

土木工事用塗料の話 (四)

西 川 榮 三

第 3 章 塗料用顔料試験法

上記の規格に關しての試験は次の如くにして行ふもので試験法について知することは、規格を理解する上に必要なるを以つて其の要點を記すこととする。

第 1 節 色の比較試験

規定量(備考 1)の試料(顔料)を採り、規定量(備考 1)の精製せる生亜麻仁油(備考 2)を加へ、ガラス板上に載せ、篋を以つてよく練り合せ均一なる糊状となす。次に試料の代りに、見本品の顔料を同様に處理し、此の兩糊状體を一枚のガラス板上に並べて盛り、ガラス板の裏面を打ちて平らとなし、其の接觸面に於て色を比較するものである。

備考 1. 本試験の試料及精製生亜麻仁油の量は併試顔料の種類によりて異なるもので、次の如くである。

第 1 表 色の比較試験に用ゐる規定量

顔料名	規定量		顔料名	規定量	
	顔料	亞麻仁油		顔料	亞麻仁油
1. 白鉛	10 ^g	4 ^g	リトボソ	5 ^g	2 ^g
2. 一酸化鉛	…	…	硫酸バリウム	5	3
3. 鉛丹	…	…	炭酸石灰	5	3
4. 黃鉛	5	4	カーボンブラック	1	8
5. 酸化鐵粉	5	1.5	靑群	4	5
6. 辨別	5	1.5	パラルレツド	3	4
第 1 種	5	4	第 1 種	10	4
第 2 種	5	4	第 2 種	3	4
第 1 種	5	4	トルイデツレツド	3	4
第 2 種	5	4	第 1 種	3	4
7. 黃土	5	3~6	第 2 種	10	4
8. 紺青	1	2			
9. 亞鉛華	3	4			

筆者附記 顔料によりて、斯く亞麻仁油との配合割合の異なるのは、顔料によりて其の微細度、着色力吸油量等を異にするを以つて比較に適當なる稠度、色合等を得るには上述の如き割合とするを以つてである。

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

筆者附記 光学的に標準色を合成し、或は標準色の色見本を製して、色に關して全國的に其の標準を定めることは、實行上頗る困難が多いので、規格試験は上記の如く、顏料購入者が其の欲する所の見本と比較することとせるものである。

第 2 節 着色力の比較試験

前節の色の比較試験は色合について試験するものであるに反し、着色力の比較試験は、顏料の他物に對する色彩附與の能力の強さを比較するものである。平たく言へば、着色力の強い顏料は少量を用ゐても充分着色しうるものである。

試験法

規定量(備考 1)の試料をガラス板上に採り、之に規定量(備考 1)の精製生亞麻仁油(備考 2)のうち少量を分ち、其の残りの大部分を加へ、莖を以つて十分に練り合せ、之にポイント又は補助顏料の規定量(備考 1)、亞麻仁油の殘部を加へて練り合せたるものを混じて、更に練り合せ、均一なる糊狀となし、次に試料の代りに見本品を用ゐて同様に處理し、此の兩糊狀體を一枚のガラス板上に相並べて盛り、其の裏面を打ちて平らになし、其の接觸面に於て着色力の優劣を比較する。

備考 1. 本試験の試料及亞麻仁油の規定量、補助顏料の種類及規定量は供試顏料の種類により異り、次の表の如くである。

第 2 表 着色力の比較試験に用ゐる規定量

顏料たる試料の名	試料の規定量	亞麻仁油の規定量	補 助 顏 料	試料たる顏料名	試料の規定量	亞麻仁油の規定量	補 助 顏 料
白 鉛	10 ^g	3 ^g	黒ポイント	亞 鉛 華	10 ^g	8 ^g	黒ポイント
一 酸 化 鉛	リ ト マ ソ ン	10	4	カ
丹 鉛	硫 酸 ペ リ ウ ム

のピーカーの縁に載せ、篩上に注入せらるゝ液體は完全にピーカー中に落ちる様に準備したる後この操作を行ふものとす。次に再び約 50cc の水を残りの試料に注加し、上記の如く篩上に傾瀉する。この操作を數回繰り返したる後、水を以つてピーカー中に残れる顏料全部を篩上に移し、更に水を少量づゝ注ぎながら振蕩し、細末分の大部分を通過せしめる。

