウッド秒のもの。

4) 醋酸アミル (C₈H₁₇CO₂H)

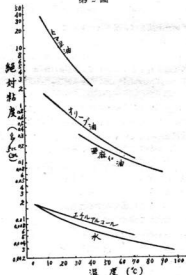
関東化学株式会社製にて、沸点137°C、比重30°C/20°C、0.876、粘度24°C、25.4レッドウッド秒のもの。

5) アミルアルコール (C₅H₁₁OH)

武田化学薬品株式会社製にて、沸点183°C、比重15°C、0.813、粘度24.5°C 35.7レッドウッド秒のもの。

可溶なることを特徴として居り、その温度による粘度変化を他の物質と比較してると次の圖の如くなる。

第2圖



6) エチルアルコール (C₂H₅OH)

沸点78.2°C、比重20°C 0.79のもの

7) チクロヘキサノン (C₆H₁₀O)

関東化学株式会社製にて、沸点152°C、比重20°C 0.945のもの。

Ⅳ 試験方法

1) 比重 (15°C/4°C)

ピタノメーターで行うのが良いが、比重計を使用した。

2) 反応 (日本標準規格の試験法による。)

試料100ccをとり、容量約300ccの清浄なるビーカーに入れ、蒸留水50ccを加え時々攪拌しつつ加熱し殆ど沸騰するに至らしめ、之を蒸留水を以て良く洗滌せる分液ロートに移し、激しく攪拌したる後、静置し油水二層に分離せしむ。

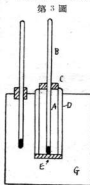
次に予め蒸留水で以て湿せる濾紙を用い、水層を濾過し、濾液を二つの小フラスコ中に集め、濾液の温度

向高き時は冷却したる後、其の一をとり、フェノールフタレイン溶液2滴を加え、赤色を呈せざる場合は、更に他の一をとり、メタルオレンジ溶液3滴を注加し、変色するや否やを検する。若し前者に依り赤色を呈する場合はアルカリ性とし、又後者を加え赤変する場合は酸性とし、両者共に赤色を示さざる場合は中性とす。³⁾

3) 粘度 (20°Cレッドウッド秒)

レッドウッド粘度計を用いる。

4) 凝固点 (日本標準規格の試験法による)



試験管を6秒間垂直の位置に置き、寒暖計周囲の油がこの状態で少しも流動しない時はこの時の温度を凝固点とする。⁴⁾

5) 曇り点 (日本標準規格の試験法による)

試料が若し水分存在するために濁濁して居る時は、乾燥濾紙、或は焼石膏等で数回濾過し、透明となつた試料を、試験管A中に25~30mmの高さに入れ、試験管を木陰Cで密閉し、中央に寒暖計を垂直に水銀球が試験管の底部に達する迄挿入する。試験管を入れた外円筒Dを垂直に冷却器中に入れ、冷却温度は試料の曇り点より10°C~15°C低く調節し、試験中は常に温度の変化なき様注意する。曇り点を検するには2°C毎、試験管を取り出し、曇りを観察する。この場合に試験管の底部に油の曇りを認めた時は、その時の寒暖計の温度を曇り点とする。⁵⁾ 但し第9欄参照のこと。

6) 酸価

試料5gを容量100~200ccの三角フラスコに秤量し、ベンゼン2、アルコール1の中性混合溶剤、又は中性アルコール(96%) 10ccを加え、軽くヨウタ検を施し60°C~65°Cにて約20分蒸餾上に加熱し、冷却後、フェノールフタレイン溶液数滴を加え、1/10N苛性カリ溶液を以て滴定し、一分間紅色の褐色せざるに至りて

止む。⁶⁾

$$\text{酸価} = \frac{5.6104 \times 1/10 \text{ N 苛性カリ溶液の使用量 (cc)}}{\text{試油量 (g)}}$$

但し1/10N苛性カリ溶液1ccは5.6104の酸価に相当する。

7) 色相 (ユニオン)

ユニオン色度計を用いる。

8) 分層試験 (日本標準規格の試験法による)

油類、分層装置を使用した。

9) 安定度、金属腐蝕試験

密閉した硝子壺 (共径広口壺約50cc) に試料約50ccを入れ、金属 (アルミニウム、銅、錫鉄) 片を入れ、常温で48時間放置し、試料に異常変色、沈澱、濁濁等があるか、金属を腐蝕するか否かを調べる。⁷⁾

