

瀝青乳劑に關する國際研究聯合委員會 並に同協定試驗方法の解説

福 島 彌 六

序

現今簡易鋪裝の發達に伴ひ瀝青乳劑の産額及び道路材料としての消費額は歳と共に増加した。瀝青乳劑は元來他の道路材料に較べて特殊の性状を有するものなるを以て此が製法、性質、試験法及び使用法に關する試験並に研究は各國に於て試みられ近來その發展は注目すべきものである。従來歐洲諸國に於ては夙に此れが研究委員會を設け新材料の性状及び試験法に就て相互の研究並討論を行つて居た。本文は此等國際研究委員會の從來の業績を概説し、尙新に制定されたる國際協定試験方法を解説し本邦に於ける瀝青乳劑の研究及び試験の發達に資せんとするものである。

第 1 部 試験法協定に關する國際聯合委員會の業績

従來、歐洲の道路技術者及び道路材料試験者並製造者の間に道路材料として瀝青乳劑は他の材料に比して其本來の性質

より考へ非常に變質し易いものであり、特に氣候風土の影響を蒙ること大で従つて此れが材料試験に就ては充分なる研究考慮の餘地があるものと考へられて居た。一方簡易鋪裝其他乳劑を使用する道路工事の發達に伴ひ其産額が漸と共に増加する現状に鑑み、技術及び經濟上より見ても乳劑の試験法に就て萬國協定による標準方法を制定する事は焦眉の急を要するとの意見を持つ者が多くなつた。

此れが先づ最初の手段として、従來歐洲に於ける各材料試験所で各獨立して試験して居た個々の乳劑試験法及び成績並に試験者の意見を徵する事になつた。

〔ロンドン市萬國石油會議〕 1933年7月ロンドンで開催した萬國石油會議の議題の一部に此れを加へ廣く關係者の意見を蒐め此を論議して統轄した。此れに關係せる技術者及び製造協會としては L. Kirschbaum 氏(米)、P. Le. Gavrian 教授(佛)、O. L. Mc Kesson 氏(米)、L. Meunier 氏(佛)、E. Ohse 氏(獨)、Axel Riis 氏(丁)、I. Vandone 氏(伊)、H. Weber 氏(獨)及び Road Emulsion and cold Bituminous Roads Association (英)、Syndicat des Fabricants d'emulsions Routières de Bitumes (佛)等が其意見書を提出し、然して J. Bellanger, W. Clayton, L. G. Gabriel, F. H. Garner, H. Mallison, F. J. Nellensteyn, E. Ohse, A. Osborn, Axel Riis 及び Tenniz 氏等が此の問題に就て討議をした。

此結果 E. G. Wace 氏 (Road Emulsion and Cold Bituminous Roads Association の代表) 及び J. Mathieu 氏 (Syndicat des Fabricants d'Emulsions Routières de Bitumes の代表) の兩氏が其決議を求め滿場一致により次の事項を議決した。即ち、道路鋪裝用瀝青乳劑の基本的性質に就ては關係者一般に意見の相違は無いが唯其材料の試料方法の一部に就ては少しく考への相違がある、然し討議の結果今後乳劑に關して協同試験を行ふ事に依つて其相違は容易に解決されると

考へられる故に結局此種の乳劑の國際協定試驗方法の設立は可能な事項であり直に實行問題に移さるべきものであると云ふ事になつた。

1934年1月E. G. Wace氏より Syndicat des Fabricants d'Emulsions Routières de Bitumes (佛)、Arbeitsgemeinschaft der Bitumenindustrie E. V. (獨)、N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij (和)、Federazione Nazionale Fascista Industrie Chimiche de Affini (伊)、Department of Highways Washington, D. C. (米)及び Asphalt Association, N. Y. (米)等の關係者に同一の乳劑試料に就て次の項目を協同試驗する事を申合した。即ち試驗項目は、

- (1) 水分含有量測定試験 (Water content)
- (2) 均等度測定試験 (Homogeneity or Spraying Quality)
- (3) 粘度測定試験 (Viscosity)
- (4) 分解試験 (Lability)
- (5) 低温安定度試験 (Resistance to Low Temperature)

である。此の内、分解試験 (Lability Test) は英國の Road Emission and Cold Bituminous Road Association にて研究考案されたもので實際の乳劑使用の場合道路上にて乳劑が分解する度合を試験するに最も確實な方法と考へられたので此を追加した。乳化劑含有量の測定及び瀝青物質の迴收試験等は斯の如き協同比較試験に際して行ふには未だ方法が不備であり、又分散度檢定試験は其装置に多額の費用を要し一般に操作が煩雜であり且つ此等の試験は一般材料比較試験にはあまり必要としない故に除外した。斯くして1934年5月5日に上述關係者に乳劑試料送附の事務を終り凡そ6週後に其試験