次に篩を徑 12cm の蒸發皿に載せ、網上數粒に達する迄水を注入し、長約 25mm、幅約 15mm の繪畫用刷毛を以つて軽く網上を掃き試料を十分に洗滌する。蒸發皿は清淨なる乾布にて拭ひ、再び篩を載せ、水を用ひて篩の枠及網を充分に洗ひ、筒水中にて篩を振蕩し、デシケーター中に冷却したる後秤量し、再び空氣爐中にて 15 分間乾燥し、冷却後秤量する。斯くの如く反覆乾燥冷却秤量して其の差 1mg 以下となりたる時、この重量より篩の重量を減じ、殘量を粗粒分の重量とする。粗粒分は試料に對する百分率にて表す。

備考 1. 粗粒分試験に採取する試料の規定量は次の如し。

カーボソフツク	2g ;	紺	青	3g ;
バラレツク	3g ;	トルイヂソレツク		3g
其の他	10g ;			

備考 2. 篩採取ひ上の注意

新に購入したる篩は使用前次記の方法により、豫め充分洗滌し、乾燥してデシケーター中に保ち其の防錆には注意する。又使用の際も極めて鄭重に取扱ひ、金網の間隔に移動を生ぜざる様特に注意する。

備考 3. 篩の準備

篩を徑約 12cm 蒸發皿に載せ、石油(日本標準規格第一類燈油)を注ぎ網上數粒に達せしめ、長約 25mm、幅約 15mm の繪畫用刷毛を用ゐて十分に洗滌し、次に蒸發皿を清淨なる乾布にて拭ひ、再び篩を載せエーテルを注ぎ、篩の枠及網を十分に洗滌し、

更に蒸餾水を乾布にて拭ひ、約 30cc のエーテルを以つて 2 回以上洗滌を行ひたる後 105~110°C の空氣爐中にて 30 分間乾燥し、デシケーター中にて冷却後秤量し、再び同溫度にて 15 分間乾燥し、デシケーター中に冷却後秤量し、折ぐして其の差 1mg 以下に至るまで反覆乾燥したる後、之を使用するものとする。

第 4 節 耐光度試験

本試験は、塗料となして使用したる後、塗膜が光線の作用によりて、其の色相に顯著なる變化を來す疑あるものに對して行ふものである。

廣く之を考ふれば、顏料の多くは、之を塗料として使用せる場合、長年月の間には、其の色相に多少の變化を來すことをまぬかれざるも、特殊の顏料にありては、光線によりて一時的に著しき變化を受けるものがある。リトホンの如きは其の好例である。従つて本試験は主としてリトホンに對して行はれる。

試験方法

試料 5g を徑約 75mm の時計皿に採取し、水約 1cc を添加し、莖にて充分練り合せ、半面を不透明板にて掩ひ石英製水銀弧燈下に於て、光源より約 12cm の距離に 10 分間紫外線に曝露したる後、外部に取り出して不透明板を除き變色の程を検するもので、其の詳細は次の如くである。

本試験は、試料及見本品の各を上記の如く處理して糊狀體となし、兩糊狀體を水晶板（備考 1）の上に並べて、各幅約 2cm、厚 1mm 以上に均等に塗抹し、長方形の濾紙の一端にて、塗抹物の全面を覆ひ、濾紙上にガラス板を當てて壓し、濾紙と糊狀物とをよく密接せしめる。濾紙の他端は紫外線照射の際、水中に浸漬して糊狀物に水を補給するものである。

紫外線を透過せざる物体を水晶板上に置いて試料及見本品の各半面を隠し、水晶板を石英水銀弧燈に向け規定強度を有する紫外線（備考 2）に 10 分間露出する。水晶板は水銀電弧と平行に置き、塗抹面は、其の中心とを連結する線に垂直とする。