10) 総窒素分

普通のエングレーフラスコで蒸留して、溶剤分を飛ばし残留したものを総窒素とする。蒸留温度は規定が出来ない。即ちブレキ油にも種々あり、溶剤の蒸留温度は種類により異なる。この沸点で大体試料の組成も推定される。

11) ゴム膨脹試験 300cc 容フラスコに試料 100cc を入れ、ゴム (ピストンカッパ) を沈め、フラスコに逆流冷却器を附し、75°C で 32 時間 (これは過熱時間の通算で常温に放置中の時間は入らない) 重湯蒸上に加熱し、取出し重量、硬さ、厚さを測り処理後の増減を調べる。⁸⁾

V 試験結果及びその考察

1) 粘度

第1表、第2表の規格を基準としてみた。即ち20°C 100~120レッドウッド秒でこれに合格する ためには、ヒマシ油と溶剤との比、溶剤の種類等を相当検討する必要がある。参考までに筆者らが使用した溶剤の性状を示す次の如し。⁹⁾

第6表

品名	沸点	凝固点	比重	粘度
正ブチルアルコール	114°C	-18°C	0.81337	15°C e.p. 3.379
イソアミルアルコール	132	-117	0.8128	25°C 3.708
メタノール	64 -65	-97	0.796	* 0.645
酢酸アミル	105 -145	—	0.876 0.876-0.876	# 0.8528
エチルアルコール	78.4	-114.15	0.789344	20°C 1.200
テトラヘキサノン	150 -163	-45	0.947	—

第6表でわかる様に、メタノールの粘度はかなり低い。ためこれを適量以上使用する場合は、かなりヒマシ油

の量を増しても目的を達することは出来ない。

第7表

実験番号	ヒマシ油	メタノール	醋酸アミール	粘 度 (20°C)
1	30%	70%	0.4%	31.0 (R.V.粘)
2	45	55	0.4	39.6
3	60	40	0.8	50.2

第7表の如く、低粘度溶剤を主体とし、ヒマシ油の含有量を30%より、60%まで変え、その粘度差を調べた所 20°Cで19.2レッドウッド秒しかなく、醋酸アミールの如き高沸点溶剤の増量も関係ない。

第8表

実験番号	ヒマシ油	メタノール	ブタノール	アミールアルコール	粘 度 (20°C)
11	30%	20%	—	50%	45.7 R.V.粘
12	30	20	50%	—	46.6

ヒマシ油、メタノールの量は一定にし、メタノールに比し粘度の高いブタノール又はアミールアルコールを主体とした場合は、アミールアルコールを配合した方が多少粘度は高いが、メタノールが適量以上入つてゐるとさして粘度は上らなかつた。

第9表

実験番号	ヒマシ油	メタノール	ブタノール	フーゼル油	粘 度 (20°C)
21	45%	35%	20%	—	50.0 R.V.粘
22	45	—	55	—	100.0
23	50	20	30	—	66.0

第8表に比し、ヒマシ油の量を増し、粘度の低下を防ぎ加えて溶剤をブタノールだけ単独に採用した場合は規格に合格する。しかし実験番号21、23番の如く低粘度溶剤の適量以上入つたものはヒマシ油の増量もさして粘度を上げるには役立たなかつた。

第10表

実験番号	ヒマシ油	メタノール	ブタノール	アミールアルコール	粘 度 (20°C)
31	70%	20%	—	10%	153.5 R.U.粘
32	60	20	—	20	107.2
33	60	25	—	15	86.6

ヒマシ油を主体とし、溶剤を30%—40%混入し且つ高粘度(アミールアルコール)と低粘度(メタノール)の溶剤を約同量ずつ配合した。実験番号32、33番を比較

して見るに僅か5%のメタノールの増減に対し、20°C 20.6レッドウッド秒の粘度差があり低粘度溶剤の使用は大きく影響する。

第11表

実験番号	ヒマシ油	メタノール	ブタノール	フーゼル油	粘 度 (20°C)
41	40%	20%	—	40%	55.8 R.V.粘
42	40	10	—	50	80.0
43	40	5	—	55	83.0
44	40	—	30	30	87.0
45	45	—	25	30	103.1
46	30	5	—	65	58.0
47	50	—	—	50	142.0

