

びマルトースのブチール、マーカプタールを何れも晶狀に得たり。

一、ザイロース及びフラクトースは定性的にマーカプタールを生ずるも晶出し能はず。

一、ラクトース、サツカロース、及びマルトースに就てはフィシャー氏はエチール、マーカプタールは晶出し得ざりしも正ブチール、マーカプタールは晶狀として得られたり。

一、各マーカプタールは一定の融點及び比旋光度を有するに依り糖類の檢出に應用し得べし。

著者は分析を行はれたる故加門甚三氏及び物理的恒數の測定を煩はしたる村山鐵造氏に謝意を表す。

(金澤高等工業學校應用化學教室)

新水分定量装置及其實驗成績

理學博士 加 福 均 三

一、緒 言

水分の定量は、多くの場合に甚必要なるは、云ふを俟たざる處なるが、然かも取扱ふ物質によりては其操作甚しく困難にして、最大の注意と深甚なる經驗とを必要とす。著者は大正十二年中石炭タール中の水分の定量を行ふ必要を生じ在來の各種の方法により (Payne: *J. Amer. Chem. Soc.* (1903) XXV 814; Maywald: *Chem. Tech. Analyst*; Becker: *Chem. Zentrbl.* (1902 ii) 1279; Senger: *Chem. Zentrbl.* (1902 iii) 1435) 是を施行したるに其何れも稍々不一致なる結果を與へ果して何れに信を置くべきかに就て

疑を生じ再三之を繰返したるも其成績は常に不一致勝にして、何れも信頼するに足れりと認むべきもなく、苦心の結果偶自己の創案にかゝる装置を案出し、此装置を用ゐて、該石炭タールの水分定量を行ひたるに其結果は豫想以上の美しき成績を呈したり。更に該装置は一般の水分定量に應用し得べきを知り直ちに幾多の他の物質につき之を試みたるが、殆凡ての場合に於て甚満足なる結果を與へたるを以て次に之を摘録し同學の參考に資す。

二、装置の要領

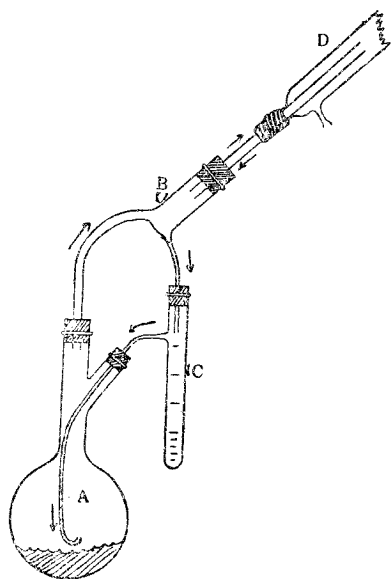
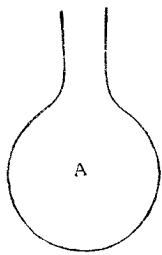
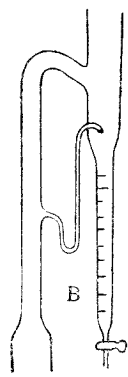
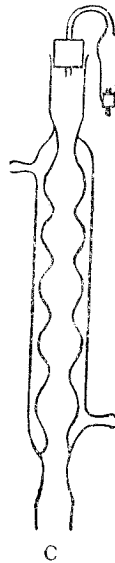


圖 一 第

本装置は要するに檢體とトルオール若くはキシロールを入れたるフラスクと、之に附帶する逆流冷却器との中間に特殊の構造を有するアダプターを挟み逆流冷却器より還り來る凝縮液體をアダプターに接続せる劃度器内に於て二層に分別せしめ下層の水のみを殘留し上層は再びフラスク中に歸還せしむる如き様式にしてフラスクを適度に熱するときは茲に敍上の循環作用を起し檢體の保有せる水は全部劃度器中に次第に集積するを以て其容積を觀測して水分定量の目的を達するなり。最初に考案したる