紫外線照射終了後は直ちに水晶板の覆ひを除去して、水晶板を通じて試料及び見本品の面を検し、被覆部と露出部との明るさの差の大なるものを耐光度の弱いものとする。

備考 1. 本試験に使用する水晶板は無色、透明、平坦にして、其の面は直径 40 mm の圓形より小ならざるものとし、厚さは 1.3 ~ 1.5 mm にして各部不同のないのを用ゐる。

備考 2. 水晶板面に投射する紫外線の強度は、光源よりの距離によりて之を調節し、次項に記載する方法によりて検定したる時、アセトン・メチレンブルー標準液 A の照射後の色をして B より暗からしめず、且つ O より淡からしめざる範圍に之を保持するものである。

備考 3. 紫外線強度検定法

1. アセトン・メチレンブルー標準液 (0.005%)

純メチレンブルー 0.1% 水溶液 500 に純アセトン 5000 を加へ、水にて稀釋して 10000 とし之を A 液とする。

A 液に水 5.500 を加へたるものを B 液とする。

A 液に水 4.500 を加へたるものを O 液とする。

2. 熔融水晶管及ガラス管

内外徑及壁厚不同なきものにして、一端を熔封せる圓筒狀管とし、熔融水晶製 1 本及ガラス製 2 本を備へる。管の寸法は下記の通りとする。

内徑 3.0 ± 0.1 mm ; 壁厚 1.0 ± 0.1 ; 全長 50 ± 5 mm

備考 2. 本試験に使用する秤量器は、硝子製圓筒形開口平形にして外徑約 5cm、高約 3cm、重量 40g 以下とし、融合せ硝子殻を備ふるものとす。

第 6 節 炭酸鉛定量法 Determination of Lead Carbonate

本試験は白鉛（鹽基性炭酸鉛 PbCO_3 , $2\text{Pb}(\text{OH})_2$ を主成分とする）に行ふもので、其の中の炭酸鉛 (PbCO_3) を定量するを目的とするものである。即ち白鉛を鹽酸にて處理すれば、白鉛中に含まる炭酸鉛は分解せられて炭酸ガス (CO_2) を生ずるから、こゝに生ずる炭酸ガスをソーダ石棉に吸収せしめ、ソーダ石棉の重量の増加を秤り、炭酸瓦斯の量とし、之より炭酸鉛の量を次式により算出するものである。

$$\text{鉛炭酸の百分率} = \frac{(\text{炭酸瓦斯の重量 } g) \times 6.072 \times 100}{(\text{試料の重量 } g)}$$

無水炭酸定量法

無水炭酸 (CO_2) 定量装置。本装置は次の如きものを標準とする。(第 1 圖参照)