低粘度溶剤の使用をやめ、フーゼル油(Fusel Oil)を用いた。衆知の如くフーゼル油は主成分がイソアミールアルコールで、これに活性アミールアルコールが強い低沸点成分にはイソブチルアルコール、正プロピルアルコール、高沸点成分にはヘキシルアルコール、ペンチルアルコール等が存在する。又原料に由来するが、不純物としては少量の水分の他に、微量のフルフラール、アセトアルデヒド、脂肪酸等を含んでいる。32) 業者らは、宝酒造株式会社製のものを採用したその性状は淡褐色、粘度は20°Cで33.1レッドウッド秒；初沸87°C、3%溜出温度89°C、10%、溜出温度91°C、30%溜出温度112°Cであつたが、着色しているため、蒸留して無色透明にし、脱水性で使用した。ヒマシ油45%、ブタノール25%、フーゼル油30%の配合により始めて規格、コストの上に於て満足すべきものが出来たが、乳化、濁化した。

第12表

実験番号	ヒマシ油	エチルアルコール	アミールアルコール	トルオール	粘 度 (30°C)
51	60%	20%	20%	—	107.5 R.V.粘
52	65	—	20	15%	161.0

第13表

実験番号	ヒマシ油	メタノール	チクロヘキサノン	エチルアルコール	粘 度 (30°C)
61	30%	60%	10%	—	32.4 R.V.粘

第12表、第13表では、エチルアルコール、トルオールチクロヘキサノン等を用いて見たが、エチルアルコールは蒸留試験に於て、トルオールはゴム調剤試験に於て合格しなかつた。

第 14 表

実験 番号	ヒマシ油	グリセ リン	ブタノ ール	メタノ ール	粘 度 (30°C)
71	30%	5%	30%	40%	R.V.秒 34.5
72	30	10	30	40	39.5ク

第 15 表

実験 番号	ヒマシ 油	メタノ ール	ロート 油	ブタノ ール	アミルア ルコール	粘 度 (30°C)
81	30%	10%	20%	40%	—	R.V.秒 72
82	30	—	40	—	30%	エマルジ オン

粘度を上げるため、ヒマシ油の代用として、ロート油、グリセリンも考えられるが、ロート油の配合割合は20%以下の場合には乳化、潤滑しないが、それ以上になると危険を生じ、40%で完全にエマルジョンをおこす。又グリセリンは吸湿性で空気中の湿気のため乳化潤滑するおそれがある。

2) 酸 価

ヒマシ油の酸価は大なるものは5~6mgから小なるものは0.2~0.3 mgと種々あるが、筆者らは酸価2.92 mgのものを用い、酸価の規格として2.0 mg以下を採用した。(第1表参照) 溶剤は脱酸したもので、酸価は6mgと見なされる故、ヒマシ油の量によりその酸価の大小は決定される。第16表によれば、ヒマシ油90%迄は第1表の規格に合格するが、第3表の規格を採用することになれば実験番号92, 93, 94番に示す如く、ヒマシ油45%以下を用いなければならない。

第 16 表

実験番号	品 名		酸 価 (mg)
	ヒマシ油	溶 剤	
91	60%	40%	1.72
92	45	55	1.27
93	40	60	1.23
94	30	70	1.09

3) 分溜試験

メタノールは沸点64°C、エチルアルコールは沸点78.2°Cであるため、溶剤とし主体に使用することは出来ないが、共混混合物としては可能で、例えば第17表、第18表に示す如く、フーゼル油(初溜87°C)55%にメタノール6%を混入した場合その初溜は80°Cであり、又フーゼル油95%、メタノール5%の割合に於ては初溜は、80.0°Cを示し、僅かに0.50°Cの温度上昇しかみなかつた。第17表に於ては、溶剤中メタノールが半量入っている時は殆どメタノールの沸点と大差なきことを示す。

第 17 表

実験番号	溶 剤		初 溜
	メタノール	アミルア ル コ ー ル	
101	20%	20%	65°C
102	20	20	64

第 18 表

実験番号	ヒマシ油	フーゼ ル油	ブタノ ール	アミルア ル コ ー ル	メタノ ール	トルオ ール	分 溜 試 験			
							初 溜	3 %	10 %	30 %
111	65%	—	—	20%	—	15%	85.0	103.0	111°C	118°C
112	45	30%	25%	—	—	—	91.5	95.3	102.0	120.0
113	40	55	—	—	5%	—	80.0	82.0	86.0	125.0
114	30	65	—	—	5	—	80.5	83.0	86.5	126.5
115	40	50	—	—	10	—	75.0	79.0	85.0	120.0

4) 安定度、金属腐蝕試験及びゴム膨潤試験

前述の如く、安定度、金属腐蝕試験は、常温48時間、変色、沈殿、潤滑、金属の腐蝕があるか否かを調べるのであるが、第7表から第15表迄のブレーキ油に対して試験した結果すべて合格した。又ゴム膨潤試験に於ては、第12表の実験番号52番が不合格以外は合格であつた