成績を各地より蒐集した。

〔フラツセル市乳劑成績検討委員会〕 1934年8月13日にベルギーのフラツセル市に於て其成績の検討委員会を開催した。此委員会には英獨佛及び和蘭の4ヶ國の委員が出席し伊國及び米國の委員は出席しなかつた。

此試験成績は第2表である。(第2表参照)。此成績は豫想以上に満足なものであつたが佛代表は委員會の席にて此協定試験法案は同國産の或る特殊の乳劑には適用し得ることの疑問なるを述べ此れに賛成する事を躊躇した。

此處に於て此問題を解決する爲め其の乳劑試料を Road Emulsion and Cold Bituminous Roads Association, Arbeitsgemeinschaft der Bitumenindustrie E. V., N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij 及び F. I. Nellenstejn 氏の許に送附して再び試験を行つた。此成績は第3表である。(第3表参照)。此表より明なる通り、其成績は普通の乳劑を試料とした場合と同様に可成に一致した結果を得たので試験方法の一部に就て特に變更を行ふ必要を認めなかつた。

〔ミュンヘン市瀝青乳劑委員會〕 斯くて、獨國ミュンヘン市に於て、同所にて開催される世界道路會議(1934年9月)の開催前に委員會を開き其決議事項を世界道路會議に提出する事にした。此委員會に於ける出席者及び決議事項は次の通りである。出席者。E. G. Wace (英) 坐長、Axel Riis (丁)、M. Mathieu (佛)、Temme (獨)、Garner (英)、Gabriel (英)、Nellenstejn (和)、Greutert (和) の諸氏。

決議事項。道路技術者の見地より見て道路舗装用アスファルト乳劑 (Asphaltic bitumen Emulsion) の試験には次の試験事項を行ふ事を推薦する。

- (1) 適當なる溶劑を用ひて蒸留による水分含有量の定量試験。

(2) 乳劑分散系の不均等度の測定。適當なる篩を用ひ乳劑を濾過し篩上に殘留する乳劑中の粗い微粒子の量(%)を定量する。

(3) 貯藏安定度試験。

(a) 短期貯藏安定度。豫め規定せる篩にて濾過した乳劑を容器に採り7日間靜置し、後再び篩にて濾過し篩上に殘留せる瀝青物質の量を定量して此期間中に凝結した粗粒子の量を測定する。

(b) 長期貯藏安定度。乳劑を大形容器中に採り3ヶ月間靜置し然る後、此期間中に瀝青物質の凝結物を篩別して更に乳劑中の水分を測定する。

(4) 低溫度に於ける乳劑の凝結を試験する。(此場合、冷却により乳劑を完全に凍結固化せしめざる程度とする。)

(5) エンゲラー粘度計を使用し、20°Cに於ける乳劑の比粘度を測定する。

(6) 乳劑を攪拌して水分を蒸發し實際道路上に於いて水分の蒸發による乳劑分解の度を試験する。

上述の決議事項は歐洲諸國及び米國の専門家によつて充分に討議して意見の一致を見たもので、會議の後實行委員の手に移し其の試験方法に關する詳細なる事項を報告する事になつた。斯くして道路舗裝用アスファルト乳劑の國際協定の標準試験方法案が作製された。此れは將來瀝青乳劑の技術及び萬國道路會議に一進歩を促す事になり、且つ其成立に關して歐洲にては主に英國の E. G. Wace 氏の卓越せる指導並に研究又米國にては J. S. Miller 氏 (Technical Bureau of Baber Asphalt Co.) の熱心なる協力に負ふ所大なるものである。

〔パリ市瀝青乳劑研究委員會〕 1935年6月20~21日。此協定試験法案はミンペン市に於ける第7回世界道路會議(193

4年9月)にて論議された後、其次議に基き次に記載した如き新に設けられた國際委員によりパリ市國際道路事務局で委員會を開き試験項目(1)~(6)に就て再の討議され一部の修正及び追加事項を決議した。此決議事項は次のものである。

I. 試験(1)~(5)に就ての試験方法は之を採用し尙試験採取方法を定めて追加する要がある。

II. 試験(6)に關しては委員會は試験目的を重要視し其試験結果が一致すべきものなるを希望したが多くの實驗室では之が適當なる方法を作成し得なかつた。依つて異なる試験者によつて常に一致した結果を得る様な試験方法の作成に關する研究の重要なるを認め英・佛・和・丁國の小委員により此を研究調査する事を決定した。従つて試験(6)は其方法の詳細に就ては未だ研究調査中のものである。

III. a. 長期貯藏安定度試験は長期間に於ける乳劑の安定度を適當に指示するものたるを要するので平均試料の試験に際しては一定の容器を制定する要がある。

b. 粘度試験は路面に膠着する瀝青物質の膠着性及び其強さを決定するものでなく指示すらするものに非ず。

c. 採取すべき乳劑試料の數及び試験結果の指示する範圍を制定すべき要がある。

d. 現今の道路技術の程度より見て試験(1)~(5)は道路舗裝用マニファクト乳劑特に塗裝及び撒布又は透入用乳劑の試験として適當である。然し委員は乳劑の他の性質を試験する新試験方法の設定に關する研究の重要なるを認め、殊に其安定度より乳劑の分類に關する試験及び特に安定な乳劑の安定度の決定並に低温に安定なる乳劑の試験等に一層研究を要すべき意見を有す。