装置は第一圖に示すが如きものにしてAは容積凡そ五〇〇㊦の二首フラスコBはアダプターCは劃度器Dは逆流冷却器なり。先、檢體若干量を秤量してAに入れ其上にトルオール凡そ一〇〇—二〇〇㊦を注ぐべし。此際秤量すべき檢體の量は其水分含有率の高低に隨つて定むべきは勿論なるが要するに最後に劃度器内に集蓄する水の量が一㊦以上一〇㊦以下となる様豫め注意するを要す。又劃度器に集積する水は〇・〇二㊦を區別すること困難なるを以て檢體の秤量は五〇〇分の一の正確さにて充分なるものなれば稍々敏感なる上皿天秤を使用するを可とす。各部分をコルク栓を以て圖に示す通りに連結したる後フラスコを砂浴、空氣浴、油浴、若しくは金屬浴上にて加熱し内部のトルオールが活潑に沸騰を持續する様加熱を調節すべし。然らばトルオールは檢體の有する水分を伴ひ矢の示す方向に循環を開始するを以て約二時間にて檢體は全く乾燥し、其保有せし水はCに溜り、劃度器内の上層液は全く透明となるを以て於此加熱を停止し、冷却後水の容積を度盛に隨つて觀測せば可なり



第 二 圖

るものなれば稍々敏感なる上皿天秤を使用するを可とす。各部分をコルク栓を以て圖に示す通りに連結したる後フラスコを砂浴、空氣浴、油浴、若しくは金屬浴上にて加熱し内部のトルオールが活潑に沸騰を持續する様加熱を調節すべし。然らばトルオールは檢體の有する水分を伴ひ矢の示す方向に循環を開始するを以て約二時間にて檢體は全く乾燥し、其保有せし水はCに溜り、劃度器内の上層液は全く透明となるを以て於此加熱を停止し、冷却後水の容積を度盛に隨つて觀測せば可なり

り。キシロールをトルオールに代用するは特に急速を要し、且檢體がキシロールの沸點附近に於て稍々安定なる物質なるを必要條件とす。此装置は單簡にして甚便利なれ共、二首フラスクの首の部分並びに、各接續を司れるコルク栓の附近に、常に水球の附着するを見、且最初の間に此現象著しきを以てコルクの細孔が一部の水を吸収する虞なしとせず。

此缺點を除かんが爲に、次に考案せし装置は第二圖の如く、接續を全部磨合はせとなし、アダプターと劃度器とを融合せしめたるものなり。此装置に於て特に有利なるは接觸が磨合はせなる爲何れの部分も均等に蒸氣の通路となり、最初の中は處々に水球の附着するを見るも、夫等は速かに消失すること其一なり。又劃度部と蒸氣通路とを連絡せる管は恰も *Periodic Syphon* を形成せるを以て、劃度部に溜る乳狀液に沈降分別の餘裕を與ふるを以て、循環沸騰の時間を節約し得ること其二なり。其他裝置の組立てに於て第一圖のものはコルクの挿入に際し、各部の調節稍々困難なれども第二圖の者に於ては全く調節を要せず、唯單に磨合せの連結部を緊密に結合せしめ、適當なるクランプをして保持せしむるを要するのみなれば取扱に甚便利なり。

三、實驗

先、實驗誤差の程度を知らんが爲、豫め乾燥したる脱脂綿、脂油、陶土等を檢體とし之に若干の水分を與へたる後一方に於て本裝置により、水分の定量を行ふと同時に、他方に於て通常の方法を用ひて分析を行ひ、其等の結果を比較したるが、何れの場合に於ても、實在水量の九五%以上に相當する結

果を與ふるを知り得たり。

檢體	檢體の重量	水分實在量	通常法による		本装置による		時間	誤差
			分析結果	結果	分析結果	結果		
脱脂綿	一〇・〇〇瓦	五・〇〇瓦	五・〇一一%	四・九〇%	二・〇〇	(-)	二・〇%	
同	一〇・〇〇"	四・〇〇"	三・九九三"	四・〇〇"	二・〇〇			
同	一〇・〇〇"	三・〇〇"	三・〇〇五"	二・九五"	二・五	(-)	一・七"	
同	一〇・〇〇"	二・〇〇"	二・〇〇二"	二・〇〇"	二・〇〇			
同	一〇・〇〇"	一・〇〇"	〇・九九八"	〇・九五"	二・五	(-)	五・〇"	
脂肪	二〇・〇〇"	二・五〇"	二・四三七"	二・四五"	二・〇〇	(-)	二・〇"	
同	二〇・〇〇"	二・七五"	二・七三三"	二・六五"	二・〇〇	(-)	三・七"	
陶土	五〇・〇〇"	五・〇〇"	四・九五〇"	五・〇〇"	二・〇〇			
同	五〇・〇〇"	五・〇〇"	五・〇二一"	五・〇五"	二・五	(+)	一・〇"	