A は吸収管にして、ソーダ石灰を充し、空氣中の炭酸ガスを吸収せしめるに用ゐるもので、其の目的は空氣を淨化し、炭酸定量に支障を生ぜざる様するものである。

B は分液漏斗で 20~40 c. 位の容量のものである。

C は分解フラスコで、液面と記した線より下部の容量は B の容量と等しいものである。この中に試料を入れて、分解せしめ無水炭酸を生ぜしめるに用ゐる。

D は洗滌吸収管で、この中に水を充し、分解フラスコから出てくる無水炭酸のガス中に含まれる鹽酸及水蒸氣を吸収す

るものである。4のコツクは水を充す際に使用するもので試験中は閉じておく。

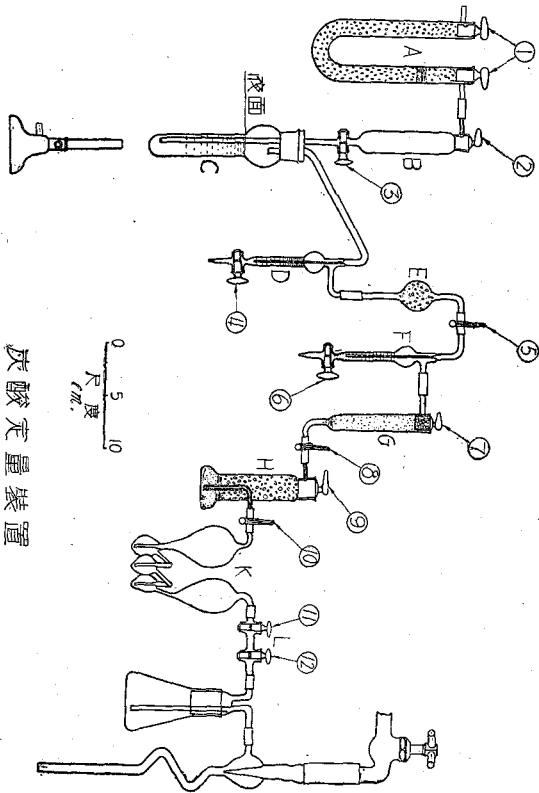
Bはガラス球でこの中に純金屬亜鉛の細粒を充し、Dから出てくるガス中に残留する鹽酸を吸収するに役立つものである。

Fは吸収管でこの中に濃硫酸を充し、Eから出てくるガス中の水分を吸収するに用ゐる。6のコツクは濃硫酸を充す際に使用するもので、試験中は閉じておく。

Gは吸収管でこの中には無水燐酸を充し、Fから出てくるガス中に猶殘留する水を吸収するに用ゐる。

Hはミツボ・ヴェール吸収器と稱するもので、底にガラス綿 (Glass wool) を敷き、其の上に無水燐酸を入れ (水分吸収用) 更にガラス綿を敷き、其の上にソーダ石棉を上部まで充し、Gから出てくるガス中の無水燐酸を吸収するに用ゐるのである。

Kはカリ球で濃硫酸を充し、ガス通過の速度を観察するに用ゐる。



Lは2個の括栓を連結したもので、其の中の1個は閉閉用とし、他の1個はガスの速度調節に使用するものである。

試 験 法

上記の無水炭酸定量装置の分液漏斗 及分解フラスコ O を空になし、其の他のものには所定の薬品を充し、ミツド・ウエール吸収壘 H を取りはづして秤量したる後、もとの如く連結し、装置の氣密なり否やを檢する爲に、コック全部を閉ぢ、吸引ポンプ (圖面の最右端のもの) を働かせ、括栓 (11)、(12) を開き、カリ球 K に於ける氣泡状態を觀察し、次に括栓 (10) より順次に1つづゝ括栓 (8)、(5)、(3) を開き、其の都度 K の氣泡状態を檢し、装置全部が全く氣密なる様に調節する。

次に試料約 1g を分解フラスコ O 中に秤取し、吸引ポンプを働かせ、括栓 (11) の開きを調節し、括栓 (12) を全開し、括栓 (10)、(8)、(5)、(3) をも全開しカリ球に於て毎秒 2 泡の通過する程度となす。

この調節を終了したる後、括栓 (10)、(8)、(5)、(1) を閉ぢ、更に、ミツド・ウエール吸収壘 H を取りはづし秤量し、この操作を反覆して、H が恒量に達する迄行ふ。毎回の吸引時間は 15~30 分とする。

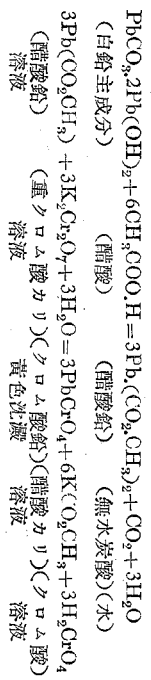
ミツド・ウエール吸収壘 H が恒量となりたる時、括栓 (12)、(5)、(3)、及 (1) を閉ぢ、括栓 (2) を抜き取りて分液漏斗 B 中に鹽酸 (1:1) を充し、括栓 (2) を締め、括栓 (12)、(10)、(5)、(2) 及 (1) を開き、終る後に (3) を開きて、分液漏斗 B 中の鹽酸を徐々に分解フラスコ O 中(この中には、残り試料が秤取してある)に流し入れ、O を静かに加熱し、試料を完全に溶解せしめる。最後に O 中の液を静かに沸騰せしめ、約 30 分の後、括栓 (12)、(5)、(8)、(10) を閉ぢ、ミツド・ウエール吸収壘 H を取りはづして秤量し、再び、これを取りつけて、括栓 (12)、(5)、(8)、(10) を閉