〔瀝青乳劑研究國際委員〕 1935~1936年

白耳義 Van Volson

丁 抹 Ib Hyrdberg

佛蘭西 Jeannin

Schwartz

Anéke-Mannheim

G. Mathieu

Malette

獨 逸 W. Geissler

英利西 E. G. Waele

Garner

和 蘭 F. J. Nellensteyn

Limberg

伊太利 I. Vandone

E. Martinez

瑞 西 M. Schläpfer

國立道路試験所の化學技師

土木總監 (パリ市)

土木技師 (ムラン市)

土木技師 (パリ市)

巴里瀝青乳劑製造組合委員會の會長

橋梁道路學校化學試験部の前主任

ドレスデン工學大學教授

瀝青乳劑及びアスファルト道路會の會長

國立道路試験所の所長

道路試験所の所長 (ミラン市)

道路試験所技師 (ローマ市)

モウリツヒ工業大學教授

第 2 部 國際協定瀝青乳劑試驗法

試験第 1. 水分の定量 (Water content)

キシロール蒸溜法

〔目的〕 此試験の目的は瀝青乳剤の水分を精確に定量せんとするものである。其方法は、瀝青乳剤に豫め性質を規定した揮発性溶剤（或は稀釋劑）と混じ此混合物を蒸溜して水分を完全に溶剤と共に溜出せしめ之を自盛受器に受け其水分の容積を讀み其より水分の重量を求めるのである。

〔装置〕 此蒸溜装置は次の各部よりなる。

(1) 硝子製蒸溜フラスコ。容量 500cc、英國 I. P. T. F. O. 14 規定。

(2) 冷縮器。リービッヒ式冷縮器、長さ 40cm、I. P. T. F. O. 14 規定。

(3) 自盛受器。容量 25cc、自盛刻度 1/10cc、自盛精度 0.05cc、I. P. T. 規定。

〔溶剤或は稀釋劑〕 a. キシロール $C_8H_{10}(OH)_2$ (オルソ、メタ、及ピペラの混合物)

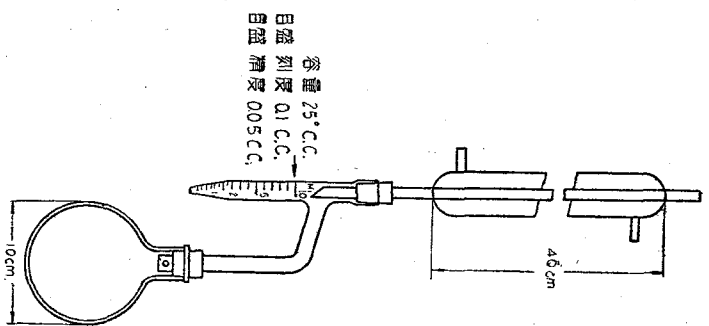
比重 (15/15°C) = 0.860~0.863, 沸點 = 138°~142°C

b. 純トルオール $C_6H_6(CH_3)$

比重 (15/15°C) = 0.870±0.002, 沸點 = 110°±1°C

c. 純ベンゾール 1 容：キシロール 4 容の混合物。

溶剤の種類としては上記 3 種を使用し得る。



第 1 圖 水分定量装置

〔蒸留方法〕 蒸留フラスコ⁽¹⁾に乳劑 30~40grs を採り其量を正確に秤置して置き、此れに溶劑 40~50c.c. を加へ良く混和し此れに KHSO_4 ⁽²⁾ (熔融物) 0.5gr 及び數個のガラス小球を添加し充分に攪拌混和した後蒸留を始める。豫め自盛受器には、水分が凝縮した場合に明瞭にして讀取り易い界面 (Meniscus) を作る爲め苛性曹達 10% 溶液 5c.c.⁽³⁾ を精確に入れて置く。蒸留は砂溶上にて水分が完全に溜出し終るまで之を行ふ、即ち溜分に水分を含まず全く清澄になり受器中の凝縮水分が 10 分間少しも増減せざる程度とす。更に冷縮器の管壁に附着せる水分を完全に追出す爲めに加熱を數分間續け然る後加熱を休め全装置の冷却するを待つ。装置が常溫に冷却してより凡そ 15 分後、受器中の全水分の容量を讀取る、此場合豫め入れて置いた苛性曹達液の 5c.c. を其全容量より差引く事を要する。斯くして定量した水分は之を重量に換算し試料乳劑に對する重量百分率を以て表す。