以上は何れも溶媒として、市販の純トルオールを乾燥再溜することなしに使用したるものなるが、實驗の誤差は多くの場合に負二乃至三%最大の場合に負五%を呈す。但最後の陶土に對する誤差は正值を有するが如きも、此は恐らくは水分實在量の推定に誤謬ありしに基くものならんか。次にトルオールに代ふるに、キシロール、並びにキシロールとトルオールの混合體、トルオールとベンゾールの混合體、ベンゾール、石油、石油エーテル等を以てし、溫度の分析結果に及ぼす影響を試験したるが、

多くの場合に於てキシロールを使用すれば分析に要する時間を短縮し得たるも、二三の場合に檢體の分解が之に伴ふことを認めたり。又ベンゾールを添用するときは實驗時間を延長するを要し、ベンゾールのみなれば凡そ二十時間を要し石油エーテル（沸點六〇—七〇度）を以てする時は百時間を費すも尙其結果は過小なることを經驗したり。

四、實驗の結果

次に參考の爲各種の檢體につき本装置を用ゐて分析し得たる水分含有率を表示す。但何れも溶媒としては凡そ百乃至百五十蚝の市販トルオールを使用し、大約二乃至二・五時間の加熱の後、冷却して其水容を觀測したるものなるが、尙對照の爲め通常の方法によりて得たる結果をも附記したり。

檢體	檢體重量(g)	水ノ容積(ml)	含水率	在來法ニヨル
			含水率	水ノ率
アスファルト	五〇・〇	〇・三〇	〇・六〇	〇・五五
同(雲南産)	五〇・〇	〇・一二	〇・二四	—
石炭	五〇・〇	〇・二六	〇・五二	〇・五一
同	五〇・〇	一・九〇	三・八〇	三・八五
同	五〇・〇	三・三〇	六・六〇	六・五〇
樟腦油	六〇・〇	〇・三〇	〇・五〇	〇・四八
同	五〇・〇	二・〇〇	四・〇〇	—

新水分定量装置及其實驗成績

粗製樟腦	五〇・〇	一・八〇	三・六〇	三・九
同	五〇・〇	二・〇〇	四・〇〇	四・〇
蓖麻子油	五〇・〇	〇・一〇	〇・二〇	—
木タール	五〇・〇	〇・三八	〇・七〇	〇・九五?
バター	一〇・〇	一・一〇	一・一〇	—
煉乳	二〇・〇	五・〇二	二五・一	二三・二?
卵白(家鴨)	一〇・〇	八・〇二	八・〇二	—
卵黃(同)	一〇・〇	四・八〇	四・八〇	四五・〇?
碎米(シヤム産)	二五・〇	三・二〇	一二・八	—
糖蜜	一〇・〇	二・七二	二七・二	二六・八
赤糖	五〇・〇	三・二四	六・四八	—
赤ザラメ	五〇・〇	〇・五〇	一・〇〇	—
白糖	五〇・〇	〇・五二	一・〇四	—
牛肉	一〇・〇	七・四〇	七四・〇	—
醬油	一〇・〇	八・〇〇	八〇・〇	八〇・一
同	一〇・〇	六・四〇	六四・〇	六三・六

報 文

石炭タール	一六・〇	六・〇〇	三七・五	二八・〇—三八・?
大豆粕	五〇・〇	九・〇〇	一八・〇	
鋸屑(杉)	一〇・〇	三・七〇	三七・〇	
同(檜)	二〇・〇	三・〇〇	一五・〇	
豚毛	二〇・〇	二・八〇	一四・〇	一四・〇
毛絲	一八・五	二・二〇	一一・九	
綿絲	三一・五	二・六〇	八・三	
絹絲	六〇・五	六・三〇	一〇・四	

要するに本装置を使用するときは、各種物料の水分の定量分析を甚簡單且容易に遂行するを得べく其正確さも大約實在量の九五%以上を指示するを以て、工業材料、肥料、食料品等の取扱、取引等に際し特に應用する價值あるものと信ず。(於臺灣總督府中央研究所)