きて吸引し、かくして塩 H が恒量となる迄この操作を反覆し、試験前後の塩 H の重量の差を以つて無水炭酸 (CO₂) の重量とするものである。之より炭酸鉛の百分率を算出すること前述の如くである。

第 7 節 水酸化鉛定量法 Determination of Lead Hydroxide

本方法は白鉛中に存在する水酸化鉛 {Pb(OH)₂} を定量する方法で、白鉛を水醋酸に溶解して得たる溶液 (醋酸鉛の溶液) に適量クロム酸カリ溶液を加へて、白鉛中の鉛全部をクロム酸鉛として沈澱せしめ、この沈澱の量より、鉛の總量を水酸化鉛として表し、之より白鉛中の炭酸鉛 (第 6 節にて定量せるもの) に相當する水酸化鉛の量を減じたるものをも以つて、白鉛中の水酸化鉛の量とするものである。

上記の化學變化を式示すれば次の如くである。



このクロム酸鉛の量より、鉛の總量に相應する水酸化鉛の百分率 A% は次式によりて算出せられる。

$$A\% = \frac{\text{クロム酸鉛の重}(g) \times 0.747 \times 100}{\text{試料の重}(g)}$$

白鉛中の水酸化鉛の百分率は次式によりて得られる。

$$\text{白鉛中水酸化鉛百分率} = A - (\text{炭酸鉛百分率} \times 0.903)$$

試驗法

試料 1g を容量 50cc のビーカーに秤取し、水にて濕し、氷醋酸 10cc を加へて極めて徐々に加熱して溶解せしめる。(この際上式に示す化學變化により無水炭酸のガスを泡出し、溶液を飛散せしめる虞があるから、急激の加熱は避けなければならぬ) かくして充分溶解したる後はあらかじめ、秤量しおきたる濾紙にて、之を濾過し、水にて充分洗滌し、濾紙上の殘渣は不溶性夾雜物の定量用に供する。

濾液及洗液は合して、之にアンモニア水を加へ、アルカリ性となし、更に醋酸にて弱酸性となし、煮沸し、もし不溶解殘渣あらば濾過洗滌し、濾液を加熱して沸騰せしめ、之に 10% の溫重クロム酸カリ溶液 12cc を加へて暫時靜かに加熱すれば、クロム酸鉍の黃色沈澱を生じ、漸次其の色は橙黃色に變ずるに至る。この時加熱を止め、靜置して沈澱を沈降せしめ、其の上澄液を豫め秤量せる石棉グーチ坩堝(備考)中に傾瀉し、水流ポンプにて吸引を行ひつゝ濾過する。ビーカー内の沈澱には熱湯を加へ、暫時放置して上澄液をグーチ坩堝中に傾瀉濾過し、濾液が無色となる迄この操作を繰り返し、次に沈澱全部をグーチ坩堝に移し、アルコールにて洗滌し、更にエーテルにて2回洗滌し、105~110°C の空氣爐中に2時間乾燥し、デシケーターにて冷却したる後秤量する。更に之を同溫度にて1時間乾燥し、冷却後秤量し、かゝる操作を反覆して恒量に達せしめ、之よりクロム酸鉍 ($PbCrO_4$) の量を求め上式により、鉛の總量に相應する水酸化鉛の百分率 A を算出し更に白鉛中に存する水酸化鉛の百分率を算出するものである。

備考 石棉グーチ坩堝の準備

纖維長さ石棉の上等品を使用し、之に濃硝酸を加へ約 10 時間湯煎上にて加熱し、鐵分其の他の可溶性成分を溶解し、其の黃色液を去り、

再び濃鹽酸にて同様に處理し、上澄液の無色となる迄同操作を繰り返し、メツチエ漏斗にて吸引しつゝ濾過し、溫湯にて洗滌し、石棉に附着せる鹽酸を充分に除去する。之を少量の水にて濕し、グーチ坩堝に入れ、吸引しつゝ約 3mm の厚さとなし、其の上に有孔板を置き尙其の上に 1mm の厚さに石棉を敷き 105~110°C の空氣爐中に乾燥し、デシケーター中に冷却後秤量するこの乾燥、冷却、秤量を反覆し、恒量に達したる時の重量を以つて石棉グーチ坩堝の重量とする。