〔誤差許容範圍〕 乳劑に對する百分率にて $\pm 0.25\%$ ⁽⁴⁾ である。

〔備考〕 (1) 試験に先だち自盛受器及び蒸留フラスコはクロム酸液次に蒸留水にて充分に洗滌し更にアルコールにて水分の痕跡を除き然る後完全に乾燥して使用するを要す。

(2) 酸性硫酸加里 KHSO_4 は豫め熔融したものをを用ふ。

(3) 受器中には苛性曹達 10% 溶液 5c.c. を豫め精確に入れ溜出油分と水分の間に明瞭なる界面を作る事を要す。

(4) 英國代表 W. aoe 氏は此數字は將來 0.50% と修正すべきことを主張した。

試驗第 2 乳劑の不均等性の測定 (Inhomogeneity of dispersion)。或は標準篩濾過試験

〔目的〕

此試験の目的は、乳剤中に分散せる瀝青質微粒子の或る大きさ以上のもの量を測定するものにして、一定容の乳剤を規定標準篩によつて濾過し篩上に残留せる瀝青物質の量を測定するものである。

〔器具〕

此に使用する篩は径 40mm の丸形篩にして英國標準篩⁽¹⁾ (British Standard Mesh) 第 100 番を使用す。此れに近似の篩⁽²⁾として、獨逸標準篩 (D. I. N. 1174) 40 番及び米國標準篩 (A.S.T.M.) 100 番を使用するも差支へない。

豫め篩はベンゾール或は揮發油を以て洗滌し一度乾燥し然る後アセトンにて洗滌し最後に蒸溜水にて充分洗滌して置く。

〔濾過方法〕 乳剤 100g. を採取し、別に豫め標準篩を秤量し置き、此をオレイン酸加里 2% 溶液を以て濕したものに乳剤を濾過する。此場合に篩中の乳剤の層は成るべく一様に保つ様にし又濾過を容易ならしむる爲めに篩を軽く叩く事は差支へない。

濾過が終つた後再びオレイン酸加里 2% 溶液を以て篩上に残つた乳剤の餘分を充分に洗滌し更に蒸溜水にて石鹼のなるまで洗滌する。篩は真空乾燥器中にて乾燥し後之を秤量する。

濾過前の標準篩の重量を P_{gr} 、濾過後の重量を P'_{gr} とすれば、 $P - P_{gr}$ は篩上に残留せる瀝青物質の量を表すものである。試験の結果は乳剤 100g. 濾過により篩上に残留せる瀝青物質の重量 (gmm) を以て表す。但し此場合残留瀝青物質の量 $\leq 0.1gr$ の時は、篩上残留瀝青物質 $\leq 0.1gr/100g.$ 乳剤として其結果を表して置く。

〔備考〕 (1)~(2) 英、米、獨の標準篩の規定を第 1 表 A. B. C に示す。

英國標準篩目 第 1 表 (A) 英國標準篩 針金の徑 (d)

P. inch. lin.) 番號	開口 (D)		針金の徑 (d)		篩目數 P. cm. lin. $\left(\frac{10,000}{1+d}\right)$
	inch.	mm.	inch.	mm.	
10	0.0660	1.676	0.0340	0.864	3.95
22	0.0275	0.699	0.0180	0.457	8.75
30	0.0197	0.500	0.0136	0.345	11.8
44	0.0139	0.353	0.0088	0.224	17.5
60	0.0099	0.251	0.0068	0.173	23.5
72	0.0082	0.211	0.0056	0.142	28.0
85	0.0070	0.178	0.0048	0.122	33.5
100	0.0060	0.152	0.0040	0.102	39.5

第 1 表 (B) 英國標準篩 針金の徑 (d)

P. inch. lin.) 番號	開口 (D)		針金の徑 (d)		篩目數 P. cm. lin. $\left(\frac{10,000}{1+d}\right)$
	inch.	mm.	inch.	mm.	
120	0.0049	0.124	0.0034	0.086	47.5
150	0.0041	0.104	0.0026	0.066	59.0
170	0.0035	0.089	0.0024	0.061	67
200	0.0030	0.076	0.0020	0.051	79
240	0.0026	0.066	0.0016	0.041	93
300	0.0021	0.053	0.0012	0.030	120

英 標

20	0.0331	0.840	0.0165	0.420	7.9
30	0.0232	0.590	0.0130	0.330	10.9
40	0.0165	0.420	0.0098	0.250	15.0
50	0.0117	0.297	0.0074	0.188	20.5
60	0.0098	0.250	0.0064	0.162	24.5
70	0.0083	0.210	0.0055	0.140	28.5
80	0.0070	0.177	0.0047	0.119	34
100	0.0059	0.149	0.0040	0.102	40
120	0.0049	0.125	0.0034	0.086	47.5
140	0.0041	0.105	0.0029	0.074	56
170	0.0035	0.088	0.0025	0.063	66
200	0.0029	0.074	0.0021	0.053	79
230	0.0024	0.062	0.0018	0.046	92.5
270	0.0021	0.053	0.0016	0.041	106
325	0.0017	0.044	0.0014	0.036	125