5) その他の試験

(1) 比 重

ヒマシ油の比重は、15°Cで0.950~0.974であるが、筆者らは、15°C0.965のものを採用した。

又溶剤の比重は第9表を参照されたい。第7表から第15表迄のブレーキ油は、15°Cで0.870~0.890とすべて合格した。

(2) 反応

反応は第7表から第15表迄のブレーキ油はすべて中性

(3) 曇点及び凝固点

第1表、第2表に示す規格、即ち曇点-25°C以下
凝固点-30°C以下の条件を満足した

(4) 他社製品の組成

参考までに、外国製品及び本邦の有名品の分析結果を挙げて次の如し。

(1) オーストラリア製

酸 価	0.30mg
溶 剤	73% (エチレングリコールモノエステル)
ヒマシ油	27%
灰 分	あり
比 重	20°C 0.930
分離試験	
初 溜	130°C
13%	120~130°C
61%	130~135°C
乾 点	135°C

(2) 京都オートモビル株式会社製

アルコール	35.4%
ヒマシ油	64.6%
灰 分	なし

(3) Sei Ken製

粘 度	20°C 65.5レッドウッド砂
初 溜	76°C

(4) Sell Lock製

酸 価	0.70mg
溶 剤	65% (アミルアルコール)
ヒマシ油	35%
灰 分	なし
比 重	20°C 0.816
初 溜	115°C

III 結 言

以上本実験は、限られた試料だけで行つたものであ

るが、大約の結果をまとめて見ると次の如し。

1) ブレーキ油の溶剤としては、なるべくブチルアルコール、アミルアルコール、酢酸エステル等の様な高粘度、高沸点のものを主体とし、低下剤としてメタノールを適量加えても良い。しかし適量以上使用する場合は、吸湿性なるため、配合後乳白、濁濁するおそれがある。

2) 溶剤は、脱酸したものをを用い、特にフーゼル油に於ては、蒸留して無色透明とし、脱水しておく必要があり、又ヒマシ油もなるべく酸価の小さい、粘度の大なるものを採用する。

3) ヒマシ油45%、フーゼル油(脱酸、脱水、蒸留した無色透明なもの)30%、ブタノール(脱酸)25%の配合割合が規格、コストの上から見て一番良好であり、又ヒマシ油45%、ブタノール55%、ヒマシ油45%、アミルアルコール55%、ヒマシ油60%、メタノール20%、アミルアルコール20%、ヒマシ油90%、エチルアルコール20%も良好であつた。

4) ヒマシ油の酸価2.92mgのものを用いた場合は配合率は60%までは、第1表の規格に合格するが、第2表を満足するためには、ヒマシ油45%以下を用いなければいけない。

文 献

- 1) 松本十九：塗料便覧：修教社書院
- 2) 化学機械協会編：化学工学便覧：丸善出版株式会社
- 3) 旧吳海軍工廠総務部分析工場編：燃料油、潤滑油、塗料油、雜油編
- 4) 5) 材料研究会編：工業材料便覧(非金屬)丸善出版株式会社
- 6) 旧吳海軍工廠総務部分析工場編：燃料油、潤滑油、塗料油、雜油編
- 7) 8) 自動車用ブレーキ油と其の現状：自動車整備、第5巻、第4号、通巻32号、昭和24年4月25日発行
- 9) 10) 桑田勉：溶剤：丸善出版株式会社

の如し。
るべくブチルア
エステル等の部
、低下剤として
かし適量以上使
混合乳化、潤滑
、特にフーゼル
、脱水しておく
酸価の小さい、
脱酸、脱水、蒸留
ノール（脱酸）25
から見て一番良好
ノール55%、ヒマシ
ヒマシ油40%、メ
20%、ヒマシ油60
であつた。
のを用いた場合は
格に合格するが、
シ油45%以下を用

院
：丸善出版株式会社

：燃料油、潤滑油

（非金屬）

：燃料油、潤滑油

提供：自動車整備、
昭和28年4月25日発行
株式会社

昭和28年4月20日印刷
昭和28年4月20日発行

広島県呉工業試験場報告 No.3

編集者 東 正 十 郎
発行者 二 神 礼 四 郎
印刷所 中国高級印刷株式会社
福山市草戸町TEL(福山) 2606

発行所 広島県立呉工業試験場
呉市公園通六丁目 電話(呉) 3767