第 8 節 醋酸不溶夾雜物定量法 Determination of Impurities Insoluble in Acetic acid

本試験は白鉛、一酸化鉛につきて行ふものである。白鉛の主成分 $PbCO_3$ 、 $2Pb(OH)_2$ ；一酸化鉛の主成分 PbO はいづれも醋酸に完全に溶解するもので、これに不溶なる部分は之等原料の不純物と見做すべきものである。

測定には、第 7 節或は第 10 節（後にのべる）に於ける定量の際に生ずる醋酸に不溶解なる殘渣を 105~110°C にて乾燥し、冷却後秤量し、之より醋酸不溶夾雜物の試料に對する百分率を求むるものである。

第 9 節 水可溶物定量法 Determination of Impurities Soluble in Water

本試験も白鉛、黄鉛について行ふもので、原料の主成分は、原則として水に不溶なることを要するもので、水に可溶なる成分は不要なる夾雜物と見做すべきものである。

試驗法

試料 5g を秤取し、蒸留水 200cc を加へ、5 分間煮沸し、室溫を冷却し、更に蒸留水を加へて 250cc となし、能く攪拌して濾過する。濾液の最初の部分 100cc を捨て、残りの中より 100cc を重量既知の蒸發皿に採り、之を蒸發乾固せしめ、105~110°C 空氣爐中にて 2 時間乾燥し、デシケーター中にて冷却後秤量し、次式によりて水可溶物の百分率を算出する。

$$\text{水可溶物 \%} = \frac{\text{蒸發殘渣の重量(g)} \times 250}{\text{試料の重量(g)}}$$

第 10 節 一酸化鉛定量法 Determination of Lead Monoxide

本試験は一酸化鉛につきて其の主成分たる PbO の定量を行ふもので、水酸化鉛の定量の場合と同様に、試料 1g を秤取し之を蒸留水にて濕し、36% 醋酸 4cc を加へ、5 分間煮沸し、50cc の熱湯を加へて稀釋し、豫め秤量したる濾紙にて濾過し、水にて充分洗滌し、(濾紙上の殘渣は醋酸不溶雜物の定量に用ゐる) 濾液中の鉛を第 7 節の場合と同様に、クロム酸鉛 PbCrO₄ として沈澱せしめ、其の量を秤り、之より一酸化鉛 (PbO) の百分率を次式によりて算出する。

$$\text{PbO \%} = \frac{(\text{PbCrO}_4 \text{ の g 數}) \times 69.1}{\text{試料の重量(g)}}$$

第 11 節 四三酸化鉛定量法 Determination of Lead Sesquioxide

本試験は鉛丹中の發色主成分たる四三酸化鉛 (Pb₃O₄) を定量するを目的とする。鉛丹の最も純なるものは Pb₃O₄ であるが、通常多少の不純分を含む。不純分としては、PbO の如き鉛の低酸化物も存在する。

試 験 法

試料 1g を秤取し、40cc の醋酸ソーダ溶液を加へ、軽く液を振蕩して、表面に浮遊せんとする鉛丹を沈降せしめ、次に 50cc の $\frac{N}{10}$ チオ硫酸ソーダ (Na₂S₂O₃) 溶液 (備考 1) を加へ振蕩溶解せしめる。この溶解作用には 30~40 分を要する。この際數滴の 5% 沃化カリ溶液を加ふれば、一層容易に操作が行はれる。溶解完全なる後、之に數滴の濃硝酸を加へ、過剰のチオ硫酸ソーダ溶液 ($\frac{N}{10}$) を $\frac{N}{10}$ 沃素液にて滴定し、 $\frac{N}{10}$ チオ硫酸ソーダ液の消費量 (c.c) を求め、之よ