第 1 表 (O) 獨逸 DIN 規定篩 DIN 1171

篩 番號	開口 (O) mm.	針金の徑 (d) mm.	篩 目 數 j. cm ²
4	1.5	1.00	16
5	1.2	0.80	25

6	1.02	0.65	36
8	0.75	0.50	64
10	0.60	0.40	100
11	0.54	0.37	121
12	0.49	0.34	144
14	0.43	0.28	196
16	0.385	0.24	256
20	0.300	0.20	400
24	0.250	0.17	576
30	0.200	0.13	900
40	0.150	0.10	1600
50	0.120	0.08	2500
60	0.102	0.065	3600
70	0.088	0.055	4900
80	0.075	0.050	6400
100	0.060	0.040	10000

試験第 3 貯藏安定度試験 (Storage Stability)

(a) 短期貯藏安定度の測定法

〔目的〕 此試験の目的は、乳劑を短期間(7日)一定の容器中に貯藏し、然る後、試験第2により其の不均衡性を測定し此に依つて其安定度を試験するものである。其方法は一定量の乳劑を一定期間靜に貯藏し然る後試験第2の篩濾過試験を

行ひ此期間中乳劑の變質に依つて生じた不均等性を篩上に殘留した滙青物質の重量を測定して其安定度を表すものである。
 【方法】 乳劑 100c.c. 以上を採取し先ず試験第2の方法により乳劑を濾過する。此濾過乳劑 100c.c. を清淨にして乾燥せる硝子製圓筒 (内徑 2.5cm, 乳劑液面までの高さ 20cm) に靜に入れ栓をして溫度變化の少い室に7日間靜置して置く。7日後此乳劑を前同様に濾過試験を行ひ篩上に殘留せる滙青物質を秤量し、此れにて短期貯藏安定度を表す。

(b) 長期貯藏安定度測定法

【目的】 此試験の目的は、乳劑を3ヶ月間貯藏して、其の後に乳劑を濾過し次に水分の含有量を測定し其増量により此期間中の乳劑の安定度を比較するものである。

【方法】 乳劑を容量凡そ 100 $\frac{1}{2}$ (約 20 ガロソ) の圓筒形容器に採り試験第2の方法により其水分を測定し容器に栓を良くして之を溫度變化の少い室に3ヶ月間靜置する。3ヶ月後乳劑を良く攪拌して規定の方法により試料を採り試験第2法に従ひ英國標準篩第 25 番⁽²⁾ (或は 22 番) を使用し篩濾過試験を行ひ然る後試験第1法により水分の測定を行ふ。

【誤差許容範圍】 $\pm 0.5\%$ (乳劑に對する百分率)

【備考】 (1) 英國委員より凝結した滙青物質の除去に關して一規定を設くべき要求があつた。篩は第 25 番を使用するを良しとする。

(2) 此標準篩に近似のものとして、獨逸 DIN 規定篩 (D. I. N. 1171) 第 10 番及び米國 A. S. T. M. 規定篩第 30 番を代用する事も差支へない。

試験第 4 低溫安定度試験 (Test for conglutination at low temperature)

〔目的〕 此試験の目的は乳劑を -4°C に冷却した場合に其の安定度の状態を試験するものである。先ず乳劑を 50°C に温め次に極めて徐々に -4°C 迄冷却し此温度で三十分間冷却する。其後乳劑を徐々に室温に戻し次に英國標準節第 25 番⁽¹⁾ (或は近似の篩として 22 番) を使用し濾過試験を行ひ篩上に残留せる瀝青物質を定量する。

〔器具〕 試験管 長さ 150mm, 内徑 25mm, 温度計 -10°C 以下まで目盛せるもの。此試験管にコルク栓を締め此れに温度計を挿入する。

〔方法〕 乳劑 20g. を試験管に採り、靜に攪拌しながら此れを 50°C の温水中に入れて加温し其の温度を正しく 50°C にする。次に、管を温水より取り出し細く砕いた氷を満たせる 600g. ベーカー中に挿入して冷却した後食鹽を投入して第一寒劑の温度を $-1^{\circ}\sim-1.5^{\circ}\text{C}$ に保ち乳劑を攪拌して 0°C に冷却する。更に試験管を氷及び食鹽を満し温度 $-3^{\circ}\sim-4^{\circ}\text{C}$ なる 600g. ベーカーの第二寒劑中に挿入し靜に 30 分間冷却する。此間温度計は管壁に附着させない様に注意する。冷却後、乳劑を靜に取出し其温度を徐々に常温に戻し、内容物を良く攪拌して英國標準節第 25 番を用ひ試験第 2 法に従ひ之を濾過し、然る後篩を秤量にして篩上に残留せる瀝青物質を定量する。

〔誤差許容範圍〕 0.1gr/100g. 乳劑。

〔備考〕 (1) 此篩に近似のものとして、獨逸 DIN 規定篩 (D. 1. N. H71)

第 10 番 (第 1 表 (C) 参照) 及び米國 A.S.T.M. 規定篩第 30 番 (第 1 表 (B) 参照) を代用するも差支へない。

試験第 5 粘度の測定 (Viscosity)

〔目的〕 此試験の目的は、乳劑を使用する際に必要なる工學的性質の粘度を測定するものにして、其試験は一定量の乳

劑が規定の溫度及び條件の下で規定粘度計の流出口を流出するに要する時間（秒）を測定する。

〔装置〕 (1) 標準エンゾグラー粘度計⁽¹⁾

(2) 溫度計（目盛 10～50°C）2個

(3) 硝子製受器（容量 200c.c. 20°C）

(4) 秒時計

〔粘度計の補正或は水價の測定〕 試験に先ち粘度計の水價（Water Value）を測定する。

水價は粘度計に蒸溜水を滿し（内壁の3個の金屬突起の尖端まで）20°Cに於て 200c.c. が流出する時間を以て表す。

先づ水價の測定には粘度計の内壁及び流出口はエーラル或は揮發油、次に數回アルコール最後に蒸溜水で充分に洗滌し、粘度計を正しく水平に置き堅木の栓を挿入し 20°Cの蒸溜水⁽²⁾を粘度計内に注入し其水面を内壁の3個の金屬突起の尖端に略一致させる。

此際外側の水浴の溫度を調節して内器中の蒸溜水の溫度を 20°Cに保つて置く。次に木栓を靜に上げ數滴を流出し流出口の内部及び出口を蒸溜水で良く潤しピペットにて内器中の蒸溜水の餘分を吸取り其水面を3個の金屬突起の尖端に正確に一致させる。斯の如く準備した後、水面を擾亂しない様に注意して木栓を抜きその直下にある受器中に流出せしめ秒時計に依つて正確に 200c.c. の流出に要した時間（秒）を測定する。

此操作は數回繰返して行ひ、其3回の結果時間に 0.5秒の差異無く終も其水價に減少の傾向を認めざる場合は此れによつて第1回の試験を終る。粘度計及び附屬容器は再び完全に洗滌し同様に同じ試験を數回行ふ。其結果が第1回試験の場合

合と一致した時は更に繰返す必要はないが若し一致しない場合は流出時間が一定する迄試験を繰返す。

斯くて最後の2回の補正試験より得たる6個の流出時間(秒)の平均値を探り此を流出時間と定める。然して、其値は47~53秒の範囲にあるを必要とする。

〔試験方法〕 先づ乳劑は英國標準第25番⁽³⁾を用ひ濾過し温水中にて20°C⁽⁴⁾に均等に温め、一方粘度度計の水浴を20°Cに保ち然る後粘度計中に乳劑を入れ其乳劑面を内壁の金屬突起の尖端と正しく一致させる。

此場合粘度計は正しく水平にある事を必要とする。粘度計の水浴及び乳劑の温度が正確に20°Cを保つた後、乳劑を流出させ其200c.c.が流出する時間(秒)を測る。此等の試験の結果

a.....20°Cに於ける蒸溜水 200c.c.の流出に要する時間(秒)

b.....20°Cに於ける乳劑 200c.c.の流出に要する時間(秒)

とすれば、20°Cに於ける乳劑の比粘度($E_{20}^{乳劑}$) = $\frac{b}{a}$ で表はされる。

此測定に際し乳劑は流出中出来るだけ温度を下げざる様及び受器に沿つて流し泡立たせない様又は粘度計中に凝結を起さざる様に充分の注意をする必要がある。

同一試料に就て3回の測定をなし其平均値を探る。若し其測定値の最大及び最小値が平均値に對して5%以上の偏差があれば斯に試料を採取して測定をする。其測定が終つた度に、粘度計の内部は蒸溜水にて洗滌し餘分の水を吸取紙にて拭ふ。又流出口は溶劑で濕した吸取紙で充分に洗滌し後吸取紙で拭ひ良く乾す。粘度計の水浴を瓦斯で加熱する場合には、流出口の底部に水分が附着して測定に誤を生ずる事ある故に注意を要する。乳劑の分散粒子が粗いか或は一部分解して流出

口を塞ぎ完全なる流れを生じない場合には、乳劑を英國標準篩第 25 番で濾過した後、更に同第 60 番篩⁽⁴⁾ (第 1 表 (A) 参照) により濾過して之を行ふ必要がある。

〔誤差許容範囲〕 ± 5% (平均値に就いて)