四三酸化鉛の量を求め、其の試料に對する百分率を次式によりて算出する。

$$\text{Pb}_3\text{O}_4 \text{ の } \% = \frac{\frac{N}{10} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 消費量(cc)} \times 0.0343 \times 100}{\text{試料の重量(g)}}$$

備考 1. $\frac{N}{10}$ チオ硫酸ソーダ溶液

結晶チオ硫酸ソーダ約 25g を秤量し、蒸留水に溶解し、若し不溶解物ある時は濾過し、自盛フラスコに入れ、更に蒸留水を加へて 1 liter とす。この液の力價は使用の都度 $\frac{N}{10}$ 重クロム酸カリ液を標準規定液として決定するものである。

備考 2. $\frac{N}{10}$ 重クロム酸カリ液

純結晶重クロム酸カリを白金皿に入れ、極めて徐々に加熱して熔融せしめ、ディンケーター中に冷却し、乾燥せる乳鉢中に碎き、この中より精密に 4.908g を秤量し、蒸留水を以つて溶解して精確に 1 liter とす。

備考 3. $\frac{N}{10}$ チオ硫酸ソーダ液の力價決定法

150~200cc の圓錐フラスコに 10% の次化カリ水溶液 10cc を入れ、之に $\frac{N}{10}$ 重クロム酸カリ液 (備考 2) 25cc をビュレットより注入し、更に稀鹽酸 5cc を加へ、チオ硫酸ソーダ液をビュレットより滴加して、液が藍色を呈するに至りたる時、澱粉液を加へ、沃素液物の消失するに至るまで滴定する。

以上の操作を 2~3 回反覆して精確に 25cc の $\frac{N}{10}$ 重クロム酸カリ液に對するチオ硫酸ソーダ液の消費量を求め、これより $\frac{N}{10}$ チオ硫酸ソーダ液の係数を求める。

備考 4. $\frac{N}{10}$ 沃素液

結晶沃化カリ 20~25g を圓錐フラスコに採り、なるべく少量の蒸留水に溶解し、之に精製沃素 12.7g を加へ、振蕩して溶解せしめ、之を 1 liter の自盛フラスコに洗ひ入れ、蒸留水を加へて 1 liter とす。

この量の一定量をペーカールに採り、澱粉液を指示薬として $\frac{N}{10}$ ナチ硫酸ソーダ溶液をビュレットより滴加して、全く藍色の消失する迄滴定し、 $\frac{N}{10}$ ナチ硫酸ソーダ液消費量より $\frac{N}{10}$ 沃素液の係数を求める。

備考 5. 澱粉液

局鈴著澱粉約 1g 又は可溶性澱粉約 2g に少量の冷水を加へ、烈しく攪拌しつゝ熱湯 200cc 中に加へ、尙暫時攪拌したる後冷却して上澄液を傾瀉法により別に取るか或は上澄液を濾紙にて濾過して使用する。

備考 6. 醋酸ソーダ溶液

結晶醋酸ソーダ約 60g を 5% 醋酸に溶解し、100cc とす。この際不溶物質おらば濾紙にて濾過する。

第 12 節 鉛丹中の夾雑物

本試験は鉛丹中の夾雑物を定量するに用ゐられるもので、試料 5g を $\frac{N}{2}$ 硝酸液及び少量の過酸化水素の混液に溶解し、之を熱湯を以つて稀釋する。もし不溶物あらば濾過し、殘渣をよく洗滌して 105~110°C の空氣爐中にての 2 時間乾燥したる後、デシケーター中にて冷却し、秤量して不溶性の夾雑物の百分率を算出する。