〔備考〕 (1) 標準エンゾグラー粘度計は第 2 圖に示す。

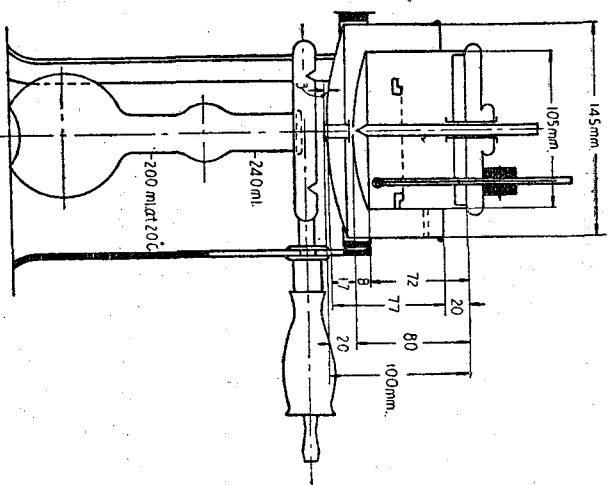
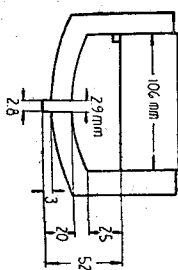
(2a~2d) 蒸留水及び乳劑の溫度を正確に一定溫度に保つには溫度調節器の完備せる恒温槽を使用するを要す。

(3) 前記の事項参照。

(4) 共に近似の篩として獨逸規定 (D.I.N. 1171) 24 番及び米國規定 (A. S. T. M) 第 60 番篩を代用するも差支ひない。

試験第 6 (案) 乳劑使用の場合、或は
路面上の乳劑の分解試験

(Rate of break of the Emulsion on the road or
Lability of uses)



第 2 圖 標準エンゾグラー粘度計

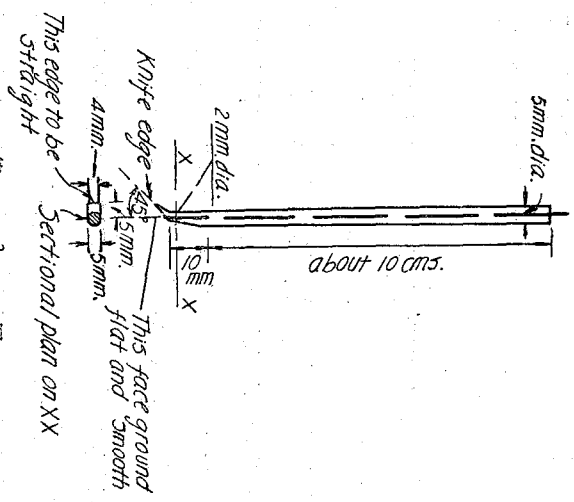
〔目的〕 此試験の目的は撒布或は透入による路面處理の乳劑使用時に際して乳劑が路面にて分解する程度を試験するものである。従つて、此方法は主として路面處理並に撒布用乳劑の試験に用ひ混合合法用乳劑の如き、或は一般に安定度の良い乳劑の分解試験に應用する事は出来ない。

〔方針〕 一定量の乳劑を攪拌しつゝ之に氣流を吹きつけて水分を蒸發して濃縮する。斯くすると或る時期に乳劑が凝結 (Coagulation) し始める即ち、瀝青物質が分離して之は最早蒸溜水中に分散しない状態になる、此場合に乳劑の水分を定量する。即ち此の場合乳劑中の水分の量が少い程乳劑の凝結に多くの水分の蒸發を要する事になり路上に於ける乳劑の分解には時間が長くなる事になる。

〔器具〕⁽¹⁾ 高約 2.5cm 徑 3cm の磁器製坩堝、1個。(2) 長 4cm 徑 2mm の硝子棒 1個。(3) 長約 10cm の硝子棒 1個、寸法は第3圖の通り。(4) 硝子板 1個。此は先ず揮發油にて良く洗滌し、乾し、次に石鹼液にて濕し布で拭つて清淨にして置く。(5) 乳劑に氣流を吹きつけるに用ふる内徑 4~5mm の硝子管 1個。

〔方法〕 約 1gr の乳劑を磁製坩堝に採り溫度 18~20°C に於て硝子管より靜に氣流を吹付けつゝ攪拌しながら乳劑の水分を蒸發して此を濃縮する。斯くすると約 30~40 後に乳劑は凝結し始める。此場合乳

第 3 圖



第 3 圖

劑に吹付ける空氣は特に乾燥する必要なく又濃縮操作中に乳劑は常に均等状態を保つ様にし表面に被膜の生成及び坩堝壁に附着した部分が分解しない様に良く注意する。斯くして凝結が將に始まらんとする適當な時期に空氣の吹付を止め内容物を均等にして其小量を取り出し硝子板上に載せ且つ凝結の終點を明瞭に見る爲め板の下に白紙を布く。硝子板上に乳劑は圖の如き硝子棒を用ひ故意に乳劑の凝結を起さない様に注意しつゝ靜に硝子面に磨りつけ同時に數滴の蒸溜水を添加して磨る。乳劑の凝結現象は此稀釋乳劑に凝結した滯青物質が塊状をなして生成するを肉眼で正確に識別する事に依て判斷する。若し乳劑が未だ充分に濃縮されず其小量を硝子板上に磨りて凝結現象が確認されない場合は更に坩堝内の乳劑に空氣を吹付けて水分を蒸發し再び其小量を硝子板上に磨り凝結が確認されるまで濃縮する。斯くて凝結現象が確認された後、坩堝中の乳劑を徑 2.5~4cm の豫の秤量した蓋附の金屬製蒸發皿に移し秤量し、更に 105~110°C に 1~1/4 時間恒溫爐中に加熱して水分を完全に除き、冷却後再び秤量する。斯くして濃縮せる乳劑の水分を測定し之を濃縮乳劑に對する百分率(%)で表す。

此試驗は 3 回行ひ其平均値を採り、各の測定値が平均値に對し 10% 以上の差異なき事を要する。

〔備考〕 (1) 總て試験器具は充分に清淨なるを要し塵埃等の全く附着せざるを要す。

附 錄

〔試料の採取法〕

乳劑の試料は乳劑が試験所或は材料試験室に送附されたる後直に採取し試験はすべて溫度の變化の少ない場所にて行ふ。

3~5 個の試料を採取し此等は成るべく全體の平均試料を代表して居る様にする。試料を入れる容器は充分清淨にして乾きたるもので之に良く栓をなし、容量 2lit 以上のものが宜しい。試料の採取に際し平均試料を得るには次の如く行ふ。

(a) 乳劑運搬槽車より採取する場合。

槽車より乳劑を取出す場合には常に同一部分より同量の試料 3~5 個を採取する。先づ採取の最初に最初の部分の試料を終りには最後の部分の試料を夫々採取する。

次に此等の試料を互に混和し混合物を作り、再び此より試料を取つて平均試料として試験に供する。

(b) 鐵製フラム或は木製樽より採取する場合。

フラム或は樽は轉すか或は棒で良く攪拌したる後内容物を他の清潔な容量に移し此處で良く攪拌して均等に混合する。混合終りたる後手早く數個の試料をサイホン或は汲取器を用ひて採取り再び各を合一して混和し此を平均試料として試験に供する。

〔國際協定試験法による乳劑の試験成績〕

英・獨・佛・和及び米國の各試験所にて此方法に準じて同一試料の乳劑に就て試験した成績は次表の通りである。(註A 驗施行期日 6 月 5 日~8 月 13 日, 1934)

第 2 表

試 驗 項 目	國 名	英 國	佛 國	獨 國	A	N	和 蘭 (1)	米 國
試驗番號 第 2	B. S. 100 番箱 濾過殘留物 (57/100c.c.)	0.04	0.12	0.07	0.07	0.02	0.05	0.05
								0.04 (2)

項目	短期貯蔵安定度 凝結懸青物質 (Gr/100c.c.)	低温安定度 凝結懸青物質 (Gr/100c.c.)	水分含有量 (%)	エングラー度 (E°) 20°C	分解試験 (%)		
第 3a	0.003	—	—	0.02	0.01	—	—
第 4	0.00	0.45	0.00	0.00	0.00	0.03	0.2
第 1	43.4	44.0	43.2	44.39	44.27	44.0	43.6
第 5	3.92	5.5 ⁽²⁾	3.6	3.98	4.05	4.1	4.1
第 6	16.0	16.0	17.0	28.15 ⁽³⁾	29.90 ⁽³⁾	16.5	18.14
							9.15 ⁽⁶⁾

〔註〕

- (1) A. Amsterdam, N. Nellensteyn 氏による試験である。
- (2) 標準エングラー粘度計を使用せざるもの。
- (3) 終點の確認明かならず濃縮操作を繰返すべきもの。
- (4) 米國標準第 100 番篩 (開口 0.149mm) を使用したるもの。
- (5) 米國標準第 30 番篩 (開口 0.59mm) を使用したるもの。
- (6) 終點の確認を誤りたるもの。

更に、別種の同一試料に就て英國、佛國及び和蘭の乳劑製造會社の試験室にて行はれたる試験成績は第 3 表である。

第 3 表

試験項目	國 名		和 蘭 (1) B.P.M	佛 國
	1 英 國	2 佛 國		
試験番号 第 1	水分含有量 (%) 49.2	水分含有量 (%) 48.5	N. 48.4	49.3
第 5	エングラー度 (E°) 20°C 2.40	2.46	2.5	2.4
第 2	B.S. 100 番篩 濃過殘留物 (Gr/100c.c.) 0.12	0.14	0.04	0.1
第 4	低温安定度 凝結懸青物質 (Gr/100c.c.) 0.00	0.00	0.20	0.03
第 6	分解試験 (%) 21.0	21.2	21.6	20.8
				18.6

〔註〕 (1) N. Nellensteyn 氏 B.P.M. Bataviafche Petroleum Maatschappij 會社の試験によるものである。