濾液及洗液を合したるものについては、鉛以外の夾物の有無を定性分析によりて檢し、其の著量を檢出したる時は、之を定量し、可溶性夾雑物の百分率を求める。

不溶夾雑物及可溶夾雑物の百分率の和を以つて夾雑物の百分率とする。

第 13 節 レーキ及染料檢出法

レーキ及染料は有機性の着色劑であつて、無機性の顔料とは其の成分及性状を異にする。従つて通常の場合、顔料中にレーキ及染料の存在することを許さないものである。

黄鉛、ベンガラ、黄土に對しては、レーキ及染料に對する檢出を行ふこととなつて居る。

試驗法

試料を 94% アルコール及クロロフォルムにて順次に抽出し、抽出液の着色せざるものを以つて、檢出試驗に合格せるものとす。

第 14 節 酸化鐵定量法 Determination of Iron oxide

酸化鐵粉、ベンガラ、黄土等の顔料は、其の發色主成分として酸化鐵を含むものである。之等に對しては、酸化鐵を知ることが要する。

試驗法

試料約 1g を容量 200cc のビーカーに採り、之に鹽酸 (比重 1.18) 20cc を加へ、加熱煮沸し、不溶物中の暗色斑點消失し、其の色淡くなる迄之を繼續し、次に水にて之を稀釋し、濾過したる後十分に洗滌する。(濾液中に鐵分を含む)

濾液は、必要に應じて之を濃縮し、或は水を加へて 250 cc となし、其の中より 50 cc を採り、鹽酸 (1.18) 10cc 乃至 20cc を加へて加熱沸騰せしめ、次に溶液が無色となる迄鹽化第一錫 (Sn_2Cl_2) 溶液 (備考 1) を滴加し、室温迄冷却し速かに昇汞 (Hg_2Cl_2) の飽和溶液 10cc を加へ甘汞 (Hg_2Cl_2) の絹絲狀沈澱を生ぜしめ、10 分間經過の後之に水を加へ約 500cc とす。

次に硫酸マンガン (MnSO_4) 溶液 (備考 2) 20~25cc を加へ、過マンガン酸カリ (KMnO_4) 標準溶液 (備考 3) にて徐々に滴定し淡紅色が 1 分間消失せざるに至りたる時を以つて終點となし次式に依りて酸化鐵 (Fe_2O_3) を算出する。

$$\text{酸化鐵}(\text{Fe}_2\text{O}_3)\% = \frac{\left\{ \begin{array}{l} \text{過マンガン酸カリ標準溶液 } 100 \text{ cc} \times \left\{ \begin{array}{l} \text{過マンガン酸カリ} \\ \text{標準溶液 使用量 (cc)} \end{array} \right\} \times 5 \times 100 \\ \text{に對する酸化鐵}(\text{Fe}_2\text{O}_3) \text{量 (g)} \end{array} \right\}}{\text{試料の重量 (g)}}$$

備考 1. 鹽化第一錫溶液の調製

鹽化第一錫 50g を鹽酸 (比重 1.18) 100 cc に溶解し、水にて稀釋し、1 liter とする。

備考 2. 硫酸マンガン溶液の調製

結晶硫酸マンガン ($\text{Mn O}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 67g を水 500cc~600cc に溶解し、磷酸 (比重 1.7) 138cc 及硫酸 (比重 1.84) 130cc を加へ、水にて稀釋し 1 liter とする。

備考 3. 過マンガン酸カリ標準溶液の調製

過マンガン酸カリ 5.1g を水 1 liter に溶解し、8 日時間乃至 14 日間静置し沈澱を除き次項に依り之を標定する。

純蓚酸ソーダ 0.4g~0.5g を容量 400cc のピーカーに採り、80~90°C の熱湯 250cc に溶解し、硫酸 (1:1) 15cc を加へ、液温を 60°C に保ち激しく攪拌つゝ過マンガン酸カリ標準溶液を毎分 10~15 滴の割合にて滴加し、滴定の終點に近きたる時最後の 0.5~1.0cc は各滴毎に紅色の全く消失するを待ちて次滴を加へ、紅色の全く消失せざるに至りたる時を以て終點とし次式によりて酸化鐵 (Fe_2O_3) の相當量を算出する。

$$\frac{\text{蓚酸ソーダ (g)} \times 1.072}{\text{過マンガン酸カリ標準溶液 使用量 (cc)}} = \frac{\text{過マンガン酸カリ標準溶液 } 100 \text{ cc に對する酸化鐵}(\text{Fe}_2\text{O}_3) \text{の量 (g)}}{\text{試料の重量 (g)}}$$

本標準液は黒色に塗られたる共口ガラス瓶中に保存する。